

.....

THÈSE

En cotutelle

Présentée à la Faculté des Sciences Semlalia pour obtenir le grade de :

Docteur

CED : Sciences, Techniques et Ingénierie
Spécialité : Géologie Appliquée, Géoresources

CARACTERISATION DES ARGILES UTILISEES DANS LE SECTEUR DE LA TERRE CUITE DE LA REGION DE MARRAKECH EN VUE D’AMELIORER LA QUALITE DES PRODUITS

Par :

Hicham EL BOUDOUR EL IDRISSI

(DERNIER DIPLÔME : Master, SPECIALITE : Métallogénie)

Soutenue publiquement le 30 juin 2017

devant la commission d’examen :

Président	Latifa SAADI	P.E.S.	FST- Marrakech
Directeur	Lahcen DAOUDI	P.E.S.	FST- Marrakech
Co-directrice	Nathalie FAGEL	Professeure	Université de Liège
Examineur	Frédéric COLLIN	Professeur	Université de Liège
Rapporteurs	Rachid HAKKOU	P.E.S.	FST- Marrakech
	Khalid RKHA CHAHAM	P.E.S.	Faculté des Sciences Semlalia

RESUME * ABSTRACT * ملخص *

Cette étude a pour objet de caractériser les matières premières argileuses qui sont en cours d’exploitation et d’utilisation dans le secteur de terre cuite (poterie et matériaux de construction) de la région de Marrakech. Elle vise l’amélioration de la qualité des produits dans 12 sites recensés dans un rayon de 10 à 80 km autour de la ville de Marrakech, où sont actives plus de 850 potiers répartis sur environ 550 ateliers. Cette caractérisation a aussi pour objet l’établissement d’une base de données sur les propriétés des matières premières de Marrakech et sur les caractéristiques des produits. Cela aidera lors du choix des matériaux les plus adéquats, qui génèrent le moins de défauts, lors de la restauration des sites historiques de la ville et lors de la liaison des céramiques archéologiques avec leur source possible de matériau argileux

Au total 34 échantillons de matières premières argileuses ont été collectés sur les différents sites étudiés. 26 pâtes céramiques ont été formées à partir de ces matières premières. Les pâtes céramiques ont été caractérisées pour leurs compositions granulométriques (tamisage semi-humide et granulo-laser), chimiques (XRF), minéralogiques (XRD), plasticités (Limites d’Atterberg), teneurs en carbonates (calcimétrie de Bernard), comportement au séchage (courbe de Bigot) et perte au feu. Les produits cuits ont été caractérisés par le retrait à la cuisson, la porosité à l’eau, les résistances mécaniques à la flexion et à la compression et par le MEB couplé à l’EDX.

Les pâtes céramiques étudiées montrent une large variation granulométrique : argile (18-66%), limon (12-53%) et sable (5-65%). Du point de vue minéralogique, elles sont composées essentiellement de minéraux argileux (25-60%), de quartz (20-55%), de feldspaths (5-35%), de carbonates (≤15%), de diopside (5-10%) et d’hématite (1-3%). Les minéraux argileux sont formés par l’illite (10-40%), la kaolinite (5-15%), les interstratifiés (≤10%), une association de talc et de pyrophyllite (≤10%), la vermiculite (≤5%) et la chlorite (≤5%). La composition chimique montre que les pâtes sont composées majoritairement de SiO₂ (48-74%), Al₂O₃ (12-20%), Fe₂O₃ (3-8%), CaO (0,4 à 8%), K₂O (2-5%), MgO (0,5-3,5%), Na₂O (0,1-2%), TiO₂ (0,8-1,2%), P₂O₅ (≤ 0,4%) et MnO (≤ 0,3%). La plasticité varie d’une pâte à l’autre avec des indices de plasticité compris entre 15 à 32. Le retrait au séchage est compris entre 4 et 10%. Pour une cuisson à 1050°C, le retrait à la cuisson des différentes pâtes est compris entre 0,5 et 5%. Les transformations minérales à la cuisson sont très diversifiées d’un échantillon et d’un site à l’autre.

La comparaison des résultats obtenus montre que la granulométrie, la minéralogie et le degré de diagenèse sont les principaux facteurs qui contrôlent la plasticité. Nous avons mis en évidence une relation entre les propriétés des pâtes (la granulométrie, la minéralogie et la plasticité) et le type de produit confectionné.

Nous avons proposé des solutions pour chacun des nombreux défauts observés (mauvaise qualité de matière première, éclatement de grains de chaux, efflorescence de chaux, procédure de séchage inadéquate, fissurations, boursouffures et cloques, cœurs noirs, tressailage et fours de mauvaise qualité). Par ailleurs, cette étude a valorisé les matières premières argileuses de la région de Marrakech pour être utilisées dans le domaine de production des matériaux de construction.

Mot clés : *Argile, terre cuite, défauts, caractérisation, propriétés, valorisation, Marrakech.*

* * * * *

The purpose of this study is to characterize the clay raw materials being exploited and used in the earthenware sector (pottery and building materials) of Marrakech region. It aims to improve product quality in 12 sites within a radius of 10 to 80 km around the city of Marrakech, where are active more than 850 potters spread over about 550 workshops. This characterization also aims to establish a database on the properties of the raw materials of Marrakech and on the characteristics of the products. This will help in the selection of the most suitable materials, which generate the least defects, in restoring the historical sites of the city and in linking archaeological ceramics with their possible sources of clayey materials.

A total of 34 samples of clay raw materials were collected from the various studied sites. 26 ceramic pastes were formed from these raw materials. Ceramic pastes have been characterized for their particle size (semi-wet sieving and laser particles size), chemical (XRF) and mineralogical compositions (XRD), plasticities (Atterberg limits), carbonate content (Bernard’s calcimetry), drying behaviour (Bigot curve) and loss on ignition. The fired products were characterized by firing shrinkage, water porosity, compressive and flexural strengths and by SEM combined with EDX.

The studied ceramic pastes show a large particle size variation: clay (18-66%), silt (12-53%) and sand (5-65%). Mineralogically, they are composed mainly of clay minerals (25-60%), quartz (20-55%), feldspars (5-35%), carbonates (≤15%), diopside (5-10%) and hematite (1-3%). Clay minerals are formed by illite (10-40%), kaolinite (5-15%), interstratified (≤10%), talc and pyrophyllite (≤10%), vermiculite (5%) and chlorite (≤5%). The chemical composition shows that most of the pastes are composed of SiO₂ (48-74%), Al₂O₃ (12-20%), Fe₂O₃ (3-8%), CaO (0.4-8%), K₂O (2-5%), MgO (0.5-3.5%), Na₂O (0.1-2%), TiO₂ (0.8-1.2%), P₂O₅ (≤ 0.4%) and MnO (≤ 3%). Plasticity varies from one paste to another with plasticity indices between 15 and 32. The shrinkage on drying is between 4 and 10%. For a firing temperature of 1050°C, the firing shrinkage of the various pastes is between 0.5 and 5%. The mineral transformations during firing are very diversified from one sample to another and from one site to another.

The comparison of the obtained results shows that granulometry, mineralogy and degree of diagenesis are the main factors controlling plasticity. We showed a relationship between the properties of the pastes (particle size, mineralogy and plasticity) and the type of product.

We proposed solutions for each of the many observed defects (poor quality of raw material, lime blowing, lime efflorescence, inadequate drying procedure, cracking, blisters, black hearts, crazing and poor ovens quality). In addition, this study valued the clay raw materials of the Marrakech region for the use in the field of building materials production.

Key words: *Clay, earthenware, defects, characterization, properties, valorisation, Marrakech.*

* * * * *

تهدف هذه الدراسة إلى تحديد خصائص المواد الطينية الخام المستعملة والمستخدمّة حالياً في صناعة الفخّار ومواد البناء بمنطقة مراكش. يهدف هذا التّوصيف إلى تحسين جودة المنتجات في 12 موقع منتج متموقع شعاع قدره 10 إلى 80 كيلومتر حول مدينة مراكش، حيث ينشط أكثر من 850 من حرفيي الخزف في حوالي 550 ورش عمل. كما يهدف هذا التّوصيف إلى إنشاء قاعدة بيانات حول خصائص المواد الطينية الخام بمراكش وخصائص المنتجات ممّا سيساعد على اختيار المواد الأكثر ملائمة، التي تولد أقل العيوب حين ترميم المواقع التّاريخية في المدينة وعند ربط الخزف الأثرية مع مصدرها المحتمل من مواد طينية.

تمّ جمع 34 عيّنة من المواد الطينيّة من المواقع المدروسة. تمّ تشكيل 26 عجينة صلصال من هذه المواد الخام. تمّ توصيف مكونات الصلصال من ناحية قدّ الحبيبات (غريبة نصف مائية وبالليزر)، المكونات الكيميائية (طيف الأشعّة السينية الفلورية: XRF)، المكونات المعدنية (حيود الأشعّة السينية: XRD)، اللدونة (حدود Atterberg)، محتوى الكربونات (Bernard’s calcimetry)، والملوك أثناء التّجفيف (منحنى Bigot) والخسارة تحت النّار. كما أنّه تمّ توصيف القطع الفخّارية من ناحية الانكماش تحت النار، مسامية المياه، المقاومة الميكانيكية للتّنيّ والصّغط وكذا بالمجهر الإلكتروني (SEM) مصحوب بقياس طيف تشتّت الطاقة (EDX).

تظهر العجائن الصلصالية المدروسة اختلاف واسع في حجم الحبيبات: طين (18-66%)، طمي (12-53%) ورمل (5-35%). من الناحية المعدنية، فهي تتكون أساسا من معادن الطين (25-60%)، الكوارتز (20-55%)، الفلدسبار (5-35%)، الكربونات (≥15%)، ديوبسيد (5-10%) والايمايتيت (1-3%). تتشكل المعادن الطينية من الإليت (10-40%)، الكولنيت (5-15%)، معادن الطين المتعاقبة (≥10%)، مركب من الطلق والبروفيليت (≥10%)، الفيرميكلوليت (≥5%)، والكلوريت (≥5%). ويبين التّركيب الكيميائي أنّ الصلصال يتكون أساسا من SiO₂ (48-74%)، Al₂O₃ (12-20%)، Fe₂O₃ (3-8%)، CaO (0.4-0.8%)، K₂O (2-5%)، MgO (0.5-3.5%)، Na₂O (0.1-0.2%)، TiO₂ (0.8-1.2%)، P₂O₅ (≥0.4%) و MnO (≥0.3%). اللدونة تختلف من عجينة صلصال إلى أخرى مع مؤشرات لدونة تتراوح قيمها بين 15 و 32. تتراوح قيم انكماش التجفيف ما بين 4 و 10%. يتراوح انكماش مختلف القطع الخزفية ما بين 0.5 و 5% تحت تأثير نار درجة حرارتها 1050 درجة مئوية. تحت تأثير النار تتعرض المعادن لتحوّلات جدّ متنوّعة بين مختلف العينات والمواقع المدروسة.

تبيّن المقارنة بين النتائج أنّ العوامل الأساسية التي تحكّم اللدونة هي حجم الحبيبات، نوعية المعادن ودرجة تشكّل الصخور الرسوبية. مكنت هذه الدراسة من إثبات وجود علاقة بين خصائص الصلصال (حجم الحبوب، المعادن واللّدونة) ونوعية المنتجات الخزفية.

اقترحنا حلول لكل عيوب المنتجات الخزفية (رداءة نوعية المواد الخام، رقع حبوب الجير، طفوح الجير، إجراءات تجفيف غير مناسبة، شقوق، ظهور انتفاخات وتقوب، سواد داخلي، تجزع وضعف جودة الافران). وعلاوة على ذلك، ساعدت هذه الدراسة على تّمين المواد الخام الطينية في منطقة مراكش لاستخدامها في مجال إنتاج مواد البناء.

الكلمات المفتاحية: *الطين، العيوب، توصيف، خصائص، تّمين، مراكش.*

.....

THÈSE

En cotutelle

Présentée à la Faculté des Sciences Semlalia pour obtenir le grade de :

Docteur

CED : Sciences, Techniques et Ingénierie
Spécialité : Géologie Appliquée, Géoressources

CARACTERISATION DES ARGILES UTILISEES DANS LE
SECTEUR DE LA TERRE CUITE DE LA REGION DE MARRAKECH
EN VUE D'AMELIORER LA QUALITE DES PRODUITS

Par :

Hicham EL BOUDOUR EL IDRISSE

(DERNIER DIPLÔME : Master, SPECIALITE : Métallogénie)

Soutenue publiquement le 30 juin 2017 devant la commission d'examen :

Président	Latifa SAADI	P.E.S.	FST- Marrakech
Directeur	Lahcen DAOUDI	P.E.S.	FST- Marrakech
Co-directrice	Nathalie FAGEL	Professeure	Université de Liège
Examineur	Frédéric COLLIN	Professeur	Université de Liège
Rapporteurs	Rachid HAKKOU	P.E.S.	FST- Marrakech
	Khalid RKHA CHAHAM	P.E.S.	Faculté des Sciences Semlalia

FICHE PRESENTATIVE DE LA THESE

Auteur	El Boudour El Idrissi Hicham
Intitulé du travail	Caractérisation des argiles utilisées dans le secteur de la terre cuite de la région de Marrakech en vue d'améliorer la qualité des produits
Spécialité	Géologie appliquée, Géorressources
Directeur	Lahcen Daoudi, Professeur d'Enseignement Supérieur, Laboratoire Géosciences et Environnement, Faculté des Sciences et Techniques Marrakech.
Co-directrice	Nathalie Fagel, Professeure, Laboratoire Argiles, Géochimie et Environnements sédimentaires, Université de Liège.
Lieux de réalisation des travaux	<ul style="list-style-type: none"> - Laboratoire Géoscience et Environnement (LGSE), Faculté des Sciences et Techniques, Université Cadi Ayyad, Marrakech. - Laboratoire Argiles, Géochimie et Environnements sédimentaires (AGEs), Université de Liège, Belgique. - Laboratoire Architecture, Géologie, Environnement et Construction (ArGEnCo), Université de Liège, Belgique.
Période de réalisation des travaux de thèse	Quatre ans et demi : Janvier 2013 à Juin 2017.
Rapporteurs	<ul style="list-style-type: none"> - Frédéric Collin, Professeur, Université de Liège. - Rachid Hakkou, Professeur d'Enseignement Supérieur, Faculté des Sciences et Techniques Marrakech. - Khalid Rkha Chaham, Professeur d'Enseignement Supérieur, Faculté des Sciences Semlalia. - Luc Courard, Professeur, Université de Liège.
Cadres de coopération et soutien	<ul style="list-style-type: none"> - Projet de coopération bilatérale Maroc-Communauté Française de Belgique (WBI, Projet 2.3), entre la Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech et l'Université de Liège (bourse de 2 mois). - Projet CNRST dans les Domaines Prioritaires de la Recherche Scientifique et du Développement Technologique (Réf. : PPR1/2015/63). - Bourse par l'Administration Recherche et Développement (RD/DIR-vdu/2014.5375), Université de Liège (bourse de 10 mois).
Stages de recherche scientifiques réalisés dans le cadre de cette thèse	<ul style="list-style-type: none"> - 15 Février 2015 au 17 Juin 2015 : Stage de 7 mois à l'Université de Liège (ULg) au laboratoire AGEs. - 7 Avril 2014 au 5 Juillet 2014 : Stage de 3 mois à l'Université de Liège (ULg) aux laboratoires AGEs et ArGEnCo. - 20 Octobre 2013 au 20 Décembre 2013 : Stage de 2 mois à l'Université de Liège (ULg) aux laboratoires AGEs et ArGEnCo.
Articles publiés dans des revues internationales	<ul style="list-style-type: none"> - El Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., El Ouahabi, M., Balo Madi, A., Collin F. & Fagel N. (2016). Suitability of soils and river deposits from Marrakech for the manufacturing of earthenware. Applied Clay Science, 2016, vol. 129, p. 108-115. (Impact Factor: 2.586). - El Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., El Ouahabi & Fagel N. (2016). Flaws linked to lime in pottery of Marrakech (Morocco). Journal of Materials and Environmental Science 7 (10) (2016) p. 3738-3745. (Impact Factor: 1.21). - El Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., Collin, F., & Fagel, N. (2014). Caractérisation de colluvions triasiques utilisés dans l'élaboration d'ustensiles rustiques de cuisson, cas de Talatast (Région de Marrakech, Maroc). Verres, Céramiques & Composites, 3(2), 18-22. - El Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., El Ouahabi, Collin F. & Fagel N. (2017). Influence of clay composition and lithology on the industrial potential of earthenware. Journal of Construction and Building Materials, (Soumis). (Impact Factor: 3.169). - Daoudi, L., Knidiri, A., El Boudour El Idrissi, H., Rhouta, B., & Fagel, N. (2015). Role of the texture of fibrous clay minerals in the plasticity behavior of host materials (Plateau du Kik, Western High Atlas, Morocco). Applied Clay Science, 118, 283-289 (Impact Factor: 2.586). - Daoudi, L., El Boudour El Idrissi, H., Saadi, L., Albizane, A., Bennazha, J., Waqif, M., El Ouahabi, M., & Fagel, N. (2014). Characteristics and ceramic properties of clayey materials from Amezmiz region (Western High Atlas, Morocco). Applied Clay Science, 102, 139-147 (Impact Factor: 2.586).

<p>Communications présentées dans des congrès internationaux</p>	<ul style="list-style-type: none"> - EL Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., Collin, F., Fagel, N., (2015, November 11). Aptitude des sols semi-arides pour la fabrication de céramiques traditionnelles (cas de la région de Marrakech). Présentation orale à la 8^{ème} Rencontre des Quaternaristes Marocains (RQM8) Nador, Maroc. - EL Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., Fontaine, F., Collin, F., & Fagel, N. (2015, July 7). Identification of the main parameters controlling the plasticity of ceramic pastes: The case study of the Marrakech region (Morocco). Poster session presented at EuroClay 2015 - the quadrennial meeting of the European Clay Groups Association (ECGA), Edinburgh, Scotland. - EL Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., Collin, F., & Fagel, N. (2015, May 19). <i>The influence of lithology on the mechanical strength and porosity of terra-cotta, the case study of Marrakech region (Morocco)</i>. Poster session presented at 13^{ème} Colloque du Groupe Français des Argiles, Clermont-Ferrand, France. - El Ouahabi, M., Daoudi, L., EL Boudour El Idrissi, H., Collin, F., & Fagel, N. (2014, October 27). <i>Recyclage des briques cassées pour améliorer les propriétés céramiques des argiles plastiques (Meknès, Maroc)</i>. Poster session presented at 24^e Réunion des Sciences de la Terre, Pau, France. - EL Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., El Ouahabi, M., Collin, F., & Fagel, N. (2014, October). Utilisation des résidus de lavage des granulats de carrières dans l'élaboration de pièces céramiques (Région de Tamazouzt, Maroc). Paper presented at 24^e Réunion des Sciences de la Terre, Pau, France. - EL Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., El Ouahabi, M., Collin, F., & Fagel, N. (2014, April 04). Caractérisation minéralogique, géochimique et géotechnique des matières premières utilisées dans le site potier d'Agafay (Marrakech, Maroc). Paper presented at 3^{ème} Colloque International de la Céramique CI-CERAM3, Safi, Maroc. - Bajddi, A., Radnaoui, A., Ilmen, S., EL Boudour El Idrissi, H., Zouhair, M., Maacha, L., & Alansari, A. (2013, May 09). <i>Données géologique et minéralogiques des minéralisations du gisement d'Amensif. District Haut Atlas Occidental marocain</i>. Paper presented at La 8^{ème} édition du Colloque International Magmatisme, Métamorphisme et Minéralisations Associées, Marrakech, Maroc. - EL Boudour El Idrissi, H., Knidiri, A., Daoudi, L., & Rhouta, B. (2013, May 09). <i>Microstructural and physicochemical characterization of palygorskite clays from Marrakech High Atlas, Morocco</i>. Poster session presented at the second Symposium on Analytical Chemistry for Sustainable Development - ACSD 2013 and the 4th Federation of African Societies of Chemistry (FASC) Congress, Marrakech, Maroc. - EL Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., & Fagel, N. (2013, May 08). <i>Les gisements d'argiles de la région de Marrakech, Maroc</i>. Poster session presented at La 8^{ème} édition du Colloque International Magmatisme, Métamorphisme et Minéralisations Associées, Marrakech, Maroc.
---	---

AVANT-PROPOS

Ce travail entre dans le cadre d'un projet de coopération bilatérale Maroc-Communauté Française de Belgique, entre la Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech et l'Université de Liège. Il est financé par le Projet de Coopération Wallonie Bruxelles International-Maroc (Réf. Projet 2.3) ainsi que par le Projet CNRST dans les Domaines Prioritaires de la Recherche Scientifique et du Développement Technologique (Réf. : PPR1/2015/63).

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur le professeur Lahcen Daoudi, Directeur de thèse, il a accepté de m'accorder ce sujet en relation avec les argiles. Il m'a fait connaître ce domaine merveilleux au cours de mon projet de fin d'étude de licence. Il m'a initié à la recherche pas à pas. Des dizaines de réunions nous ont rassemblés surtout en première année de thèse où il se dévouait pour m'encadrer, me prêter conseils et m'édifier. Il m'a aussi permis d'effectuer des séjours en Belgique, ce qui m'a aidé à avancer dans mes analyses. Il m'a aidé à améliorer profondément le présent mémoire par de multiples séances de travail. Qu'il trouve ici l'expression de mes remerciements les plus distingués et de ma profonde gratitude.

A Madame la professeure Nathalie Fagel, co-directrice de ce travail, j'adresse mes sincères remerciements pour son accueil dans son laboratoire à Liège et pour sa proposition d'une inscription à l'Université de Liège ce qui m'a permis l'obtention d'un subside de l'Administration Recherche et Développement (ARD, ULg). Qu'elle soit chaudement remerciée pour son encadrement, son suivi et ses qualités humaines exemplaires dont j'essaie de m'imprégner.

Je tiens à remercier l'Administration Recherche et Développement (ARD, ULg) pour m'avoir accordé une bourse de 10 mois en Belgique, ce qui m'a aidé à subvenir logistiquement à mes besoins financiers au cours de cette thèse.

Mes remerciements s'adressent aussi à Monsieur le professeur Frédéric Collin pour sa permission d'accéder au laboratoire « Architecture, Géologie, Environnement et Construction » (ArGEnCo, ULg) afin de réaliser des essais géotechniques et pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie messieurs Rachid Hakkou, Khalid Rkha Chaham et Luc Courard d'avoir bien voulu être rapporteurs de ce mémoire.

Je remercie Monsieur Pierre Illing, ingénieur au laboratoire ArGEnCo (ULg), pour sa disponibilité et son accompagnement lors de l'exécution des essais mécaniques.

Je remercie Monsieur Nicolas Delmelle pour son aide pendant la réalisation de la spectrométrie de fluorescence X tout en gardant une gentillesse exceptionnelle.

Je ne peux oublier de remercier les artisans potiers des sites de poterie de Marrakech de m'avoir accordé tout le temps nécessaire lors des diagnostics sur terrain et de m'avoir permis de collecter les échantillons nécessaires pour la réalisation de cette étude.

Je ne peux oublier de remercier les amis qui m'ont accompagnés ou soutenus durant cette thèse : Dr. Meriam El Ouahabi, Prof. Rachid Hakkou, M. Bijou Naser Adeen, M. Kamal Lahchiri, M. Basri Ozlu, Prof. Abdessamad Khalil, M. Salah Draidia, M. Achille Balo Madi. Mes remerciements s'adressent aussi à mes nombreux collègues (Abdelali Gourfi, Fatima-zahra Ait Itto, Abdellah El Azhari, Brahim Ouargaga, ...) du Laboratoire Géoscience et Environnement (FSTM) pour leur compagnie au cours de la thèse et pour les bons moments qu'on a passé ensemble. Je remercie aussi les personnes agréables que j'ai rencontrées au bâtiment B18 (Elisa Pleuger, Maxime Bajjot, Prof. Frédéric Hatert, ...).

A l'occasion de la rédaction de cette section, j'adresse mes remerciements en particulier à ma grande mère Asmae, ma mère Chadia, ma femme Habiba et mes enfants Moussa et Haroun nés au cours de cette thèse et à mon frère Idriss pour son soutien. Je ne passe pas sans louer et remercier le Détenteur de l'énorme grâce Allah sans qui rien de ça n'aurait existé.

« Tout ce qui est vraiment grand et inspiré n'a été réalisé que par des individus travaillant librement ».

(Albert Einstein)

« Et Pharaon dit : ...Hâmân, allume-moi du feu sur l'argile puis construis-moi une tour... ».

(Sourate Le Récit [28], Verset 38)

RESUME

Cette étude a pour objet de caractériser les matières premières argileuses qui sont en cours d'exploitation et d'utilisation dans le secteur de terre cuite (poterie et matériaux de construction) de la région de Marrakech. Elle vise l'amélioration de la qualité des produits dans 12 sites recensés dans un rayon de 10 à 80 km autour de la ville de Marrakech, où sont actives plus de 850 potiers répartis sur environ 550 ateliers. Cette caractérisation a aussi pour objet l'établissement d'une base de données sur les propriétés des matières premières de Marrakech et sur les caractéristiques des produits. Cela aidera lors du choix des matériaux les plus adéquats, qui génèrent le moins de défauts, lors de la restauration des sites historiques de la ville et lors de la liaison des céramiques archéologiques avec leur source possible de matériau argileux

Au total 34 échantillons de matières premières argileuses ont été collectés sur les différents sites étudiés. 26 pâtes céramiques ont été formées à partir de ces matières premières. Les pâtes céramiques ont été caractérisées pour leurs compositions granulométriques (tamisage semi-humide et granulo-laser), chimiques (XRF), minéralogiques (XRD), plasticités (Limites d'Atterberg), teneurs en carbonates (calcimétrie de Bernard), comportement au séchage (courbe de Bigot) et perte au feu. Les produits cuits ont été caractérisés par le retrait à la cuisson, la porosité à l'eau, les résistances mécaniques à la flexion et à la compression et par le MEB couplé à l'EDX.

Les pâtes céramiques étudiées montrent une large variation granulométrique : argile (18-66%), limon (12-53%) et sable (5-65%). Du point de vue minéralogique, elles sont composées essentiellement de minéraux argileux (25-60%), de quartz (20-55%), de feldspaths (5-35%), de carbonates ($\leq 15\%$), de diopside (5-10%) et d'hématite (1-3%). Les minéraux argileux sont formés par l'illite (10-40%), la kaolinite (5-15%), les interstratifiés ($\leq 10\%$), une association de talc et de pyrophyllite ($\leq 10\%$), la vermiculite ($\leq 5\%$) et la chlorite ($\leq 5\%$). La composition chimique montre que les pâtes sont composées majoritairement de SiO_2 (48-74%), Al_2O_3 (12-20%), Fe_2O_3 (3-8%), CaO (0,4 à 8%), K_2O (2-5%), MgO (0,5-3,5%), Na_2O (0,1-2%), TiO_2 (0,8-1,2%), P_2O_5 ($\leq 0,4\%$) et MnO ($\leq 0,3\%$). La plasticité varie d'une pâte à l'autre avec des indices de plasticité compris entre 15 à 32. Le retrait au séchage est compris entre 4 et 10%. Pour une cuisson à 1050°C, le retrait à la cuisson des différentes pâtes est compris entre 0,5 et 5%. Les transformations minérales à la cuisson sont très diversifiées d'un échantillon et d'un site à l'autre.

La comparaison des résultats obtenus montre que la granulométrie, la minéralogie et le degré de diagenèse sont les principaux facteurs qui contrôlent la plasticité. Nous avons mis en évidence une relation entre les propriétés des pâtes (la granulométrie, la minéralogie et la plasticité) et le type de produit confectionné.

Nous avons proposé des solutions pour chacun des nombreux défauts observés (mauvaise qualité de matière première, éclatement de grains de chaux, efflorescence de chaux, procédure de séchage inadéquate, fissurations, boursouffures et cloques, cœurs noirs, tressailage et fours de mauvaise qualité). Par ailleurs, cette étude a valorisé les matières premières argileuses de la région de Marrakech pour être utilisées dans le domaine de production des matériaux de construction.

Mot clés : *Argile, terre cuite, défauts, caractérisation, propriétés, valorisation, Marrakech.*

ABSTRACT

The purpose of this study is to characterize the clay raw materials being exploited and used in the earthenware sector (pottery and building materials) of Marrakech region. It aims to improve product quality in 12 sites within a radius of 10 to 80 km around the city of Marrakech, where are active more than 850 potters spread over about 550 workshops. This characterization also aims at establishing a database on the properties of the raw materials of Marrakech and on the characteristics of the products. This will help in the selection of the most suitable materials, which generate the least defects, in restoring the historical sites of the city and in linking archaeological ceramics with their possible source of clayey material.

A total of 34 samples of clay raw materials were collected from the various studied sites. 26 ceramic pastes were formed from these raw materials. Ceramic pastes have been characterized for their particle size (semi-wet sieving and laser particles size), chemical (XRF) and mineralogical compositions (XRD), plasticities (Atterberg limits), carbonate content (Bernard's calcimetry), drying behaviour (Bigot curve) and loss on ignition. The fired products were characterized by firing shrinkage, water porosity, compressive and flexural strengths and by SEM combined with EDX.

The studied ceramic pastes show a large particle size variation: clay (18-66%), silt (12-53%) and sand (5-65%). Mineralogically, they are composed mainly of clay minerals (25-60%), quartz (20-55%), feldspars (5-35%), carbonates ($\leq 15\%$), diopside (5-10%) and hematite (1-3%). Clay minerals are formed by illite (10-40%), kaolinite (5-15%), interstratified ($\leq 10\%$), talc and pyrophyllite ($\leq 10\%$), vermiculite (5%) and chlorite ($\leq 5\%$). The chemical composition shows that most of the pastes are composed of SiO_2 (48-74%), Al_2O_3 (12-20%), Fe_2O_3 (3-8%), CaO (0.4-8%), K_2O (2-5%), MgO (0.5-3.5%), Na_2O (0.1-2%), TiO_2 (0.8-1.2%), P_2O_5 ($\leq 0.4\%$) and MnO ($\leq 3\%$). Plasticity varies from one paste to another with plasticity indices between 15 and 32. The shrinkage on drying is between 4 and 10%. For a firing temperature of 1050°C, the firing shrinkage of the various pastes is between 0.5 and 5%. The mineral transformations during firing are very diversified from one sample to another and from one site to another.

The comparison of the obtained results shows that granulometry, mineralogy and degree of diagenesis are the main factors controlling plasticity. We showed a relationship between the properties of the pastes (particle size, mineralogy and plasticity) and the type of product.

We proposed solutions for each of the many observed defects (poor quality of raw material, lime blowing, lime efflorescence, inadequate drying procedure, cracking, blisters, black hearts, crazing and poor ovens quality). In addition, this study valued the clay raw materials of the Marrakech region for the use in the field of building materials production.

Key words: Clay, earthenware, defects, characterization, properties, valorisation, Marrakech.

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تحديد خصائص المواد الطينية الخام المستغلة والمستخدمه حاليا في صناعة الفخار ومواد البناء بمنطقة مراكش. يهدف هذا التوصيف إلى تحسين جودة المنتجات في 12 موقع منتج متموقع شعاع قدره 10 إلى 80 كيلومتر حول مدينة مراكش، حيث ينشط أكثر من 850 من حرفيي الخزف في حوالي 550 ورش عمل. كما يهدف هذا التوصيف إلى إنشاء قاعدة بيانات حول خصائص المواد الطينية الخام بمراكش وخصائص المنتجات مما سيساعد على اختيار المواد الأكثر ملائمة، التي تولد أقل العيوب حين ترميم المواقع التاريخية في المدينة وعند ربط الخزف الأثرية مع مصدرها المحتمل من مواد طينية.

تم جمع 34 عينة من المواد الطينية المدروسة. تم تشكيل 26 عجينة صلصال من هذه المواد الخام. تم توصيف مكونات الصلصال من ناحية قدر الحبيبات (غربلة نصف مائيه وبالليزر)، المكونات الكيميائية (طيف الأشعة السينية الفلورية: XRF)، المكونات المعدنية (حيود الأشعة السينية: XRD)، اللدونة (حدود Atterberg)، محتوى الكربونات (Bernard's calcimetry)، والسلوك أثناء التجفيف (منحنى Bigot) والخسارة تحت النار. كما أنه تم توصيف القطع الفخارية من ناحية الانكماش تحت النار، مسامية المياه، المقاومة الميكانيكية للتثني والضغط وكذا بالمجهر الإلكتروني (SEM) مصحوب بقياس طيف تشتت الطاقة (EDX).

تظهر العجائن الصلصالية المدروسة اختلاف واسع في حجم الحبيبات: طين (18-66%)، طمي (12-53%) ورمل (5-35%). من الناحية المعدنية، فهي تتكون أساسا من معادن الطين (25-60%)، الكوارتز (20-55%)، الفلسبار (5-35%)، الكربونات ($\geq 15\%$)، ديوسيد (10-5%) والإيماتيت (3-1%). تتشكل المعادن الطينية من الإليت (10-40%)، الكولنيت (5-15%)، معادن الطين المتعاقبة ($\geq 10\%$)، مركب من الطلق والبروفيليت ($\geq 10\%$)، الفيرميكليت ($\geq 5\%$) والكلوريت ($\geq 5\%$). ويبين التركيب الكيميائي أن الصلصال يتكون أساسا من SiO_2 (48-74%)، Al_2O_3 (12-20%)، Fe_2O_3 (3-8%)، CaO (0.4-8%)، K_2O (2-5%)، MgO (0.5-3.5%)، Na_2O (0.1-2%)، TiO_2 (0.8-1.2%)، P_2O_5 ($\geq 0.4\%$) و MnO ($\geq 0.3\%$). اللدونة تختلف من عجينة صلصال إلى أخرى مع مؤشرات لدونة تتراوح قيمها بين 15 و 32. تتراوح قيم انكماش التجفيف ما بين 4 و 10%. يتراوح انكماش مختلف القطع الخزفية ما بين 0.5 و 5% تحت تأثير نار درجة حرارتها 1050 درجة مئوية. تحت تأثير النار تتعرض المعادن لتحولات جد متنوعه بين مختلف العينات والمواقع المدروسة.

تبين المقارنة بين النتائج أن العوامل الأساسية التي تحكم اللدونة هي حجم الحبيبات، نوعية المعادن ودرجة تشكل الصخور الرسوبية. مكنت هذه الدراسة من إثبات وجود علاقة بين خصائص الصلصال (حجم الحبوب، المعادن واللدونة) ونوعية المنتجات الخزفية.

اقترحنا حلول لكل عيوب المنتجات الخزفية (رداءة نوعية المواد الخام، رقع حبوب الجير، طفوح الجير، إجراءات تجفيف غير مناسبة، شقوق، ظهور انتفاخات وثقوب، سواد داخلي، تجزغ وضعف جودة الأفران). وعلاوة على ذلك، ساعدت هذه الدراسة على تمييز المواد الطينية في منطقة مراكش لاستخدامها في مجال إنتاج مواد البناء.

الكلمات المفتاحية: الطين، العيوب، توصيف، خصائص، تمييز، مراكش.

TABLE DES MATIÈRES

Fiche présentative de la thèse	I
Avant-Propos	III
Résumé	VII
Abstract	VIII
ملخص	VIII
Table des matières	IX
Introduction	1
Chapitre I - Introduction à la terre cuite	3
I.1. La terre cuite	5
I.2. Vocabulaire du céramiste	7
I.3. Composition des matières premières.....	8
I.3.1. Les minéraux argileux.....	8
I.3.2. Les fondants	10
I.3.3. Le quartz	12
I.4. Processus de fabrication.....	12
I.4.1. Les étapes de fabrication.....	12
I.4.2. Les types d'eau et leurs départs lors du séchage et de la cuisson	13
I.4.3. Cuisson.....	15
I.5. Les défauts en céramique traditionnelle.....	19
I.5.1. Défauts liés à l'argile	19
I.5.2. Défauts liés à la fabrication.....	19
I.5.3. Défauts liés au séchage	20
I.5.4. Défauts liés aux décors	20
I.5.5. Défauts liés à la cuisson	21
I.6. La céramique au Maroc.....	23
I.7. La terre cuite à Marrakech	25
Chapitre II - Caractéristiques des sites étudiés	27
Introduction	29
II.1. Zone d'étude.....	30
II.1.1. Localisation et produits des sites étudiés	30
II.1.2. Cadre géographique et climatique de la zone d'étude	32
II.1.3. Cadre géologique	33
II.1.4. Matières premières argileuses dans la région de Marrakech.....	35
II.2. Matériaux étudiés	37
II.2.1. Echantillonnage et formulations	37
II.2.2. Procédures de confection	40
II.3. Les Défauts.....	46
II.3.1. Défauts liés à la matière première.....	46
II.3.2. Défauts liés à la préparation de la pâte.....	46
II.3.3. Séchage	48
II.3.4. Cuisson.....	48
Chapitre III - Méthodes d'étude.....	51

Introduction	53
III.1. Analyse granulométrique	53
III.1.1. Analyse granulométrique par tamisage	53
III.1.2. Analyse granulométrique laser.....	54
III.2. Diffractométrie des rayons X (DRX).....	55
III.3. La fluorescence des rayons X.....	57
III.4. La calcimétrie.....	58
III.5. Les limites d'Atterberg	58
III.6. Comportement au séchage par la courbe de Bigot.....	60
III.7. La perte au feu.....	61
III.8. Le retrait à la cuisson	61
III.9. Porosité à l'eau des éprouvettes cuites.....	63
III.10. Résistance mécanique à la flexion et à la compression.....	63
III.11. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	64
Chapitre IV - Résultats de caractérisation.....	65
IV.1. Composition des pâtes.....	67
IV.1.1. Composition lithologique.....	67
IV.1.2. Composition granulométrique.....	67
IV.1.3. Composition minéralogique	69
IV.1.4. Composition chimique	76
IV.2. Comportement géotechnique des pâtes	80
IV.2.1. Plasticité.....	80
IV.2.2. Séchage	81
IV.3. Caractéristiques du tesson cuit.....	85
IV.3.1. Retrait à la cuisson	85
IV.3.2. Porosité apparente	85
IV.3.3. Les résistances mécaniques.....	85
IV.4. Caractérisation minéralogique des tessons cuits en milieu oxydant	86
Chapitre V - Interprétation et discussion des résultats.....	91
Introduction	93
V.1. Paramètres influençant la plasticité.....	93
V.1.1. Influence de la granulométrie	93
V.1.2. Influence de la minéralogie des argiles.....	97
V.2. Evolution et contrôle du séchage	98
V.2.1. Variation des paramètres de Bigot au cours du séchage	98
V.2.2. Relation entre la plasticité et la forme des courbes de Bigot	98
V.2.3. Evolution de la porosité	100
V.2.4. Phase d'accélération du séchage :	100
V.3. Liens entre les propriétés de la pâte et les propriétés de la terre cuite	100
V.3.1. Influence de la plasticité des pâtes sur la forme et la taille des pièces.....	100
V.3.2. Lien entre la granulométrie de la pâte et la taille des pièces.....	101
V.3.3. Lien entre la granulométrie de la pâte et la résistance aux chocs thermiques.....	101
V.3.4. Rôle de la composition minéralogique et granulométrique	102
V.3.5. Rôle de la composition chimique.....	104
V.4. transformations liées à la cuisson.....	105
V.5. Interprétation des défauts céramiques dans les sites étudiés.....	107
V.5.1. Défauts liés aux matières premières.....	107

V.5.2. Défauts liés au séchage	108
V.5.3. Les défauts liés aux grains de carbonates	108
V.5.4. Hétérogénéité de couleur	112
V.5.5. Vitrification totale	114
V.5.6. Tessons à cœur noir	114
V.5.7. Tressailage	114
V.6. Perspectives industrielles	115

Chapitre VI - Conclusions générales..... 117

Compositions et utilisations	119
Utilité de cette base de données.....	119
Les défauts céramiques.....	120
Potentiel industriel.....	122

Bibliographie..... 123

Liste des figures et des tableaux..... 131

Annexes..... 137

Annexe 1 : Localisation des sites potiers étudiés	139
Annexe 2 : Compositions des échantillons bruts constituant les pâtes composées de plus d'une matière première argileuse	145
Annexe 3 : Diffractogrammes des pâtes cuites à différentes températures	151

INTRODUCTION

L'argile est un matériau utilisé par l'homme depuis très longtemps. Les poteries les plus anciennes, découvertes au Japon, sont datées entre 8000 et 9000 av. J.C. La société moderne utilise les argiles en quantités de plus en plus importantes. La recherche a permis une large variété d'applications technologiques des matières argileuse en industrie. Elles sont utilisées dans des domaines de plus en plus diversifiés : industrie céramique, industrie des ciments, alliage métallique, utilisation thérapeutique, fabrication de papier absorbant... L'amélioration des techniques industrielles et des traitements chimiques continue d'accroître l'utilisation des variétés des minéraux argileux ; chaque année des utilisations sont améliorées ou découvertes. Les minéraux argileux étant souple d'emploi, leurs propriétés physiques et chimiques peuvent être modifiées pour convenir à des applications particulières.

La région de Marrakech et spécialement le Haut Atlas de Marrakech constitue l'une des régions du Maroc où les formations argileuses sont abondantes et diversifiées (Trias, Crétacé, Tertiaire et Quaternaire). Depuis une vingtaine d'années, l'étude des argiles et des minéraux argileux a été entreprise dans de nombreuses formations et séries sédimentaires de ce domaine (Daoudi, 1991, 1996; Daoudi et Deconinck, 1994; Ben Aboud et al., 1996; Knidiri et al., 2014). L'étude minéralogique et géochimique, la genèse et les transformations diagénitiques subies par les argiles ont été largement abordées. Les résultats obtenus montrent que les cortèges argileux de cette région sont très diversifiés ; presque toutes les espèces minérales argileuses sont représentées. Malgré cette diversification, l'exploitation des argiles dans la région du Haut Atlas de Marrakech demeure très timide, et n'est pas à la hauteur des réserves d'argiles qu'offrent les affleurements de la région, aussi bien en quantité qu'en qualité. Le principal domaine d'exploitation de ces affleurements est la terre cuite (poteries utilitaires et décoratives, briques et tuiles artisanales). Ce secteur contribue de manière significative à l'économie locale (12 sites recensés, environ 550 ateliers et 850 potiers actifs).

La qualité du produit de terre cuite dépend principalement de la nature des matières premières argileuses et des procédés de fabrication. Cependant, dans la région de Marrakech, les procédés de fabrication ont peu évolué et les rendements restent limités, ce qui influence négativement sur la compétitivité dans le marché national. Les problèmes rencontrés lors de la fabrication sont liés à : 1) une méconnaissance des propriétés physico-chimiques des argiles naturelles ; 2) un cycle de séchage inadéquat responsable de fissurations qui s'amplifient au cours de la cuisson ; 3) une cuisson non contrôlée. Les défauts des pièces freinent le développement du secteur dans le marché national qui devient de plus en plus exigeant.

Très peu d'étude de caractérisation des argiles utilisées en terre cuite ont été réalisées à l'échelle nationale [au nord (El Ouahabi et al., 2014a, 2014b), à Safi (Guerraoui et al., 2008, 2009) et à Fès (Bouyahyaoui, 1996; Achiou et al., 2016)]. Dans la région de Marrakech, malgré l'abondance des études de caractérisation des argiles des séries sédimentaires en général, ce n'est que très récemment que les études de caractérisation des argiles utilisées en terres cuites ont été entreprises (Hajjaji and Mezouari, 2011; Daoudi et al., 2014; El Boudour El Idrissi et al., 2014, 2016a, 2016b).

Le but de ce travail de thèse est de caractériser les argiles utilisées dans le secteur de terre cuite de la région de Marrakech. Les objectifs de cette caractérisation sont multiples :

- Établir une base de données sur les propriétés des matières premières utilisées en terre cuite de la région de Marrakech et sur les caractéristiques des produits fabriqués. Ceci aidera au choix des matériaux adéquats pour le développement de la filière terre cuite, ainsi que pour d'autres utilisations telles que la restauration des sites historiques de la ville et la liaison des matériaux archéologiques avec leurs sources possibles.
- Identifier les différents défauts liés aux matières premières et aux procédés de fabrication afin d'en proposer des solutions qui vont améliorer la qualité des produits de terre cuite.

- Valoriser les formations argileuses de la région afin d'en augmenter le rendement économique.
- Discuter scientifiquement les propriétés des terres cuites.

Les 12 sites concernés par cette étude sont situés aux alentours de la ville de Marrakech, ils comprennent : Saada, Agafay, Ait Bousaid, Amez Miz, Anougal, Bouchane, Oulad Dlim, Ourika, Mzouda, Tamsloht, Tamazouzt, Talatast. A travers ces 12 sites, un total de 34 échantillons de matières premières argileuses (dont sont issues 26 pâtes céramiques) exploitées par les artisans ont fait l'objet de caractérisation minéralogique, physico-chimique et technologique. Les pâtes céramiques ont été caractérisées pour leurs compositions granulométriques (tamisage semi-humide et granulo-laser), chimiques (XRF), minéralogiques (DRX), leurs plasticités (Limites d'Atterberg), teneurs en carbonates (calcimétrie de Bernard), comportement au séchage (courbe de Bigot) et perte au feu. Les produits cuits ont été caractérisés pour leurs compositions minéralogiques et chimiques (DRX, MEB couplé à l'EDX) ainsi que pour leur comportement physique (retrait à la cuisson, porosité à l'eau, résistances mécaniques à la flexion et à la compression).

En raison de la quantité des résultats obtenus et de leur complexité, nous avons adopté le plan ci-dessous pour la rédaction de ce mémoire.

Dans le premier chapitre, nous avons situé le type de céramique sujet de cette étude parmi les différents types de céramiques. Ensuite nous avons tenté de vulgariser le sujet par la définition de quelques mots utilisés fréquemment dans le vocabulaire du céramiste. Après nous avons entamé par la présentation des différents composants minérales d'une pâte céramique. Les processus de fabrication des céramiques traditionnelles sont par la suite détaillés avec les phénomènes qui lui sont associés. Les défauts liés aux matières premières, aux processus de fabrication et à la cuisson sont exposés. Et finalement, un aperçu sur la céramique au Maroc et une description de l'activité céramique à Marrakech sont présentés.

Dans le deuxième chapitre, ont été présentés le cadre géographique et le cadre géologique de la région. Une vue globale sur les matières premières argileuses exploitées ou non est donnée avec la procédure d'échantillonnage effectuée, les procédures de production dans les sites étudiés sont ensuite décrites. En fin du chapitre, nous avons exposé le diagnostic sur les types de défauts rencontrés dans les produits céramiques des différents sites.

Dans le troisième chapitre, nous avons détaillé les méthodes et techniques analytiques utilisées dans cette étude.

Dans le quatrième chapitre, nous avons exposé les résultats de la caractérisation des matières premières et des pâtes céramiques qui en découlent, mais aussi du processus de séchage et des caractéristiques des produits cuits. Nous avons signalé les différences entre ces matières premières et nous les avons subdivisées en groupe à caractère commun. Les transformations minérales au cours de la cuisson ont été ensuite décrites.

Dans le cinquième chapitre, nous avons démontré : quels sont les paramètres qui ont une influence sur l'aptitude au façonnage des pâtes ; le lien entre les caractéristiques des matières premières et le type de production ; l'origine des défauts céramiques rencontrés dans les différents sites et les solutions qui peuvent les résoudre ; les transformations minéralogique au cours de la cuisson ; et enfin nous avons tenté de valoriser ces matières premières dans d'autres applications industrielles de plus grande ampleur.

CHAPITRE I - INTRODUCTION A LA TERRE CUITE

I.1. LA TERRE CUITE

Avant de traiter la terre cuite, il serait utile de situer les céramiques au sens large parmi les différents types de matériaux. Pour se faire, Heimann (2010) a considéré une approche hiérarchique pour placer les « matériaux inorganique-non métalliques » dans un système (Figure I-1). Le premier triangle du niveau 1 contient les trois super groupes de matériaux (métaux, polymères et céramiques-sens large) qui se distinguent par leurs différentes relations de liaison chimique. Le deuxième niveau des triangles montre à ses sommets les classes de matériaux inorganiques-non métalliques qui sont : les céramiques au sens strict, les verres et les matériaux adhésifs hydrauliques. Ces classes peuvent en outre être subdivisées en matériaux silicatés, oxydés et non oxydés (le troisième triangle hiérarchique). Finalement, les composants chimiques caractérisent les propriétés individuelles (quatrième triangle hiérarchique).

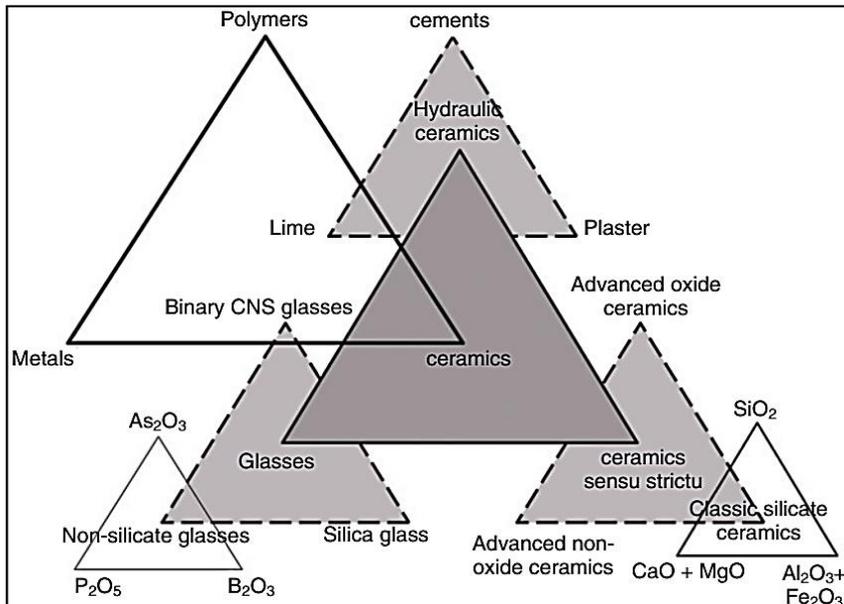


Figure I-1 : Classification concernant les différents groupes de matériaux (Heimann, 2010).

Niveau 1 (super groupes de matériaux) : les métaux, les polymères et les céramiques sens large ;

Niveau 2 (céramique sens large) : verres, céramiques hydrauliques et la céramique au sens strict ;

Niveau 3 (céramique au sens strict) : céramiques avancées oxydées, non oxydées et les céramiques silicatées classiques ;

Niveau 4 (diagrammes de phase) : SiO_2 , $\text{CaO} + \text{MgO}$, $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$.

Les céramiques sont des matériaux inorganiques nécessitant de hautes températures lors de leur fabrication. La production de la céramique a connu une évolution importante et longue à travers l'histoire humaine. L'ancienne classification de céramique se base sur la dureté et le traitement de surface en particulier sur le vernissage ou non des pièces (Brongniart, 1844). Par la suite, la taille des grains, la porosité et la couleur ont été prises en compte (Hennicke, 1967; Figure I-2). De nos jours, la température de cuisson (Hamer et Hamer, 2004), la composition chimique (Heimann et Maggetti, 2014) (Figure I-3), ainsi que le comportement mécanique (Gogotsi, 1989, 2014) ont été introduits dans la classification de céramique, ainsi que les céramiques techniques avancées (Heimann, 2010) (Figure I-4).

Le progrès en céramiques est décrit comme une transition d'une ancienne technologie à une science moderne (Kingery et Lense, 1985). Ainsi, dans les différentes sortes de céramiques, on oppose les céramiques traditionnelles aux céramiques techniques. Ces dernières utilisent des matières premières onéreuses et raffinées, contrairement aux céramiques traditionnelles qui utilisent des matières premières naturelles, les mêmes qu'utilisaient les potiers de l'Antiquité (Guyot, 1997).

Les céramiques traditionnelles ont plusieurs usages : ustensiles rustiques, pièces ornementales, ou matériaux de construction. Cette désignation intègre poterie, vaisselle, faïence, porcelaine, carrelage, briques et tuiles. La céramique la plus ancienne étant la poterie. En terme de cuisson, la température maximale atteinte varie selon les auteurs ; les poteries peuvent être cuites jusqu'à 1150°C , les faïences et les grès jusqu'à 1250°C , le vitréous jusqu'à 1300°C , et enfin la porcelaine jusqu'à 1450°C (Tableau I-1) (Rhodes, 1984; Lécivain, 1987; Guyot, 1997; Blanchart, 2014).

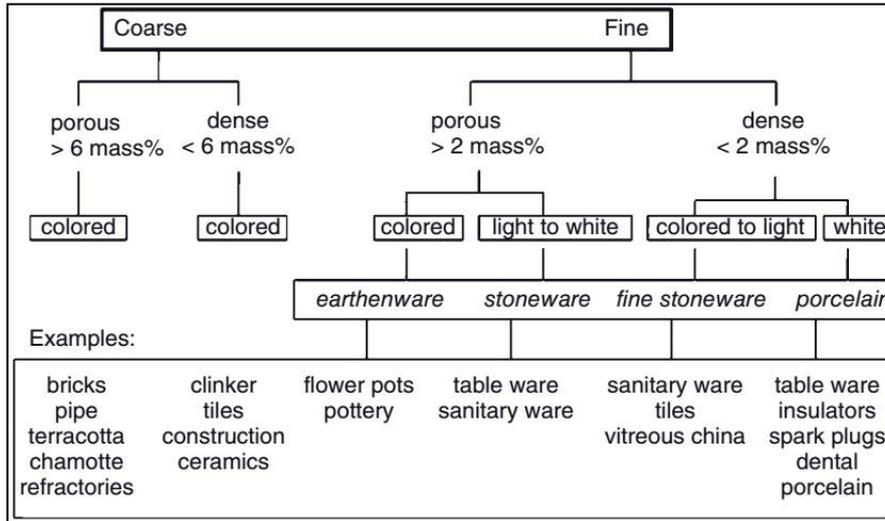


Figure I-2 : Classification des céramiques à base de silicates (Hennicke, 1967).

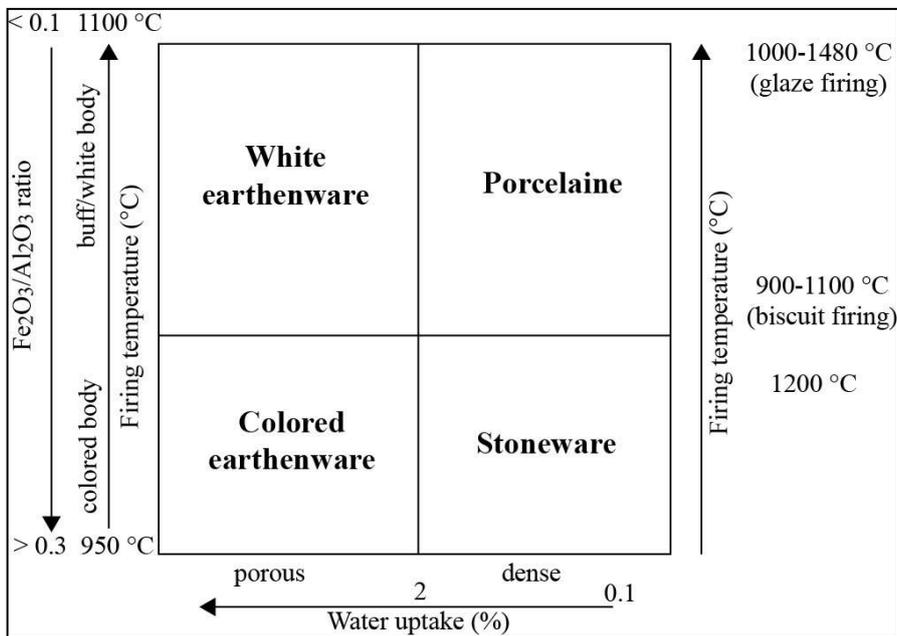


Figure I-3 : Classification des principaux groupes des céramiques silicatées classiques (Heimann et Maggetti, 2014).

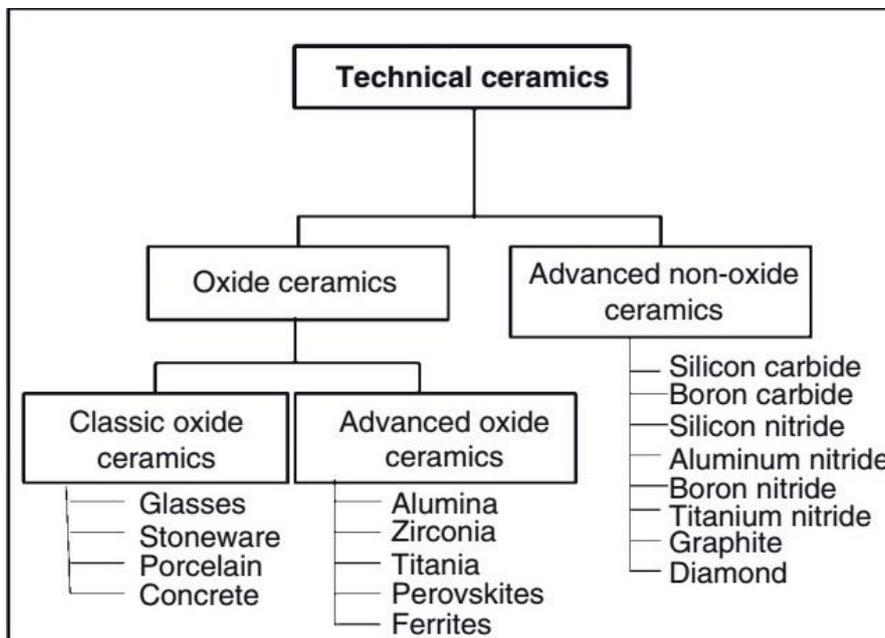


Figure I-4 : Classification des céramiques techniques (Heimann, 2010).

Tableau I-1 : Domaine de température de cuisson et des valeurs de porosité ouverte des différents type de céramiques silicatées (Blanchart, 2014).

Domaines de composition	Type de céramique	Porosité ouverte après cuisson	Température de cuisson	Exemple de produits
Terre cuite	Terre cuite	10 à 25 %	950 à 1150°C	Briques, tuiles, carreaux, éléments de décoration
Pâtes poreuses	Poterie	5 à 20 %	950 à 1150°C	Poterie de décoration
	Faïence	5 à 20 %	950 à 1250°C	Vaisselle, carreaux, vases
Pâtes vitrifiées	Grès, vitréous	2 à 5 % Valeur normalisée : < 3 %	1 150 à 1250°C	Vaisselle, produits sanitaires, carreaux de sol
	Porcelaine	0 à 1 % Valeur normalisée : < 0,5 %	1300 à 1400°C	Vaisselle, vases, isolateurs

La locution « terre cuite » (Earthenware) désigne par définition un tesson céramique poreux, à base d'argile ferrugineuse endurcie par cuisson (Figure I-3). Cette nomination intègre les poteries, les matériaux de construction (briques, tuiles ou carreaux) et les sculptures. Les températures de cuisson les plus usuelles des terres cuites sont comprises entre 900 et 1150°C (Kornmann, 2005).

I.2. VOCABULAIRE DU CERAMISTE

La matière première utilisée en céramique est de deux sortes : soit elle est extraite directement d'une carrière et traitée par concassage et un éventuel tamisage sec ou humide ; soit elle est achetée comme produit prêt à l'utilisation.

La pâte céramique résulte du mélange de la matière première avec un volume convenable d'eau.

Les plastifiants sont des minéraux argileux très fins, responsables de l'aptitude de la pâte céramique à être modelée facilement pour donner la forme souhaitée. Ils jouent avec l'eau un second rôle, celui de liants entre les grains (Fontaine et Anger, 2009).

Les fondants sont des composants susceptibles de fondre à haute température, du moins de leur surface, afin de jouer le rôle de liant entre les grains. Ils contribuent ainsi à augmenter la résistance mécanique du produit (Rhodes, 1976a). Les feldspaths, carbonates et oxydes de fer sont les principaux fondants.

Les dégraissants ont pour rôle de réduire la plasticité de la pâte céramique et ainsi de diminuer le retrait au séchage. Ils jouent aussi le rôle de squelette de la pâte céramique. Une pâte céramique très plastique ne garde pas facilement une forme verticale, et peut s'effondrer facilement sous son propre poids. Les dégraissants peuvent être composés de quartz, feldspaths, carbonates ou chamottes (Kornmann, 2009a). *La chamotte* est formée par une terre cuite finement broyée ; elle peut jouer le rôle de dégraissant très performant. En plus de ses caractéristiques identiques à celles du dégraissant, elle contribue à réduire le retrait à la cuisson (Kornmann, 2005).

Les réfractaires sont des matériaux qui résistent à haute température. En céramique traditionnelle, la kaolinite et le quartz rendent le tesson plus réfractaire (Kornmann, 2005).

La barbotine est une pâte de consistance liquide, elle est utilisée pour être coulée dans un moule en plâtre ou pour coller entre différents morceaux d'une pièce céramique (Atkin, 2015).

Le tesson désigne le corps ou une partie du produit cuit (Larousse.fr, 2008), par opposition à la désignation avant cuisson dite « *corps crue* ».

Les gazettes, cassettes ou cazettes correspondent à des boîtes en terre cuite, assez résistantes aux hautes températures. Ils servent à isoler les pièces crues de la flamme directe du four. L'artisan céramiste peut ajouter des matières organiques à l'intérieur de la gazette pour rendre le milieu plus réducteur et influencer sur la couleur final du produit (Rhodes, 1976a).

La *glaçure* est un enduit vitrifiable appliqué à la surface des pièces crues ou précuites afin de les rendre imperméable ou simplement pour les décorer. Ainsi, la surface de la pièce céramique, d'aspect mat, devient brillante. Il existe plusieurs types de glaçures ; les glaçures au plomb qui sont fréquemment utilisées dans la région de Marrakech, mais d'autres ingrédients comme l'oxyde de fer, de cuivre ou de manganèse peuvent également être ajoutés sous forme de poudre à l'enduit afin de diversifier les couleurs de l'émail (Rhodes, 1976a).

I.3. COMPOSITION DES MATIERES PREMIERES

Les matières premières utilisées en céramique traditionnelle comportent différents types de constituants (Figure I-5). Les minéraux argileux en sont les principaux. Ces derniers jouent un rôle polyvalent : 1) lors du façonnage, ils jouent le rôle à la fois de plastifiants et liants ; 2) lors du séchage, ils commencent à s'endurcir ce qui maintient la forme donnée lors du façonnage et augmente la résistance. Les fondants et le sable quartzeux aident à maintenir la structure de la pièce lors du façonnage. Lors de la cuisson, les feldspaths et les carbonates interviennent en tant qu'agents fondants.

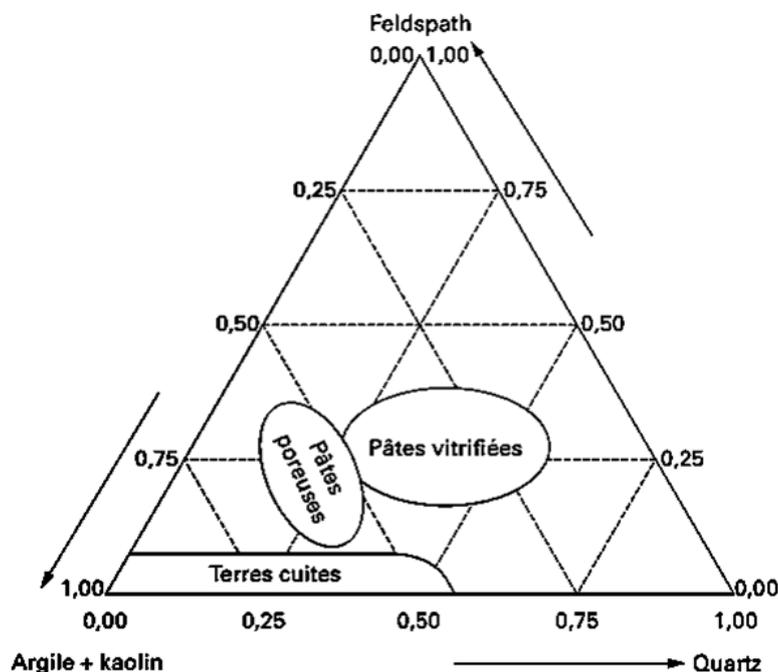


Figure I-5 : Domaine des compositions minéralogiques des produits de céramiques silicatées (Blanchart, 2014).

I.3.1. Les minéraux argileux

Les minéraux argileux résultent des altérations des différents types de roches. Ils ont la particularité d'avoir une taille de quelques microns et ils se forment dans les domaines de la surface (altérites, sols, sédiments) ou de sub-surface (diagenèse, altération hydrothermale). Ils sont mobilisés par voie glaciaire, fluviale ou éolienne et se déposent dans des bassins de sédimentation (Foucault et Raoult, 2010). D'un point de vue cristallographique, ils appartiennent au groupe des phyllosilicates (Tableau I-2). Difficiles à observer sans l'utilisation des microscopies électroniques (balayage et transmission), ils ont été abondamment étudiés par diffraction de rayons X qui est l'outil fondamental pour leur identification. Si le nombre de leurs espèces est relativement réduit, les minéraux argileux présentent cependant une énorme diversité de composition en raison de leurs larges domaines de solutions solides et de leur capacité à former des cristaux mixtes par interstratification (Meunier, 2003).

En céramique traditionnelle, ils jouent le rôle principal de plastifiants lors de la phase de façonnage et apportent de la matière organique à la pâte. Ces matières organiques améliorent la plasticité des argiles. Ci-après, nous allons décrire les principales phases minérales rencontrées dans les matières premières argileuses utilisées en céramiques traditionnelles.

Tableau I-2 : Classification des phyllosilicates (Guggenheim et al., 2006).

Type de feuillet	Éléments dans la couche interfoliaire	Groupe	Caractère de la couche octaédrique	Espèce
1 : 1	Aucun ou H ₂ O (x ~ 0)	Serpentine - Kaolin	Trioctaédrique	Lizardite, berthierite, amesite, cronstedtite, nepouite, kellyite, fraipontite, brindleyite
			Diocctaédrique	Kaolinite, dickite, nacrite, halloysite (plan)
			Di trioctaédrique	Odinite
2:1	Aucun (x ~ 0)	Talc-pyrophyllite	Triocctaédrique	Talc, willemseite, kerolite, pimelite
			Diocctaédrique	Pyrophyllite, ferripyrophyllite
	Cations échangeables hydratés (x ~ 0,2 - 0,6)	Smectite	Triocctaédrique	Saponite, hectorite, sauconite, stevensite, swinefordite
			Diocctaédrique	Montmorillonite, beidellite, nontronite, volkonskoïte
	Cations échangeables hydratés (x ~ 0,6 - 0,9)	Vermiculite	Triocctaédrique	Vermiculite trioctaédrique
			Diocctaédrique	Vermiculite dioctaédrique
	Cations monovalents non hydratés (x ~ 0,6-1,0)	Mica vrai	Triocctaédrique	Biotite, phlogopite, lepidolite, etc.
			Diocctaédrique	Muscovite, illite, glaucosite, celadonite, paargonite, etc.
	Cations divalents non hydratés (x ~ 1,8 - 2,0)	Mica fragile	Triocctaédrique	Clintonite, kinoshitalite, bityte, anadite
			Diocctaédrique	Margarite
	Couche hydroxyde (x = variable)	Chlorite	Triocctaédrique	Clinochlore, chamosite, pennantite, nimite, baileychlore
			Diocctaédrique	Donbassite
			Di-trioctaédrique	Cookeite, sudoite

- *L'illite*

C'est le minéral argileux le plus répandu et le plus utilisé dans la terre cuite (Meunier, 2003, Kornmann, 2005). Elle apporte de la plasticité à la pâte. L'illite ($K_xAl_2[Si_{4-x}Al_xO_{10}](OH)_{2-y}H_2O$) a trois couches T-O-T (T : tétraèdre, O : Octaèdre) (Figure I-6). Elle a une unité structurale d'épaisseur de 10 Å. Elle fait intervenir des ions K^{2+} dans les liaisons interfoliaires afin de compenser le déséquilibre des charges. La présence du potassium qui joue le rôle de flux peut abaisser la température de début de fusion vers 1050°C.

- *La kaolinite*

La kaolinite [$Si_2O_5Al_2(OH)_4$] est un minéral à deux couches T-O (Figure I-6), d'espace interfoliaire vide. Son unité structurale a une épaisseur de 7,2 Å. Cette argile n'est pas gonflante mais montre des propriétés de plasticité. Elle présente un faible retrait au séchage et à la cuisson. Elle présente une forte teneur en alumine (46%) et montre un caractère réfractaire (Meunier, 2003, Kornmann, 2005).

- *Les smectites*

Les smectites ($M_x^+[(Al_{2-x}Mg_x)Si_4O_{10}(OH)_2]^{x-}nH_2O$) sont une famille de minéraux à trois couches T-O-T (Figure I-6), avec des teneurs variables en Na, Al, Fe, Mg. A la différence des illites, les interchangeabilités d'ions (Mg^{2+} , Fe^{3+}) et les compensations par les ions faiblement liés (Na^+ , K^+ ...) sont plus importantes ainsi que leur capacité à fixer de l'eau dans l'espace interfoliaire. L'écart réticulaire est donc variable en fonction de la présence d'eau entre 10 et 21 Å. Les cristaux sont généralement très fins.

De cette structure et de cette capacité d'absorption d'eau dans l'espace interfoliaire, découlent leurs propriétés particulières de plasticité, de retrait/gonflement, de pouvoir liant et absorbant (Meunier, 2003, Kornmann, 2005).

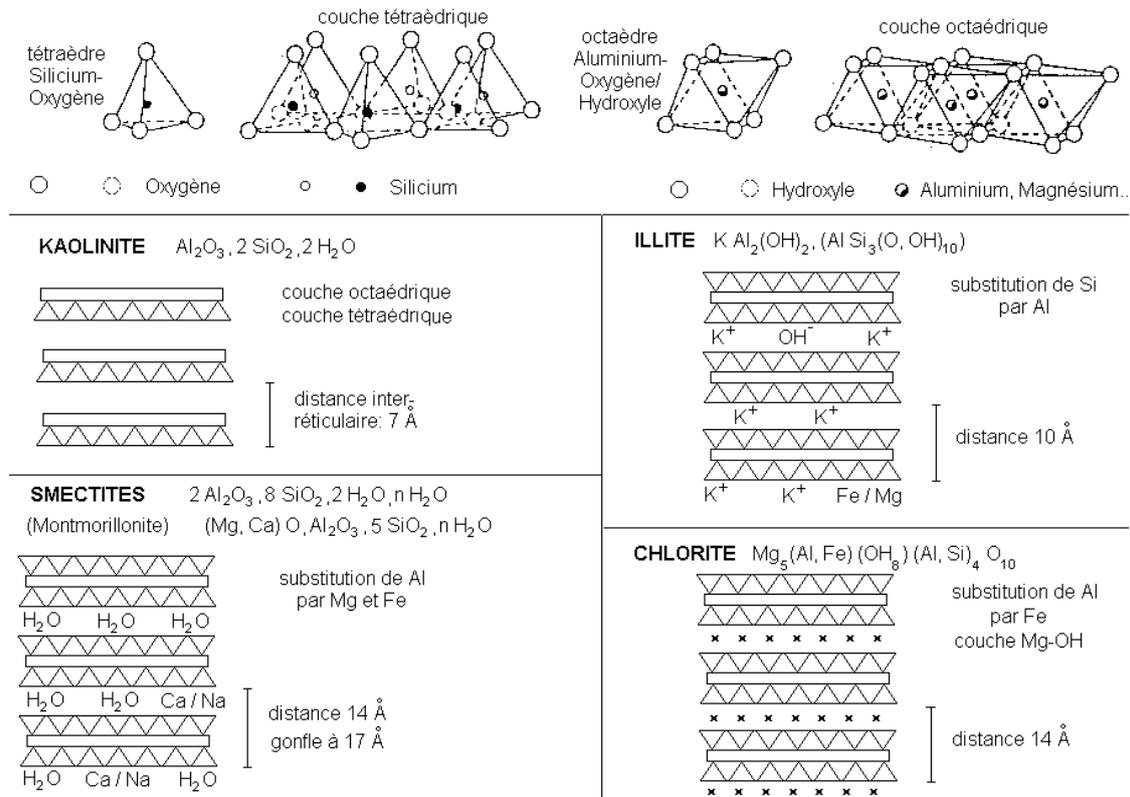


Figure I-6 : Structure des phyllosilicates d'argiles (Tucker, 2001).

- Les chlorites

Les chlorites sont des composés à trois couches (Figure I-6) avec un écart réticulaire de 14,1 Å. L'espace interfoliaire est garni par des composés de Mg et OH proches de la brucite. Elles sont très fréquentes dans les argiles pour terre cuite (Meunier, 2003, Kornmann, 2005).

- Les argiles fibreuses

Les argiles fibreuses (la sépiolite et la palygorskite) ont une structure en ruban. Elles présentent des propriétés de plasticité qui peuvent dépasser celles des smectites (Daoudi et al., 2015).

- Autres minéraux argileux

Il faut noter qu'il existe d'autres composés argileux connus pour leurs formes en feuillets, leurs propriétés glissantes et absorbantes. Ce sont par exemple le talc, les vermiculites, la pyrophyllite, les interstratifiés, ...

I.3.2. Les fondants

Les fondants sont des minéraux fusibles qui vont développer une phase liquide pendant la cuisson. De ce flux vitreux dépend la porosité, le retrait et la résistance du produit cuit. Il existe plusieurs types de fondants, mais les feldspaths sont les matériaux les plus utilisés. Le talc et la syénite néphélinique peuvent aussi être utilisée (Grosjean, 1984; Guyot, 1997).

a - Les feldspaths

Ce sont des tectosilicates, très courants dans la nature. L'albite $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, l'orthose KAlSi_3O_8 et l'anorthite $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ sont les trois feldspaths couramment utilisés dans l'industrie céramique. Aucun gisement toutefois n'est constitué de l'un ou de l'autre de ces minéraux à l'état pur. En pratique, on

trouve toujours les feldspaths sous forme de solutions solides. Les feldspaths alcalins (Na, K) sont plus fusibles que les feldspaths calciques.

- *L'albite*

C'est un feldspath triclinique sodique. Ce fondant développe en présence de quartz un liquide eutectique dès 1062°C. La présence de sodium rend le liquide fluide et plus mobile. La pyroplasticité qui est la déformation en fonction de la température, est plus importante pour ce type de feldspath (Jouenne, 2010).

- *L'orthose*

Le feldspath potassique se présente sous deux formes : microcline triclinique ou orthose monoclinique. En présence de quartz, ce minéral développe un eutectique vers 980°C. L'action du feldspath-K est plus lente que celle de l'albite et est moins sensible à la température. En raison de la taille du cation K^+ , le flux vitreux est plus visqueux que dans le cas de l'albite. Par conséquent, les déformations de la pièce et les mouvements du liquide pendant la cuisson sont limitées.

- *La taille des feldspaths*

Outre le type de feldspath, la taille des grains est aussi importante. Des feldspaths fins ($<10\mu m$) donnent une densification plus rapide que pour les grains plus gros qui auront une action plus étendue dans le temps (Blanc et Roumezi, 1988). Ceci est dû à l'augmentation de la surface spécifique dans le cas des feldspaths fins. Ainsi, les points de contact entre les grains de feldspaths et les grains de quartz sont plus nombreux. De ce fait, la réactivité d'un grain est inversement proportionnelle à son rayon. Toutefois l'alvéolage est indépendant de la taille des grains des feldspaths (Blanc et Roumezi, 1988).

b - Le talc

Le talc est un silicate de magnésium monoclinique de formule structurale $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$. Ce minéral d'origine hydrothermale ou de métamorphisme épizonale, se présente sous la forme de lamelles. Il réagit vers 900°C en perdant son eau de constitution pour former la clinoenstatite ($MgOSiO_2$) dans un premier temps vers 970°C puis la protoenstatite ($MgOSiO_2$) à 1050°C. En présence de kaolin, le talc a tendance à former de la cordiérite ($(Mg, Fe)_2Al_3(Si_5AlO_{18})$) (Grosjean, 1984) qui est un minéral réfractaire à faible dilatation thermique. Il est utilisé comme fondant, mais la déformation est augmentée suite à sa présence. Ainsi Blanc (1986) recommande un taux relativement faible de talc (2 à 4%) pour des produits cuits jusqu'à 1200°C. Une des impuretés qui peut être rencontrée dans un gisement de talc est la chlorite. La présence de chlorite dans cette mixture empêche les déformations (Blanc, 1986). En effet, le flux vitreux développé par la chlorite est plus alumineux ce qui donne une plus grande viscosité à la phase liquide. La résistance pyroplastique des pièces est augmentée avec l'augmentation de la viscosité (Greiner et al., 1983).

c - Les carbonates

Les carbonates peuvent se présenter sous forme de calcite ($CaCO_3$) ou de dolomite [$CaMg(CO_3)_2$]. La fusion peut s'initier à environ 800°C en leur présence (Tite et Maniatis, 1975). Ca et Mg des carbonates peut intervenir comme des agents fondants (Cultrone et al., 2001; Segnit et Anderson, 1972) mais ils limitent la vitrification à des températures supérieures à 1000°C (Everhart, 1957; Núñez et al., 1992).

Cependant, leur présence en grains grossiers peut causer le défaut d'éclatement des grains de chaux dans le tessou cuit (Laird et Worcester, 1956; Rye, 1976; Norsker et Danisch, 1993). Il faut que ces grains soient suffisamment fins par broyage afin qu'ils puissent être intégralement neutralisés (Kornmann, 2005). Toutefois, même en étant très fins, ils peuvent générer des efflorescences de la chaux si la phase vitreuse est insuffisante et qu'il reste du CaO libre après cuisson.

d - La syénite néphélinique

La syénite néphélinique est un mélange de feldspaths orthosiques et albitiques et de la néphéline. La néphéline est un tectosilicate appartenant au sous-groupe des feldspathoïdes ; sa formule structurale est $\text{Na}_3\text{K}(\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{16})$. La syénite néphélinique est utilisée en Europe et aux Etats-Unis dans la production des céramiques (Guyot, 1997).

Il apparait que la syénite néphélinique forme des tessons d'une meilleure homogénéité et permet de dissoudre plus de quartz qu'en dissout les feldspaths. Les tessons obtenus contiennent des grains de quartz résiduels plus petits. Par conséquent, lors du refroidissement, les effets du passage du quartz β à la forme α sont limités. D'autre part, la phase vitreuse étant plus riche en silice, le coefficient de dilatation du tesson est beaucoup plus proche de celui du quartz et la porosité est beaucoup plus fine et fermée (Holmström, 1981). Ceci est intéressant dans le cas de la porcelaine et du vitréous car la norme impose une porosité très faible (0,5%) (Guyot, 1997).

I.3.3. Le quartz

Le quartz est le minéral le plus commun dans les matières premières argileuses utilisées en céramique. Ce tectosilicate est formé de tétraèdres de SiO_4 organisés en un réseau hexagonal. Il apporte la silice nécessaire pour la formation de la phase vitreuse. Par rapport aux grains initiaux, seuls les plus gros résistent à l'attaque du flux vitreux et confèrent à la pièce un squelette granulaire rigide qui maintient la pièce pendant le développement de la phase vitreuse (Frechette et Varner, 1991). D'autre part, le quartz joue le rôle de dégraissant et permet la manipulation des pièces pendant le façonnage. Les grains fins de quartz ($\leq 8\mu\text{m}$) permettent de donner un tesson plus résistant et entièrement vitrifié, et une densification plus rapide (Warrier et al., 1989; Signori, 1990).

I.4. PROCESSUS DE FABRICATION

I.4.1. Les étapes de fabrication

La Figure I-7 donne un aperçu sur les étapes de fabrication des céramiques silicatées. Pour la céramique traditionnelle, une fois la matière première acquise, elle est soit utilisée directement ou elle subit des traitements préalables. Des ajouts peuvent avoir lieu selon le besoin jusqu'à l'adéquation de la pâte aux propriétés souhaitées.

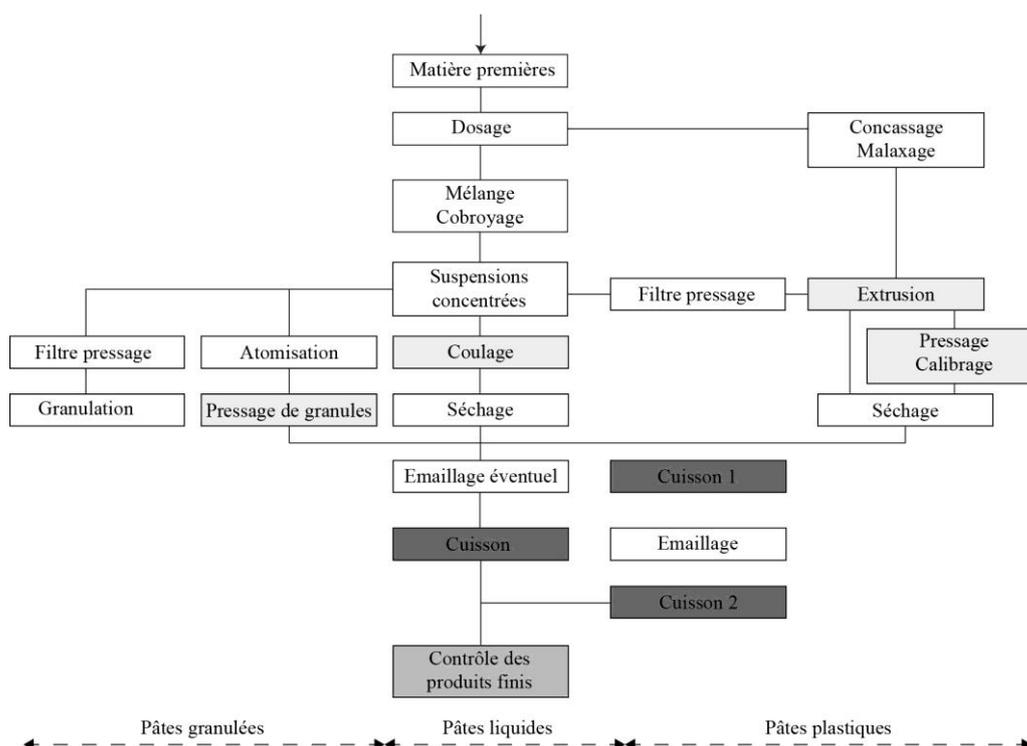


Figure I-7 : Processus de fabrication des céramiques silicatées (Blanchart, 2014).

Les traitements que peut subir une matière première consistent en un concassage mécanique ou manuel selon les moyens disponibles, suivie d'un tamisage humide ou sec. La maille du tamis varie selon le type de produit. Si la pièce requiert un corps épais et long verticalement, il est recommandé que le matériau utilisé comporte une bonne quantité de sable dégraissant ou de chamotte. Ceci aidera la pièce à supporter son propre poids lors du façonnage et du séchage.

L'eau est ensuite ajoutée à la matière première d'une manière progressive jusqu'à l'obtention de la consistance souhaitée qui permet une bonne malléabilité dans le travail. Après addition d'eau à la matière première, cette dernière est malaxée soit par une malaxeuse, soit manuellement pour homogénéiser la distribution d'eau. La pâte ainsi formée est pétrie afin de dégager le maximum de bulles d'air. Elle peut être gardée par la suite dans un stock pour plusieurs semaines ce qui aide à l'amélioration de sa plasticité par le processus de pourrissage.

Selon le produit et la méthode de confection, la consistance peut être soit liquide comme c'est le cas de la préparation par barbotine, soit demi-molle (plastique) comme c'est le cas de la préparation par tour du potier, soit ferme comme c'est le cas de la préparation par procédé de la plaque (Cornille, 1928; Kornmann, 2006).

La pièce élaborée subit par la suite le processus de séchage à l'ombre, à l'air libre sous les rayons de soleil ou les deux respectivement. A l'échelle industrielle, le séchage peut être effectué par séchoir pour accélérer le processus (Commission-Européenne, 2007). Le temps du séchage varie selon la nature de la matière première, la teneur en eau de gâchage, et les conditions du séchage (à l'ombre ou à l'air libre, la vitesse de vent, le climat, etc..). Une fois la pièce sèche, elle peut subir un éventuel engobage, ou être mise directement au four.

La cuisson est réalisée dans des fours à gaz, des fours traditionnels ou des fours électriques. La montée de température se fait progressivement afin d'éviter les éclatements et les fissurations. La durée d'une seule cuisson peut varier de 5 à 12h selon la vitesse adoptée et la température maximale atteinte. Dans le cas de produits de terre cuite, on utilise une mono-cuisson. Dans le cas de produits couverts par de la glaçure, on utilise une bi-cuisson : la première cuisson étant pour le tesson ; la deuxième étant pour la pièce trempée dans la glaçure.

I.4.2. Les types d'eau et leurs départs lors du séchage et de la cuisson

Une fois les pièces façonnées, le processus de séchage commence. Différents types d'eau s'échappent dès le début du séchage jusqu'à des stades avancés de la cuisson (Tableau I-3, Tableau I-4).

Tableau I-3 : Différents types d'eaux liées au processus de séchage.

Type d'eau	Caractéristiques
Eau colloïdale	- 1 ^{ère} eau à être évaporée, - responsable de la plus grande part de retrait.
Eau d'interposition	- Les grains qui sont en contact entre eux piègent cette eau, - son échappement laisse place au vide, - le retrait est presque nul après son départ
Eau de sorption	- Elle est de deux types : eau absorbée et eau adsorbée, - l'eau absorbée est responsable de l'augmentation du volume des minéraux argileux gonflant, son départ n'induit pas une destruction structurale, - l'eau adsorbée est liée à l'humidité de l'air et est localisée à l'extérieur des feuillets d'argiles, - l'eau de sorption part en fin du séchage, voir au début de la cuisson

a - L'eau colloïdale

Elle peut aussi être désignée par le terme « eau libre ». C'est le premier type d'eau qui commence à s'évaporer au cours du séchage. Elle est responsable de la plus grande part de retrait. C'est une eau qui sépare entre les différentes micelles d'argile et circule librement entre les grains (Figure I-8a) avant que le retrait au séchage ne se termine. Elle intervient avant l'eau d'interposition pendant le processus de séchage (Kornmann, 2005, 2006).

Tableau I-4 : Déshydratation des argiles à la cuisson (Kornmann, 2007).

T (°C)	Kaolinite	Illite	Smectite	Chlorite
130	-	Départ d'eau adsorbée		-
150 à 250	-	-	Départ de l'eau interfoliaire	-
400 à 550	-	Départ de l'eau de constitution	Départ de l'eau de constitution	-
470	Départ de l'eau de constitution, formation du métakaolin	-	-	-
700	-	-	-	Départ de l'eau de constitution de la couche brucite
780 à 850	-	-	-	Départ de l'eau de constitution du réseau micacé

b - L'eau d'interposition

Quand les grains entrent en contact (Figure I-8b), l'eau d'interposition (l'eau intergranulaire) commence à s'évaporer. Les pores sont gorgés d'eau à cette deuxième phase de séchage. L'échappement de cette eau laisse place au vide (Figure I-8c, d, Figure I-9). Le retrait au séchage à cette phase devient presque nul.

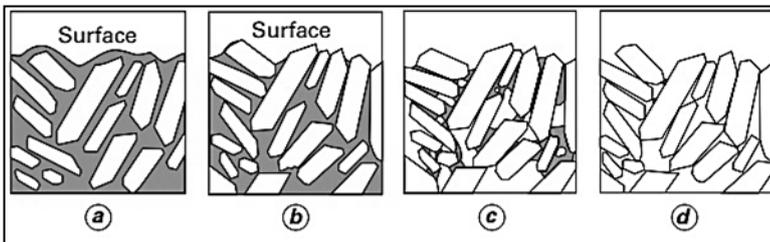


Figure I-8 : Structure du mélange argileux au cours du séchage (Kornmann, 2009a). La phase liquide est en gris.

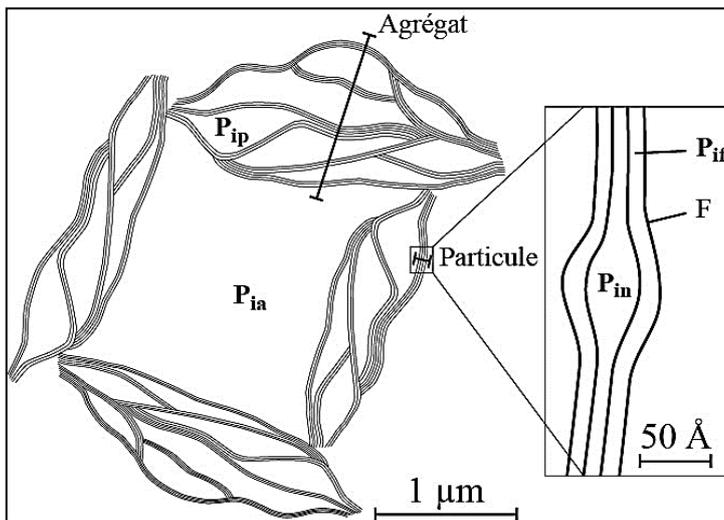


Figure I-9 : Représentation schématique de l'organisation texturale d'une phase argileuse constituée d'un arrangement d'agrégats [modifié, d'après Touret (1988)].
Pia : Pore interagrégats,
Pip : Pore interparticulaire,
Pin : Micropore lenticulaire interne à la particule,
Pif : Espace interfoliaire,
F : Feuillet.

c - L'eau de sorption

Le terme sorption regroupe le phénomène d'*absorption* et d'*adsorption*. Toutes les argiles sont capables d'adsorber l'eau mais seulement quelques-unes sont capables d'absorber l'eau et augmenter leur volume. L'absorption est l'incorporation de molécules à l'intérieur d'un grain, alors que, l'adsorption est l'addition de molécules d'eau sur la surface du grain.

On peut classer les argiles en fonction de leur comportement de sorption d'eau (Hernandez, 2002):

- Absorption + gonflement (changement de volume) : argiles gonflantes (smectites) ;
- Absorption sans gonflement (haute capacité d'absorption d'eau) : argiles fibreuses (sépiolites - palygorskites) ;
- Sans absorption, seulement adsorption d'eau : illite, chlorite, kaolinite, etc...

- *L'eau d'hydratation*

On parle aussi d'eau zéolitique ou eau absorbée. C'est une eau liée qui s'échappe à relativement basse température mais qui n'entraîne pas une destruction de la structure des argiles gonflantes. Si on apporte de l'eau à nouveau, l'hydratation reprend de façon réversible.

- *L'eau adsorbée*

L'eau adsorbée ou hygroscopique est évaporée au cours du processus du séchage voire au début de la cuisson. Des molécules d'eau restent physisorbées à l'extérieur des feuillets d'argiles et il faut fournir un peu plus d'énergie sous l'action du soleil ou autre moyen pour les éliminer. Leur quantité dépend de l'humidité de l'air.

d - L'eau de structure

L'eau de structure, désignée également par l'eau de constitution ou l'eau de cristallisation, est une eau qui fait partie de la structure intrinsèque de l'argile à l'état moléculaire. Elle provient des ions (OH)⁻ intégrés dans la structure cristalline des phyllosilicates. C'est la dernière eau à être évacuée par destruction des liaisons chimiques (Tableau I-4). Selon la force des liaisons et la réactivité des minéraux, l'eau s'évacue à des températures plus ou moins basses. Ainsi, la kaolinite libère les groupes hydroxyles vers 600°C alors que le talc se déshydroxyle jusqu'à 850°C. Cette eau est plus facilement libérée par diffusion quand les argiles sont désordonnées et comportent des défauts de cristallisation (Dion, 1994).

e - Risque des départs d'eau

Le risque de ces départs de vapeur d'eau est la pression exercée par les gaz sur le matériau. Les molécules étant libérées dans les pores du tesson, elles ne peuvent s'évacuer que par la porosité ouverte. Si les gaz sont piégés dans le tesson, leur volume va s'accroître avec la température selon la loi de Mariotte $PV=RT$ (avec P la pression, V le volume, R la constante des gaz parfaits et T la température). Il est donc important d'avoir un tesson avec une porosité ouverte pendant cette étape de cuisson pour éviter les fissurations qui permettent l'échappement forcé des vapeurs. Une autre solution est de ralentir la vitesse de cuisson pour allouer suffisamment de temps au phénomène de diffusion d'eau.

I.4.3. Cuisson

a - L'oxydation des matières organiques et son effet

Le carbone provient essentiellement des matières organiques que renferment les matières premières argileuses. Ces substances organiques sont éliminées lors de la cuisson. Leur oxydation se situe entre 300 et 550°C (Heiri et al., 2001; Santisteban et al., 2004) et le CO₂ produit est évacué de la même manière que H₂O.

Si la combustion des composés organiques est incomplète, suite à une montée en température trop rapide, il se développe ce qu'on appelle un cœur noir au centre de la pièce. Ce cœur noir est constitué de carbone graphoïde qui fragilise le tesson et a tendance à créer un gonflement là où il s'est développé.

b - Les phases du tesson cuit

Alors que les minéraux argileux jouent le rôle de liant lors du façonnage, ce rôle est transmis au fondant lors de la cuisson. Les minéraux argileux perdent leurs structures minéralogiques initiales et se transforment irréversiblement en un état plus stable face aux conditions de l'environnement normal, les fondants interviennent à ce niveau pour colmater les grains et donner une plus grande résistance mécanique et une moindre porosité au tesson final. Les minéraux qui permettent une vitrification rapide sont ceux qui développent une fusion à plus basse température (Guyot, 1997). Le principal lien minéralogique entre les minéraux argileux et les céramiques est la conversion chimique et structurale des

phyllosilicates en spinelles, ensuite en mullite par effet de l'augmentation de la température (Worrall, 1986; Burst, 1991).

- *Le quartz*

Le quartz constitue le squelette granulaire qui maintient la pièce pendant le développement de la phase vitreuse. Si le quartz devrait être totalement fondu, il faut trouver un autre minéral susceptible de maintenir la pièce lors du développement de la phase vitreuse (Frechette et Varner, 1991). Selon leurs tailles et la température, les grains de quartz ne disparaissent pas en totalité pendant la cuisson. A 573°C, le quartz se transforme structurellement de la phase α à la phase β ou inversement si la température décroît. La première phase a une structure trigonale et une densité de 2,65 alors que la seconde est hexagonale avec une densité de 2,53. Cette modification s'accompagne d'une absorption de la chaleur et d'une augmentation de volume de 0,8% à la montée en température. Symétriquement, le quartz se contracte au cours du refroidissement de 0,8% au moment de la transformation β à α .

- *Le métakaolin*

De formule chimique $Al_2Si_2O_7$, c'est le résultat de la déshydroxylation de la kaolinite. Selon les auteurs, elle se forme entre 400°C et 650°C d'après l'interprétation des courbes thermiques (Burst, 1991).

- *Le spinelle*

Entre ~650°C et ~980°C, le métakaolin est convertit en « $2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2$ ». Cette phase néoformée peut être décrite comme étant un spinelle de silicium, un γ alumine + mullite, et un spinelle silico-alumineux (Burst, 1991). Le spinelle magnésien ($MgAl_2O_4$) peut aussi apparaître à partir de 800°C si la smectite est présente dans une argile non calcaire (Kornmann, 2007) (Tableau I-5).

Tableau I-5 : Réaction dans les argiles non calcaire à la cuisson (Kornmann, 2007).

Température (°C)	Kaolinite	Illite	Smectite	Chlorite
800	-	-	Apparition possible de spinelle $MgAl_2O_4$	-
900 à 1000	-	Apparition possible de spinelle $MgAl_2O_4$	-	-
970 à 1300	Formation de mullite	-	-	-
1050 à 1200	-	Fusion progressive et cristallisation de mullite	Fusion progressive et cristallisation de mullite	Formation progressive d'une phase vitreuse
1350 à 1700	Frittage puis fusion	-	-	-

- *La mullite*

La mullite est un minéral céramique essentiel mais rare à l'état naturel, sa composition se situe entre les extrêmes $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$, $2Al_2O_3 \cdot SiO_2$, et $3(Al_{0,9}Fe_{0,1})_2O_3 \cdot 2SiO_2$. Au cours de la cuisson des pâtes céramiques, la mullite se forme entre 900 et 1300°C. Elle présente une température de fusion très élevée, en variant entre 1590 et 1850°C selon la pureté. Sa forme aciculaire est très prisée par les céramistes. En effet, l'enchevêtrement d'aiguilles ou de lattes offrent une résistance supérieure au produit cuit à haute température comme c'est le cas de la porcelaine où la température se situe autour de 1400°C (Burst, 1991; Guyot, 1997). Cette structure en aiguilles est similaire à celle de la sillimanite mais avec plusieurs postes vacants d'oxygène et plus d'alumine.

Il existe deux sortes de mullite. Une mullite dite primaire qui cristallise à partir des produits de déshydroxylation et de décomposition des argiles, elle est très fine et se présente sous forme de blocs lamellaires, elle apparaît vers 1000°C. Une mullite dite secondaire qui cristallise dans la phase fondue. Cette phase occupe les emplacements des fondants, d'où l'idée fréquente que la mullite se forme à partir

des feldspaths. C'est cette mullite qui constitue un enchevêtrement d'aiguilles qui renforce la phase vitreuse, comme dans un composite. Lors de la cristallisation de la mullite secondaire, la prise de retrait de la céramique se stabilise et la déformation pyroplastique se restreint (Restrepo et Dinger, 1995; Jouenne, 2010).

Cependant un paramètre important est la dispersion des argiles car ces dernières sont fortement impliquées dans la cristallisation de la mullite. A titre d'exemple, moins les kaolinites sont organisées plus elles contiennent des défauts, plus elles sont susceptibles de former des germes de mullite (Dion, 1994).

- Phases néoformées dans une argile calcaire

La chaux (CaO) disparaît pendant la cuisson pour intégrer la phase vitreuse et former des silicates de calcium (wollastonite CaSiO_3) en petite proportion et surtout des aluminosilicates de calcium comme l'anorthite $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ (le plus courant), la gehlenite $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (quand il y a beaucoup de calcaire). La dolomite entraîne la formation de silicate de calcium/magnésium (diopside). Le fer n'apparaît plus comme hématite, mais se combine aux aluminosilicates, on parle de silicatisation (Kornmann, 2007). Cependant, la disparition totale de CaO est conditionnée par la finesse du matériau et par la présence suffisante de phase vitreuse.

- Le verre

La plus importante phase du tesson cuit est la phase vitreuse, elle constitue le ciment de l'ensemble. Le verre peut renfermer le quartz résiduel, la mullite et les pores. Ses éléments constitutifs sont principalement Na, K, Al, Si et O. Il possède une structure désordonnée (Zachariasen, 1932). L'ordre créé par l'arrangement des tétraèdres SiO_4 dans le quartz est détruit par la chaleur et les alcalins (Zarzycki, 1982). Ce sont donc les réseaux des silicates et du quartz qui sont défaits pour former le verre. Plus le rayon atomique de l'élément est petit, plus la vitrification est rapide. Il est évident que la composition chimique du verre va déterminer ses propriétés physiques telles que la viscosité, la mouillabilité, la couleur. La mouillabilité permet au liquide d'enrober les grains qui constituent le squelette. La viscosité est également très importante pour les problèmes de déformation : plus le verre est fluide, plus les mouvements de matière sont facilités. D'autre part plus le verre est fluide, plus les pores peuvent se déplacer facilement. Ceci gouverne la densification de la céramique et la « fermeture » de la pâte à savoir la diminution de la porosité ouverte.

c - Le développement de la phase vitreuse et ses conséquences

- La densification et le retrait

Un produit cru présente une grande porosité ; c'est la porosité primaire. Lorsque le flux vitreux développé à haute température est suffisamment fluide, il se déplace et remplit peu à peu la porosité primaire par les forces capillaires (Guyot, 1997).

Selon la mouillabilité par rapport aux grains résiduels, le liquide va rapprocher ou éloigner les grains. Le rapprochement impliquera une diminution du volume de l'échantillon et une augmentation de la densité apparente, c'est la *densification céramique*.

Dans le cas des produits émaillés, les retraits de la glaçure et du tesson doivent être proches sinon ces derniers se dissocient et les pièces présenteront un écaillage.

- La déformation pyroplastique

Quand les pièces sont très lourdes, elles peuvent se déformer sous leur propre poids à haute température. Les grains glissent alors sous l'influence du poids et du liquide plus ou moins visqueux. Les

phases minérales persistantes dans le liquide aident à le rigidifier pour maintenir la pièce. Ces phases sont la mullite néoformée ou le quartz non entièrement intégré dans le flux vitreux lors de la cuisson.

- *Les limites de développement du verre*

Les fondants et le quartz forment un eutectique à partir d'une certaine température. La chaleur augmentant, le liquide formé attaque les minéraux présents dans le bain. La vitesse de développement du verre dépend de sa constitution. Plus les atomes contenus dans le liquide sont petits, plus ce dernier est agressif (Warrier et al., 1989; Signori, 1990). De même, l'activation de la réaction peut s'obtenir avec une augmentation de la température.

Dans le verre, on retrouve à l'état dissous $(OH)^-$ et d'autres gaz provenant des structures cristallines qui ont été détruites. Il est possible d'atteindre la limite de solubilité de ces espèces. A ce moment, les molécules sont libérées sous forme de gaz. Aux températures où ce phénomène apparaît, le volume occupé par une molécule gazeuse est très important. Cela forme une porosité dite d'alvéolage dont les pores peuvent atteindre une taille millimétrique. Cette porosité correspond à la sur-cuisson du matériau.

Pour les pièces couvertes d'émail, ce dernier doit accrocher le tesson. A l'interface entre le tesson et l'émail se situe donc une zone mixte dans laquelle les deux verres se mélangent et éventuellement attaquent les minéraux présents (Guyot, 1997).

- *Phase vitreuse dans les argiles calcaires*

La fusion peut commencer à partir de 800°C quand les carbonates sont présents (Tite et Maniatis, 1975) dû au caractère fondant de Ca et de Mg (Segnit et Anderson, 1972 ; in Cultrone et al., 2001). Cependant les carbonates limitent l'extension de la vitrification aux températures supérieures à 1000°C (Everhart, 1957; Núñez et al., 1992). Alors que d'après Kornmann (2007), les argiles calcaires ne développent pratiquement pas de phase vitreuse.

d - Le refroidissement

En fin de cuisson et début de refroidissement, il faut veiller à ce que la pièce ne subisse ni chocs thermiques ni gradients thermiques élevés afin d'éviter des fractures ou les cassures dans les pièces.

La phase vitreuse est solidaire des grains de quartz. Pendant le refroidissement, des microfissures se créent autour des grains de quartz quand le tesson n'est pas entièrement vitrifié (Frechette et Varner, 1991). Ces microfissures proviennent de la perte de volume des grains de quartz lors de son passage de la forme β à α . La matrice vitreuse ne supporte pas la contrainte ainsi générée, et par manque d'élasticité, la limite de rupture est vite atteinte, le verre se désolidarise du quartz et se fissure. Ces fissurations induisent une fragilité faible mais décelable. Si la fissure se propage dans toute la matière, la pièce se casse. Ainsi l'attention pendant le refroidissement doit être surtout portée sur la zone de température où le quartz change de phase et par suite de volume. Cette perte de volume de 0,8% brise la pièce si elle n'est pas ménagée. La chute de température entre 600 et 540°C doit donc être limitée à 1°C/min.

Pour augmenter la résistance mécanique du tesson, il faut que la fusion du quartz soit la plus complète possible avant le début du refroidissement à condition d'avoir un autre minéral susceptible de maintenir la pièce lors du développement de la phase vitreuse (Frechette et Varner, 1991). Toutefois, pour une terre cuite, les températures maximales atteintes ne permettent pas une fusion complète du quartz même en présence de fondants.

Dans le cas des pièces émaillées, si le coefficient de dilatation de l'émail est très différent de celui du tesson, les deux se séparent et créent alors des défauts. Si le retrait du tesson est plus important que celui de l'émail, ce dernier est alors soumis à des forces de compression. Quand il cède, il apparaît des craquelures à la surface du produit, cela s'appelle l'écaillage. Si le retrait du tesson est plus faible, dans ce

cas l'émail tressaille (Guyot, 1997). Pour les pièces décoratives, ses défauts d'émail peuvent être recherchés, mais déconseillés pour des raisons d'hygiène dans les pièces utilitaires.

I.5. LES DEFAUTS EN CERAMIQUE TRADITIONNELLE

Les défauts qui peuvent être générés lors de l'activité céramique sont divers. Ils peuvent être liés soit à la nature de l'argile utilisée, soit aux techniques adoptées lors du modelage, du cycle de séchage, de la préparation de la glaçure et de la cuisson (cycle de cuisson, enfournement). Atkin (2015) a détaillé dans son ouvrage d'une manière pratique les différents types de problèmes auxquels sont confrontés les potiers et leurs résolutions.

I.5.1. Défauts liés à l'argile

a - Argile et pâte

L'argile réagit facilement avec l'eau en modifiant son degré d'humidité et de plasticité. Lors du mixage avec l'eau, plusieurs possibilités peuvent se présenter : l'argile peut devenir trop humide, rester trop sèche, être faiblement plastique, être trop plastique ou avoir beaucoup de bulles d'aires.

L'humidité peut se régulariser par sa diminution (exposition à l'air, au soleil, au séchoir) ou par son augmentation par ajout d'eau. Si l'argile manque de plasticité, plusieurs astuces peuvent l'augmenter : pétrir avec une argile plus tendre, délayer plus longtemps et éviter de l'eau à pH acide. Si l'argile est trop plastique, il faudra alors ajouter d'autres ingrédients non plastiques tels que du sable quartzueux ou de la chamotte. On peut remédier au problème de bulles d'air par un pétrissage excessif tout en évitant l'introduction de l'air dans la pâte lors de cette opération.

b - Ecumes

Elles correspondent à des dépôts en surface essentiellement sur les bords des pièces sèches ou cuites à cause de trop de sels solubles dans l'argile ou dans l'eau, ou à cause d'un séchage trop rapide. Si les sels sont abondants dans l'argile, l'ajout de 0,5 à 2,5 % de carbonate de baryum à l'argile prévient le problème.

c - Mouchetures

Des mouchetures non désirées peuvent apparaître dans l'argile cuite, en surface ou en profondeur et peuvent nuire à la glaçure. Elles sont dues à une contamination de l'argile au stade du mélange ou de la fabrication. Il faut donc veiller pendant ces deux étapes à l'absence de contaminants ou de rouille de récipients métalliques (Atkin, 2015).

I.5.2. Défauts liés à la fabrication

a - Défauts liés à la fabrication manuelle

Certaines pièces céramiques s'élaborent en joignant plusieurs pièces au niveau de jointures. Pour éviter des fissurations au niveau de ces dernières, les bords à joindre doivent être bien guillochés pour les rendre rugueux. Ensuite ils doivent être lubrifiés par de la barbotine. Un renforcement des joints par de fins colombins d'une argile tendre permet d'éviter les fissurations à ces niveaux. Le séchage de la pièce assemblée doit être lent et égal, à l'abri de courant d'air et des températures extrêmes.

L'épaisseur d'une pièce doit être adapté à son poids, plus la pièce est grande plus elle doit être épaisse pour éviter son effondrement sous son propre poids. Si l'argile est trop humide il faudra alors la raffermir régulièrement au sèche-cheveux lors du façonnage. Les argiles à chamottes ou à sables quartzueux fins sont adaptées aux pièces de grande taille qui exigent beaucoup de soutien.

b - Défauts liés à l'argile de coulage/barbotine

La barbotine est caractérisée par sa densité, sa viscosité et sa thixotropie. Sa densité doit être la plus élevée possible afin de comprendre le moins d'eau possible. La viscosité permet l'écoulement de la barbotine, elle doit permettre une fluidité suffisante pour assurer un remplissage correct des moules et de leurs détails sans prendre trop de temps. La thixotropie est l'aptitude de la barbotine de se figer lorsqu'on la laisse au repos. Une teneur élevée en défloculant engendre une thixotropie trop basse car la réorganisation des particules sera freinée. Le Tableau I-6 résume les différents défauts liés à la barbotine (Atkin, 2015).

Tableau I-6 : Défauts liés à la barbotine (Atkin, 2015).

Défauts	Causes possibles
Démoulage difficile	Présence de résidus sur la surface du moule - Présence de trop de défloculant dans la barbotine - Les moules sont trop usagés
Barbotine difficile à vider du moule après coulage	La barbotine est insuffisamment ou trop défloculée
Moulage lent	Le liquide est trop fluide - La thixotropie est trop basse
Trous d'épingle à la surface du moulage	De la poussière à la surface du moule ou dans la barbotine - Le liquide n'est pas assez fluide - Les moules sont neufs - La barbotine est recyclée - Le délayage est insuffisant
Moules flasques (facilement déformés à la manipulation)	La thixotropie est trop élevée
Moules cassants	La thixotropie est trop basse
Gélification (aspect gélatineux et épais en surface de la barbotine)	La barbotine est restée trop longtemps exposée à l'air - La défloculation est insuffisante - L'eau est trop calcaire - Contamination par le plâtre
Craquelures	Moule pas correctement vidé

I.5.3. Défauts liés au séchage

Dans les endroits chauds ou à courant d'air, le séchage peut être trop rapide et engendrer des gauchissements, déformation et de larges craquelures sur le bord de la pièce. Il faut alors veiller à sécher les pièces à l'abri des mauvaises conditions, voir même les recouvrir de feuille de plastique pour les faire sécher lentement surtout dans les endroits très chauds. Le dépôt des pièces sur une grille métallique aidera à ce que les bases des pièces sèchent au même rythme que le reste des corps. Les parois d'épaisseur irrégulière sèchent inégalement, donc il faudra veiller sur la régularité des parois et des bases des pièces lors du modelage. Les pièces doivent être séparées les unes des autres pour favoriser la circulation homogène et fluide de l'air. L'utilisation d'une teneur adéquate de chamottes est une autre alternative efficace à condition qu'elle soit fine pour garantir une paroi lisse. De larges craquelures peuvent apparaître sur le bord de la pièce à cause de l'exposition involontaire à l'humidité après le séchage et avant la cuisson. Un séchage inégal ou inadéquat se traduit par une déformation de la pièce (Atkin, 2015).

I.5.4. Défauts liés aux décors

a - Barbotines et engobes

- *Effritements sur argile crue*

La barbotine peut s'écailler à la surface à cause d'une différence de retrait entre la barbotine et la pâte. L'effritement peut également se produire si la barbotine n'a pas été appliquée au bon moment.

- *Effritements sur biscuit cuit*

Des effritements sur les bords et sur les surfaces convexes peuvent apparaître souvent après cuisson de la glaçure à cause d'une différence de retrait à la cuisson entre la barbotine et la pâte. Il faut ajouter 20 % de la glaçure de couverture au mélange de barbotine avant l'application et remplacer les ingrédients de la barbotine (quartz, silex, ...) par des fondants (feldspath, syénite néphélinique, ...).

- *Craquelures*

De larges craquelures peuvent apparaître sur le bord de la pièce à cause de la pression d'application de décors à l'engobe. Il faut alors appliquer de fines couches de barbotine par étapes sur les pièces aux parois minces et laisser sécher entre chaque couche.

b - Préparation de la glaçure

La glaçure ne s'étale pas à la surface de la pièce à cause d'une teneur insuffisante en eau ou d'une cuisson de biscuit poreuse absorbant l'eau. Les ingrédients chutent au fond du récipient et le mélange est impossible à cause du poids des ingrédients. Il faut ajouter 1% de smectite aux ingrédients secs avant de mélanger la glaçure afin de gélifier légèrement l'ensemble et conserver la glaçure dans un récipient de plastique ou de bois.

c - Application de la glaçure

- *Mauvaise adhésion de la glaçure au biscuit*

La glaçure coule sans adhérer à la surface à cause de :

- Une température de cuisson de biscuit trop élevée qui réduit la porosité et donc l'adhérence.
- Des parois de la pièce trop fines. Il faut appliquer la barbotine en deux couches fines en laissant sécher la première avant d'appliquer la seconde et ajouter du floculant à la glaçure (chlorure de calcium ou sulfate de magnésium).

- *Affaissement de la pièce après l'application de la glaçure*

La pièce ou certains de ses éléments peuvent s'effondrer après l'application de la glaçure et avant la cuisson si la glaçure n'est pas appliquée rapidement à l'intérieur et laissée sécher avant de l'appliquer à l'extérieur. Il faut aussi que la glaçure contienne au moins 25% d'argile pour qu'elle ne soit pas trop fluide et ne pas provoquer d'affaissement à la pièce (Atkin, 2015).

I.5.5. Défauts liés à la cuisson

a - Défauts liés à l'enfournement

- *Pièce collée à la plaque*

Les pièces peuvent coller à la plaque du four après cuisson à cause de la coulure de la glaçure, de la présence d'oxydes colorants agissant comme fondant, de la présence excessive de glaçure à la base de la pièce et de la cuisson à température élevée. Il faut appliquer la glaçure sur la partie haute de la pièce pour qu'elle puisse se répandre vers le bas sans avoir le temps d'atteindre la plaque, réduire la température de cuisson, essuyer la base de la pièce avant cuisson pour s'assurer de l'absence de petites gouttes de glaçure.

- *Cuisson inégale*

La cuisson inégale des pièces peut être liée aux problèmes de four ou de programmeur, au remplissage excessif du four et à la grande proximité des pièces de la source de chaleur.

- *Gauchissement*

Des déformations peuvent résulter de mauvais supports à la cuisson et d'une mauvaise méthode d'enfournement.

b - Déformation, contamination et éclatements

Des déformations sous forme de gauchissement peuvent résulter d'une vitesse de cuisson non adaptée. La surface peut éclater par endroits après la cuisson du biscuit. Ceci se produit généralement à cause de la contamination de l'argile par la chaux, les pyrites, etc... Les fragments détachés de la surface laissent une cavité au fond de laquelle on distingue une moucheture blanche typique d'un matériau contenant de la chaux. Ils ont comme cause la contamination par des composés contenant de la chaux comme les minéraux calcaire, le béton ou le plâtre.

c - Mauvaise résistance à la cuisson

Une mauvaise résistance à la cuisson signifie que les pièces sont trop fragiles. Plusieurs raisons peuvent être évoquées :

- Les pièces ne sont pas assez cuites ou cuites trop rapidement ;
- Les parois sont trop fines ;
- L'argile comporte une trop forte teneur en chamotte ou en enduit ;
- L'argile est mal préparée ;
- Une mauvaise conception avec des formes anguleuses ;
- Trop peu de fondants dans l'argile.

d - Trous d'aiguille

Ce sont des trous à la surface après cuisson. Ils ont pour causes : des brûlures des matériaux contaminants présents dans l'argile ou prisonniers entre l'engobe et la surface décorée à la barbotine ; et la présence d'air dans l'argile à cause d'une mauvaise préparation (mauvais pétrissage) ; une cuisson trop rapide.

e - Boursouflures et cloques

Ce sont des bulles prisonnières sous la surface. Ce problème est courant dans le cas de pièces vitrifiées et couvertes de glaçure. Ces grosses bulles attestent de la présence de gaz prisonniers dans l'argile à cause d'une cuisson trop rapide.

f - Gros éclatements

De grandes zones éclatées en surface peuvent être générées à cause d'une cuisson avant séchage complet ou d'une cuisson trop rapide sur les 250 premiers degrés (Atkin, 2015).

g - Problème de glaçure à la cuisson

Le Tableau I-7 résume les causes et les remèdes des différents défauts de glaçure à la cuisson.

Tableau I-7 : Causes et remèdes des problèmes de glaçures à la cuisson (Atkin, 2015).

Défauts	Causes et remèdes
Faiencage	Une fissure peut affecter l'ensemble de la pièce cuite pour plusieurs causes : - pression de surcharge lors de la cuisson, montée ou baisse trop rapide de la température ou sur-cuisson ; - une mauvaise conception (il faut arrondir les angles et lisser les incisions pratiquées dans l'argile) ; - l'utilisation d'une argile dense et lisse ; - l'épaisseur de la glaçure ; - les parois sont trop fines pour endurer une pression supplémentaire de glaçure en cours de cuisson.
Couleurs non uniformes	Les couleurs peuvent être non uniformes pour plusieurs raisons : - une glaçure colorée et opaque au zircon (il faut utiliser un colorant réfractaire) ; - contamination des oxydes par d'autres colorants cuits en même temps ; - des bulles sont piégées dans la glaçure.
Glaçure granuleuse	Cette imperfection peut apparaître après cuisson si la glaçure n'a pas été passée correctement au tamis. Cette texture peut apparaître également si la glaçure a été contaminée après le mélange ou si des cristaux se sont formés depuis sa dernière utilisation.
Cloques	Des cratères, bulles et trous d'épingle peuvent apparaître dans la <i>glaçure</i> cuite pour différentes raisons : sur-cuisson, cuisson ou refroidissement rapide, palier de cuisson court, proximité des pièces de la paroi et des plaques du four et des flammes de fours à gaz.
Boursoflures	Des bulles ou petites cloques prisonnières de l' <i>argile</i> peuvent apparaître après cuisson de la glaçure à cause d'une surcuisson, d'une cuisson trop rapide ou des composants volatils de l'argile.
Glaçure non homogène	La glaçure peut se rétracter formant des grosseurs et faisant apparaître l'argile par endroits. Plusieurs causes peuvent expliquer ce problème : - des zones poussiéreuses ou grasses sur le biscuit ; - les colorants de la sous-glaçure ; - les sels solubles dans l'argile formant des dépôts ou présents également dans l'eau ; - le taux de retrait au séchage trop élevé de la glaçure. La glaçure peut être cuite opaque et laiteuse par endroits au lieu d'être transparente si elle est trop épaisse. La surface peut être criblée de petits trous comme une peau d'orange à cause d'une température de cuisson du biscuit trop basse, d'une mauvaise méthode d'application de la glaçure, d'une cuisson rapide, d'une sous cuisson ou surcuisson et des ingrédients de la glaçure.
Tressailage	Des craquelures plus ou moins fines peuvent apparaître sur la glaçure cuite à cause d'une sous-cuisson, d'une cuisson trop rapide, de l'ouverture du four trop rapide, de la présence d'oxydes métalliques dans la glaçure, de l'association barbotine/argile non conforme ou d'une glaçure trop épaisse.
Trous d'épingle	La présence de ces trous minuscules semblables à des bulles éclatées est due à une température de cuisson trop basse, à une cuisson trop rapide, à une faible densité de glaçure appliquée sur une paroi trop fine, aux composants non adéquats de la glaçure, à la contamination et aux poussières.
Ecaillage	Il est semblable au tressailage, mais les bordures des fissures sont coupantes. Il résulte d'un mauvais accord de dilatation entre l'argile et l'émail, de dépôts de sels solubles sur l'argile et si l'association de barbotine/engobe et argile ne fonctionne pas.
Glaçure coule et colle aux plaques	La glaçure fond, coule et se répand à la base des pièces qui ne se décolent plus de la plaque du four. Cela se produit si la glaçure est inadaptée à la température de cuisson, à cause d'une surcuisson et de l'action des oxydes colorants comme des fondants.
Transfert de couleur	Les pièces couvertes de glaçure blanche peuvent ressortir vertes à la cuisson à cause de la contamination au cuivre (oxyde très volatil). Il faut soit cuire les pièces blanches séparément soit les placer sur une autre plaque.

I.6. LA CERAMIQUE AU MAROC

L'apparition de la poterie au Maroc a été attestée depuis le Néolithique il y a environ 6000 ans avant J-C (Daugas et al., 2008; El Idrissi, 2001). Avec la sédentarisation, un nouveau mode de vie apparut, de nouveaux outils sont inventés tels que la céramique pour stocker, bouillir ou transporter les aliments. Plusieurs formes de récipients enrichis de différents décors ont été découvertes (Daugas et al., 2008). De nos jours, l'activité céramique est connue presque partout au Maroc et se présente sous deux formes : industrielle et artisanale.

A l'échelle industrielle de production massive, plusieurs unités sont installées dans différentes régions du Maroc (briqueteries, carreaux, sanitaire, ...). La plus grande concentration de ces unités se trouve dans les régions de Casa-Berrechid à l'ouest du pays. La première unité de fabrication de carreaux de faïence au Maroc a été lancée en 1964. Sa production qui était de 1000 m²/jour a atteint 100 000 m²/jour sous la

gouvernance du groupe Super Cerame et intègre actuellement le top 20 mondial des producteurs de carreaux céramiques.

A l'échelle artisanale, l'activité céramique est surtout connue dans les villes de Fès, Safi, Salé, Meknès, dans le Rif et à Marrakech. Elle représente l'un des piliers de l'économie des différentes régions du royaume. Les produits fabriqués sont très variés d'une région à l'autre (Figure I-10).



Figure I-10 : Produits céramiques de différentes villes du Maroc. (A) Salé, (B) Safi, (C) Fès, (D) Poterie féminine du Rif, (E) Meknès. Echelle : trait noir = 10 cm.

Le Zellige, produit typique des villes de Fès et de Tétouan, apparaît au Maroc au 10^{ème} siècle (Bastien, 2011). Il est largement utilisé au 14^{ème} siècle notamment à Meknès sous la dynastie des Mérinides. Le zellige est partout présent dans l'architecture traditionnelle. Ces carreaux d'argile émaillés décorent les fontaines murales des jardins, les fontaines centrales à jet d'eau, les murs des Hammams, les patios des riads ou les salles de bain. Des émaux aux teintes naturelles continuent à être utilisés sur les zelliges Fès, sur la céramique ornementale et utilitaire.

La ville portuaire de Safi est depuis longtemps réputée pour la qualité et l'originalité de ses produits céramiques. Fidèles aux techniques traditionnelles de la poterie, les artisans de cette ville proposent des poteries uniques soigneusement décorées et peintes à la main. Parmi les produits on trouve des vases, des tasses, des saladiers et des plats.

La poterie de la ville de Salé est parmi les plus célèbres au Maroc. Elle a pu concurrencer la céramique de Safi par le regroupement entre l'art décoratif de la ville de Safi et l'aspect traditionnel de la poterie de la ville de Marrakech. L'activité est concentrée dans le Complexe des potiers d'Oujla. La céramique de Meknès se reconnaît aux palmes et aux feuilles dentelées et nervurées qui les ornent. Des tuiles rondes vernissées y sont aussi produites.

Le Nord du Maroc produit de la poterie surtout utilitaire dans les sites de Oued Laou, Tétouan et Tanger (El Ouahabi, 2013). La poterie féminine est typique des régions du Nord (Zerhoun, Al Hoceima, Chefchaouen, Ouazzane, Taounate et Taza). Cette activité se caractérise par le modelage de barattes, braseros, lampes à huile, pots à lait, cruches, petits animaux. Cette poterie est modelée manuellement et caractérisée par ses symboles et ses dessins spécifiques qui l'ornent. Les formes des pièces ressemblent étrangement à celles de la production grecque, phénicienne et carthaginoise. Certaines sont décorées, d'autres non. Chaque tribu du Rif a des dessins qui lui sont propres (Berrada, 2002).

I.7. LA TERRE CUITE A MARRAKECH

La terre cuite dans la région de Marrakech est caractérisée par son trait traditionnel et sa couleur rouge en harmonie avec celle de la ville. Les villageois autour de la ville de Marrakech n'ont pas hésité depuis très longtemps à exploiter la richesse en matière première argileuse dans la région. Ils ont su adapter les matériaux locaux aux besoins de l'activité potière en faisant des mélanges entre les différentes argiles locales. Ils ont aussi pu distinguer au cours du temps entre ce qui est utilisable de ce qui ne l'est pas en termes d'usage des matières premières argileuses.

Certains sites sont spécialisés dans la production de la céramique utilitaire, d'autres dans la production de céramique ornementale. La production cible à la fois la population locale et les touristes. Certains ateliers sont spécialisés dans la production de briques traditionnelles qui sont utilisées dans la restauration des monuments historiques ou dans les bâtiments récents à caractère traditionnel. Cependant dans les sites des régions montagneuses de la région de Marrakech dont l'accès est difficile, l'activité de poterie est en cours d'extinction (site d'Ait Bousaid et d'Anougal).

La procédure de traitement ainsi que la qualité des produits fabriqués n'ont pas beaucoup évolué au cours du temps malgré que l'activité céramique artisanale soit connue dans la région de Marrakech depuis plusieurs siècles. Ces méthodes traditionnelles de production de céramique dans la région de Marrakech ne tiennent pas comptes des caractéristiques chimiques, minéralogiques, thermiques et technologiques des matières premières. En effet des études très limitées sur l'utilisation, la qualité et le potentiel des argiles de Marrakech ont été réalisées (Hajjaji et al., 2002; Khalfaoui et Hajjaji, 2009; Hajjaji et Mezouari, 2011; Daoudi et al., 2014; El Boudour El Idrissi et al., 2014, 2016a, 2016b). Cependant la préservation de cette activité traditionnelle est devenue une préoccupation majeure de la région Marrakech-Safi car elle fait partie intégrante de l'investissement et des plans de développement économique régional et touristique.

Par ailleurs, la céramique traditionnelle à Marrakech offre un champ d'étude exceptionnel par sa diversité. La nature géologique des formations exploitées offre une multitude de champs d'investigation pour les scientifiques du domaine. Adams et al. (Adams et al., 1979) signalent l'intérêt scientifique d'un tel champ traditionnel de production. Il signale qu'il est urgent de mener des enquêtes auprès des potiers travaillant encore dans un milieu traditionnel, tant que c'est encore possible. Bronitsky et Hamer (1986) recommandent des analyses approfondies sur la gamme des facteurs impliqués dans la production de céramique et dans leur utilisation, en commençant par la malléabilité des argiles et la plasticité, et en passant par les matériaux ajoutés et les procédés de fabrication et en terminant par les techniques de cuisson et les conditions d'utilisation. Dans cette vision des choses, la région de Marrakech permet d'une manière exceptionnelle la caractérisation et le contrôle qualité de plusieurs types d'argile et de produits céramiques. Par son caractère antique, la céramique de Marrakech peut avoir par son étude scientifique des implications importantes lors de l'évaluation des choix technologiques observés dans les matériaux archéologiques. Tous ces points mettent l'accent sur l'importance et l'intérêt de la céramique à Marrakech et du profit qu'elle peut ajouter à différentes branches de la science naturelle et humaine.

CHAPITRE II - CARACTERISTIQUES DES SITES ETUDIES

INTRODUCTION

Dans un premier temps, nous avons visité la direction de la chambre d'Artisanat de la Région Marrakech qui nous a permis de collecter les informations relatives à la localisation des différents sites de l'activité potière de la région de Marrakech. Nous avons ensuite effectué au moins deux visites à chaque site : la première visite avait pour but de collecter les différentes informations sous forme d'un questionnaire (Figure II-1) dont les réponses figurent dans le présent chapitre ; la seconde avait pour but de réaliser une étude de terrain et de collecter les différents types d'échantillons à étudier et à analyser.

.../.../...

FORMULAIRE DE SITE DE POTERIE

- **Localité :**
- **Détails sur la localité :**
-
- **Aperçu historique sur la localité :**
- **Nombre d'ateliers dans le site :**
- **Nombre d'ateliers dans le site :**
- **Nombre d'artisans dans le site :**
- **Nombre de spécialité :**
- **Les spécialités des ateliers :**
- **Coopérative :** oui non
- **Source de la matière brute :**
- **Différents dosage utilisé :**
- **Couleur de la matière brute :**
- **Préparation de la pâte :**
- Concassage : oui non
- Tamisage : oui non
- Trempage :
- Durée de trempage à l'eau :
- Endroit de trempage :
- **Manière de confection :** Tournage Moulage Coulage
- **Séchage :** A l'ombre Au soleil
- Durée de séchage :
- Détails sur le séchage :
- Type de défauts après le séchage :
- **Cuisson :**
- Type de four : Traditionnel A gaz
- Si four traditionnel, type de combustible : Sciure de bois Caoutchouc Bois
- Cycle de cuisson :
- Vitesse de chauffage :
- Palier :
- T° maximale atteinte :
- Défaut de la cuisson :
- Couleur après la cuisson :
- Produit final : Biscuit Emailé
- Défaut après cuisson :

Figure II-1 : Formulaire synthétique utilisé lors des diagnostics des sites de terre cuite de la région de Marrakech.

II.1. ZONE D'ETUDE

II.1.1. Localisation et produits des sites étudiés

Dans la région de Marrakech, les matériaux argileux sont essentiellement utilisés dans la terre cuite. Les centaines d'ateliers de poterie traditionnelle de la région utilisent des matériaux argileux locaux. L'activité de poterie de la région est répartie sur douze sites qui se situent dans un rayon de 10 à 80 km autour de la ville de Marrakech (Figure II-2). Les cartes topographiques de détail pour chaque site sont mises en Annexe 1. Ces sites comportent 550 ateliers dans lesquels exercent plus de 850 potiers (Tableau II-1).

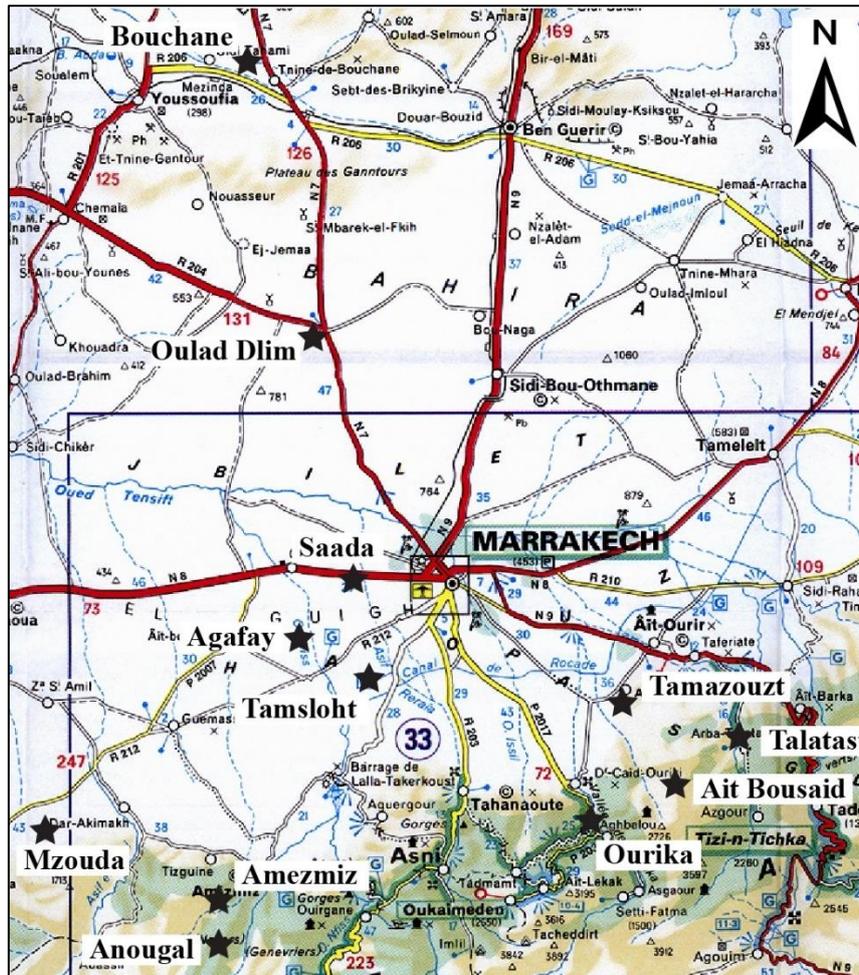


Figure II-2 : Localisation des sites potiers de Marrakech (étoiles) (Carte routière du Maroc).

Tableau II-1 : Données indiquant quelques caractéristiques des sites potiers de la région de Marrakech.

Sites	Coordonnées GPS	Nombre d'artisans	Nombre d'ateliers	Type de produits confectionnés
Agafay	31°32'57.35"N 8°11'51.8"O	240	~70	Gasriyas, Briques traditionnelles
Bouchane	32°17'2.89"N 8°20'2.31O	30	15	Grands vases, ustensiles rustiques de cuisson et gourdes
Ouled Dlim	31°56'12.3"N 8°12'51.31"O	65	50	
Talatast	31°24'37.67"N 7°31'29.55"O	20	14	Ustensiles rustiques de cuisson
Tamazouzt	31°29'17.13"N 7°43'50.58"O	13	4	Petites pièces de décoration de petite taille
Ait Bousaid	31°22'52.20"N 7°38'2.70"O	10	5	Gasriyas
Tamsloht	31°29'40.53"N 8° 5'41.55"O	50	~ < 50	Grands vases poreux, gourdes, petites pièces utilitaires et pièces de décoration
Ourika	31°21'26.52"N 7°46'55.60"O	~ > 160	120	Décoration et ustensiles rustiques de cuisson,
Amezmiz	31°12'53.96"N 8°14'47.35"O	52	~ < 50	Ustensiles rustiques de cuisson et gourdes
Anougal	31°9'48.39"N 8°15'21.18"O	22	~ < 22	
Mzouda	31°13'39.84"N 8°36'13.76"O	48	48	Tagines, gasriyas
Saada	31°37'40.88"N 8°5'21.43"O	~ > 114	85	Tuiles, briques traditionnelles, Tam-tams

Pour des raisons économiques, l'activité de terre cuite utilise généralement les matières premières des formations géologiques proches. Dans la région de Marrakech, en raison de la variabilité de la nature géologique des terrains, les matières premières utilisées sont très différentes d'un site à l'autre. Ainsi, dans chaque site, la nature des produits confectionnés ainsi que la procédure de confection sont en grande partie conditionnées par la nature géologique de l'argile utilisée. Ceci est dû à la nature et à l'aptitude au façonnage de chaque type de matière première argileuse. Par exemple, alors que le site de Tamsloht produit de grands vases poreux, les sites d'Amezmiz et de Talatast sont caractérisés principalement par la production d'ustensiles rustiques de cuisson, les sites de Tamazouzt et d'Ourika par des pièces de décoration, tandis que le site de Saada est connu par des tuiles et des briques ainsi que d'autres produits divers (Figure II-3).



Figure II-3 : Quelques produits de terre-cuites caractéristiques des sites étudiés.

Talatast : braseros (a), marmite (f), Tamsloht : vase pépinière (b), Ourika : décors (c, g), Bouchane : vases (d, e), marmite (h), Mzouda : tajine (i), Tamazouzt : décors (j), Ait Bousaid : gasriya (k), Saada : tuiles (l), Anougal : réchaud + casserole (m), Amezmiz : tajine (n).

En se basant sur les classifications adoptées dans la littérature, les produits céramiques de la région peuvent être classés, d'après leurs caractéristiques, en tant que produits poreux à grains grossiers (Hennicke, 1967); en terre cuite de basse température (Hamer et Hamer, 2004); ou en terre cuite colorée (Heimann et Maggetti, 2014).

II.1.2. Cadre géographique et climatique de la zone d'étude

La Région de Marrakech est située dans la partie centrale du Maroc entre 31° et 32° 30' nord et entre 7° 30' et 8° 30' ouest (Figure II-4). Elle comprend le flanc nord du Haut Atlas de Marrakech, les massifs de Jbilete et Rehamna, et la plaine du Haouz.

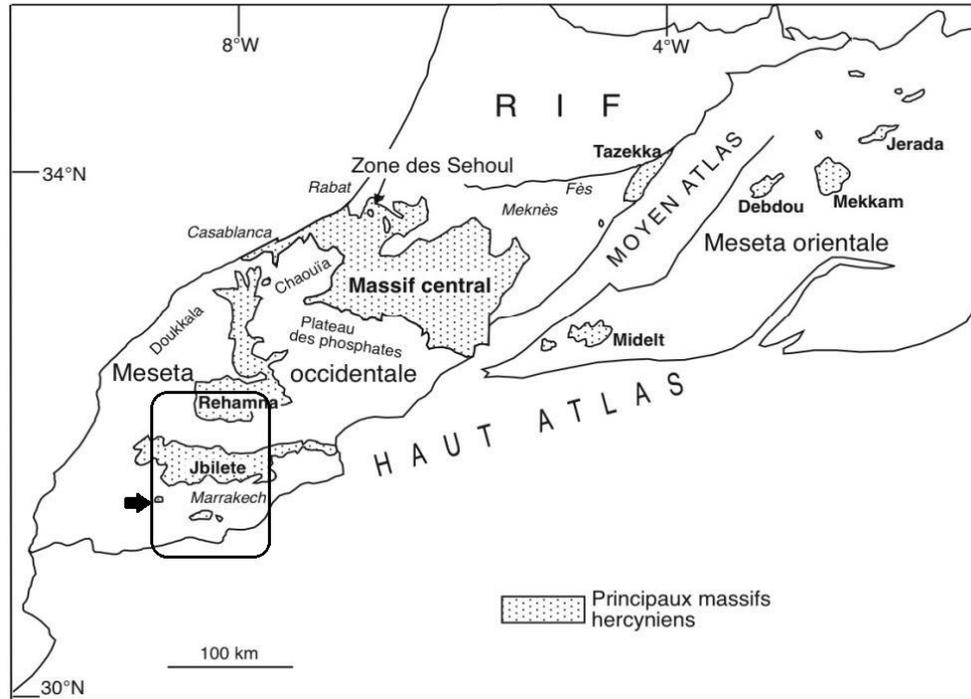


Figure II-4 : Domaines structuraux du Nord du Maroc et localisation de la zone d'étude.

Le Haut Atlas de Marrakech fait partie de la chaîne intracontinentale du Haut Atlas, élément morphologique le plus important au Maroc. Son altitude est globalement plus élevée dans sa partie centrale et occidentale que dans sa partie orientale. Il sépare les plateaux et les plaines atlantiques, au nord et à l'ouest et le domaine saharien et anti-atlasique, au sud et au sud-est. Cette chaîne constitue une barrière montagneuse beaucoup plus longue que large (800 km de long / 40 à 80 km de large). Les géographes y ont distingué trois parties comparables ; le Haut Atlas occidental, le Haut Atlas central et le Haut Atlas oriental (Michard, 1976; Michard et al., 2008). Le Haut Atlas de Marrakech fait partie intégrante du Haut Atlas occidental, il comprend le point culminant du Maroc et de l'Afrique du Nord (4167 m au jbel Toubkal). C'est de ces hautes altitudes que prennent naissance les grands oueds du versant nord de la région de Marrakech : les oueds N'Fis, Rdat, Zat, Ourika et Rhéraia. A l'Ouest du Tizi n'Test, le relief s'abaisse rapidement vers l'océan. En bordure du domaine montagneux haut-atlasique se trouvent les dépressions : du Haouz au Nord, de la plaine du Sous et du sillon sud-atlasique au Sud. Les limites entre la chaîne haut-atlasique et les domaines voisins, mésétien et anti-atlasique, sont le plus souvent abruptes et on passe rapidement de ces dépressions marginales de l'Atlas à la Haute Chaîne par une étroite bande de collines sous-atlasiques comme celle d'Aït-Ourir (au S-E de Marrakech).

La Meseta côtière (Bloc côtier) comprend la partie la plus occidentale du Maroc central, les parties occidentales des Rehamna et des Jbilete et le socle paléozoïque de la Chaouïa et des Doukkala (Figure II-4). Le massif des Rehamna est isolé du Massif central par le Plateau des Phosphates et de celui des Jbilete par le Plateau des Gantour. Le massif des Jbilete est subdivisé en trois zones structurales, à savoir les Jbilete occidentales, centrales et orientales. Les massifs des Jbilete et Rehamna sont moins élevés que le Haut Atlas (700 m pour les Rehamna, 1000 m pour les Jbilete), mais plus arides. Avec la plaine du Haouz, ils font partie du domaine structural de la Meseta occidentale. Dans la partie centrale de la zone, la plaine du Haouz s'étend le long de la bordure septentrionale du Haut Atlas. Elle est comprise entre les Jbilete au nord et le Haut Atlas au sud, le premier versant du Moyen Atlas à l'est et le plateau de Chichaoua à l'Ouest.

Le climat qui règne dans la zone d'étude est semi-aride, avec des températures minimales d'environ 5°C en hiver et maximales de 45°C en été. Ce climat semi-aride complexe résulte de l'interférence de trois facteurs (Dijon, 1968) : Une barrière montagneuse très élevée, la proximité de l'océan atlantique sur lequel le secteur d'étude s'ouvre largement et une latitude saharienne à climat très aride au Sud. En effet, le massif du Haut Atlas occidental bloque les influences sahariennes avec un régime de vents chauds appelés Chergui qui se développe sur l'ensemble du Maroc saharien au Sud. Ainsi, le flanc Nord jouit d'un climat beaucoup plus ouvert sur les influences atlantiques froides. Dans sa partie Ouest, la région reçoit des brises de mer qui pénètrent dans l'intérieur de 20 à 30 km. En ce qui concerne les précipitations, elles sont fort variables aussi bien dans l'espace que d'une année à l'autre. Certaines régions reçoivent des précipitations importantes qui permettent une culture dans les vallées et sur les terrasses. Une très forte différence dans les précipitations s'aperçoit au niveau du Haut Atlas. Elle est plus marquée sur le versant nord qu'au sud. Le cumul annuel de précipitations peut atteindre plus de 800 mm sur les reliefs alors qu'il ne dépasse pas les 300 mm sur les plaines avoisinantes.

Le réseau hydrographique de la plaine du Haouz est constitué de deux systèmes : le Lakhdar-Tassaout, affluent à débit important de l'Oum Rbia, et le Tensift qui reçoit tous les oueds du Haouz central et occidental, issus du versant nord de l'Atlas, notamment le N'Fis (Figure II-5). Ces oueds se caractérisent par de faibles débits avec des variations saisonnières importantes (Abourida et al., 2003). Le canal la Rocade contribue à l'irrigation du secteur. Les eaux de ce canal sont caractérisées par une grande turbidité, d'où l'origine des argiles de Zaraba utilisées en terre cuite de la zone d'étude.

De point de vue végétation, la combinaison des domaines géographiques et climatiques contrastés autour de la zone étudiée, permet le développement d'une flore diversifiée. Le flanc Nord du Haut Atlas se remarque par la présence de forêts, anciennes et reboisées, pendant que les terrains du reste de la zone sont très fertiles et sont exploitables pour l'activité agricole.

La population, principalement Amazigh, vit du pastoralisme, de l'agriculture et en partie de l'activité potière. Selon les données du recensement de 2004 des communes rurales, la population totale est de 39071 à Saada, 26990 à Ourika, 22353 à Tighdouine (commune du Douar Talatast), 21408 à Tamsloht, 15166 à Mzouda, environ 15000 à Oulad Dlim, 13711 à Amezmiz, 12454 à Iguerferouane (commune d'Ait Bousaid), 12245 à Tamazouzte, 11079 à Agafay, 9554 à Bouchane et 4173 à Anougal.

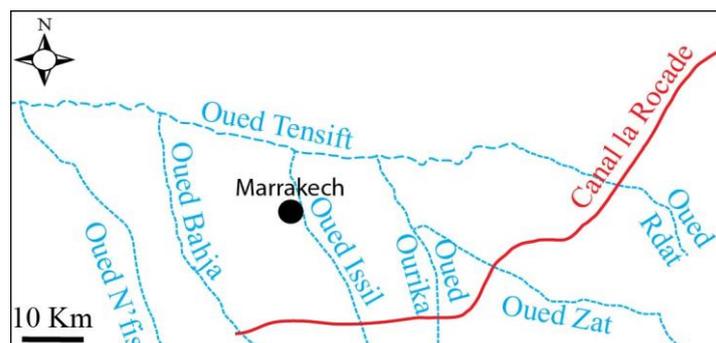


Figure II-5 : Localisation des Oueds et du Canal de la Rocade autour de la ville de Marrakech.

II.1.3. Cadre géologique

De point de vue géologique, la zone d'étude comporte différents types de faciès appartenant à différents domaines structuraux (Figure II-6). Les douze sites potiers sujet de notre étude sont répartis sur ces différents domaines structuraux autour de la ville de Marrakech. Les sites de Bouchane et d'Oulad Dlim sont respectivement situés à proximité des massifs Paléozoïque des Rehamna et des Jbilette (Bouchane dans le Bloc côtier et Oulad Dlim au Nord des Jbilette centrales). Les sites de Saada, d'Agafay et de Tamsloht sont situés dans la plaine du Haouz. Les autres sites (Tamazouzte, Talatast, Ait Bousaid,

Ourika, Amezmiz, Anougal et Mzouda) sont situés dans le piedmont et le flanc nord du Haut Atlas de Marrakech.

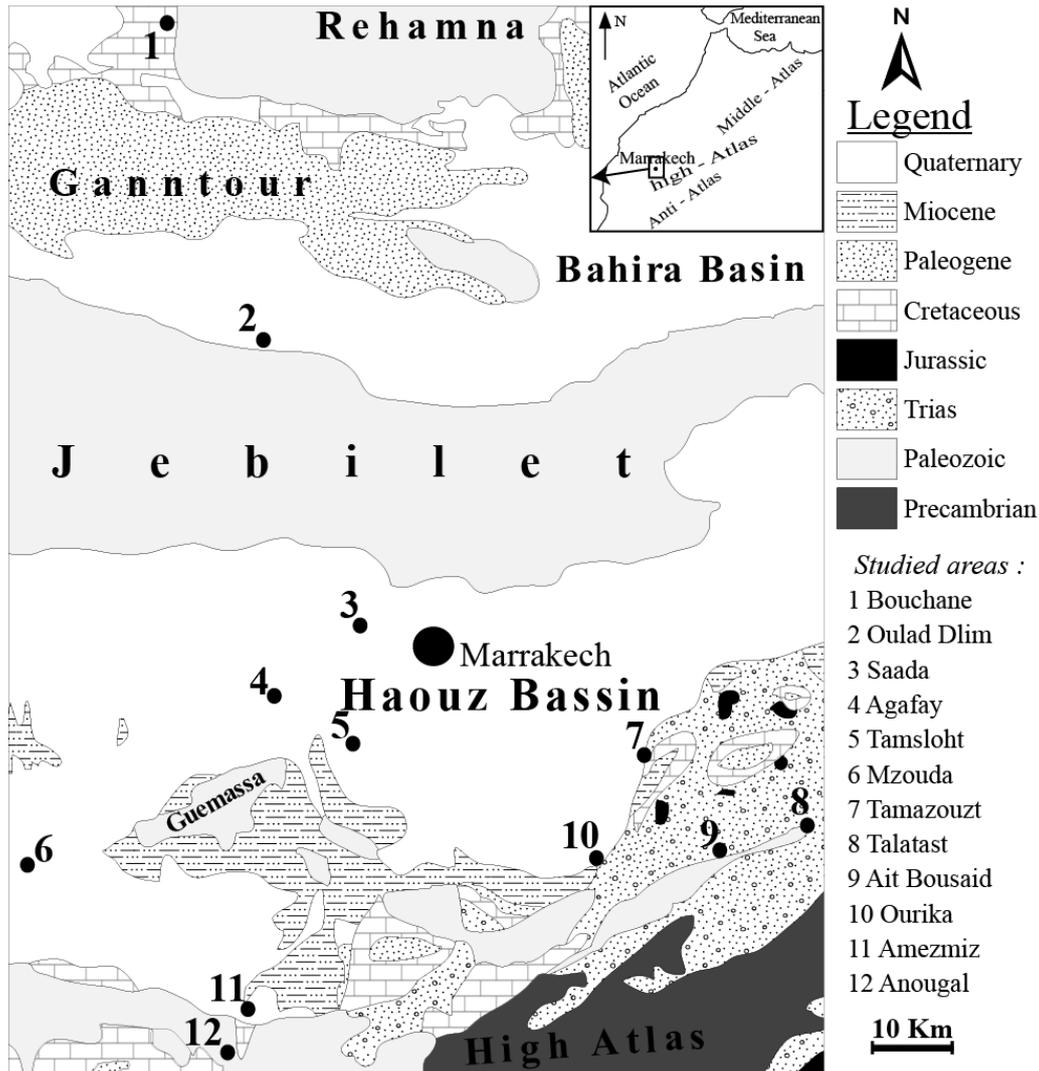


Figure II-6 : Carte géologique de la zone d'étude (modifiée, d'après Michard et al., 2008) et localisation des sites étudiés.

a - Le Haut Atlas de Marrakech

Dans sa partie méridionale, la zone d'étude est constituée au niveau du Haut Atlas d'une série paléozoïque épaisse, représentée surtout par les dépôts cambriens. La déformation hercynienne y est clairement marquée et elle s'exprime par des plis surtout NNE-SSW, un métamorphisme important et la mise en place de granitoïdes comme celui du Jbel Tichka.

Dans sa partie septentrionale, le piedmont du Haut Atlas est composé d'une couverture sédimentaire de composition variée; le recouvrement sédimentaire sus-jacent comprend des sédiments épicontinentales et marines du Mésozoïque et du Tertiaire dominé en grande partie par du calcaire, du grès argileux et des marnes (Moukhchane, 1983; Sinan, 2000). La couverture mésozoïque plissée du Haut Atlas Occidental apparaît à l'ouest avec les couches tendres du couloir d'Argana et les calcaires des Ida-ou-Tanane. On retrouve une couverture plissée à la limite nord du Haut Atlas occidental (d'Imi n'Tanoute à Amezmiz) et au sud (entre le massif du Tichka et la plaine du Souss; Piqué et al., 2007).

b - La Meseta occidentale

- *Le Haouz*

Il correspond à un bassin sédimentaire constitué par des formations détritiques résultant du démantèlement de la chaîne de montagnes du Haut Atlas et accumulées durant le Néogène et le

Quaternaire récent. Cette plaine est marquée par deux grands groupes de formes de dépôts; les cônes de déjection et terrasses fluviales qui sont intimement liés dans le temps et l'espace (Chehbouni et al., 2008). Les faciès sont composés par des conglomérats, des grès, des siltites et des argiles. Localement, ces dépôts récents sont percés par des affleurements du Paléozoïque (calcaire du Dévonien et schistes viséens).

- *Les Rehamna*

Ce massif est affecté par du métamorphisme syntectonique. Dans le nord du massif, le métamorphisme est peu accentué et les terrains sédimentaires y sont aisément datés par les fossiles. Il en est de même dans les Rehamna occidentaux. Par contre, dans le centre et à l'est du massif, l'évolution métamorphique est plus poussée et des massifs granitiques s'y sont mis en place (Piqué et al., 2007).

- *Les Jbilet*

Ce massif a été cartographié et étudié par Huvelin (1977) et il a été ensuite l'objet de nombreuses études avec des interprétations souvent divergentes (Piqué et al., 2007) (Figure II-7). Les Jbilet occidentales comme les Rehamna occidentaux font partie du Bloc côtier. C'est une zone anticlinoriale à terrains cambro-ordoviciens peu métamorphiques et peu déformés. A l'ouest des Jbilet centrales, la zone du Bou-Gader est constituée de terrains probablement cambriens. Les plis sont subméridiens. Plus à l'est, la zone des Skhirat comprend des roches d'âge surtout ordovicien, mais aussi dévonien et viséen, souvent disloquées et dispersées dans des niveaux plus tendres. Ces blocs montrent des états variables de déformation. L'évolution métamorphique est nulle à l'Ouest de la région à épizonale à sa limite orientale. L'intensité du métamorphisme est appréciée par la composition de la fraction fine inférieure à 2 μm , en particulier par la cristallinité de l'illite et par la nature minéralogique et cristallochimique des phyllosilicates. Schématiquement, d'ouest en est les argiles telles que la kaolinite et la smectite disparaissent car elles sont instables dans les conditions de température et de pression élevée. Seules subsistent l'illite et la chlorite qui constituent la paragenèse anchi- et épizonale bien développée à l'est. Plus à l'est encore, les zones d'Abda-Sarhlef et de Sidi-bou-Othmane sont constituées des schistes dinantiens. A l'est du méridien de Marrakech, les Jbilet orientales appartiennent au domaine centre-oriental avec des bassins carbonifères caractérisés par la mise en place de nappes de glissement et une sédimentation chaotique.

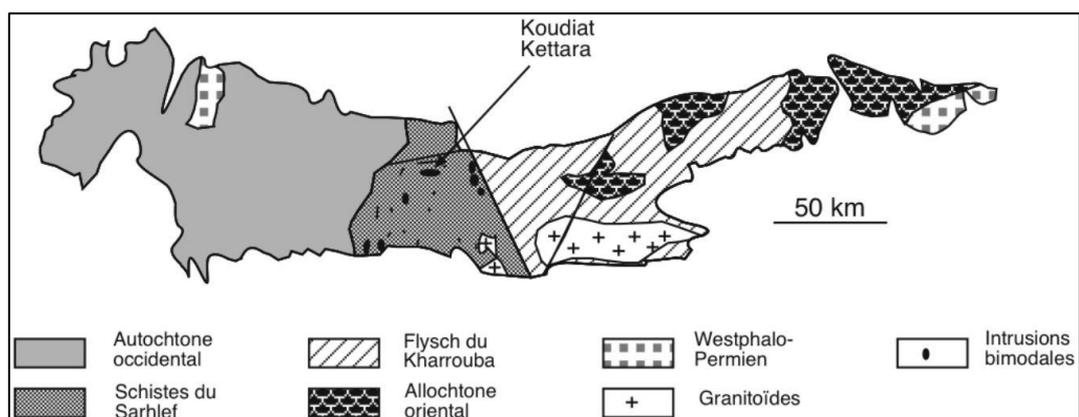


Figure II-7 : Carte synthétique des Jbilet (D'après Piqué et al., 2007).

II.1.4. Matières premières argileuses dans la région de Marrakech

a - Les réserves d'argiles dans la région

La diversité géographique et géologique de la région offre de larges possibilités d'exploitation des terrains d'argiles dans le domaine de la céramique. En effet la colonne litho-stratigraphique de la Figure II-8 montre que les formations argileuses existent à plusieurs niveaux de la série.

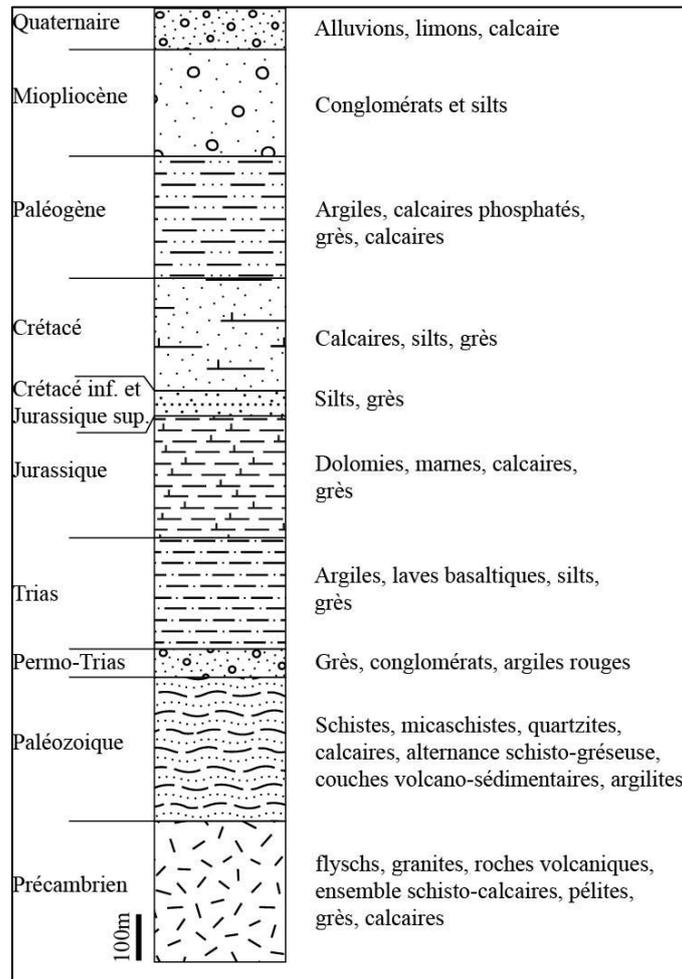


Figure II-8 : Colonne litho-stratigraphique synthétique de la zone d'étude (sur la base du bouquin de Piqué et al., 2007).

Au Paléozoïque dans les Rehamna orientaux, l'Ordovicien du Jbel Kharrou est constitué de couches argileuses illitiques à caractère grésant séparées par des barres quartzitiques. Elles affleurent sur plus de 30 Km². L'étude menée par El Yakoubi (2006) montre que ce sont des argiles de très bonne qualité pouvant être utilisées pour la fabrication de produits céramiques tels que les carreaux sols et murs, sanitaire et poterie de service, etc. Les séries schisteuses dans la région Bouchane sont en cours d'exploitation dans le secteur de poterie.

Dans les formations triasiques, malgré l'épaisseur et l'apparence argileuse des séries, seuls quelques gisements d'argiles y sont exploités pour la poterie.

Au Jurassique et au Crétacé, les séries sédimentaires sont à dominance grésocalcaire. Des niveaux probablement crétacés sont discordants sur les séries paléozoïques de Bouchane et sont utilisés en mélange (comme liants) dans le processus de fabrication céramique. Cependant, les séries jurassiques ne sont pas exploitées dans le domaine de la céramique.

Les séries du Paléocène (surtout l'Eocène) de toute la région sont riches en smectites et en argiles fibreuses (surtout palygorskite) non exploitées. Ces argiles peuvent être utilisées comme ajout dans l'industrie céramique en raison de leur forte plasticité (Daoudi et al., 2015). Au plateau du Kik, les teneurs en argile fibreuse fluctuent entre 40 et 65 % de la roche totale pour une puissance < 60 m.

Les séries du Mio-pliocène sont épaisses et très développées dans la région de Marrakech. Cependant, contrairement aux sites potiers de Fès (sites de Benjelikh) et de Salé (sites de l'Oulja) où l'argile mio-pliocène utilisée est de bonne qualité, celle de la région de Marrakech est connue pour sa forte teneur en calcaire et de sa nature smectitique et n'a pas encore été bien valorisée dans l'industrie de terre cuite à l'exception de certains niveaux dans le site potier de Mzouda dans la présente étude.

Les séries du Quaternaire de la région de Marrakech sont très abondantes dans la plaine de Haouz. Elles correspondent généralement à des sols et des terrasses alluviales dont les dépôts résultent du démantèlement des reliefs du Haut Atlas.

b - Les gisements exploités dans la poterie

Dans la région de Bouchane, Oulad Dlim, Amezmiz et Anougal, les schistes paléozoïques sont mélangés avec des sols généralement sus-jacents, pour produire des pâtes céramiques (Figure II-9).

Des argiles triasiques sont utilisées au niveau d'Ourika (Figure II-9) pour la fabrication d'ustensiles rustiques et d'objets ornementaux. Ces argiles peuvent également constituer des matières premières pour l'élaboration de briques et de substrats pour le revêtement des murs et des sols. Au S-E du village de Talatast, au niveau du Jbel Iguiniyert sont localisés des colluvions rouges de bonne qualité utilisés également pour l'élaboration d'ustensiles rustiques de tout genre notamment ceux de cuisson.

À Mzouda se trouve plusieurs types d'argiles en cours d'exploitation, ils diffèrent entre eux par leurs natures, couleurs, compositions et propriétés mais sont vraisemblablement du même âge (Mio-Pliocène). Ils sont utilisés en mélange selon certaines proportions dans la poterie de la région concernée.

Les argiles du Quaternaire sont parmi les plus utilisées dans le domaine de la poterie artisanale de la région de Marrakech. Elles sont exploitées :

- Sous forme de couvertures pédologiques quaternaires (site de Tamsloht, Agafay, Oulad Dlim et Amezmiz) ;
- Sous forme de sédiments actuels résultant des dépôts des oueds N'Fis, Tensift et du Canal la Rocade ;
- Sous forme de boues de lavage des granulats.

II.2. MATERIAUX ETUDIÉS

II.2.1. Echantillonnage et formulations

a - Echantillons prélevés

En tenant compte de leur âge stratigraphique et de leur nature lithologique, on distingue six principaux types de matières premières argileuses : les schistes du Paléozoïque, les argilites et colluvions du Trias et du Mio-pliocène, les sols du Quaternaire, les sédiments déposés dans les oueds suite à des crues et enfin les boues de lavage de granulats.

Alors que certains artisans potiers utilisent un seul type d'argile, d'autres sont obligés de mélanger deux ou plusieurs types d'argiles afin d'atteindre la consistance désirée. Au total, nous avons comptabilisé 34 échantillons de matières premières argileuses différentes utilisées par les artisans des douze sites étudiés (Tableau II-2). Chaque type de matière première a fait l'objet d'un seul échantillonnage.

Les matières premières argileuses utilisées en céramique de la région de Marrakech ont des caractéristiques céramiques constantes, sauf les sédiments des oueds et du canal le Rocade dont la composition et la consistance varient d'une période à une autre (communication des artisans du site de Saada). C'est à dire que la plupart des matériaux utilisés sont relativement homogènes et se comportent similairement de point de vue propriétés céramiques. Ainsi, pour chaque site étudié, une seule pâte pour chaque type de matière première a été collectionnée directement de chez les artisans. Quand il s'agit de mélange de différentes matières premières, ces dernières ont été échantillonnées soit directement des carrières avec une assistance locale, soit depuis la réserve des artisans. Les pâtes composées d'un mélange de plusieurs matières premières ont été préparées en laboratoire selon la formule utilisée par les artisans.

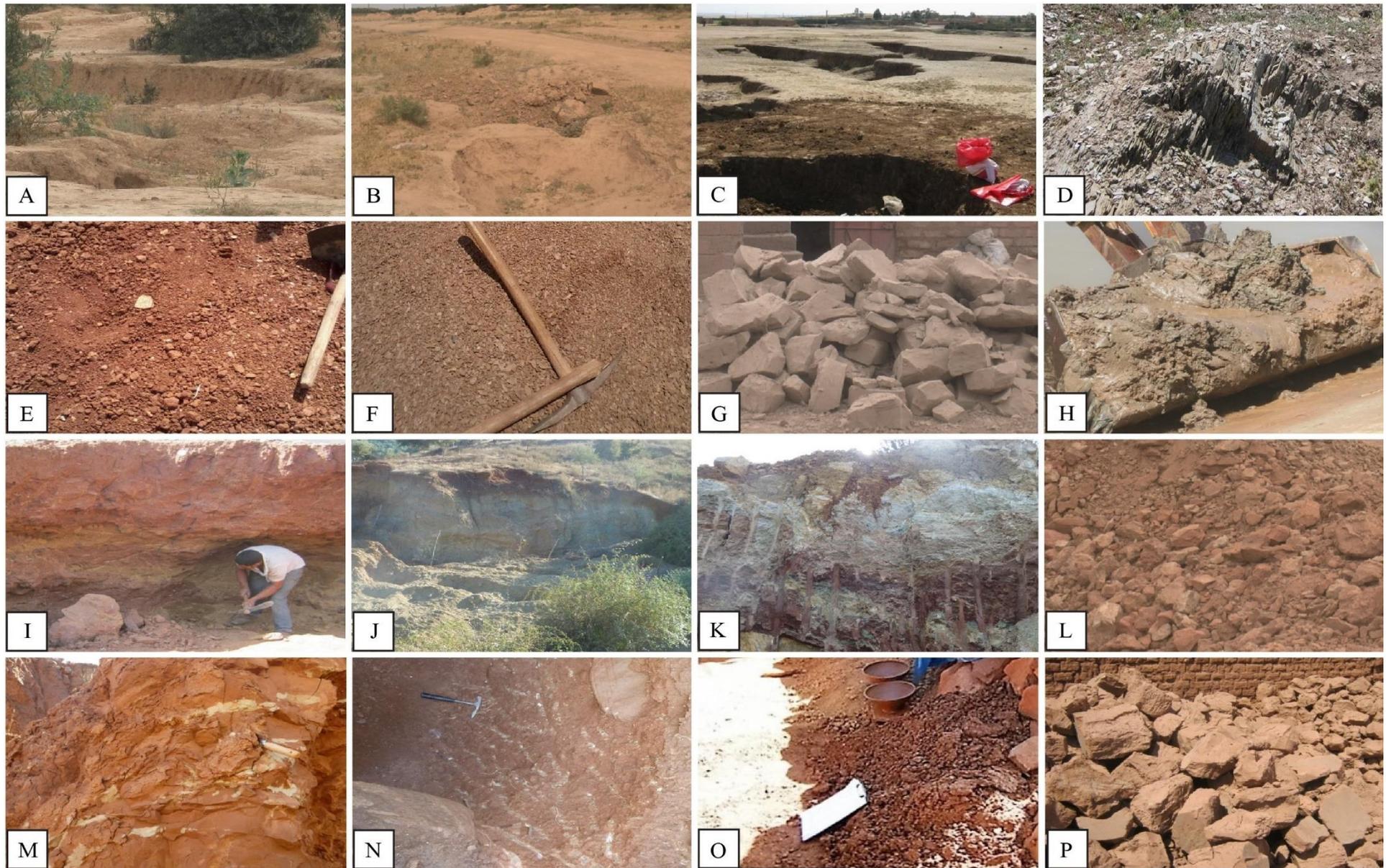


Figure II-9 : Aspect des matières premières dans les carrières d'exploitation ou après extraction.

(A) Sol d'Agafay, (B) Sol de Tamsloht, (C) Sol et (D) schiste de Bouchane, (E) Sol et (F) schiste d'Oulad Dlim, (G) Sédiments d'Oued N'Fis, (H) Sédiment du Canal la Rocade, (I) Argile d'Ait Bousaid, (J) Argile d'Amezmiz, (K) Argile de Mzouda, (L) Argile d'Ourika utilisé pour la décoration, (M) Argile d'Ourika utilisée en barbotine, (N) Argile d'Ourika utilisée pour les tajines, (O) Colluvions de Talatast, (P) Boues de lavage de Tamazouzt.

Tableau II-2 : Caractéristiques des différents échantillons de matières premières argileuses prélevés dans la région d'étude.

* les abréviations des composants des pâtes sont numérotées en indices pour les distinguer des pâtes.

	Sites	Ech.	Lithologie	Sources	Coordonnées	Couleur	
Matières premières argileuses constituant des formulations de pâtes	Oulad Dlim	OD ₁ *	Sol	Carrière	31°56'12.3"N 8°12'51.31"O	Rouge	
		OD ₂	Schiste			Marron foncé	
		OD ₃				Gris	
	Bouchane	Bo ₁	Sol		32°17'2.89"N 8°20'2.31O	Marron	
		Bo ₂	Schiste			Gris	
	Mzouda	Mz ₁	Colluvions argileux		31°13'44.39"N 8°35'34.28"O	Rouge	
		Mz ₂	Sable peu consolidé			Jaune-vert	
		Mz ₃	Argilite à grains très fins			Rouge	
		Mz ₄	Sédiments limoneux			Gris foncé	
		Mz ₅	Colluvions			Jaune-orange	
		Mz ₆	Sable assez consolidé			31°13'17.38"N 8°36'33.77"O	Jaune
	Ait Boussaid	AB ₁	Argilite		31°22'52.20"N 7°38'2.70"O	Rouge	
		AB ₂					
	Ourika	Our ₁	Colluvion pélitique		31°22'1.71"N 7°47'37.62"O	Rouge foncé	
		Our ₂	Sédiment canal Rocade		Artisan	31°37'40.88"N 8°5'21.43"O	Gris
		Our ₃	Argilite		Carrière	31°21'26.52"N 7°46'55.60"O	Rouge
	Amezmiz	Am ₁	Schiste		Artisan	31°12'53.96"N 8°14'47.35"O	Vert
		Am ₂	Sol		Artisan		Rouge
Am ₃		Schiste	Carrière	31°12'38.58"N 8°15'3.88"O	Gris		
Anougal	An ₁		Artisan	31°9'48.39"N 8°15'21.18"O	Gris clair		
	An ₂				Rouge		
Pâtes constituées d'un seul type de matière première argileuse	Saada	Nfs	Sédiments silteux		31°32'57.35"N 8°11'51.8"O	Gris	
		Ten					31°37'40.88"N 8°5'21.43"O
		Zar					
	Agafay	Ag ₁	Sol		31°32'57.35"N 8°11'51.8"O	Gris	
		Ag ₂					
	Tamsloht	Tms	Sol		31°29'40.53"N 8°5'41.55"O	Gris	
	Mzouda	Mz ₆	Colluvions à schistes	Carrière	31°13'39.84"N 8°36'13.76"O	Marron	
	Tamazouzt	Tmz ₁	Boue de lavage	Artisan	31°29'17.13"N 7°43'50.58"O	Gris	
		Tmz ₂					
	Ourika	Our ₁	Argilite	Carrière	31°21'26.52"N 7°46'55.60"O	Rouge	
		Our ₂				Rouge	
		Our ₃				Schiste	Artisan
	Talatast	Ta	Colluvion		31°24'37.67"N 7°31'29.55"O	Rouge	

Au total :

- 21 échantillons constituant les formulations des pâtes ;
- 13 pâtes constituées d'un seul type de matière première ;
- 13 pâtes constituées à partir d'un mélange de plusieurs matières premières.

La collecte de chaque type de matière première vise à la caractériser minéralogiquement et chimiquement. La collecte et la préparation des pâtes sont effectuées pour réaliser des essais céramiques.

b - Formulations adoptées

Afin d'ajuster les propriétés à la fois des pâtes céramiques, des pièces crues et des produits finaux correspondants, certains sites de la région mélangent deux ou plusieurs types d'argiles. Le mélange des différents types de terre est effectué selon un savoir-faire local et vise à obtenir la consistance désirée à la pâte et les propriétés physiques convenables aux produits finis.

Les matériaux à mauvaise consistance nécessitent des ajouts qui améliorent leur plasticité, consistance et malléabilité. Ainsi, des argilites très plastiques sont ajoutées au sable ou au silt. Cependant certains sols d'altération sont mélangés avec leurs substratums schisteux. Les sols ainsi ajoutés en mélange permettent de donner des propriétés de plasticité aux schistes concassés et de réagir en tant qu'agent de liaison pendant la phase de façonnage. Les colluvions contiennent naturellement, sans addition, une quantité significative d'argile plastique.

Le site de Mzouda représente l'un des sites où une grande variété de matières premières argileuses est utilisée. Les artisans tentent alors de mélanger les argiles les plus plastiques avec celles qui le sont moins afin d'obtenir la consistance désirée.

Le Tableau II-3 représente les formulations adoptées dans les différents sites.

Tableau II-3 : Description des formulations de pâtes étudiées.

*¹ les abréviations des composants des pâtes sont numérotées en indices pour les distinguer des pâtes. *² mélanges entre plusieurs lithologies.

Sites	Pâtes	Mélanges	Lithologie	Source	Couleur
Oulad Dlim	OD	$1/3OD_1+1/3OD_2+1/3OD_3$ * ¹	Mélange* ²	Pâtes mélangées en laboratoire	Marron
Bouchane	Bo1	$2/3BO_1+1/3BO_2$	Mélange		Vert
	Bo2	$1/2BO_1+1/2BO_2$	Mélange		Vert
Mzouda	Mz1	$3/4Mz_5+1/4Mz_6$	Mélange		Jaune
	Mz2	$1/2Mz_3+1/2Mz_6$	Mélange		Rouge
	Mz3	$1/3Mz_2+2/3Mz_1$	Mélange		Orange
	Mz4	$1/2Mz_4+1/2Mz_3$	Mélange		Rouge
	Mz5	$1/2Mz_4+1/2Mz_5$	Mélange		Gris
Ait Boussaid	AB	$1/2AB_1+1/2AB_2$	Argilite		Marron
Ourika	Our4	$3/4Our_1+1/4Our_2$	Mélange		Marron
	Our5	$1/2Our_1+1/2Our_3$	Mélange	Rouge	
Amezmiz	Am	$1/2Am_1+1/4Am_2+1/4Am_3$	Mélange	Marron	
Anougal	An	$1/2An_1+1/2An_2$	Mélange	Orange	

Les matériaux les plus utilisés sont les sols et les schistes (Figure II-10). Les argilites et les colluvions sont utilisés avec la même fréquence suivis par les sédiments d'oueds. Les boues de lavage de granulats sont les moins utilisées.

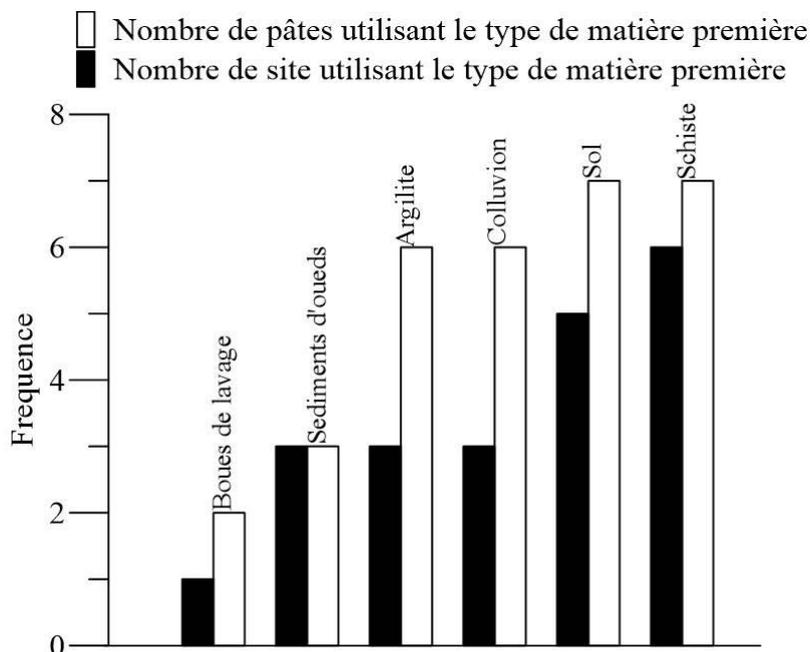


Figure II-10 : Fréquence d'utilisation de chaque type de matières premières argileuses dans les pâtes céramiques et dans les sites étudiés.

II.2.2. Procédures de confection

Avant d'être transformées en pâtes céramiques, les matières premières argileuses subissent différents traitements afin d'en améliorer la qualité. Ces traitements visent à éliminer les éléments indésirables tels que les tiges et racines végétales, à sécher et à désagréger la matière avant de la tamiser à sec ou à l'eau, et à laisser pourrir dans l'eau pendant un certain temps pour améliorer la plasticité. Dans ce qui suit nous allons décrire les procédures globales adoptées, ainsi que les différences observées d'un site à un autre.

- Concassage

Les différentes catégories d'argiles subissent un concassage à la hache ou au bâton (Figure II-11A) qui réduit les mottes en graviers, sable et grains plus fins. Dans les sites qui utilisent les schistes (sites d'Oulad Dlim, Bouchane et Amezmiz), qui sont des matériaux plus difficiles à fragmenter, les artisans déposent les matières premières sur des pistes afin de subir un concassage par les roues des charrettes.

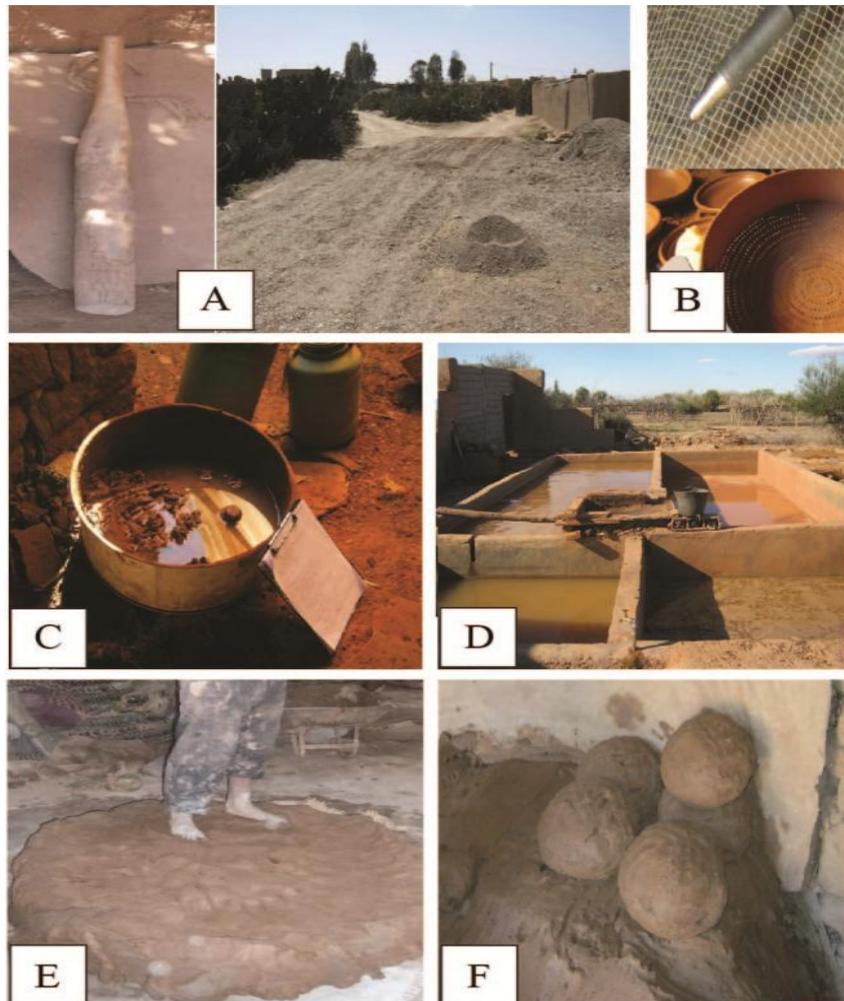


Figure II-11 : Procédé général de confection des pâtes céramiques dans les sites étudiés.

(A) à gauche : bâton utilisé pour le concassage à Tamazouzt, à droite : mise des schistes sur la piste pour concassage à Bouchane. (B) En haut : tamis utilisé à Ait Bousaid, en bas : tamis utilisé à Talatast. (C) Délayage et pourrissage de la pâte de Talatast, (D) Bassins de délayage et tamisage des matériaux de Mzouda. (E) Pétrissage à Saada. (F) Boudinage à Agafay.

- Tamisage

Les matériaux subissent ensuite un tamisage sec (maille de 2-5 mm) ou humide (maille < 2mm) (Tableau II-4, Figure II-11B et D). La maille des tamis utilisée dépend principalement de la nature des produits confectionnés.

La nature de la matière première argileuse peut également jouer un rôle dans la maille des tamis. Les sites qui utilisent des matériaux dont les grains sont majoritairement inférieurs à 2 mm n'utilisent pas de tamisage, comme c'est le cas des sites d'Agafay, Tamsloht et Saada. Le tamisage sec est adopté par la plupart des sites (Bouchane, Oulad Dlim, Talatast, Ait Bousaid, Amezmiz, Ourika et Anougal). Le tamisage humide est adopté surtout pour certains types de produits (tajines de Mzouda et décors de Tamazouzt). Il vise d'après la vision des artisans locaux à éliminer l'effet des éclatements de grains de chaux dans les pièces qui nécessitent une absence maximale de défauts (pièces de décoration et tajines).

Tableau II-4 : Caractéristique du tamisage et du processus de confection adoptés dans les sites étudiés.

Sites étudiés	Tamisage	Confection
Agafay	Non	Tournage - Moulage
Bouchane	2mm (Sec)	Tournage - Colombin
Ouled Dlim	~ 5mm (Sec)	Tournage
Talatast	2mm (Sec)	Tournage
Ait Bousaid	4mm (Sec)	Tournage
Tamazouzt	1mm (humide)	Tournage
Tamsloht	Non	Tournage - Plaques
Ourika	~ 2mm (humide ou sec)	Tournage - Coulage - Collage
Amezmiz	3mm (Sec)	Tournage
Anougal	2mm (sec)	Tournage
Mzouda	2mm (Humide)	Tournage
Saada	Non	Tournage - Pressage pour les bejmats

- *Délayage*

Cette opération vise à déliter les particules d'argile. Cependant la dissociation par pénétration d'eau entre les particules n'a lieu facilement et complètement que sur des matières sèches, d'où l'intérêt de la mise des matières premières à l'air libre par les artisans avant de les mélanger à l'eau.

L'argile destinée au tamisage humide est mise dans un bassin qui sert à leur délitage (Figure II-11D). Les argilites utilisées en barbotine (argile d'Ourika) sont fortement compactées, elles sont donc mises dans un bassin de délayage remplies d'eau et agitées régulièrement par les pieds.

Les argiles ayant subi ou non un tamisage sont mises dans des cuvettes d'eau (Figure II-11C) pour une période de 2h à quelques semaines selon les sites.

Dans certains sites (Ait Bousaid et Bouchane), l'eau est ajoutée directement à l'argile afin de la transformer en pâte sans passer par le processus de délayage.

- *Confection de la pâte*

L'eau est ajoutée directement aux matériaux qui ne nécessitent pas de tamisage ou ayant subi un tamisage sec. L'ajout d'eau est accompagné par le pétrissage (Figure II-11E) qui permet le dégagement de l'air, l'intrusion de l'eau et l'homogénéisation à la fois de la matière et de la distribution de l'eau. Cette opération continue jusqu'à l'obtention d'une pâte demi-molle qui est la consistance de façonnage normal avec laquelle la pâte ne colle pas aux doigts, tout en subissant les déformations que la main imprime (Kornmann, 2006).

Dans le cas des matériaux ayant subi un tamisage humide, l'argile est laissée décanter dans le bassin de tamisage avant d'enlever l'excès d'eau. La consistance de l'argile est liquide à cette phase. Elle sèche 3 à 7 jours en fonction de la température environnante jusqu'à obtenir une consistance semi-molle. A cette phase, la matière première a déjà pris suffisamment de retrait pour former des fentes de dessiccations ce qui facilite la séparation et le déplacement des pâtes sous forme de blocs décimétriques (Figure II-11F) et la mise en stock. La pâte stockée est couverte par du plastique afin d'empêcher l'avancement du séchage et l'endurcissement et les artisans s'en servent au fur et à mesure du besoin. Une fois que les artisans en ont recourt, la pâte est malaxée aux pieds et aux mains puis répartie en boudins prêts à passer au tournage. Chaque boudin correspond à la confection de plusieurs pièces (environ 3 à 4 tagines/gasriyas, une dizaine de tasses).

- *Façonnage*

Les techniques utilisées pour le façonnage dans les sites de la région de Marrakech sont le moulage (Figure II-12A), le tournage (Figure II-12B), le pressage, la plaque, le coulage, le collage (Figure II-12C) et le montage en colombin.

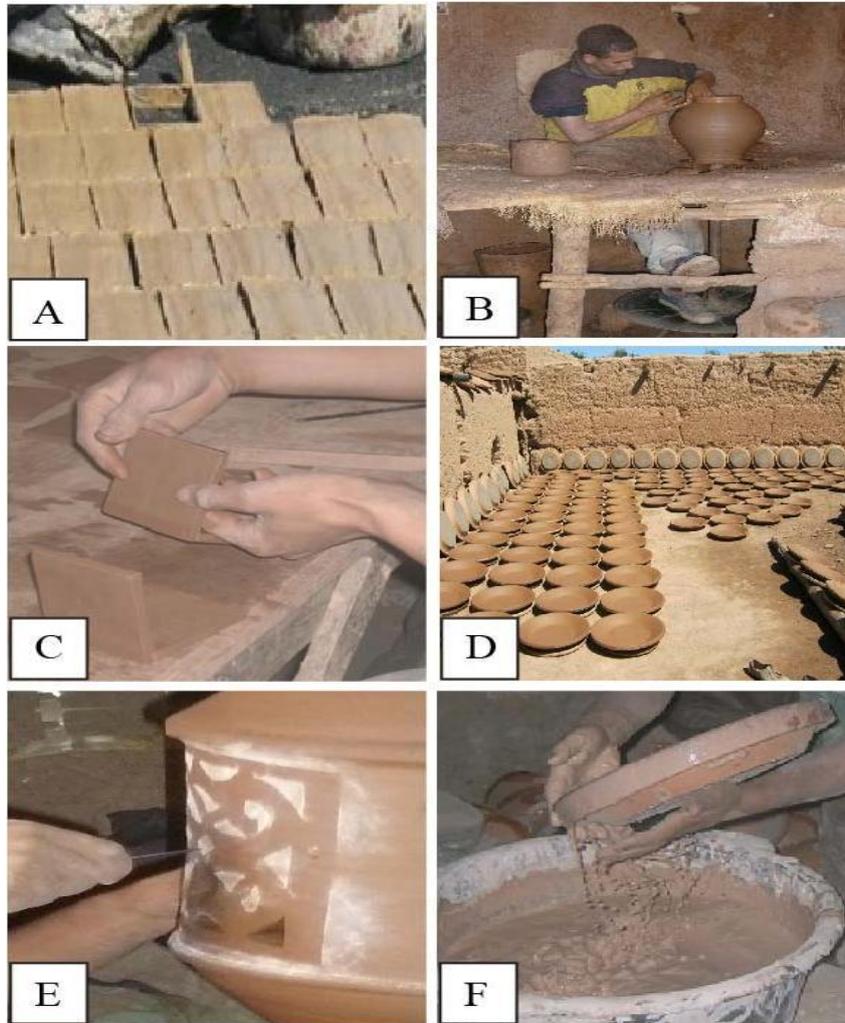


Figure II-12 : Procédés de confection des pièces céramiques dans les sites étudiés.

(A) Moulage des briques à Agafay. (B) Tournage et (C) collage des plaques à Ourika. (D) Séchage des Gasriyas d'Agafay. (E) Décoration par perforation à Tamsloht. (F) Emaillage à Mzouda.

Le façonnage des pièces circulaires telles que les tajines, les vases et les gasriyas est effectué par tournage sur un plateau en utilisant un tour à pied. Cette technique est pratiquée dans tous les sites (Tableau II-4).

Les briques sont façonnées à l'aide d'un moule rectangulaire en bois ou par pressage. Deux types de briques de dimensions différentes sont confectionnés dans les sites de la région de Marrakech ; les briques de construction (15 x 10 x 3 cm) utilisées dans la restauration des monuments historiques et les briques de revêtement extérieurs et décoration (15 x 3 x 3 cm) appelés localement « bejmats ». Ce deuxième type de brique est obtenu par découpage longitudinal en trois morceaux des briques de construction avant leur séchage. Ces briques sont produites surtout dans les sites de Saada et d'Agafay.

Les vases et certaines pièces de décorations sont façonnés par coulage de barbotine. Cette méthode est utilisée surtout dans le site d'Ourika qui dispose d'un type d'argile susceptible de convenir à cet effet grâce à ses propriétés.

La méthode de collage est réalisée sur des plaques destinées à l'assemblage pour former des pièces décoratives. Cette méthode est utilisée dans les sites de Tamsloht et d'Ourika.

Le montage en colombin est pratiqué sur les pâtes rugueuses à base de schistes à grains grossiers du site de Bouchane. Ce type de montage est effectué sur un plateau lui-même mis sur le tour du potier. Cette méthode facilite le façonnage des grandes vases et aide à surmonter la rugosité de la pâte. Si le montage se fait uniquement par tournage les mains et les ongles se blessent intensément comme en témoignent certains artisans.

- Séchage

Le protocole de séchage se déroule en plusieurs étapes (Tableau II-5). Sa durée diffère selon les sites, le type d'argile, le type de produits confectionnés et les températures de chaque saison. Il débute généralement dans l'atelier (à l'ombre) pour la majorité des sites pour une durée allant de 1h (site d'Ouled Dlim) à 4 jours (site d'Agafay). Cette étape est suivie d'un séchage au soleil de 1 h à 3 jours selon les saisons (Figure II-12D). Durant les périodes froides, le séchage peut s'effectuer directement au soleil. Dans le cas des briques, la confection par moulage se fait directement sous le soleil, la pièce reste sur place pendant tout le séchage.

Tableau II-5 : Détails du processus du séchage dans les sites étudiés.

Sites étudiés	Séchage	
	Eté	Hiver
Agafay	Gasriya : 3 à 4h au soleil => 1j à l'ombre => 3-4j au soleil à 7j en hiver	
	Briques : 1j au soleil	Briques : 3j au soleil
Bouchane	18h à l'ombre et 1h au soleil	18h à l'ombre et 2 jours au soleil
Ouled Dlim	1h à l'ombre => soleil	2h à l'ombre => soleil
Talatast	15 min au soleil => 2 j à l'ombre => 12 h soleil	
Ait Bousaid	12h à l'ombre / 12h au soleil	2 jours à l'ombre (temps nuageux) sinon 2j au soleil
Tamazouzt	24h ombre / Temps indéterminé au soleil	Uniquement au soleil
Tamsloht	2 à 4j à l'ombre suivi de 2 à 3h au soleil	
Ourika	1 à 2j à l'ombre, suivi de quelques heures de séchage au soleil	
Amezmiz	6h à l'ombre => 4h au soleil	
Anougal	12 à 24h à l'ombre => 12h à 3 jours au soleil selon saison	
Mzouda	1 à 3h au soleil ensuite finition de la pièce et suite de séchage à l'ombre pendant 2j. avant le séchage définitif au soleil	
Saada	1 à 2 jours dans l'ombre ensuite au soleil jusqu'à séchage visiblement complet	

Dans les sites d'Agafay, Talatast et Mzouda, le séchage débute au soleil pour une courte durée (15 min et 4 h selon les sites). Ce type de séchage est indispensable pour les pièces qui sont confectionnées en plusieurs étapes (tagines, gasriya), il a pour but de raffermir les pièces confectionnées avant de passer à la finition. Une fois finies, les pièces subissent le séchage habituel à l'ombre (1-2 jours), puis au soleil (12h à 7 jours).

- Cuisson

La cuisson s'effectue principalement dans des fours traditionnels (Tableau II-6). La forme des fours, leurs capacités de chargement et les combustibles utilisés diffèrent d'un site à l'autre (Figure II-13). Les fours de cuisson de briques sont généralement de forme cubique (Figure II-13A). Certains sites (Mzouda, Saada et Oulad Dlim) utilisent des fours à gaz équipés de thermomètre (Figure II-13B). Les fours de Bouchane de forme cylindrique longue sont adaptés aux longs vases produits dans le site (Figure II-13C). La cuisson à Oulad Dlim s'effectue dans des fours horizontaux qui utilisent de la bouse séchée de bovin comme combustible (Figure II-13D). La cuisson des petites pièces et des pièces qui s'imbriquent facilement comme les gasriyas, s'effectue dans des fours caractérisés par une chambre assez petite (Figure II-13E, F). Les fours d'Ait Bousaid (Figure II-13F) destinés pour la cuisson des gasriyas ne peuvent accueillir qu'un seul étage de pièces lors de la cuisson, cela en adéquation avec le faible taux de production dans ce site dont l'activité potière est en cours d'extinction.

Les combustibles utilisés lors de la cuisson sont composés généralement de : bois, broussailles séchées, sciure de bois de menuiserie, broyat d'olive, pneus abimés, déchets de l'industrie du cuir et caoutchouc. Les fours à gaz qui nuisent peu à l'environnement ne sont utilisés que rarement. Dans le site d'Ait Bousaid, la raréfaction du combustible en bois est la cause principale du déclin de l'activité potière (les artisans parcourent de longues distances pour trouver du bois).

Tableau II-6 : Détails du processus de cuisson au niveau de chaque site.

Sites étudiés	Type de four	Durée de cuisson	Température maximale	Combustible
Agafay	Traditionnel et à gaz	12 h	Inconnue	Pneus, déchets cuir
Bouchane	Traditionnel	3h30 à 4h	Inconnue (~ 700 à 800°C)	Pneus
Ouled Dlim	Traditionnel - poterie féminine (à gaz)	5 à 7h, 10h en hiver pluvial	Inconnue (~ 600°C)	Bouse de bovin + morceau de bois
Talatast	Traditionnel	1,5 h	Inconnue	Plantes, sciure de bois
Ait Bousaid	Traditionnel	1h20 en été, 2h en hiver	Inconnue	Plantes
Tamazouzt	Traditionnel	Été : 1h40 En hiver 2h à 2h15	Inconnue (~ 850°C)	Sciure de bois
Tamsloht	Traditionnel	7 à 11h	Inconnu	Broyat d'olive, sciure de bois et pneus
Ourika	Four à gaz	6h	2 cuissons à 950°C	Gaz
Amezmiz	Traditionnel	6h30	Inconnue	Bois
Anougal	Traditionnel	4 à 5 h	Inconnue	Bois
Mzouda	Four à gaz	7h (100°C/h) + 4h (50°C/h)	850 à 950	Gaz
Saada	Fours à gaz et traditionnels	3h	900 à 950°C	Déchets plastiques, sciure de bois, broyat d'olive



Figure II-13 : Fours utilisés dans certains sites.

(A) Site Saada.

(B) Site de Mzouda.

(C) Site de Bouchane.

(D) Oulad Dlim.

(E) Site de Tamazouzt.

(F) Site d'Ait Bousaid.

La durée de cuisson varie entre 1h20 et 12h selon les sites. L'utilisation d'un palier de cuisson à la température maximale est presque impossible vue que les fours ne sont pas réglables automatiquement. D'après les potiers, les températures de cuisson varient entre 600°C et 850°C et peuvent atteindre 950°C pour les pièces émaillées. Toutefois la grésification et la vitrification jusqu'à la fonte de certaines pièces comme à Agafay témoignent que les températures peuvent dépasser 1100°C à la base des fours. La

bicuisson est réalisée dans le cas des pièces émaillées : une première cuisson pour le biscuit et une seconde cuisson après émaillage du biscuit.

La programmation des fours à gaz est réalisée par variation du débit du gaz fourni. L'opération de l'échauffement du four se fait d'une manière progressive. La vitesse de chauffe est en moyenne de 100°C/heure durant les premières heures de cuisson. Elle diminue à 50°C/heure durant les dernières 2-4 heures de cuisson. Le refroidissement du four est réalisé de façon spontanée, par arrêt de l'alimentation du four en gaz. Les pièces sont ensuite récupérées le lendemain matin, une fois que le four est complètement refroidi.

- Décoration

Dans la moitié des sites étudiés, les produits confectionnés sont naturels sans décoration. Les autres sites utilisent des décorations à l'aide de peintures, d'engobage ou en appliquant des émaux. Les sites d'Agafay, d'Ait Bousaid et d'Anougal pratiquent l'engobage par des terres à teneur élevée en fer. Dans les sites de Mzouda et de Saada, l'émaillage est utilisé surtout pour les tajines, les gasriyas et les tuiles. Dans le site de Tamazouzt, la peinture à huile est utilisée pour la décoration.

Le trempage dans l'émail s'effectue généralement après une première cuisson. Cependant, l'émaillage des tajines du site de Mzouda s'effectue avant cuisson. Certains artisans utilisent encore des fours traditionnels pour les pièces émaillées, cependant ces fours sont de plus en plus abandonnés par les artisans du site de Mzouda ce qui a considérablement amélioré la qualité des produits finis.

Le Tableau II-7 récapitule les procédures de confection dans les sites étudiés.

II.3. LES DEFAUTS

II.3.1. Défauts liés à la matière première

Le nombre de défauts liés à la nature de la matière première est relativement faible. Un problème majeur lié aux argiles de dépôt des oueds et du canal de la Rocade réside dans le fait que la composition de ce type de matière première n'est pas stable ; elle varie en fonction des saisons et dépend du type d'averse qui est à l'origine de ces dépôts. Dans certains cas, ces argiles comportent des proportions convenables entre plastifiants et dégraissants, alors que dans d'autres cas, les artisans doivent la mélanger avec un nouvel arrivage de matière première pour améliorer sa qualité.

Certaines matières premières extraites sous forme de mottes d'argiles peuvent comporter des grains grossiers. Les artisans résolvent ce problème par un délitage dans des bassins suivi d'un tamisage humide.

Par ailleurs, la présence de grains de carbonates dans certaines matières premières engendre des problèmes d'efflorescences et d'éclatement de chaux sur les produits finaux suite à la cuisson (Figure II-14). Les artisans utilisent le tamisage humide à mailles fines afin de se débarrasser des gros grains de carbonates.

II.3.2. Défauts liés à la préparation de la pâte

Parmi les défauts qui sont liés à la confection on a le mauvais tamisage. Les artisans utilisent un tamis à larges mailles (> à 2 mm) ce qui induit le passage de grains grossiers, notamment les carbonates, dont résultent des éclatements à la surface des produits après cuisson. Un autre problème qui est lié à la préparation de la pâte est le mauvais pétrissage. Il induit la persistance de bulles d'air à l'intérieur des tessons, ce qui fragilise les pièces et induit des défauts d'éclatement lors de la cuisson.

Tableau II-7: Tableau récapitulatif des procédures de confection dans les sites étudiés.

Sites étudiés	Conca-ssage	Tamisage	Pourri-ssage	Confection	Séchage		Cuisson : Type de four / Durée de cuisson / Température max / combustible	Décors
					Eté	Hiver		
Agafay	Oui	Non	Oui	Tournage - Moulage	Gasriya : 3 à 4h au soleil => 1j à l'ombre => 3-4j au soleil à 7j en hiver		Traditionnel et à gaz / 12 h / inconnue / pneus, déchets cuir	Engobage
Bouchane	Bâton	2mm (Sec)	Non	Tournage - Colombin	18h à l'ombre et 1h au soleil	18h à l'ombre et 2 jours au soleil	Traditionnel / 3h30 à 4h / ~ 700 à 800°C / pneus	-
Ouled Dlim	Bâton	~ 5mm (Sec)	Non	Tournage	1h à l'ombre => soleil	2h à l'ombre => soleil	Traditionnel - poterie féminine (gaz) / 5 à 7h, 10h en hiver pluvial / ~ 600°C / Bouse de bovin + morceau de bois	-
Talatast	Bâton	2mm (Sec)	Oui	Tournage	15 min au soleil => 2 j à l'ombre => 12 h soleil		Traditionnel / 1,5 h / inconnue / plantes, sciure de bois	-
Ait Bousaid	Bâton	4mm (Sec)	Non	Tournage	12h à l'ombre / 12h au soleil	2 jours à l'ombre (temps nuageux) sinon 2j au soleil	Traditionnel / 1h20 en été, 2h en hiver / Inconnu / plantes	Engobage
Tamazouzt	Bâton	1mm (humide)	12h - 1 mois	Tournage	24h ombre / Temps indéterminé au soleil	Uniquement au soleil	Traditionnel / Eté : 1h40 / En hiver 2h à 2h15 / ~ 850°C / sciure de bois	Peinture à huile
Tamsloht	Oui	Non	2h	Tournage - Plaques	2 à 4j à l'ombre suivi de 2 à 3h au soleil		Four traditionnel / 7 à 11h / Inconnu / Broyat d'olive, sciure de bois et pneus	-
Ourika	Oui	~ 2mm (humide ou sec)	Oui	Tournage - Coulage - Collage	1 à 2j à l'ombre, suivi de quelques heures de séchage au soleil		Four à gaz / 6h / 2 cuissons à 950°C	Emaillage
Amez Miz	Bâton	3mm (Sec)	Oui	Tournage	6h à l'ombre => 4h au soleil		Four traditionnel / 6h30 / T° max. inconnu / bois	-
Anougal	Bâton	2mm (sec)	12 h	Tournage	12 à 24h à l'ombre => 12h à 3 jours au soleil selon saison		Four traditionnel / 4 à 5 h / inconnu / bois	Engobage
Mzouda	Bâton	2mm (Humide)	3 - 7 jours	Tournage	1 à 3h au soleil ensuite finition de la pièce et suite de séchage à l'ombre pendant 2j. avant le séchage définitif au soleil		Four à gaz fabriqué localement / 7h (100°C/h) + 4h (50°C/h) / 850 à 950	Emaillage avant la cuisson pour les tajines
Saada	Bâton	Non	1 à 3 jours	Tournage - Pressage pour les bejmates	1 à 2 jours dans l'ombre ensuite au soleil jusqu'à séchage visiblement complet		Fours à gaz et traditionnels / 3h / 900 à 950°C / gaz, déchets plastiques, sciure de bois, broyat d'olive	Emaillage des tuiles

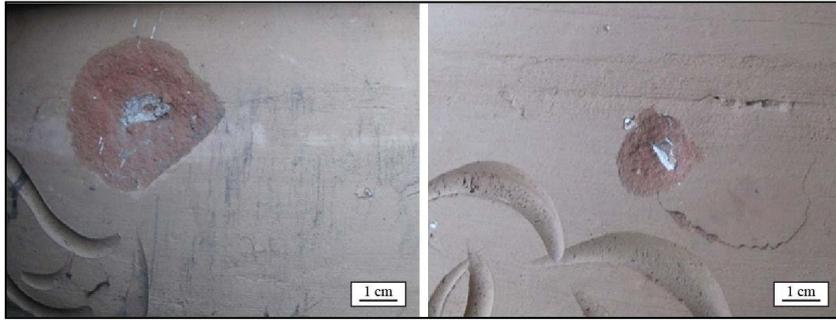


Figure II-14 : Eclatement de grains de chaux dans les vases de Tamsloht à cause de la présence de carbonates dans la matière première argileuse.

II.3.3. Séchage

Les défauts liés au séchage sont plus nombreux, ils s'amplifient au cours de la cuisson (Figure II-15). Ils sont surtout liés aux conditions de l'environnement du séchage. En effet, il est très difficile de contrôler le séchage en absence de grands espaces couverts qui garantissent la protection contre les températures élevées et les forts courants d'air. Ces deux derniers facteurs accélèrent considérablement le processus de séchage et engendrent des déformations, torsions et fissurations (Figure II-16A et B). Des techniques de collage mal appliquée engendrent également des défauts au séchage par l'ouverture des joints, notamment pour les grandes pièces qui sont confectionnées en plusieurs étapes comme c'est le cas dans le site de Tamsloht (Figure II-15). Malheureusement les moyens financiers dont disposent la plupart des artisans ne permettent pas d'atteindre les conditions optimales pour le séchage.

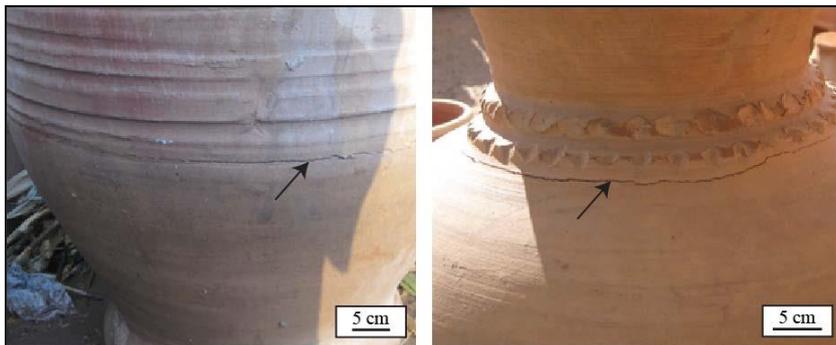


Figure II-15 : Fissurations au niveau des joints de collage dans le site de Tamsloht.

II.3.4. Cuisson

Dans les sites potiers de la région de Marrakech, le processus de cuisson est responsable de la majorité des défauts observés sur les produits finis (Figure II-16C à H). Ceci s'explique par la qualité et l'état des fours traditionnels encore utilisés dans la plupart des sites.

Les défauts sont principalement liés à la qualité des fours (traditionnels ou modernes). Dans certains fours à gaz non équipés de thermomètres, les défauts observés sur les produits sont également nombreux. L'aptitude à contrôler la température du four, la vitesse de cuisson et la température maximale atteinte, est fondamentale pour réussir une bonne cuisson.

Les défauts observés à ce stade de confection sont très nombreux. Des éclatements de grains de chaux peuvent se produire lorsque la matière première argileuse n'a pas été traitée pour éliminer les gros grains de carbonates (Figure II-16C). Une décoloration des pièces et des hétérogénéités de couleur (Figure II-16D) peuvent apparaître à cause d'une cuisson inégale, d'un remplissage excessif du four ou de la grande proximité des pièces de la source de chaleur. Une vitrification totale (fonte ; Figure II-16E) se produit à cause de la grande proximité des pièces de la source de chaleur ou de sur-cuisson. Un tressillage (Figure II-16F) peut s'expliquer par la différence entre le taux de retrait à la cuisson de l'émail et du tesson. Une cuisson trop rapide, une ouverture rapide du four en fin de cuisson ou une

glaçure trop épaisse peuvent également causer du tressailage. Une efflorescence de sel (Figure II-16G) est liée à la présence de chaux dans le tessou.

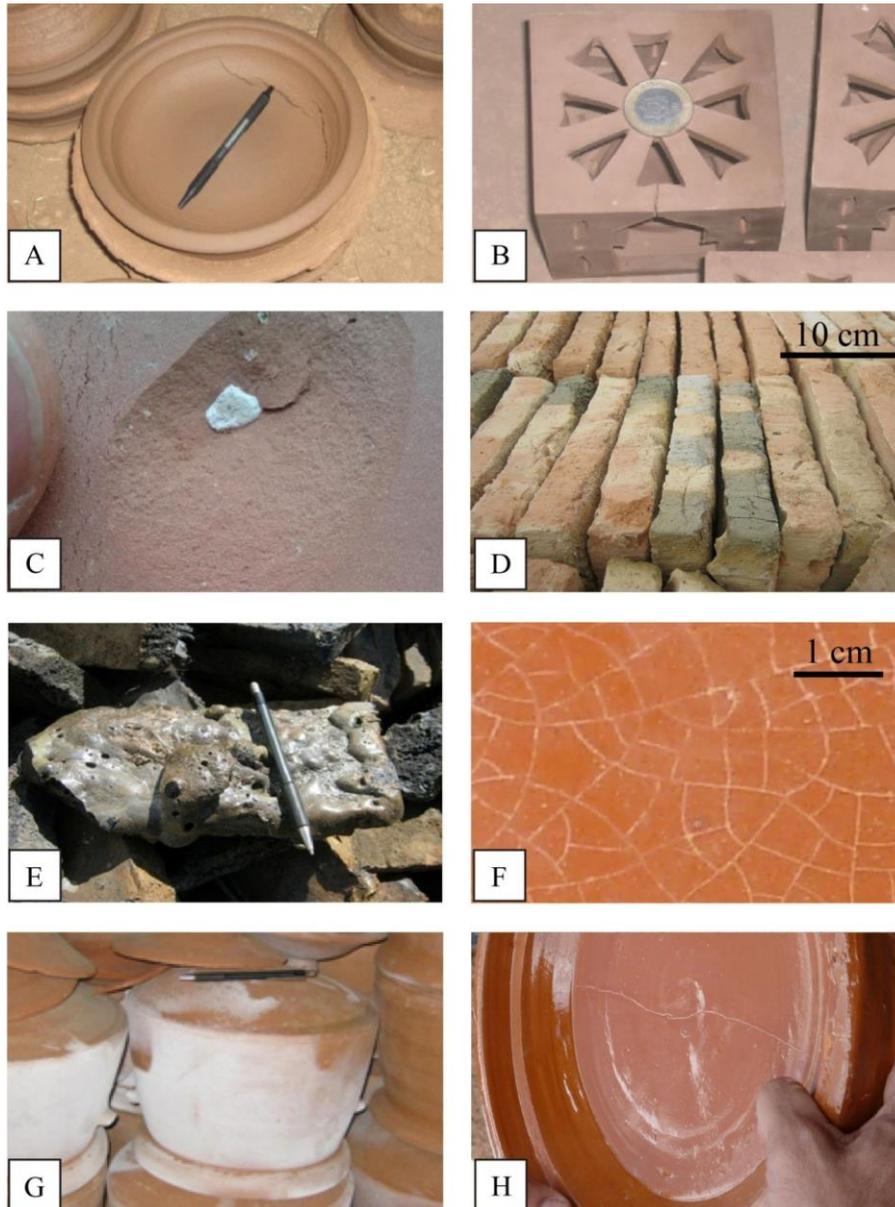


Figure II-16 : Aperçu des différents types de défauts rencontrés dans la céramique de Marrakech. (A) Fissure au cours du séchage d'un tajine d'Amez Miz, (B) Fracture au cours du séchage d'un décors d'Ourika, (C) Eclatement de grains de chaux dans une gasriyas d'Agafay, (D) Décoloration et surcuisson dans des briques d'Agafay, (E) Fonte d'une brique d'Agafay, (F) Tressailage dans un tajine de Mzouda, (G) Efflorescences dans une marmite de Bouchane, (H) Fracture au centre d'un tajine de Mzouda.

Des fissures peuvent se développer dès le début du séchage et persistent après cuisson et émaillage (Figure II-16H). Des éclatements et cassures des pièces sont généralement dus à des chocs thermiques : soit le four traditionnel n'est pas étanche avec un flux d'air qui pénètre à l'intérieur du four ; soit les artisans ouvrent le four avant le refroidissement complet. D'autres causes peuvent être responsables de ce problème comme par exemple une vitesse de montée rapide de la température, un four trop rempli, une forte teneur en dégraissants, la présence de bulles d'air, une conception à formes anguleuses, trop peu de fondants dans l'argile, une cuisson avant séchage complet ou une cuisson trop rapide sur les 250 premiers degrés.

Une cuisson hétérogène des pièces peut se produire dans la même fournée. Alors que les pièces au sommet du four ne sont pas encore cuites, celles de la base ont déjà subies une sur-cuisson. Cela est fréquent dans les fours traditionnels qui sont caractérisés par une mauvaise distribution de chaleur. Ce type de défaut s'observe quand le four est surchargé.

Des fissurations, déformations et torsions des pièces peuvent être dues à une vitesse de cuisson non adaptée, au remplissage excessif du four, à la finesse des parois des pièces, au taux élevé de dégraissants ou de chamottes, à la présence de bulles d'air ou à une mauvaise méthode d'enfournement.

Un cœur noir se développe à cause d'une vitesse de cuisson élevée par rapport à la teneur en matière organique. Un décollement de l'émail se produit à cause de la présence de zones poussiéreuses ou grasses sur le biscuit, de sels solubles dans l'argile qui se déposent à la surface du tesson, d'un taux de retrait de la glaçure trop élevé, d'efflorescence et gonflement de la chaux.

Le Tableau II-8 récapitule l'ensemble des défauts rencontrés dans chaque site avec leurs causes habituelles.

Tableau II-8 : Tableau récapitulatif des défauts rencontrés dans les sites étudiés.

	Défauts	Agafay	Bouchane	Oulad Dlim	Talatast	Ait Bousaid	Tamazouzt	Tamesloht	Ourika	Amezmiz	Anougal	Mzouda	Saada	Causes
Matières premières	Composition non stable												×	Origines différentes des dépôts d'oueds et de canal.
	Grains grossiers		×	×		×				×		×		Absence d'outils efficaces de concassage ; Délitage insuffisant ; Tamis à large maille.
	Mottes d'argilite						×		×			×	×	Matières premières argileuses endurcies.
	Carbonates, Chaux	×	×				×	×				×	×	Absence de tamisage fin et de concassage efficaces ; Insuffisance de phase vitreuse lors de la cuisson
Séchage	Fissurations et fractures	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Absence de grands espaces couverts ; Séchage rapide par le soleil ; Courant d'air ; Mauvaise technique pour le procédé de collage.
Cuisson	Décolorations et hétérogénéités de couleurs	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Cuisson inégale ; Mauvaise aération et distribution de la chaleur dans les fours ; Mauvais enfournement.
	Vitrification totale	×											×	Utilisation de fours traditionnels ; Température mal contrôlée à l'intérieur des fours ; Sur-cuisson ; Cuisson près du foyer.
	Tressailage											×	×	Taux de retrait différent entre émail et tesson ; Cuisson trop rapide ; Ouverture rapide du four ; Glaçure trop épaisse.
	Fissurations et cassures	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Fissures initiées au séchage ; Chocs thermiques ; Fours non étanches ; Flux d'air froid ; Ouverture du four avant refroidissement total ; Montée rapide de température lors de la cuisson ; Cuisson trop rapide sur les 250 premiers degrés ; Remplissage excessif du four ; Forte teneur en dégraissant ; Présence de bulles d'air ; Conception à formes anguleuses ; Peu de fondants ; Cuisson avant séchage complet.
	Déformations et torsions	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Vitesse de cuisson non adaptée ; Remplissage excessif du four ; Finesse des parois des pièces ; Taux élevé de dégraissants ; Bulles d'air ; Mauvais enfournement.
	Cœurs noirs				×						×			Vitesse de cuisson élevée.
	Décollement de glaçure											×	×	Zones poussiéreuses sur le biscuit ; Sels solubles dans l'argile ; Retrait élevé de glaçure ; Chaux.

CHAPITRE III - METHODES D'ETUDE

INTRODUCTION

L'étude concerne la caractérisation des matières premières utilisées dans le secteur de la terre cuite de la région de Marrakech. Les méthodes d'étude comportent des essais habituels de caractérisation des pâtes céramiques et des produits céramiques finis qui en résultent. Une partie des analyses a été réalisée au « Laboratoire de Géosciences et Environnement (LGSE) » de la Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech (FSTM) alors que l'autre partie a été effectuée au Laboratoire « Argiles, Géochimie et Environnements sédimentaires (AGEs) » et au Laboratoire Architecture, Géologie, Environnement et Construction (ArGEnCo) de l'Université de Liège (ULg). Comme nous l'avons précisé dans le chapitre précédent, les analyses concernent 34 échantillons d'argiles (34 matières premières, 26 pâtes, 26 tessons cuits).

Le Tableau III-1 récapitule l'ensemble des analyses et des essais réalisés sur les différentes matières argileuses. Dans ce qui suit, nous allons décrire le protocole expérimental adopté pour chaque type d'analyse.

Tableau III-1 : Techniques d'analyse et de caractérisations effectuées lors de cette étude.

Analyses et essais	Techniques	Type de matériel analysé	Laboratoire
Granulométrie	Granulométrie par tamisage	Matière première	LGSE (FSTM)
	Granulométrie laser	Matière première	
Minéralogie	Calcimétrie de Bernard	Matière première	AGEs (ULg)
	Diffraction des rayons X (DRX)	Roche totale Fraction argileuse <2microns Tessons cuits	
	Microscopie électronique à balayage (MEB)	Tessons cuits	Centre CAT μ (ULg)
Chimie	Spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF)	Matières premières	GeoPetro (ULg)
	Perte au feu	Matières premières	AGEs (ULg)
Essais géotechniques	Limites d'Atterberg	Pâtes	ArGEnCo (ULg)
	Pertes au feu	Matières premières	LGSE (FSTM) et AGEs (ULg)
	Courbe de Bigot	Pâtes	
	Retrait à la cuisson	Tessons cuits	LGSE (FSTM) et AGEs (ULg)
	Porosité à l'eau	Tessons cuits	AGEs (ULg)
	Résistance mécanique à la flexion	Tessons cuits	ArGEnCo (ULg)
	Résistance mécanique à la compression	Tessons cuits	

III.1. ANALYSE GRANULOMETRIQUE

Le but de l'analyse est de mesurer la teneur en gravier, sable, silt et argile des différents échantillons. Les limites des différentes fractions granulométriques diffèrent largement dans la littérature (Reeves et al., 2006). Dans cette étude, nous allons adopter la classification la plus utilisée dans le domaine de la céramique qui est comme suit : argile < 2 μm ; 2 μm < limon < 20 μm ; 20 μm < sable < 2 mm.

Deux types d'analyse granulométrique ont été réalisés, l'analyse granulométrique par tamisage semi-humide et l'analyse par granulométrie laser. Le premier concerne la fraction granulométrique supérieure à 40 μm , le second la fraction fine inférieure à 40 μm .

III.1.1. Analyse granulométrique par tamisage

La masse de l'échantillon à analyser dépend du diamètre de la plus grande fraction. Généralement, les laboratoires de génie civil utilisent la formule suivante pour calculer la masse représentative à utiliser selon la granulométrie de la plus grande particule :

$$0.2 \times D < M < 0.6 \times D \quad (\text{Avec : } M : \text{ la masse à passer à l'essai en kg, } D : \text{ diamètre de la maille du tamis le plus large en mm})$$

La méthode de tamisage qu'on a choisi pour cette étude est le tamisage semi-humide (tamisage à sec après lavage). Cette méthode consiste d'abord à sécher l'échantillon pesé à l'étuve pendant 24h à une température de 105°C. Après avoir noté la masse sèche, on procède au lavage de l'échantillon pour enlever la fraction argileuse et limoneuse. Le lavage consiste à superposer deux tamis : le tamis de 200 µm et le tamis de 40 µm. L'échantillon est ensuite mis sur le tamis de 200 µm et est lavé à l'eau. Si l'échantillon est compact, il faudra le délayer dans l'eau pendant au moins 24h. Le lavage est considéré comme fini quand l'eau de lessivage devient claire. L'échantillon lavé est mis à l'étuve pour sécher à 105°C pendant 24h. Une fois séché, l'échantillon est pesé pour connaître la masse de la fraction supérieure à 40 µm. Cette masse constitue une partie de la masse du sable de l'échantillon. La masse du tamisat de lavage est déduite par soustraction de la masse du refus de la masse sèche initiale selon la formule suivante :

$$M_s (<40\mu\text{m}) = M_s (\text{avant lavage}) - M_s (> 40 \mu\text{m}) \text{ avec } M_s : \text{masse sèche}$$

La fraction inférieure à 40 µm comporte une fraction de sable (fraction dont la taille est comprise entre 20 et 40 µm), la fraction limoneuse et la fraction argileuse. Les proportions de ces différentes fractions sont déduites par granulométrie-laser.

III.1.2. Analyse granulométrique laser

Cette analyse est effectuée avec l'appareil Horiba LA 300 dont le banc optique comprend une diode laser à 650 nm combinée à une série de détecteurs frontaux, latéraux et arrières (Figure III-1). Grâce à son optique de type « Fourier inversé », l'appareil mesure des particules en voie liquide allant de 0,1 à 600 µm. Son système de circulation comprend une pompe centrifuge et une cuve à ultrasons servant à favoriser une dispersion optimale.

Cette méthode rapide permet de connaître les proportions en argile-limon-sable pour un échantillon en 20 secondes.

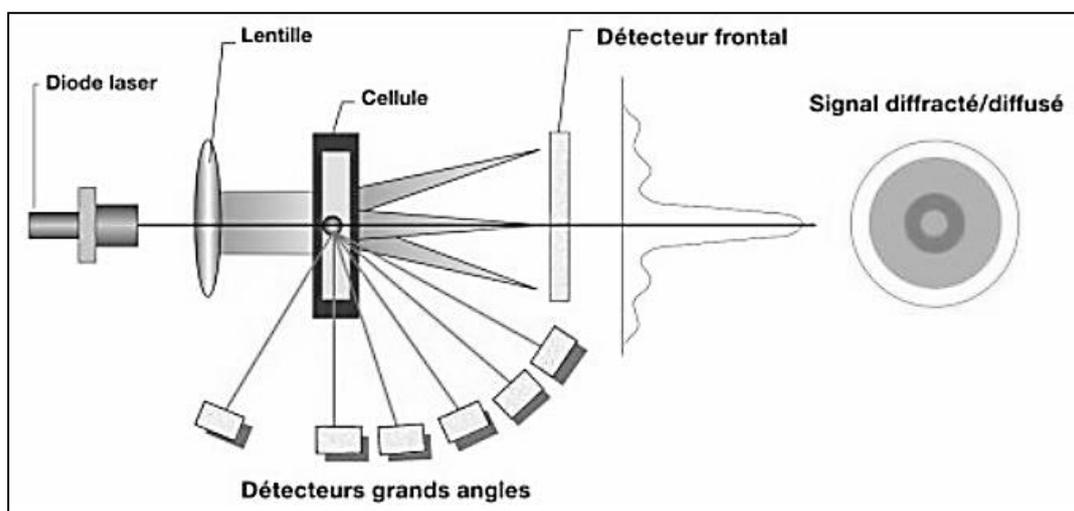


Figure III-1 : principe de l'analyse par granulométrie laser.

La fraction inférieure à 40 µm est extraite par tamisage humide. L'échantillon à analyser est mis sous agitation dans l'eau pendant une journée le temps de le délayer suffisamment. La quantité à passer à l'analyse est très faible (quelques ml). Les résultats sont donnés sous forme de tableaux et de courbes dont on extrait le pourcentage d'argile, de limon et de sable.

III.2. DIFFRACTOMETRIE DES RAYONS X (DRX)

La DRX est la technique la plus adaptée pour l'identification des phases minérales aussi bien de la roche totale que de la fraction argileuse. Elle permet l'identification et la détermination semi-quantitative des principaux minéraux présents dans un échantillon.

a - Principe

Cette méthode est basée sur la diffraction des rayons X par le réseau cristallin selon la loi de Bragg. L'état cristallin est une répartition tridimensionnelle dans l'espace d'un motif atomique. Cet arrangement forme des plans parallèles et équidistants appelés plans réticulaires (h, k, l) séparés les uns des autres par la distance (d) qui est fonction de la nature du minéral concerné.

La méthode consiste à bombarder l'échantillon avec un faisceau de rayons X sub-parallèles issus d'une anode métallique. Le faisceau est dirigé sur l'échantillon selon un angle θ (thêta) qui est diffracté lorsque les conditions de validité de la loi de Bragg exprimées par la relation suivante sont remplies :

$\lambda = 2 d \sin\theta$	λ : longueur d'onde de la source
	d : espacement entre deux plans parallèles successifs du réseau cristallin
	θ : angle entre le faisceau incident et le réseau de plans.

Conditions de validité de la loi de Bragg (Figure III-2) :

- Les points S et F appartiennent à un même cercle dit cercle goniométrique, de centre R. on a donc $SR = RF$ (F.I. = F.D.)
- Les points S, R et F doivent être strictement alignés pour $\theta = 0$, et appartenir à un même cercle, dit cercle de focalisation, de centre C, pour θ non nul.

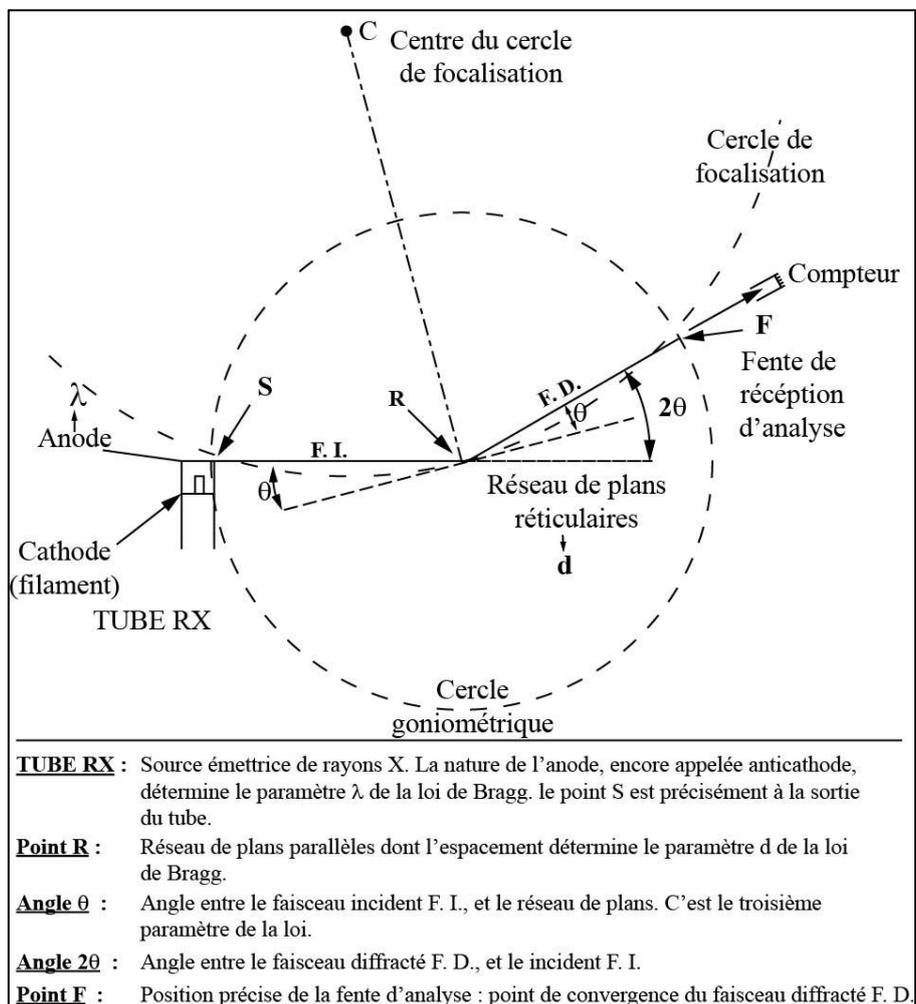


Figure III-2 : Illustration de la loi de Bragg (Modifié, d'après Holtzapffel, 1985).

En faisant varier l'angle θ , les conditions de la loi de Bragg sont satisfaites pour différentes valeurs de d dans les matériaux polycristallins. La variation de θ s'effectue aussi par rotation de l'échantillon autour d'un axe perpendiculaire au faisceau incident et permet de caractériser toutes les distances inter-réticulaires des minéraux présents dans l'échantillon. Après leur passage dans les différents réseaux de fentes, les rayons X diffractés sont reçus sur un détecteur. Le signal amplifié est reçu par le détecteur puis transmis à un ordinateur qui présente les résultats sous forme d'un graphe, le diffractogramme, représentant l'intensité des pics diffractés en fonction des positions angulaires (i.e. de l'angle de déviation 2θ du faisceau). Ce diffractogramme est caractéristique de l'échantillon analysé et l'intensité des pics (et/ou la surface selon les hauteurs) est fonction de la qualité de chaque phase minérale présente dans ce échantillon (Holtzapffel, 1985).

b - Mode opératoire

- Analyse de la roche totale

L'échantillon séché au préalable (40°C pendant 48h) est broyé manuellement dans un mortier en agate et ensuite tamisé à 250 microns. Une aliquote en est prélevé et placée sur le porte échantillon. Un compactage régulier et délicat est effectué afin d'éviter toute orientation préférentielle des minéraux (Moore et Reynolds, 1989). L'analyse est réalisée à l'aide d'un diffractomètre D8-Advance (Bruker) de l'Université de Liège.

Le dépouillement des spectres s'effectue en se référant à la base de données du logiciel DIFFRAC^{Plus} EVA software. D'autres bases de données disponibles en ligne peuvent être utilisées¹.

L'estimation semi-quantitative est obtenue en multipliant l'intensité mesurée des pics par un facteur multiplicatif (Tableau III-2) (Cook et al., 1975; Boski et al., 1998; Fagel et al., 2003). Les intensités corrigées sont additionnées et le pourcentage relatif de chaque minéral est calculé par rapport à la somme ramenée à 100%.

Tableau III-2 : Facteurs correctifs utilisés pour la roche totale et les minéraux argileux (Cook et al., 1975; Boski et al., 1998; Fagel et al., 2003).

* EG : Ethylène glycolé

Minéraux	Principaux pics (Å)	Facteurs correctifs
Quartz	3,34	1
Plagioclase	3,176 ; 3,18 ; 3,2 ; 3,21	2,8
Feldspath potassique	3,22 ; 3,241 ; 3,26 ; 3,27 ; 3,292	4,3
Calcite	3,035	1,65
Dolomite	2,88	1,53
Hématite	2,69 ; 2,51	3,33
Amphibole	8,38 ; 3,12	2,5
Argile totale	4,4	20
Illite	10	1
Kaolinite	7	0,7
Chlorite	14	0,4
Argiles fibreux	12 ; 10,5	2
Vermiculite	14	0,34
Smectite	17 (EG*)	0,25
Interstratifiés	Variable	0,4
Pyrophyllite et talc	9,2 et 9,35 respectivement	2,56

¹ <http://webmineral.com> ; <http://rruff.info> ; <http://www.mindat.org>

- Analyse de la fraction argileuse

La préparation consiste à orienter les particules argileuses afin de renforcer leur réflexion principale. L'opération consiste à prélever une aliquote de l'échantillon préalablement préparé pendant l'analyse de la roche totale. Cette aliquote est mise dans un petit bécher et mise en suspension par de l'eau déminéralisée. L'échantillon subit ensuite une décarbonatation selon la procédure suivante : La suspension en cours d'agitation est attaquée par HCl dilué (0,1N) tout en vérifiant régulièrement l'acidité de la solution par papier pH. Quand la solution devient acide, on procède à son lavage par de l'eau déminéralisé par centrifugation et remise en suspension dans une nouvelle eau déminéralisée. L'opération se répète au moins 3 à 6 fois jusqu'à la défloculation de l'argile. D'autres traitements peuvent être nécessaires pour débarrasser l'échantillon des sulfates et de la matière organique (Holtzapffel, 1985).

Le prélèvement de la fraction argileuse est effectué dans une suspension préalablement défloculée et agitée puis laissée au repos durant 48 minutes. Le centimètre supérieur de la suspension est prélevé à l'aide d'une pipette. La suspension prélevée ne comportera que la fraction inférieure à 2 microns selon la loi de Stokes :

	t = temps de sédimentation (en minute)
$t = 190 x/d^2$	d = diamètre des particules (en microns)
	x = profondeur de descente des particules de diamètre d (en cm)

Quelques gouttes de suspension prélevée sont versées sur une lame de verre adaptée au support de l'échantillon. Cette lame séchée servira à l'analyse DRX dit normal (N). Après ce premier analyse, la lame est mise dans un dessiccateur avec de l'éthylène-glycol pendant 22-24 h afin de saturer l'espace interfoliaire des minéraux gonflants de l'échantillon. Après l'analyse, cette lame dit lame éthylène-glycolée (EG) est chauffé à 500°C pendant 4h et on obtient la lame chauffée (C) qu'on passe également à l'analyse DRX.

La superposition des trois spectres (N, EG et C) obtenus sur les trois lames permet de discriminer les grandes familles des minéraux argileux dans l'échantillon et de réaliser une analyse semi-quantitative en appliquant les facteurs correctifs habituellement utilisés dans la littérature (Tableau III-2) (Cook et al., 1975; Boski et al., 1998; Fagel et al., 2003).

III.3. LA FLUORESCENCE DES RAYONS X

L'analyse par spectrométrie de fluorescence des rayons X s'est effectuée à l'aide d'un appareil «X-ray fluorescence spectrometry ARL PERFORM-X 4200 » du Laboratoire de GeoPetro (ULg). Cette technique qualitative et quantitative permet l'analyse des éléments majeurs (SiO₂, Al₂O₃, TiO₂, Fe₂O₃ total, MnO, MgO, CaO, Na₂O, K₂O, P₂O₅) et des éléments traces (Nb, Y, Zr, Sr, Rb, U, Th, Pb, Zn, Ni, Co, Ga, Ba, Cr, Ce).

a - Principe

L'échantillon à analyser est excité avec un rayonnement standard (solicitation avec un tube à rayon X) afin qu'il réémette un rayonnement caractéristique à chaque atome après ionisation. L'excitation consiste donc à arracher un électron de la couche (E₀) à un atome sous l'effet d'un rayon X. Un électron d'une autre couche d'énergie supérieure E₁ vient à l'immédiat prendre la place de l'électron arraché en émettant un photon d'énergie E₀-E₁. En analysant le spectre d'émission d'un échantillon après ionisation, on est capable d'identifier les éléments qu'il contient et d'en déduire les teneurs.

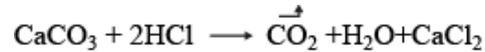
b - Mode opératoire

L'analyse des éléments majeurs s'effectue sur des perles de verre préparées avec du flux de lithium tétraborate, du lithium métaborate et de l'échantillon finement broyé (après un frittage à 1000°C pendant 2h : pour mesurer les pertes au feu). La quantité d'échantillon nécessaire pour cette analyse est de 0,5 g.

Quant à l'analyse des éléments traces, elle s'effectue sur une pastille de poudre granulée comprimée : la quantité d'échantillon nécessaire est de 4g.

III.4. LA CALCIMETRIE

Tout matériau contenant du carbonate de calcium (CaCO_3) fait effervescence au contact d'un acide (Vatan, 1967). Dans cette manipulation, l'acide utilisé est l'acide chlorhydrique (HCl). L'action de HCl sur CaCO_3 est exprimée par la réaction suivante :



L'action de HCl sur une mole de CaCO_3 libère une mole de CO_2 . En conséquence, le volume du gaz CO_2 peut être facilement déterminé afin d'en déduire le pourcentage de CaCO_3 dans l'échantillon.

L'opération s'effectue à l'aide d'un calcimètre de Bernard. L'échantillon finement broyé est pesé (environ 1 g) et attaqué par HCl dans un erlenmeyer lié à un tube gradué remplie d'eau saturée en sel. La variation en graduation du tube gradué permet de mesurer le volume de CO_2 dégagé lors de la réaction des carbonates avec HCl.

Le pourcentage de CaCO_3 est calculé à partir de la formule suivante :

$\% \text{CaCO}_3 = \Delta V / M \times Q$	ΔV : différence de volume avant et après réaction M : masse de l'échantillon Q : Coefficient dépendant de la pression et de la température de la manipulation (Q = 0,432 pour 25°C et 1 atm)
--	--

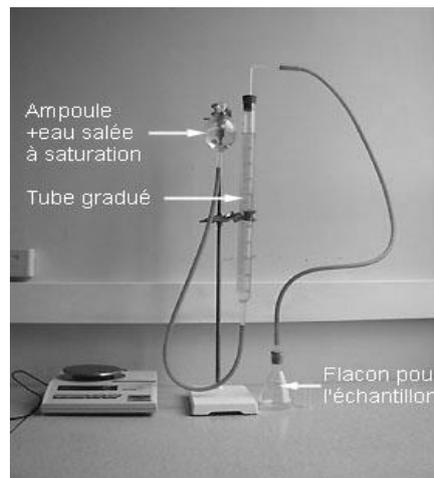


Figure III-3 : Schéma du calcimètre de Bernard.

III.5. LES LIMITES D'ATTERBERG

a - Principe

La fraction fine d'un sol peut être caractérisée par les limites de consistance. Cette caractérisation se base sur l'évaluation de la sensibilité du sol à sa teneur en eau. Les limites de consistance résument le comportement des sols argileux et silteux quand la teneur en eau change. Quatre états peuvent être distingués pour décrire la consistance d'un sol dont la teneur en eau augmente progressivement :

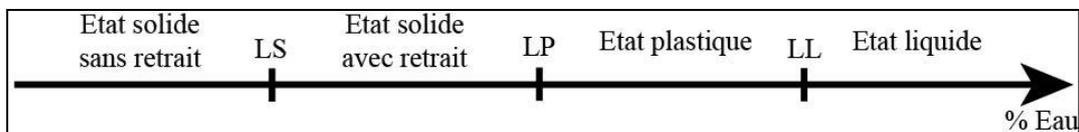


Figure III-4 : états du sol en fonction de sa teneur en eau d'après les limites d'Atterberg.
LS : Limite de solidité, LP : Limite de plasticité, LL : Limite de liquidité.

A l'état liquide, le sol glisse comme un liquide sur une surface plane sans montrer de rigidité. A l'état plastique, le sol est naturellement stable, mais aussitôt qu'une contrainte s'y applique, il subit de grandes déformations plastiques. A l'état solide, l'application d'une contrainte génère seulement de petites déformations. Le changement dans l'état solide génère en premier une réduction de volume (avec retrait), ensuite le volume reste constant (sans retrait).

Par conséquent, les limites d'Atterberg sont des teneurs en eau qui expriment les limites de consistance d'un sol. La limite de plasticité (LP) est la teneur d'eau pour laquelle le sol commence à montrer un comportement plastique. Alors que la limite de liquidité (LL) est la teneur en eau à partir de laquelle le sol change son comportement plastique en liquide. Et enfin la limite de retrait est la teneur en eau à partir de laquelle la perte d'humidité n'engendre aucune réduction de volume.

b - Mode opératoire

Les limites d'Atterberg sont déterminées sur la fraction du matériau passant au tamis de 425 microns. La masse nécessaire est d'environ 150 g du tamisât de ce tamis.

- Limite de plasticité

La limite de plasticité est déterminée par l'enroulement d'une petite boule de pâte semi-molle (qui ne colle pas aux doigts) pour former un boudin de 10-15 cm de longueur et 3 mm de diamètre. Après l'obtention du boudin, on le remet en boule et on répète le boudinage. L'opération se répète jusqu'à ce que la pâte se brise pendant l'enroulement avant d'atteindre 3 mm de diamètre. A ce moment, le boudin est pesé sur un petit bécher de masse connue pour calculer la masse humide (M_h). L'échantillon est mis à l'étuve pendant 24h à 105°C afin de déduire la masse sèche (M_s). La teneur d'eau (%W) est calculée par rapport à la masse sèche avec la formule suivante :

$$\%W = (M_h - M_s) \times 100 / M_s$$

On répète la même opération sur un autre boudin. La différence entre les deux valeurs de teneur en eau ne doit pas être de plus de 1%. Et on prend la moyenne arithmétique de ces deux valeurs comme limite de plasticité.

- Limite de liquidité

La limite de liquidité a été mesurée à l'aide de l'appareil de Casagrande. L'opération consiste à étaler une pâte liquide dans une coupelle de façon à obtenir une couche d'environ 1 cm d'épaisseur à son milieu (Figure III-5). La pâte est rainurée dans la coupelle de manière à la partager en deux parties égales séparées par une rainure de forme V ayant au fond de la coupelle exactement 2 mm de largeur. On laisse ensuite tomber la coupelle sur le socle en actionnant la manivelle à la cadence de 2 coups par seconde jusqu'à fermeture de la rainure sur une longueur de 10 mm. Le nombre de chocs nécessaire à la fermeture est noté et on échantillonne environ 10 g dans la zone où la rainure s'est fermée pour mesurer la teneur en eau de la pâte. Il faut que le nombre de chocs soit compris entre 15 et 35 pour que la mesure soit valable. L'opération est répétée sur la même pâte après avoir retracer la rainure pour vérifier si le nombre de coup reste le même, sinon il faut repétrir la pâte sur la coupelle et recommencer l'opération.

Il faut cumuler au moins trois essais (nombre de chocs avec les teneurs en eau correspondantes) afin de dresser une courbe (Figure III-5) qui permet de déduire la limite de liquidité qui est la teneur en eau correspondante à 25 chocs.

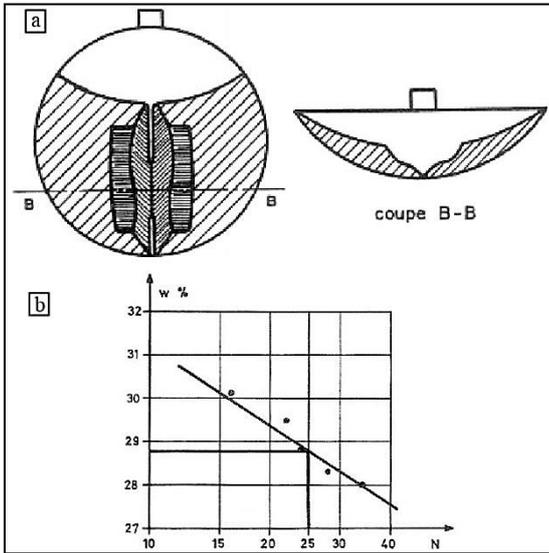


Figure III-5 : Mesure de la limite de liquidité.

(a) Coupelle après fermeture de la rainure.

(b) Graphique de détermination de la limite de liquidité (N=nombre de chocs).

(d'après Méthode de Mesure, 1981).

- Indice de plasticité

L'indice de plasticité (IP) qui présente l'intervalle de l'état plastique, est la différence entre la limite de liquidité (LL) et la limite de plasticité (LP) :

$$IP = LL - LP$$

III.6. COMPORTEMENT AU SECHAGE PAR LA COURBE DE BIGOT

a - Principe

La courbe de Bigot est une courbe utilisée pour l'étude du séchage des pâtes céramiques. Elle est tracée à l'aide d'un appareil appelé Barelattographe, mais peut être tracée d'une manière plus classique. Cette courbe permet de déduire le retrait au séchage d'une pâte pour différents teneurs en eau et permet de calculer plusieurs types d'humidités (% d'eau colloïdale, % d'eau d'interposition).

Les valeurs de porosité des échantillons secs ont été calculées à partir des données des courbes de Bigot et à partir de la densité des briques sèches selon la formule suivante (Kornmann, 2006) :

$\% P = \frac{\rho_{\text{sec}}}{\rho_{\text{eau}}} \times EI$	<p>% P : Porosité ; ρ_{sec} : la densité de l'échantillon poreux sec (Kg / m³) ; ρ_{eau} : densité de l'eau (Kg / m³) ; EI : % de l'eau d'interposition.</p>
--	--

b - Mode opératoire

Nous avons adopté une méthode classique que nous avons développée au Laboratoire LGSE de la Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech. Elle consiste à l'élaboration artisanale d'une brique de dimension 1 × 3 × 15 cm selon le dispositif présenté à la Figure III-6. Deux petites plaques en bois d'une épaisseur de 1 cm servent de cale lors du pressage pour que toutes les briques confectionnées soient de mêmes épaisseurs. Après pressage, la plaque en bois est superposée à un papier de même dimension. La surface basale de la plaque en bois correspond à celle de la brique à élaborer. La brique est ensuite découpée avec une lame tranchante en utilisant la plaque en bois comme modèle.

Le papier supérieur accolé à la brique humide élaborée est enlevé et remplacé par un papier aluminium (préalablement pesé) qui servira de plateau pour la brique. L'ensemble est retourné afin d'enlever la plaque et le papier inférieur. Des marques sont réalisées avec une pointe sur les deux extrémités diagonales de la brique. Elles serviront à mesurer l'évolution de la longueur entre ces deux points en fonction du temps. La longueur de la brique, son poids et le poids du plateau sont mesurés. Le Tableau III-3 résume les différentes mesures et calculs effectués pour chaque échantillon.

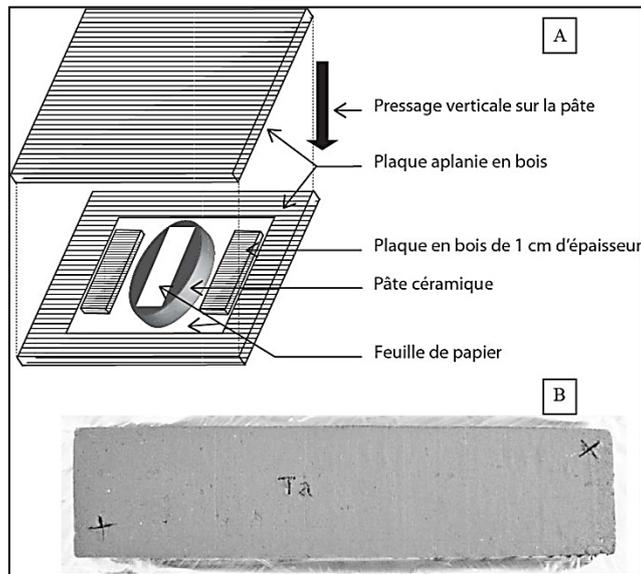


Figure III-6 : (A) Dispositif d'élaboration des éprouvettes par la méthode de la plaque. (B) Exemple d'une éprouvette avec les deux croix de repère pour la mesure du retrait.

III.7. LA PERTE AU FEU

La mesure de perte au feu consiste en la mesure de la perte en poids de composants volatils dans l'échantillon par élévation de température.

Les composants sensibles à la température entre 105 et 950°C sont l'eau d'hydratation, l'eau de structure des phyllosilicates, les matières organiques et inorganiques (les carbonates).

Environ 5 g d'échantillon broyé sont mis dans un creuset de masse connue. L'opération commence par un étuvage à 48°C pendant 48h pour éliminer l'humidité. La masse sèche est mesurée avant d'entamer une deuxième cuisson à 550°C pendant 4h. On calcule la perte en poids à cette température avant d'entamer une troisième cuisson à 950°C pendant 2h. On calcule de nouveau la perte en poids entre 550 et 950°C (Heiri et al., 2001).

Les formules utilisées sont les suivantes :

$\% \text{ LOI}_{550} = (M_s - M_{550}) \times 100 / M_s$ $\% \text{ LOI}_{950} = (M_{550} - M_{950}) \times 100 / M_{550}$ $\text{LOI}_t = \% \text{ LOI}_{550} + \% \text{ LOI}_{950}$	<ul style="list-style-type: none"> - % LOI₅₅₀, % LOI₁₀₀₀ : perte au feu à 550°C et à 1000°C respectivement. - M_s : masse sèche de l'échantillon après étuvage en basse température. - M₅₅₀, M₉₅₀ : masse de l'échantillon après frittage à 550°C et à 950°C respectivement. - LOI_t : perte au feu totale.
--	---

III.8. LE RETRAIT A LA CUISSON

Au cours de la cuisson, les matières premières argileuses se rétrécissent ou se dilatent selon les changements structuraux et chimiques que subissent les différentes phases minérales. L'essai consiste à évaluer, de la même façon que le retrait au séchage, les changements dimensionnels d'une brique à la fin de sa cuisson à une température donnée.

La longueur entre deux repères marqués sur l'éprouvette est mesurée avant et après cuisson et le retrait à la cuisson est calculé par la formule suivante :

$\% R_c = (L_s - L_c) \times 100 / L_s$	<ul style="list-style-type: none"> - R_c : retrait à la cuisson à une température donnée - L_s : longueur entre les deux repères après séchage - L_c : longueur entre les deux repères après cuisson à une température donnée
---	--

Tableau III-3 : Fiche élaborée pour les mesures servant à tracer la courbe de Bigot.

*M_a : Poids du plat en aluminium ou en plastique.

Libellé de l'échantillon : ...

Heures	Temps écoulé (h)	Poids + plat*(g)	Poids éprouvette (g)	Longueur éprouvette (cm)	Perte de poids (WL) (%)	Retrait (S) (%)	Retrait en fonction de la teneur en eau (SWC) (%)	Teneur en eau (W) (%)
8h (1er jour)	0	M _i	m _i =M _i -M _a *	L _i	WL _i = ((m _i - m _i) / m _i).100	S _i = ((L _i - L _i)/ L _i).100	SWC ₁ = S _f -S _i	W ₁ = ((m _i -m _s)/m _s).100
9h	1	M ₂	m ₂ =M ₂ -M _a	L ₂	WL ₂ = ((m _i - m ₂) / m _i).100	S ₂ = ((L _i -L ₂)/ L _i).100	SWC ₂ = S _f -S ₂	W ₂ = ((m ₂ -m _s)/m _s).100
11h	3	M ₃	m ₃ =M ₃ -M _a	L ₃	WL ₃ = ((m _i - m ₃) / m _i).100	S ₃ = ((L _i -L ₃)/ L _i).100	SWC ₃ = S _f -S ₃	W ₃ = ((m ₃ -m _s)/m _s).100
13h
15h
17h
19h
21h
23h
8h (2ème jour)
10h
12h
.
.
.
8h (3ème jour)	48
Étuvage à 105°C pendant 2h			m _s	L _f	WL _f = ((m _i - m _s) / m _i).100	S _f = ((L _i - L _f) / L _i).100	SWC _f = S _f -S _f	W _f = 0

III.9. POROSITE A L'EAU DES EPROUVETTES CUITES

Le réseau poreux d'un échantillon est constitué de cavités qui communiquent entre elles et avec l'extérieur : c'est la porosité ouverte. La mesure de la porosité ouverte consiste à mesurer le volume d'eau qui pénètre dans l'échantillon.

On mesure dans un premier temps le poids de l'échantillon sec puis dans un deuxième temps celui de l'échantillon saturé d'eau. La technique utilisée consiste en la création de vide dans les pores ouverts des éprouvettes afin que l'eau soit facilement siphonnée. Pour cela, les échantillons sont mis dans un dessiccateur et le vide est créé par une pompe à eau. L'eau est injectée par la suite dans la cloche jusqu'à immersion totale des échantillons (Guyot, 1997). La formule utilisée pour le calcul de la porosité apparente est la suivante :

$\% P = (P_h - P_s) \times 100 / P_s$	<ul style="list-style-type: none"> - %P : porosité apparente. - P_h : poids humide. - P_s : poids sec.
---------------------------------------	---

III.10. RESISTANCE MECANIQUE A LA FLEXION ET A LA COMPRESSION

La résistance mécanique à la flexion (European Standard, 2000) et à la compression (Norme Européenne, 2003) correspondent à la contrainte limite avant la rupture en flexion ou en compression d'un matériau. Les deux essais sont réalisés sur des éprouvettes préalablement cuites à des températures de 1050°C (Figure III-7). Cette température est justifiée par le fait que plusieurs études ont montré que 1050°C est une température idéale pour produire une céramique de bonne qualité (El Yakoubi, 2006; Hajjaji et al., 2002; Wetshondo Osomba, 2012). La cuisson s'est faite avec une vitesse de 3°C/min et un maintien de 30 min à la température maximale.

Les éprouvettes sont de deux formes : 1) des éprouvettes de forme cylindrique de dimension 2 x 4 cm pour la résistance mécanique à la compression ; 2) des éprouvettes parallélépipédiques de dimension 10 x 2 x 1 cm pour la résistance mécanique à la flexion.

L'essai de flexion sur trois points s'est réalisé sur une machine Testometric Micro350 équipée d'un capteur de force de type S de 500 kgf et de deux capteurs de déplacement RDP 10 mm. L'enregistrement des mesures est réalisé par un système d'acquisition Advantech (USB-4716). Quant à la résistance mécanique à la compression, elle est réalisée sur une presse de construction ULg équipée d'un moteur à vis sans fin NEFF contrôlée par un Microstep Drive (Parker) et d'un Compumotor PC23 adaptor. L'acquisition des données des capteurs de force et déplacement est réalisée sur un système d'acquisition Astech 16SG.

Les résistances mécaniques à la flexion et à la compression sont ensuite déduites à partir de la contrainte maximale avant rupture selon les formules suivantes :

$Ff = \frac{f \times l}{d_1 \times d_2^2}$	<ul style="list-style-type: none"> Ff : résistance en flexion exprimée en MPa ; f : la charge maximale en newtons ; l : la distance entre les cylindres d'appui ; d_1 et d_2 : dimension latérale de l'éprouvette en mm.
$Fc = \frac{f}{A}$	<ul style="list-style-type: none"> Fc : résistance en compression, exprimée en MPa ; f : charge maximale exprimée en newtons ; A : l'aire de la section de l'éprouvette sur laquelle la force de compression est appliquée, exprimée en mm².

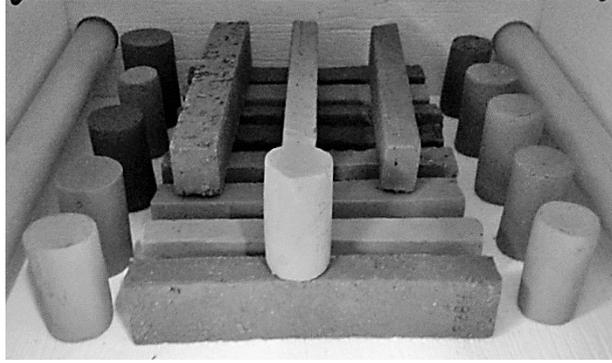


Figure III-7 : Eprouvettes soumises aux essais mécaniques de flexion et de compression.

III.11. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)

En microscopie optique classique, la lumière visible réagit avec l'échantillon et les photons réfléchis sont analysés par des détecteurs ou par l'œil humain. En microscopie électronique, le faisceau lumineux est remplacé par un faisceau d'électrons primaires qui vient frapper la surface de l'échantillon et les photons réémis sont remplacés par un spectre de particules ou rayonnements : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger ou rayons X. Ces différentes particules ou rayonnements apportent différents types d'informations sur la matière dont est constitué l'échantillon et peuvent être exploités et convertis en imagerie texturale et chimique.

Les analyses ont été réalisées sur un appareil de marque Philips XL-30 équipé d'un spectromètre en dispersion d'énergie (EDS). Une aliquote de 3 mm de diamètre est extraite des briques cuites puis analysée. Les échantillons, préalablement revêtu de carbone, ont subi un examen micro-textural et chimique (EDS). Les échantillons ont été analysés à différentes échelles d'observation ($\sim 5 \mu$ à $\sim 20 \mu$).

CHAPITRE IV - RESULTATS DE CARACTERISATION

IV.1. COMPOSITION DES PATES

Dans cette partie, les compositions lithologiques, granulométriques, minéralogiques et chimiques des pâtes seront présentées. Comme signalé précédemment, 13 pâtes sont composées d'un seul type de matière première argileuse, alors que 13 autres pâtes sont composées d'un mélange de matières premières argileuses. Les compositions de ces matières premières, qui sont au nombre de 21, sont présentées dans des tableaux (Annexe 2) à titre indicatif et pour servir de complément de cette base de données, dans une perspective de pouvoir établir d'autres formulations de pâtes dans d'éventuelles futures études.

IV.1.1. Composition lithologique

La nature lithologique des matières premières argileuses utilisées dans les différents sites est variable. Les argilites ont un degré de cohésion différent les unes des autres probablement en relation avec leur degré de diagenèse. Les argilites du site d'Ait Bousaid semblent être remaniées ; elles se présentent dans des formations sous forme de grains d'environ 5 mm de diamètre et sont friables par pression à la main ce qui indique leur faible degré de diagenèse. Contrairement aux argilites des sites d'Ourika ou de Mzouda, qui sont beaucoup plus dures et nécessitent un broyage au mortier en porcelaine pour les réduire en poudre.

Les schistes se présentent sous forme remaniée au site de Mzouda, d'Anougal et d'Ourika. Quant au site d'Oulad Dlim et de Bouchane, ils sont extraits directement du socle, ce qui nécessite un concassage plus fort.

Les sols utilisés se présentent sous forme de couverture alluvionnaire de plaine comme c'est le cas dans la plaine du Haouz (site d'Agafay et de Tamsloht). Au site de Bouchane, d'Amezmiz et d'Oulad Dlim, le sol se présente sous forme d'une couverture sus-jacente sur les schistes. Il paraît être le résultat de l'altération de ces schistes tout en apportant d'autres composants granitiques des intrusions proximales.

Les colluvions utilisées dans la région sont caractérisées par la présence de grains grossiers de feldspath et de quartz, ainsi que des argiles qui apportent de la plasticité. On les détecte sur les pentes de montagnes comme au site d'Ourika et de Talatast.

Les sédiments des oueds, utilisés dans le site de Saada, sont prélevés dans des fossés remplis après les crues. Ils sont reconnus par la présence de fentes de dessiccations (craquelures), ce qui indique la présence de matériaux plastiques nécessaires pour le processus de façonnage.

Les sédiments de Zaraba correspondent à des boues de turbidité qui comblent le canal de la Rocade. Ils sont extraits régulièrement le long du canal pour que ce dernier fonctionne d'une manière optimale.

Les boues de lavage utilisés dans le site de Tamazouzt sont issues des usines de production de granulats. Ces granulats issus des oueds, comportent des roches de différentes natures, ce qui engendre des boues de lavage de composition variée.

IV.1.2. Composition granulométrique

Les résultats de la distribution granulométrique sont présentés dans le Tableau IV-1. Ces résultats montrent des variations granulométriques importantes d'un échantillon à un autre. La fraction argileuse des pâtes présente des teneurs variables entre 18 et 66%, la fraction limoneuse varie entre 12 et 53% alors que la fraction sableuse est comprise entre 5 et 65%.

Les données numériques obtenues sont projetées sur le diagramme ternaire de Shepard suivant la relation entre la composition en sable, limon et argile (Figure IV-1). Les pâtes à base de schistes, de colluvions, les échantillons AB et Mz2 présentent la granulométrie la plus grossière. Quant aux pâtes à base de sédiments des oueds et de boues de lavage, elles présentent la granulométrie la moins grossière.

Les pâtes à base d'argilites présentent une granulométrie très variable d'un échantillon à un autre. Les pâtes à base de sols présentent des valeurs intermédiaires.

Tableau IV-1 : composition granulométrique des pâtes étudiées (en %).

Type de pâtes	Lithologie principales	Pâtes	Sable	Limon	Argile
Pâtes composées de plus d'une matière première argileuse	Schiste	OD	52	23	25
		Bo1	56	26	18
		Bo2	54	26	20
		Am	56	25	19
		An	60	22	18
	Colluvion	Mz1	54	26	20
		Mz3	41	34	25
		Mz5	43	39	19
		Our4	37	27	36
	Argilite	Mz2	45	16	38
		Mz4	25	35	40
		AB	61	12	27
Our5		28	31	41	
Pâtes composées d'un seul type de matière première argileuse	Sédiment d'oued	Nfs	32	34	34
		Ten	7	53	40
		Zar	5	33	62
	Sol	Ag1	15	34	50
		Ag2	21	28	51
		Tms	23	43	34
	Schiste	Mz6	43	27	30
		Our3	65	12	23
	Boues de lavage	Tmz1	18	22	60
		Tmz2	13	24	64
	Argilite	Our1	8	25	66
		Our2	22	30	48
	Colluvion	Ta	48	26	26

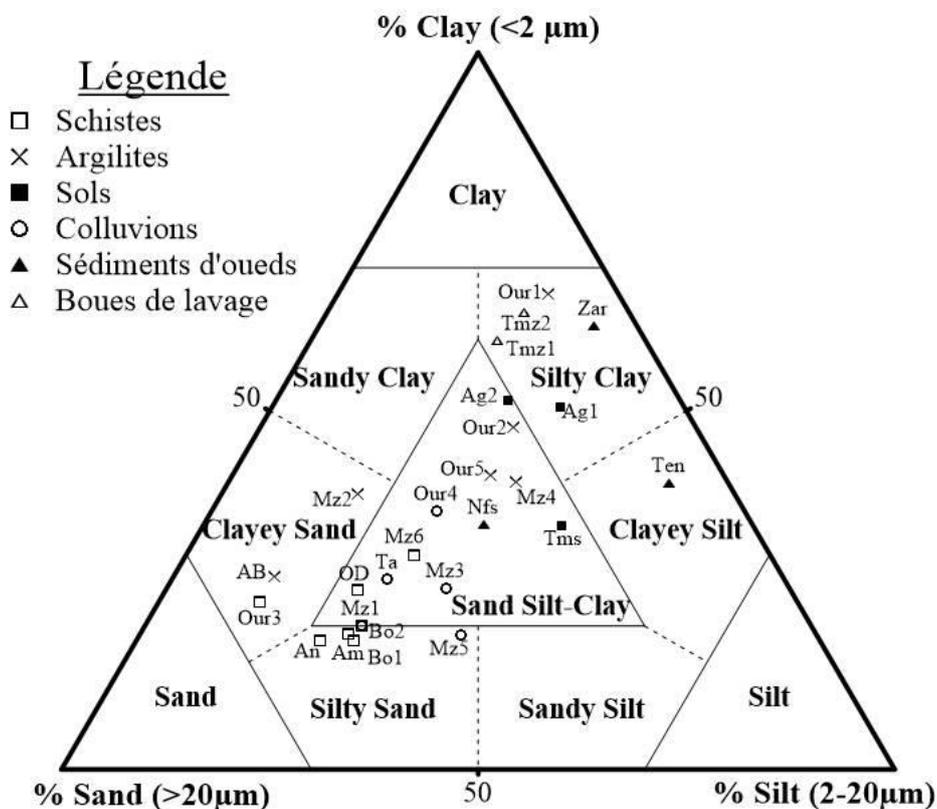


Figure IV-1 : Classification des pâtes étudiées en se basant sur les rapports sable-limon-argile, d'après Shepard (1954).

Le champ « sable-limon-argile » comporte la plupart des échantillons : 3 échantillons de colluvions (Ta, Our4 et Mz3), la moitié des échantillons d'argilites (Our2, Our5 et Mz4), deux échantillons de sols (Ag2 et Tms), deux échantillons de schistes (Mz6 et OD) et un échantillon de sédiments d'oueds (Nfs). Le champ « argile limoneux » comporte les échantillons de boues de lavage (Tmz1 et Tmz2), l'échantillon de sédiments de canal (Zar), une argilite (Our1) et un sol (Ag1). Le champ « sable limoneux » comporte 4 échantillons de schistes (Bo1, Bo2, Am et An) et 2 échantillons de colluvions (Mz1 et Mz5). Le champ « sable argileux » comporte un échantillon de schiste (Our3) et deux échantillons d'argilites (Mz2 et AB). Le champ de « limon argileux » comporte un échantillon de sédiments d'oued (Ten).

IV.1.3. Composition minéralogique

a - Composition en carbonates

Le pourcentage de carbonates dans les pâtes étudiées est inférieur à 14% (Tableau IV-2). Les pâtes en provenance des sols de la plaine du Haouz et des dépôts d'Oueds la traversant (Oueds N'Fis et Tensift) présentent les valeurs en carbonates les plus élevée (8-14%). Les pâtes d'Ourika sont subdivisées en 2 groupes : un groupe dont la teneur en carbonates ne dépasse pas 2% et un autre groupe dont la teneur en carbonates atteint 6%. Les boues de lavage et les argiles d'Amez Miz présentent une teneur en carbonates d'environ 3%. Dans les autres sites, la teneur en carbonates est négligeable (<1%).

Tableau IV-2 : Résultats de l'analyse calcimétrique des pâtes étudiées.

Lithologie	Ech.	% carbonates
Schistes	Bo1	-
	Bo2	-
	OD	1
	Mz6	0.7
	Am	2.7
	An	0.2
	Our3	0.5
Argilites	Mz2	1.3
	Mz4	0.5
	AB	0.2
	Our1	1.5
	Our5	0.7
Colluvions	Mz1	0.5
	Mz3	0.6
	Mz5	0.2
	Ta	0.2
	Our4	6.4
Sols	Ag1	9.6
	Ag2	8.3
	Tms	14.2
Sédiments d'Oueds	Ten	14.1
	Nfs	13.6
Boues de lavage	Tmz1	3
	Tmz2	2.5

b - Minéralogie de la roche totale

Les résultats obtenus à partir de l'analyse des diffractogrammes de la roche totale (Figure IV-3) montrent que la composition minéralogique est diversifiée (Tableau IV-3). Les échantillons sont composés essentiellement de minéraux argileux, de quartz, de feldspaths et de carbonates (calcite et dolomie) (Figure IV-2).

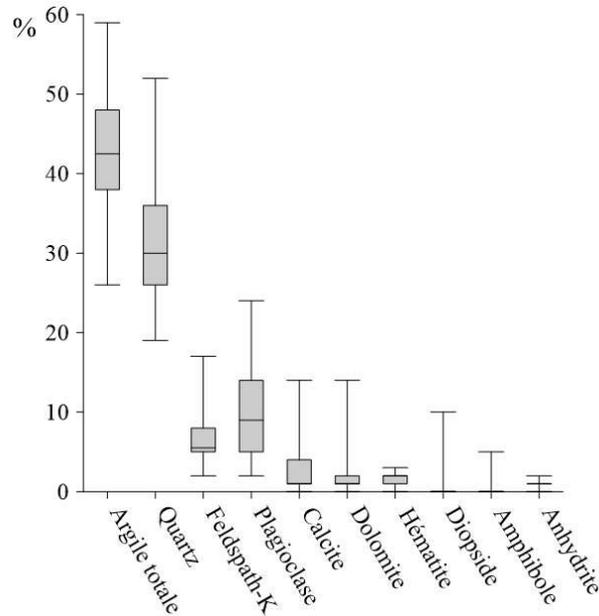


Figure IV-2 : Diagramme des quartiles de la composition minéralogique de la roche totale des pâtes étudiées.

La teneur en minéraux argileux (argile totale) est déduite à partir de la réflexion à 4.47 Å. Elle varie globalement entre 25 et 60% et dans la plupart des cas entre 35 et 50%. Les phases argileuses sont les plus abondantes dans les échantillons Mz4 (55%) et Mz6 (60%) alors qu'elles sont les moins abondantes dans les échantillons Our2 (30%), Mz1 (30%) et dans les boues de lavage (25 à 30%). Le détail de la composition minéralogique de l'argile totale sera présenté dans la section suivante.

Le quartz matérialisé par sa réflexion à 3.34Å représente la phase la plus dominante dans tous les échantillons, sa teneur varie entre 20 et 55%. Il est plus abondant dans les colluvions et les argillites (25 à 50%). Il présente des valeurs intermédiaires dans les boues de lavage (30 à 35%) et dans les schistes (25-35%), alors que les valeurs les plus basses sont enregistrées dans les sols (20 à 27%) et dans les sédiments des oueds (23%).

Les plagioclases caractérisés par des réflexions entre 3,176 Å et 3,211 Å sont également omniprésents dans tous les échantillons, leurs teneurs varient entre 2 et 25%. Les boues de lavage sont les plus riches en plagioclases (17 à 25%), alors que pour le reste des échantillons les valeurs sont inférieures à 17%.

Le feldspath potassique caractérisé par sa réflexion à 3,241Å est également omniprésent dans tous les échantillons, sa teneur varie entre 2 et 17%. Les échantillons Mz2 et Ta sont les plus riches en feldspath potassique (17%) alors que le reste des échantillons ont des teneurs inférieures à 10%.

La calcite représentée par sa réflexion à 3,035 Å présente des teneurs qui ne dépassent pas 14%. Les échantillons Tms, Ten et Nfs sont les plus riches (12 à 14%) alors que les teneurs pour le reste des échantillons sont inférieurs à 7 %. La dolomite représentée par sa réflexion à 2,88 Å a des teneurs inférieures à 14 %. L'échantillon Our2 est le plus riche (14%) en dolomite alors que les teneurs pour le reste des échantillons sont inférieurs à 6%. Les teneurs en carbonates (calcite + dolomite) sont inférieures à 15%.

Le diopside caractérisé par un pic à 2,991 Å est présent dans certains échantillons (Ag1, Ag2, Nfs, Bo1, Bo2 et OD) avec des teneurs faibles comprises entre 5 et 10 %.

L'hématite est présente en traces dans la plupart des échantillons (1-3%).

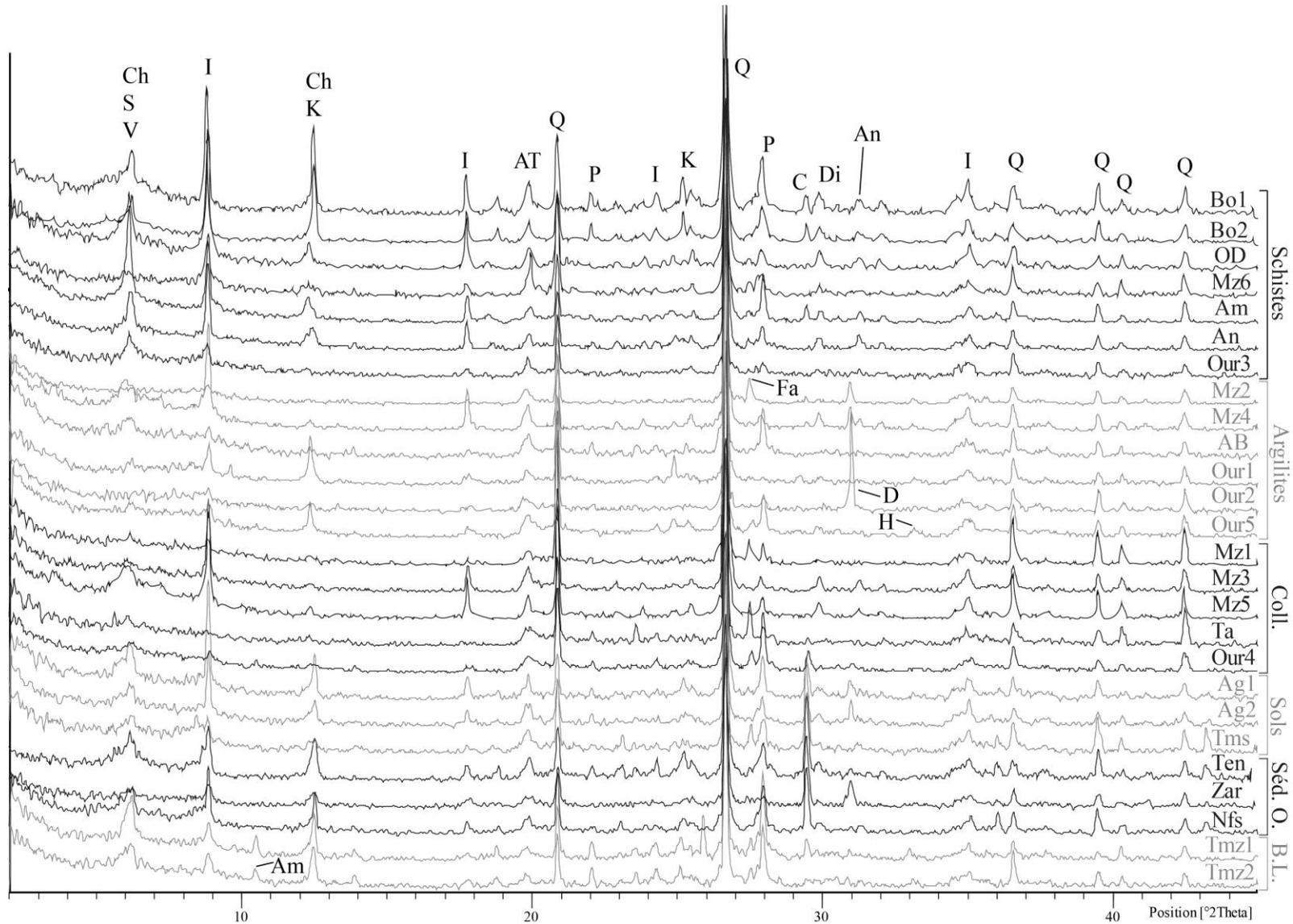


Figure IV-3 : Diffractogrammes de la roche totale des pâtes étudiées.

Ch : Chlorite, S : Smectite, V : Vermiculite, I : Illite, K : Kaolinite, AT : Argile totale, P : Plagioclase, Q : Quartz, Am : Amphibole, Fa : Feldspath alcalin, An : Anhydrite, C : Calcite, D : Dolomite, Di : Diopside, H : Hématite, Coll. Colluvions, Séd.O. : Sédiments d'oueds, B.L. : Boues de lavage.

Tableau IV-3 : Composition minéralogique des pâtes étudiées (en %).

Type de pâtes	Lithologie principale	Pâtes	Argile totale	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase	Calcite	Dolomite	Hématite	Diopside	Amphibole	Anhydrite
Pâtes composées de plus d'une matière première argileuse	Schiste	OD	49	28	5	5	2	1	1	7	-	1
		Bo1	42	26	5	15	1	-	-	10	-	2
		Bo2	43	26	5	14	1	-	-	9	-	2
		Am	38	33	6	15	4	1	2	-	-	1
		An	45	34	6	10	1	-	1	-	-	2
	Colluvion	Mz1	29	52	9	7	-	1	-	-	-	1
		Mz3	51	38	2	4	1	1	2	-	-	1
		Mz5	42	45	3	8	1	1	-	-	-	1
		Our4	40	25	10	16	2	2	2	-	2	1
	Argilite	Mz2	37	35	17	2	1	4	2	-	-	1
		Mz4	54	26	6	4	2	4	2	-	-	1
		AB	44	34	4	14	1	-	2	-	-	-
		Our5	43	29	8	12	1	1	3	-	1	1
	Pâtes composées d'un seul type de matière première argileuse	Sédiment d'oued	Nfs	38	23	4	14	12	1	1	6	-
Ten			44	23	6	10	13	2	2	-	-	-
Zar			50	23	6	5	6	6	3	-	-	-
Sol		Ag1	42	23	5	11	7	3	2	6	-	1
		Ag2	48	19	5	9	6	4	2	8	-	1
		Tms	41	27	7	7	14	1	2	-	-	1
Schiste		Mz6	59	31	5	4	-	-	1	-	-	-
		Our3	50	34	4	9	-	1	2	-	-	1
Boues de lavage		Tmz1	26	29	9	24	4	2	2	-	5	-
		Tmz2	29	36	9	17	1	2	2	-	4	1
Argilite		Our1	44	40	5	3	1	1	3	-	-	1
		Our2	28	49	3	4	-	14	2	-	-	-
Colluvion		Ta	36	37	17	5	1	1	2	-	-	1

c - Minéralogie des argiles

Les résultats obtenus à partir de l'analyse des diffractogrammes de la fraction argileuse (Figure IV-4) montrent que les minéraux argileux sont diversifiés (Tableau IV-4) ; ils sont composés d'illite, de kaolinite, de smectites, d'interstratifiés, de vermiculite, de talc, de pyrophyllite, de chlorite et d'argiles fibreuses.

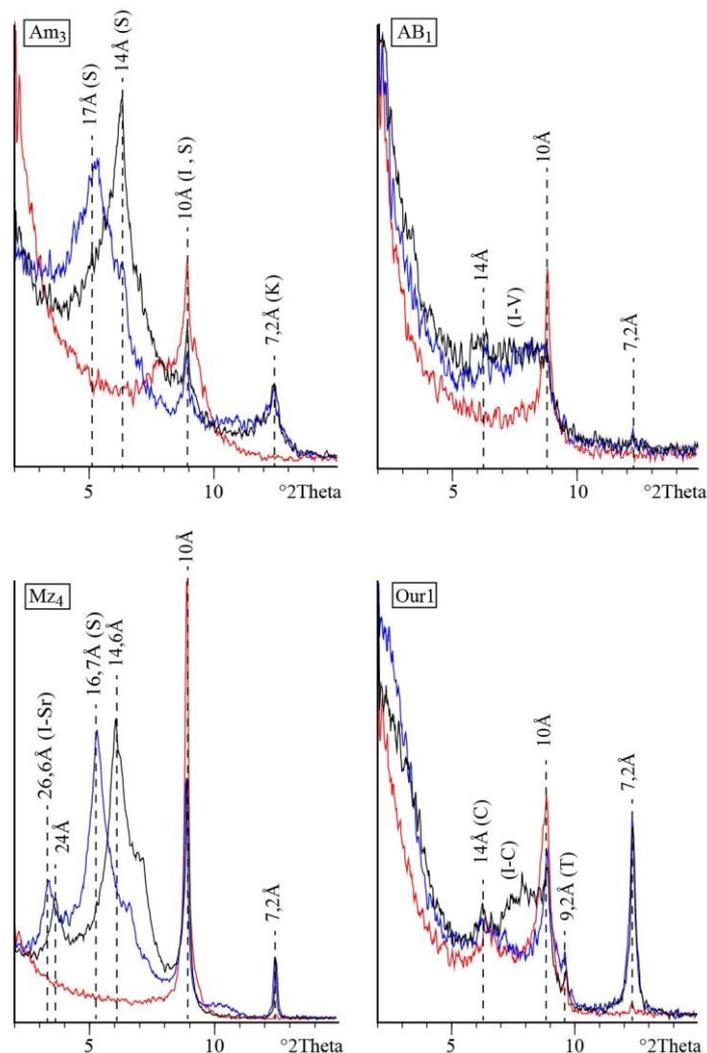


Figure IV-4 : Diffractogrammes de rayons X types des échantillons étudiés.

Couleurs des spectres : noir : naturel, bleu : éthylène glycolé, rouge : chauffé.

Am₃ : matière première (MP) constituant 1/4 de la pâte Am. Mz₄ : MP constituant 1/2 de Mz4 et Mz5

S : smectite, K : Kaolinite, I : Illite, I-V : interstratifié irrégulier à illite et vermiculite, I-Sr : Interstratifié régulier à illite et smectite, I-C : Interstratifié irrégulier à illite et chlorite, T : Talc.

L'illite est matérialisée par un pic principal (001) à 10 Å à l'essai naturel, suivi d'un pic secondaire (002) à 5Å. Ces pics restent stables à l'essai glycolé et à l'essai chauffé. Elle constitue la phase minérale argileuse la plus abondante dans tous les échantillons (10 à 40%) (Figure IV-5). Elle est plus abondante dans certains échantillons de schistes (Bo1, Bo2, Mz6, An et Our3 : 35 à 38%), d'argilites (Mz4 : 38%), de sols (Ag1 et Ag2 : 35%) et dans les sédiments d'oueds (25 à 32%), tandis qu'elle est moins abondante dans les colluvions (10 à 23%) et dans les boues de lavage (16 à 20%). Cependant, la plupart des échantillons ont des valeurs comprises entre 20 et 35%.

La kaolinite est caractérisée par un pic à 7Å à l'essai naturel. Elle reste stable à l'essai glycolé, mais disparaît à l'essai chauffé. Elle est omniprésente dans tous les échantillons avec des teneurs entre 2 et 16%. Elle est plus abondante dans certains échantillons de schiste (OD : 9% et Mz6 : 16%), d'argilite (Our 1 : 13% et Our5 : 9%) et de colluvions (Mz1, Mz3 et Mz5 : 8-10%), tandis qu'elle est moins abondante dans le reste des échantillons (2-6%).

Tableau IV-4 : Composition minéralogique de l'argile totale des pâtes étudiées (en %).

Type de pâtes	Lithologie principale	Pâtes	Illite	Kaolinite	Chlorite	Vermiculite	Smectite	Interstratifiés smectitique	Int. non smectitique	Pyrophyllite -talc	Sepiolite - palygorskite	Argile totale
Pâtes composées de plus d'une matière première argileuse	Schiste	OD	26	9	-	5	5	4	-	-	-	49
		Bo1	35	4	-	1	1	2	-	-	-	42
		Bo2	35	3	-	1	1	3	-	-	-	43
		Am	21	5	-	5	5	-	3	-	-	38
		An	37	3	-	3	1	-	2	-	-	45
	Colluvion	Mz1	13	10	-	-	-	6	-	-	-	29
		Mz3	23	9	4	-	6	10	-	-	-	51
		Mz5	22	9	-	-	4	6	-	-	-	42
		Our4	19	5	3	1	2	3	3	6	-	40
	Argilite	Mz2	26	3	-	1	1	1	4	-	-	37
		Mz4	38	5	-	1	4	3	4	-	-	54
		AB	22	5	-	-	-	-	17	-	-	44
		Our5	19	9	2	-	1	1	2	9	-	43
	Pâtes composées d'un seul type de matière première argileuse	Sédiment d'oued	Nfs	26	3	3	-	3	2	-	-	-
Ten			32	6	4	1	1	1	-	-	-	44
Zar			30	6	6	2	2	3	-	-	-	50
Sol		Ag1	35	3	1	2	-	-	2	-	-	42
		Ag2	36	3	3	2	2	-	2	-	-	48
		Tms	29	2	2	1	1	-	3	4	-	41
Schiste		Mz6	37	16	-	-	-	-	6	-	-	59
		Our3	38	3	-	4	-	-	5	-	-	50
Boues de lavage		Tmz1	16	5	3	1	2	-	-	-	-	26
		Tmz2	20	4	4	2	-	-	-	-	-	29
Argilite		Our1	17	13	2	-	-	3	2	6	-	44
		Our2	13	4	1	-	-	-	1	8	-	28
Colluvion		Ta	10	4	2	-	1	1	-	-	18	36

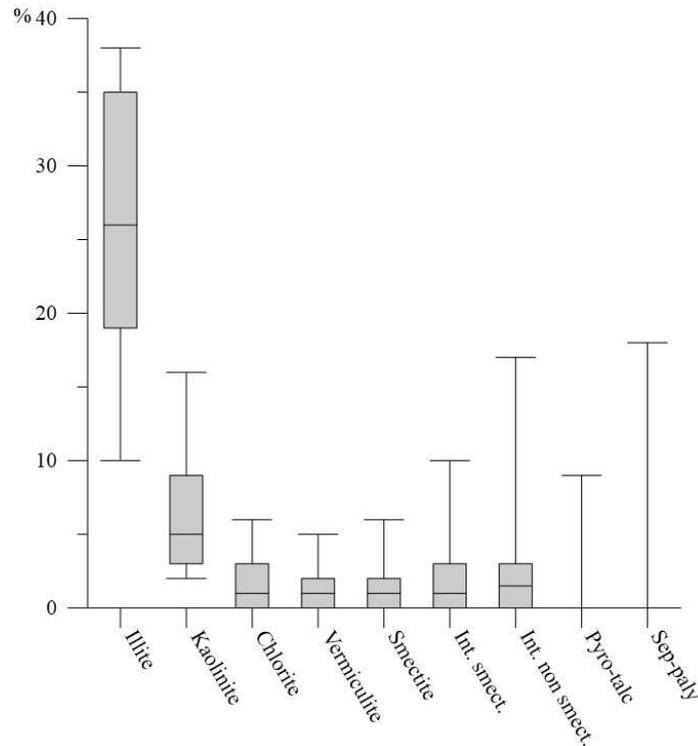


Figure IV-5 : Diagramme des quartiles de minéraux argileux présents dans les pâtes étudiés.

La chlorite est caractérisée par un pic à 14Å à l'essai naturel qui reste stable à l'essai glycolé et chauffé. Elle est présente dans la plupart des échantillons avec des teneurs inférieures à 6%, sauf dans les échantillons de schiste et certains échantillons d'argilite et de colluvion (Mz1, Mz2, Mz4, Mz5 et AB) où elle est absente. Sa présence significative (~5%) est marquée dans les échantillons Mz3, Ten, Zar et Tmz2.

La vermiculite est caractérisée par un pic à 14Å à l'essai naturel qui reste stable à l'essai glycolé, mais qui se rabat à l'essai chauffé jusqu'à 10 Å. Elle est présente dans la plupart des échantillons avec des teneurs inférieures à 5% tandis qu'elle est absente dans les échantillons d'argilite (AB, Our1, Our2 et Our5), Mz6, Nfs et dans les colluvions. Sa présence significative (~5%) est enregistrée dans les échantillons Am et Our3.

Les smectites sont caractérisées par un pic à 14Å à l'essai naturel qui se déplace à 17Å à l'essai glycolé, mais qui se rabat à 10Å à l'essai chauffé. La smectite est présente dans la plupart des échantillons avec des teneurs inférieures à 6%. Elle est absente dans certains échantillons de schiste (Mz6 et Our3) et d'argilite (AB, Our1 et Our2), dans l'échantillon Mz1, Ag1 et Tmz2. Sa présence significative (~5%) est signalée dans les échantillons Mz5, Am, Mz4 et Mz3.

Les interstratifiés (moins de 10%) sont présents dans les échantillons étudiés sous deux formes : non smectiques et smectiques. La notation 10-14, 14-14 ou 7-14 fait référence à la distance réticulaire des minéraux constituant l'interstratifié. Les interstratifiés non smectitiques des échantillons étudiés sont constitués d'interstratifiés irréguliers 10-14 et 14-14. Ils sont les plus abondants dans l'échantillon AB avec une teneur de 17%, alors que leurs teneurs sont inférieures à 6% pour le reste des échantillons. Les interstratifiés smectitiques des échantillons étudiés sont constitués d'interstratifiés irréguliers 10-14, 14-14 et 7-14, et dans deux cas d'un interstratifié régulier 10-14. Ils sont les plus abondants dans l'échantillon Mz3 avec une teneur de 10%, alors que leurs teneurs sont inférieures à 6% pour le reste des échantillons.

Le talc et la pyrophyllite sont caractérisés par des pics à l'essai normal à 9,2 Å et à 9,35 Å respectivement, qui restent stables dans l'essai glycolé et chauffé. L'association pyrophyllite-talc (< 10

%) est identifiée dans 5 pâtes : 3 argilites (Our1, Our2 et Our5) et 1 colluvion (Our4) à la fois en provenance de l'Ourika avec des teneurs entre 6 et 9%, et dans la pâte de Tamsloht (4%).

La palygorskite et la sépiolite sont des argiles fibreuses. La palygorskite est caractérisée par un pic à 10,4 Å à l'essai normal qui reste stable à l'essai glycolé mais qui se rabat à 10 Å à l'essai chauffé. La sépiolite est caractérisée par un pic à 12 Å à l'essai normal et glycolé qui se rabat à 10 Å à l'essai chauffé. Ces argiles fibreuses sont identifiées en association dans la pâte de Talatast avec une teneur de 18 %.

IV.1.4. Composition chimique

Le Tableau IV-5 présente la composition chimique des pâtes étudiées. Les oxydes prédominants dans les pâtes sont SiO_2 et Al_2O_3 (Figure IV-6). Les teneurs en Fe_2O_3 , CaO , K_2O et MgO sont significatives, alors que les autres oxydes (Na_2O , TiO_2 , P_2O_5 et MnO) sont présents en quantités mineures.

L'oxyde SiO_2 (49-74%) est dominant dans les colluvions (Mz1, Mz5 et Ta : 68-74%) et Mz2 (68%) alors qu'il est moins abondant dans les boues de lavage (59%), les sols (Ag1 et Ag2 : 51%) et les sédiments d'oueds (49-52%).

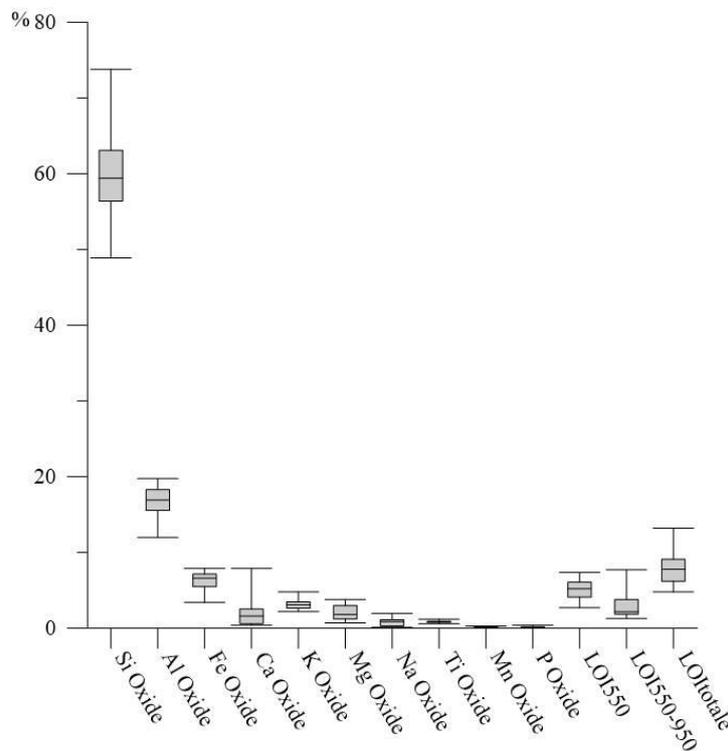


Figure IV-6 : Diagramme des quartiles de la composition chimique des pâtes étudiées.

L'oxyde Al_2O_3 (12-20%) a des teneurs supérieures ou égales à 15% dans la plupart des échantillons sauf Mz1, Mz2, Nfs, Tms et Our2 où la valeur ne dépasse pas 14%.

L'oxyde Fe_2O_3 (3-8%) est moins abondant dans les échantillons Mz1 et Mz5 (<4,5%). Sa teneur dépasse 5% pour le reste des échantillons.

L'oxyde CaO (0,4 à 8%) est plus abondant dans les sols (4,5-7,8% ; Tms : 7,8%) et les sédiments d'oueds (6-8%). Il présente des valeurs inférieures à 3% pour le reste des échantillons. Les échantillons ayant les valeurs minimales (<1%) sont des échantillons de schistes (Mz6, An et Our3), d'argilites (AB, Our1, Our5) et de colluvions (Mz1, Mz3, Mz5 et Ta).

L'oxyde MgO (0,7 à 3,8%) est abondant dans les sols (2,3-3,7%), dans les sédiments d'oueds (3-3,6%) et dans les boues de lavage (3,5%) alors qu'il est moins abondant dans les schistes et les colluvions (0,7-1,7%). Les argilites ont des valeurs intermédiaires (1,3-2,4%).

Tableau IV-5 : Composition chimique en éléments majeurs des pâtes étudiées (en %).

Type de pâtes	Lithologie principale	Pâtes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	LOI ₅₅₀	LOI ₅₅₀₋₉₅₀	LOI _{totale}	
Pâtes composées de plus d'une matière première argileuse	Schiste	OD	58.7	18.3	6.6	1.5	3.1	1.2	0.4	1	0.1	0.1	6.1	2.9	9.1	
		Bo1	59.7	19.1	7.2	1.2	3.6	1.9	1.4	0.9	0.1	0.3	2.7	2.1	4.8	
		Bo2	60.3	18.7	7.1	1.1	3.5	1.8	1.3	0.9	0.1	0.4	2.9	2	4.8	
		Am	55.9	18.6	7.9	2.3	2.5	1.5	1.1	1	0.3	0.1	5.7	3.1	8.8	
		An	58.1	19.8	7.1	0.5	3.5	1.2	1.1	0.8	0.1	0.01	6.1	1.9	8.0	
	Colluvion	Mz1	73.8	12	4.2	0.4	2.2	0.7	0.3	0.3	0.8	0.1	0.1	4.1	1.3	5.4
		Mz3	64.9	16.8	5.3	0.4	3.1	1.1	0.1	0.1	0.8	0	0	5.3	2	7.2
		Mz5	69	16.1	3.4	0.4	3.2	0.7	0.2	0.2	0.9	0	0	4.1	1.9	5.9
		Our4	60.6	15.1	6.4	2.2	2.3	1.5	1.3	0.7	0.7	0.1	0.1	7.4	2.3	9.6
	Argilite	Mz2	67.9	12	4.9	1.9	3.9	2.1	0.1	0.1	0.6	0	0.2	3.2	3	6.2
		Mz4	59.1	18	5.1	1.8	4.8	2.3	0.2	0.2	0.8	0	0.1	4.1	3.8	7.9
		AB	60.3	18.0	7.2	0.6	3.1	1.8	1.3	0.9	0.9	0.1	0.2	4.9	1.7	6.6
		Our5	61.1	17.0	6.6	0.7	2.7	1.3	1.0	0.9	0.9	0.1	0.1	6.7	1.8	8.6
	Pâtes composées d'un seul type de matière première argileuse	Sédiment d'oued	Nfs	51.8	14.0	5.4	7.9	2.6	3.0	1.0	0.7	0.1	0.1	6.0	7.2	13.2
Ten			48.9	16.5	6.3	7.3	3.1	3.2	1.0	0.7	0.7	0.2	0.2	5.1	7.7	12.8
Zar			51.0	17.8	6.9	6.1	3.6	3.8	0.6	0.6	0.9	0.2	0.2	5.7	3.4	9.1
Sol		Ag1	51.5	16.8	6.6	5.3	3.5	3.6	1.1	0.8	0.8	0.1	0.2	5.3	5.2	10.5
		Ag2	50.7	17.3	6.8	4.5	3.6	3.7	0.9	0.9	0.8	0.1	0.2	7.0	4.4	11.4
		Tms	56.4	12.6	5.5	7.8	2.5	2.3	0.8	0.8	0.7	0.1	0.2	6.2	5.0	11.2
Schiste		Mz6	63.1	17.3	6.3	0.9	2.4	0.8	0.7	0.7	1.1	0.1	0.1	5.5	1.6	7.2
		Our3	58.7	19.0	7.8	0.6	3.3	1.2	0.6	0.6	0.9	0.1	0.03	6.1	1.5	7.7
Boues de lavage		Tmz1	58.8	16.0	7.2	2.4	3.0	3.4	1.9	0.8	0.8	0.2	0.2	4.2	2.0	6.2
		Tmz2	58.8	16.0	7.1	2.5	3.0	3.5	2.0	0.8	0.8	0.1	0.2	3.7	2.2	5.9
Argilite		Our1	60.0	19.4	7.4	0.4	3.2	1.3	0.2	0.2	1.2	0.02	0.1	4.9	1.7	6.6
		Our2	64.0	13.2	5.6	1.7	3.1	2.1	0.3	0.3	1.0	0.04	0.1	3.5	5.5	9.0
Colluvion		Ta	68.1	15.5	5.9	0.6	2.3	0.9	0.8	0.8	0.6	0.04	0.04	3.4	1.6	5.1

L'oxyde K_2O (2,2-4,8%) présente les valeurs maximales dans les échantillons Mz2 (4%) et Mz4 (4,8%). Le reste des échantillons ont des teneurs inférieures à 3,7%.

L'oxyde Na_2O (0,1-2%) présente une valeur de 2% dans les boues de lavage alors que dans le reste des échantillons les valeurs sont inférieures à 1,3%. Les plus faibles valeurs (<0,3%) ont été enregistrées dans la majorité des échantillons de Mzouda (Mz1, Mz2, Mz3, Mz4 et Mz5), dans OD, Our1 et Our2.

Le reste des oxydes ont des valeurs mineures : TiO_2 (0,8-1,2%), P_2O_5 (\leq 0,4 %), MnO (\leq 0,3 %).

La perte au feu nous renseigne sur la teneur en éléments chimique volatils, notamment les éléments H, C et O. Ces éléments chimiques composent la matière organique, les eaux interfoliaires et de constitution. Ils s'oxydent lors de la cuisson et s'échappent sous forme de CO , CO_2 et vapeur d'eau induisant une perte en masse (perte au feu). Le carbone et l'oxygène sont parmi les éléments composants les matières inorganiques tels que les carbonates et ils s'échappent lors de la cuisson. Ces éléments étant non quantifiés lors de l'analyse de fluorescence aux rayons X, ils sont alors déduits de l'analyse de perte au feu.

La perte au feu à 550°C des pâtes étudiées fluctuent entre 2,7 et 7,4 %. Sa valeur est entre 2,7 et 6% pour les schistes, entre 3 et 6,7% pour les argilites, entre 5 et 7% pour les sols, entre 3,4 et 7,3% pour les colluvions, entre 5 et 6% pour les sédiments d'oueds et entre 3,7 et 4,2% pour les boues de lavage. Les valeurs les plus élevées (> 6%) ont été enregistrées pour les échantillons : OD, An, Our3, Our5, Ag2, Tms et Our4, tandis que les valeurs les moins élevées (< 3%) ont été enregistrées pour les échantillons : Bo1 et Bo2.

Entre 550 et 950°C, la perte au feu fluctue entre 1,3 et 7,7%. Les valeurs les plus élevées sont enregistrées pour les échantillons de sédiments d'oueds (Nfs et Ten) alors que les valeurs les moins élevées (<2%) sont enregistrées pour certains échantillons de schistes (Mz6, An, et Our3), colluvions (Mz1, Mz3, Mz5 et Ta) et pour les échantillons AB, Our1 et Our5.

La perte au feu totale fluctue entre 4,8 et 13,2%. Les échantillons qui ont les valeurs les plus élevés (> 10%) sont ceux de sols et de sédiments d'oueds, alors que les échantillons qui ont les valeurs les moins élevées (< 6%) sont : Bo1, Bo2, Mz1, Mz5, Ta et Tmz2.

La Figure IV-7 récapitule les compositions granulométriques, minéralogiques et chimiques de l'ensemble des pâtes étudiées en fonction de leurs lithologies.

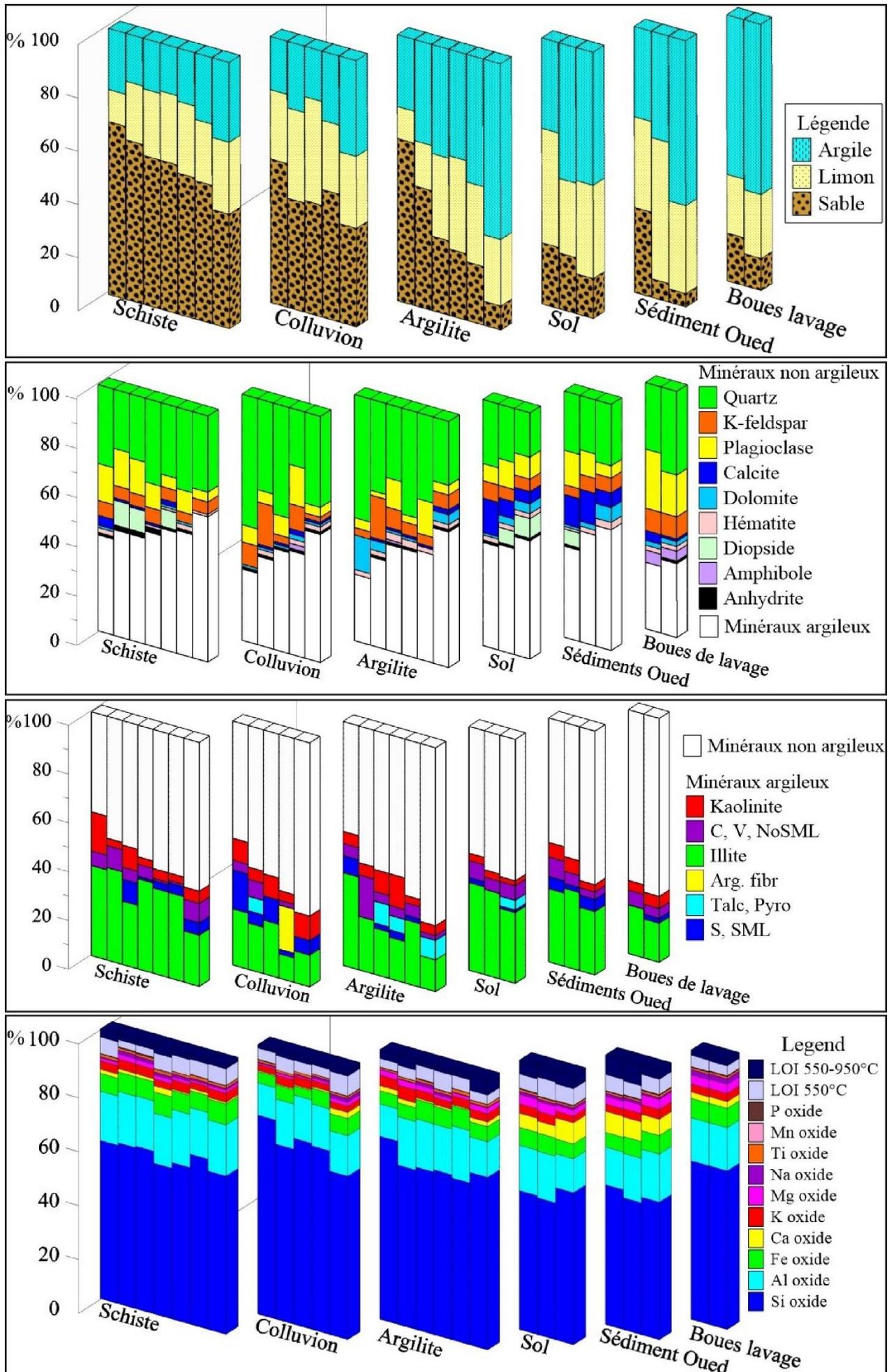


Figure IV-7 : Compositions granulométriques, minéralogiques et chimiques des pâtes étudiées selon leurs lithologies.

IV.2. COMPORTEMENT GEOTECHNIQUE DES PATES

IV.2.1. Plasticité

Les valeurs des indices de plasticité (IP) des pâtes étudiées sont déduites des limites d'Atterberg (limite de plasticité [LP], limite de liquidité [LL]). Le Tableau IV-6 représente les valeurs obtenues pour ces différents paramètres.

Tableau IV-6 : Limites d'Atterberg en % avec les indices de plasticité correspondants.

Lithologie	Echantillons	Limite de liquidité	Limite de plasticité	Indice de plasticité
Schistes	Bo1	34	19	15
	Bo2	35	19	16
	OD	36	21	15
	Mz6	32	16	16
	Am	37	19	18
	An	36	19	17
	Our3	35	18	17
Argilites	Mz2	34	17	17
	Mz4	37	19	18
	AB	40	22	18
	Our1	52	22	30
	Our2	40	19	21
	Our5	55	23	32
Colluvions	Mz1	34	17	16
	Mz3	43	18	26
	Mz5	33	15	18
	Ta	49	24	25
	Our4	46	19	27
Sols	Ag1	38	21	16
	Ag2	39	22	17
	Tms	45	25	20
Sédiments d'oueds	Ten	47	30	17
	Zar	48	24	24
	Nfs	48	32	16
Boues de lavage	Tmz1	39	23	16
	Tmz2	39	24	15

Afin de mieux visualiser ces résultats, les données obtenues sont projetées sur le diagramme de Casagrande « indice de plasticité en fonction de la limite de liquidité » (Figure IV-8).

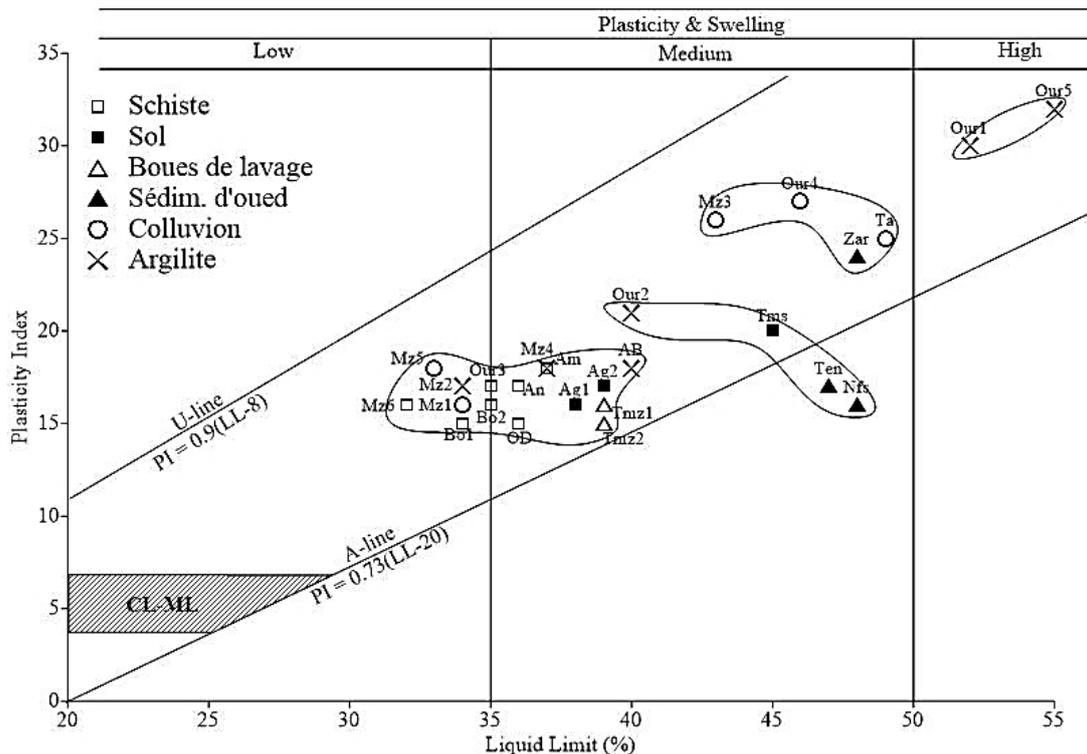


Figure IV-8 : Projection des échantillons sur la diagramme de Casagrande (1948) [d'après Howard (1977), et Dakshanamurthy et Raman (1973)]. CL: Argile à basse limite de liquidité ; ML: Limon à basse limite de liquidité.

Ce diagramme classe les sols argileux et limoneux en fonction de leur comportement plastique (Holtz et Kovacs, 1981). La plasticité, la capacité de gonflement et la teneur en matière organique prennent part dans cette classification (Figure IV-8). Ainsi, la ligne A sépare généralement les matériaux les plus argileux et inorganiques (à gauche) des matériaux limoneux ou organiques (à droite), tandis que la ligne U est la limite supérieure des projections possibles. L'analyse de ce diagramme montre que les échantillons étudiés ont des comportements plastiques disparates. On peut les classer en 4 groupes :

- Le premier groupe comprend principalement les pâtes composées de schiste, de boues de lavage, la moitié des pâtes composées d'argilites (Mz2, Mz4 et AB) et des pâtes composées de sol (Ag1 et Ag2) et de colluvions (Mz1 et Mz5). Ces pâtes sont caractérisées par des valeurs d'indices de plasticité comprises entre 15 et 18 et des limites de liquidité entre 32 à 40%.
- Le deuxième groupe comprend les pâtes Our2, Tms, Ten et Nfs. Ces pâtes sont caractérisées par des valeurs d'indices de plasticité comprises entre 16 et 21 et des limites de liquidité entre 40 et 48%.
- Le troisième groupe comprend des pâtes à base de colluvions (Mz3, Our4 et Ta) et l'échantillon Zar. Ces pâtes sont caractérisées par des valeurs d'indices de plasticité comprises entre 24 et 27 et des limites de liquidité entre 43% et 49%.
- Le quatrième groupe comprend des pâtes d'argilite (Our1 et Our5). Ces pâtes sont caractérisées par les valeurs d'indices de plasticité (30 à 32) et de limites de liquidité (52 à 55%) les plus élevées.

D'un point de vue géotechnique, ce graphe montre que presque tous les échantillons étudiés sont considérés comme des matériaux argileux inorganique du fait qu'ils sont situés au-dessus de la ligne A. Alors que les échantillons situés au-dessous de la ligne A sont considérés plutôt limoneux (échantillons Ten et Nfs). La majorité des échantillons ont des valeurs de limites de liquidité intermédiaires comprises entre 35 et 50% et sont donc considérés comme ayant une plasticité et un gonflement moyens (Figure IV-8). Cependant certains échantillons sont caractérisés par une limite de liquidité inférieure à 35 % et par conséquent ils sont considérés comme ayant une plasticité et un gonflement faibles (échantillons Mz1, Mz2, Mz5, Mz6, Bo1, Bo2, Our3). Tandis que ceux avec une limite de liquidité supérieure à 50% sont considérés comme ayant une plasticité élevée (échantillons Our1 et Our5).

IV.2.2. Séchage

a - Définition de la courbe de séchage

La courbe de retrait de Bigot (Figure IV-9) est une courbe qui permet de comprendre le comportement d'une pâte argileuse donnée durant le séchage. Elle permet de prévoir la facilité de séchage d'un mélange argileux en suivant le degré de retrait et de perte de masse d'une éprouvette pour une teneur d'humidité initiale donnée (Kornmann, 2005, 2006).

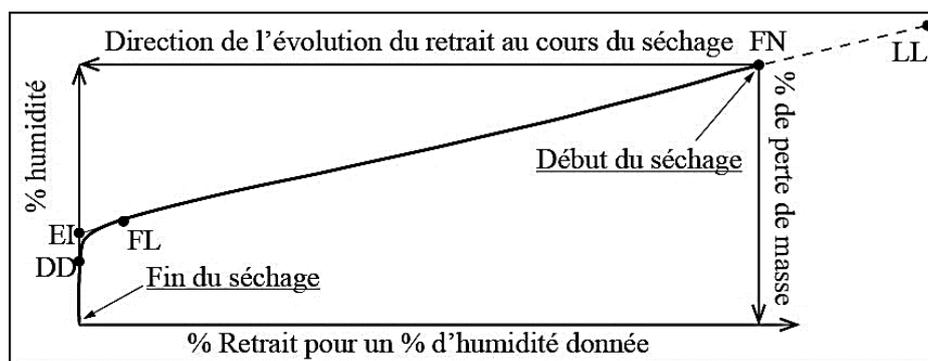


Figure IV-9 : Définition de la courbe de Bigot.

FN : Façonnage Normal ; FL : Fin de Linéarité ; EI : Eau d'Interposition ; DD : Début de Déformation ou fin de retrait ; LL : Limite de Liquidité.

Différents types d'humidités et de paramètres peuvent être identifiés sur cette courbe :

- L'eau de façonnage normal (FN) : c'est la teneur en eau de la pièce à la fin du façonnage (début du séchage : Figure IV-9).
- % de retrait pour un % d'humidité donnée : chaque point de la courbe reflète une prévision de % de retrait (axe des abscisses) pour un % d'humidité donnée (axe des ordonnées).
- L'eau colloïdale : c'est l'eau intervenant au début du séchage avant que la pâte ne commence à durcir. Sa teneur est déduite de la différence entre l'eau de façonnage et l'eau d'interposition.
- L'eau d'interposition (EI) : c'est une eau piégée entre les grains. La pâte est dans un état solide lors de son intervention. Sa valeur est extraite à partir de l'axe des ordonnées (% humidité) de la courbe de Bigot.
- Fin de linéarité (FL) : c'est le point de fin de linéarité de la courbe de Bigot.
- Début de déformation (DD) : C'est le point de fin de retrait (limite de retrait). Il est appelé « début de déformation » car si on ajoute de l'eau à la pièce à ce stade, son volume commencera dès lors à augmenter (début de déformation).

b - Courbes de séchage des pâtes étudiées

Les différentes courbes de Bigot des pâtes étudiées sont illustrées dans la Figure IV-10. Ces courbes sont séparées en groupes en se basant sur leurs allures générales qui sont contrôlées par la composition lithologique. La pâte Our5 est mise dans le groupe de colluvions et des argilites car elle présente un mélange égal entre ces deux types de matériaux.

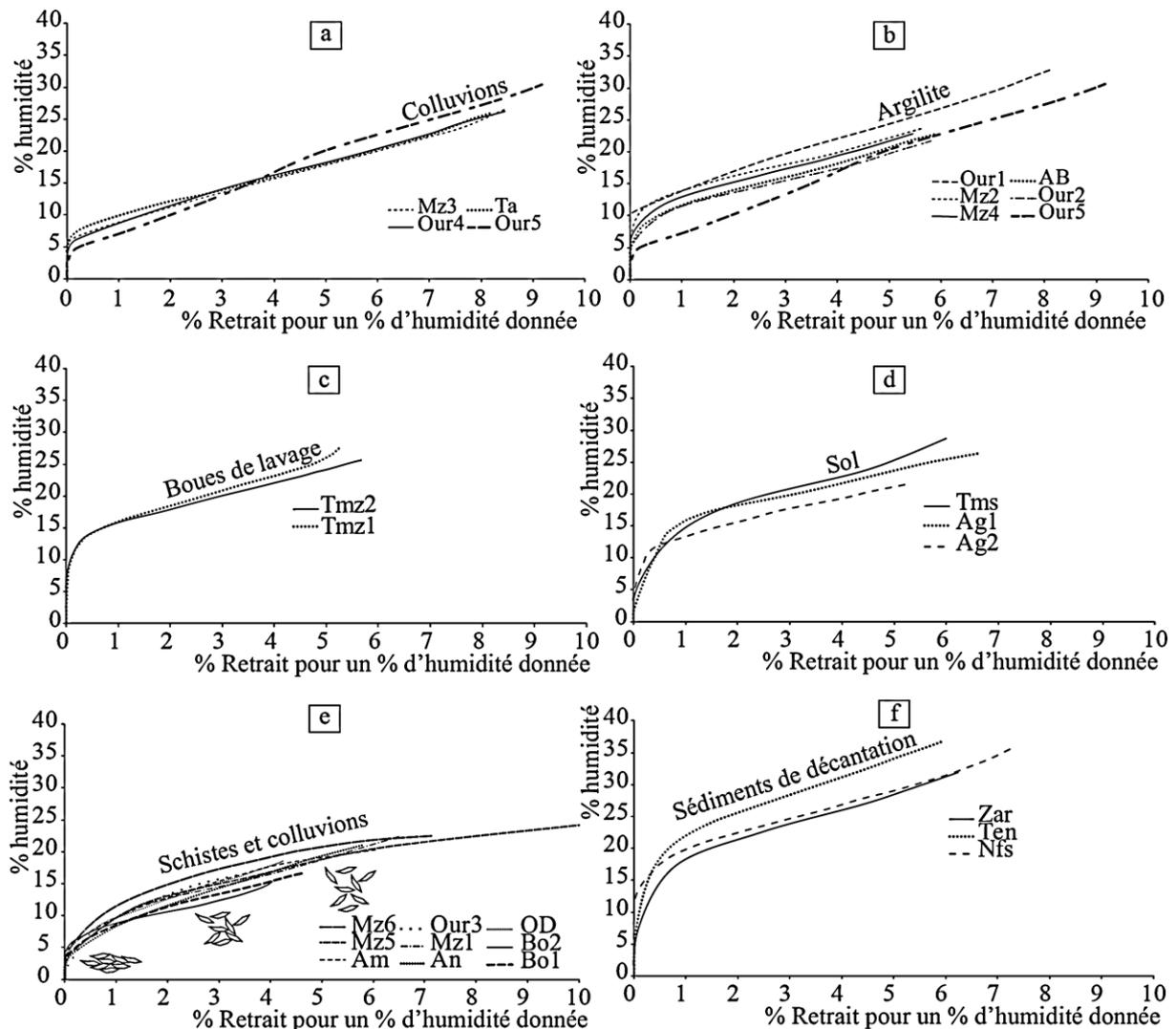


Figure IV-10 : Courbes de Bigot des pâtes étudiées.

Les courbes des pâtes à base de colluvions Mz3, Ta et Our4 sont les plus rectilignes tout en étant les plus proches de l'axe des abscisses par rapport aux autres types de lithologie (Figure IV-10a). L'arc de ces courbes -qui est la partie située entre le point de fin de linéarité [FL] et le point de fin du retrait [DD]- a un très petit rayon de courbure. Les courbes des pâtes AB, Mz2, Mz4 et Our2 à base d'argilite ont des rayons de courbure plus grands que ceux des colluvions sauf l'échantillon Our1 dont l'arc est pratiquement inaperçu (Figure IV-10b). Les courbes des boues de lavage sont presque semblables à ceux des argilites sauf qu'elles sont plus éloignées de l'axe des abscisses (Figure IV-10c). Les courbes des sols sont à une distance de l'axe des abscisses presque comparable à celle des boues de lavage, sauf qu'elles sont plus éloignées de l'axe des ordonnées ; leurs rayons de courbure sont plus grands (Figure IV-10d). Les courbes des schistes et des colluvions Mz1 et Mz5 ne présentent presque pas de lignes droites et paraissent être des arcs des cercles de très grands rayons de courbure. Il est très difficile de situer le point de fin de linéarité dans ces courbes et par conséquent d'avoir une valeur exacte du % de l'eau d'interposition. C'est dû au fait qu'une partie des grains grossiers sont en contact dès le début du séchage comme schématisé à la Figure IV-10e (on en reparlera avec plus de détails dans la discussion).

En plus des allures des courbes qui permettent une discrimination entre les différentes courbes, on peut aussi utiliser les valeurs numériques du Tableau IV-7, notamment les valeurs en eau d'interposition. L'eau d'interposition est comprise entre 4 et 20% pour l'ensemble des pâtes. Les pâtes à base de colluvion (Figure IV-10a et e), d'argilite (Figure IV-10b) et de schiste (Figure IV-10e) ont les pourcentages en eau d'interposition les plus faibles, avec des teneurs respectives de 4,5-8%, 9-12% et 6-11%. Les pâtes à base de sédiments de décantation (Figure IV-10g) ont les teneurs les plus élevées en eau d'interposition (17 à 20%) et sont donc les plus poreux. Les autres types de lithologies (sols et boues de lavage, Figure IV-10c, d) sont caractérisés par des valeurs intermédiaires (11 à 15%).

Tableau IV-7 : Pourcentages des différents types d'humidité et du taux de retrait obtenues à partir de la courbe de Bigot.

Lithologie	Ech.	Façonnage normal (%)	(%) Fin de linéarité	(%) Eau Colloïdal	(%) Eau d'interposition	Limite de retrait (%)	Taux de retrait (%)
Schistes	Bo1	16.6	9.6	9.9	6.7	3.6	4.6
	Bo2	15.3	8.5	8.4	6.9	4.4	4
	OD	18.5	9.5	11.6	6.9	1.9	4.2
	Mz6	22.5	15	11.5	11	3.6	7.1
	Am	20.3	10.8	12.9	7.4	4.1	6
	An	21	10.5	14.8	6.2	3	5.8
	Our3	16.2	11.1	9	7.2	1.5	3.3
Argilites	Mz2	23.6	13.3	11.9	11.7	7	5.6
	Mz4	22.8	13	11.8	11	6.3	5.5
	AB	22.7	11.8	13	9.7	5	5.9
	Our1	32.8	15	20.3	12.5	10	8.1
	Our2	22	11.1	12.5	9.5	5	5.8
Colluvions	Our5	30.4	5.5	25.9	4.5	3	9.2
	Mz1	22.2	11.5	13.4	8.8	3.1	6.5
	Mz3	26.4	7.5	19.73	6.67	5.5	8.4
	Mz5	24.1	12.5	15	9.1	3.1	10
	Ta	25.8	8.8	18.3	7.5	5.5	8.2
	Our4	26.2	7	20.2	6	4.5	8.5
Sols	Our5	30.4	5.5	25.9	4.5	3	9.2
	Ag1	26.3	16.8	11.8	14.5	2.3	6.6
	Ag2	21.5	12.5	10.5	11	5	5.2
	Tms	28.7	19.2	14	14.7	3.7	6
Sédiments d'oueds	Ten	36.6	24.6	16.6	20	6.2	5.9
	Zar	31.9	20.3	15.3	16.6	5	6.2
	Nfs	35.5	21	17.4	18.1	12	7.2
Boues de lavage	Tmz1	27.4	16.2	13.5	13.9	8.2	5.2
	Tmz2	25.7	15.6	12	13.7	7.7	5.7

Pour le reste des paramètres, l'eau colloïdale est comprise entre 8 et 26 % pour l'ensemble des échantillons ; elle dépend principalement de l'eau de façonnage initiale. L'eau de fin de linéarité est comprise entre 5 et 25 %. Elle est corrélée avec l'eau d'interposition. La limite de retrait est comprise entre 1 et 12% pour l'ensemble des pâtes. Quant aux taux de retrait, ils sont compris entre 3 et 10%.

Les porosités des pièces crues calculées en utilisant le paramètre « densité » et « eau d'interposition » selon la méthode de Kornmann (2006) sont réparties entre 12 et 43% (Tableau IV-8). Les valeurs les plus basses sont enregistrées pour certaines pâtes à base de schistes et d'argilites. Les valeurs les plus élevées sont enregistrées pour les sédiments des oueds. Tandis que les autres types de pâtes ont des valeurs intermédiaires.

Tableau IV-8 : Tableau de mesure de la porosité à partir de la densité et de l'eau d'interposition.

Lithologie	Ech.	Longueur sèche (cm)	Largueur sèche (cm)	Epaisseur sèche (cm)	Volume sec (cm ³)	Volume sec (m ³)	Masse sec (g)	Masse sec (Kg)	Densité (Kg/m ³)	Eau d'interposition (EI) (%)	Porosité % = (densité sec / densité eau) * EI
Schistes	Bo1	15.6	3.7	1	54.9	0.00005486	132.8	0.1328	2 420.80	6.7	16.2
	Bo2	15.8	3.7	1	55.8	0.00005584	131	0.131	2 346.00	6.9	16.2
	OD	15.8	3.8	1	57.3	0.00005735	125	0.125	2 179.80	6.9	15
	Mz6	11.6	2	0.9	21.1	0.00002112	63.6	0.0636	3 010.70	11	33.1
	Am	9.7	2.8	0.9	25.6	0.00002556	81.2	0.0812	3 176.60	7.4	23.5
	An	9	2.2	0.9	18.8	0.00001879	52.4	0.0524	2 788.80	6.2	17.3
	Our3	10.8	2.5	1	26.5	0.00002653	66.7	0.0667	2 514.30	7.2	18.1
Argilites	Mz2	9.2	2.4	0.9	21	0.00002102	57.6	0.0576	2 740.10	11.7	32.1
	Mz4	11.7	2.4	0.9	26.2	0.00002621	75.4	0.0754	2 877.00	11	31.6
	AB	15.2	3.8	0.9	53.9	0.00005395	117.2	0.1172	2 172.90	9.7	21.1
	Our1	11.3	2.2	0.9	23.4	0.00002342	59.4	0.0594	2 536.60	12.5	31.7
	Our2	11.2	2.3	0.9	24.2	0.00002415	67.8	0.0678	2 807.20	9.5	26.7
	Our5	11.8	1.7	0.9	17.7	0.00001771	48.7	0.0487	2 749.40	4.5	12.4
Colluvions	Mz1	10.1	2.7	0.9	25.9	0.0000259	71	0.071	2 741.20	8.8	24.1
	Mz3	9.5	2.3	0.9	20.1	0.00002014	56	0.056	2 781.20	6.7	18.6
	Mz5	10.5	2.1	0.9	19.9	0.00001986	59.3	0.0593	2 985.40	9.1	27.2
	Ta	15	3.6	0.9	49.3	0.00004932	105.9	0.1059	2 146.30	7.5	16.1
	Our4	11.3	2.4	0.9	24.3	0.00002434	74.7	0.0747	3 069.40	6	18.4
	Our5	11.8	1.7	0.9	17.7	0.00001771	48.7	0.0487	2 749.40	4.5	12.4
Sols	Ag1	15.2	3.7	0.9	52.5	0.00005254	110.8	0.1108	2 108.00	16	33.7
	Ag2	15.5	3.5	0.9	51.4	0.00005143	109.7	0.1097	2 132.10	13	27.7
	Tms	10.1	1.8	0.9	17.2	0.00001723	41.4	0.0414	2 403.40	14.7	35.3
Sédiments d'oueds	Ten	10.6	1.8	0.9	17.6	0.00001763	37.7	0.0377	2 138.40	20	42.8
	Zar	9.5	2.1	0.9	18.3	0.00001834	42.7	0.0427	2 328.60	16.6	38.7
	Nfs	15.1	3.7	0.9	51.9	0.0000519	99.4	0.0994	1 914.10	20	38.3
Boues de lavage	Tmz1	15.4	3.9	0.9	56.6	0.00005658	118.6	0.1186	2 096.70	13.9	29.1
	Tmz2	15.7	3.4	0.9	51.1	0.00005111	116.1	0.1161	2 270.50	13.7	31.1

IV.3. CARACTERISTIQUES DU TESSON CUIT

IV.3.1. Retrait à la cuisson

Le retrait à la cuisson est déterminé sur des échantillons cuits à 1050°C. Les valeurs obtenues sont comprises entre 0,5 et 5% (Tableau IV-9). Les valeurs minimales sont enregistrées pour les briquettes à base de sédiments d'oueds (< 1,2%). Ceux à base de schistes, de sols et des colluvions ont des valeurs de 0,3-3,2%. Les valeurs moyennes sont enregistrées pour les briquettes à base de boues de lavage (3-3,3%). Les briquettes d'argilites AB, Our1 et Our5 présentent les valeurs les plus élevées (3,8-5%).

Tableau IV-9 : Retraits à la cuisson, porosités apparentes et résistances mécaniques à la compression et à la flexion des éprouvettes cuites à 1050°C.

Lithologie	Ech.	% Retrait cuisson	Porosité apparente (%)	Résistances mécaniques (MPa)	
				Compression	Flexion
Schiste	Bo1	0.3	10.4	42	9
	Bo2	0.8	10.8	43	10
	OD	0.7	9.3	28	10
	Mz6	1.8	11.7	51	17
	Am	1.4	14	34	9
	An	1	10.4	36	9
	Our3	3	9	20	6
Argilite	Mz2	1	14.4	39	7
	Mz4	2.9	8.4	102	24
	AB	4.5	5.4	33	13
	Our1	4.9	8.4	99	28
	Our2	2.9	9.6	77	13
	Our5	3.8	6.2	54	15
Colluvion	Mz1	0.4	13	30	7
	Mz3	1.6	9.1	41	11
	Mz5	0.6	10.2	42	17
	Ta	2.2	8.8	28	7
	Our4	3.2	8.7	51	9
Sol	Ag1	0.5	17.6	52	18
	Ag2	1.9	17.9	59	19
	Tms	0.8	18.4	50	16
Sédiments d'oueds	Ten	0.7	27.3	38	18
	Zar	1.1	20.4	38	14
	Nfs	0.6	23	25	10
Boues de lavage	Tmz1	3.3	9.3	65	20
	Tmz2	3	12.5	63	21

IV.3.2. Porosité apparente

Les valeurs de porosités apparentes des éprouvettes cuites à 1050°C sont comprises entre 5 et 27% (Tableau IV-9). Les valeurs les plus basses sont enregistrées pour les éprouvettes à base de colluvions (8-13%), de schistes (9-14%), de boues de lavage (9-12,5%) et d'argilites (5-14%). Les valeurs les plus élevées sont enregistrées pour les éprouvettes à base de sols (17,5 à 18,5%) et à base de sédiments des oueds (20 à 27%).

IV.3.3. Les résistances mécaniques

Les valeurs de la résistance mécanique à la compression sont comprises entre 20 et 102 MPa, alors que celles de la résistance mécanique à la flexion sont comprises entre 6 et 28 MPa (Tableau IV-9).

Pour la résistance à la compression, les valeurs les plus faibles sont enregistrées pour les éprouvettes à base de sédiments des oueds (25 à 38 MPa), suivies des éprouvettes à base de schistes (20 à 51 MPa), des éprouvettes à base de colluvions (28 à 51 MPa), des éprouvettes à base de sols (50 à 59 MPa) puis des éprouvettes à base de boues de lavage (63 à 65 MPa). Les éprouvettes à base d'argilites sont les plus résistantes, mais elles présentent des variations notables (33 à 102 MPa).

Pour la résistance mécanique à la flexion, les valeurs sont de 7 à 11 MPa pour les éprouvettes à base de colluvions, 6 à 17 MPa pour les éprouvettes à base de schistes, 10 à 18 MPa pour les éprouvettes à base de sédiments d'oueds, 16 à 19 MPa pour les éprouvettes à base sol, 20 à 21 MPa pour les éprouvettes à base de boues de lavage et toujours une large variation pour les éprouvettes à base d'argilite (7 à 28 MPa).

IV.4. CARACTERISATION MINERALOGIQUE DES TESSONS CUITS EN MILIEU OXYDANT

Pour l'étude des néoformations lors de la cuisson dans un milieu oxydant (four électrique), nous avons choisi des échantillons représentatifs. La liste des échantillons analysés comporte des échantillons issus du sol de la plaine du Haouz (Ag1 et Ag2), un échantillon d'argilite (AB), un échantillon de sédiments d'oued (Nfs), deux échantillons de boues de lavage (Tmz1, Tmz2), des échantillons qui présentent un mélange entre des schistes et leurs sols de couvertures (Bo1, Bo2, OD) et un échantillon de colluvions (Ta). Les diffractogrammes obtenus pour ces échantillons sont présentés dans l'Annexe 3. L'analyse de ces diffractogrammes permet de suivre l'apparition et/ou la disparition des différentes phases minérales.

Le pic de la calcite ($3,035\text{\AA}$) disparaît pour la plupart des échantillons avant 800°C sauf pour les échantillons Bo2 et Nfs où il disparaît à 950°C et 1000°C , respectivement (Annexe 3, Figure IV-11). La dolomite disparaît complètement avant 800°C .

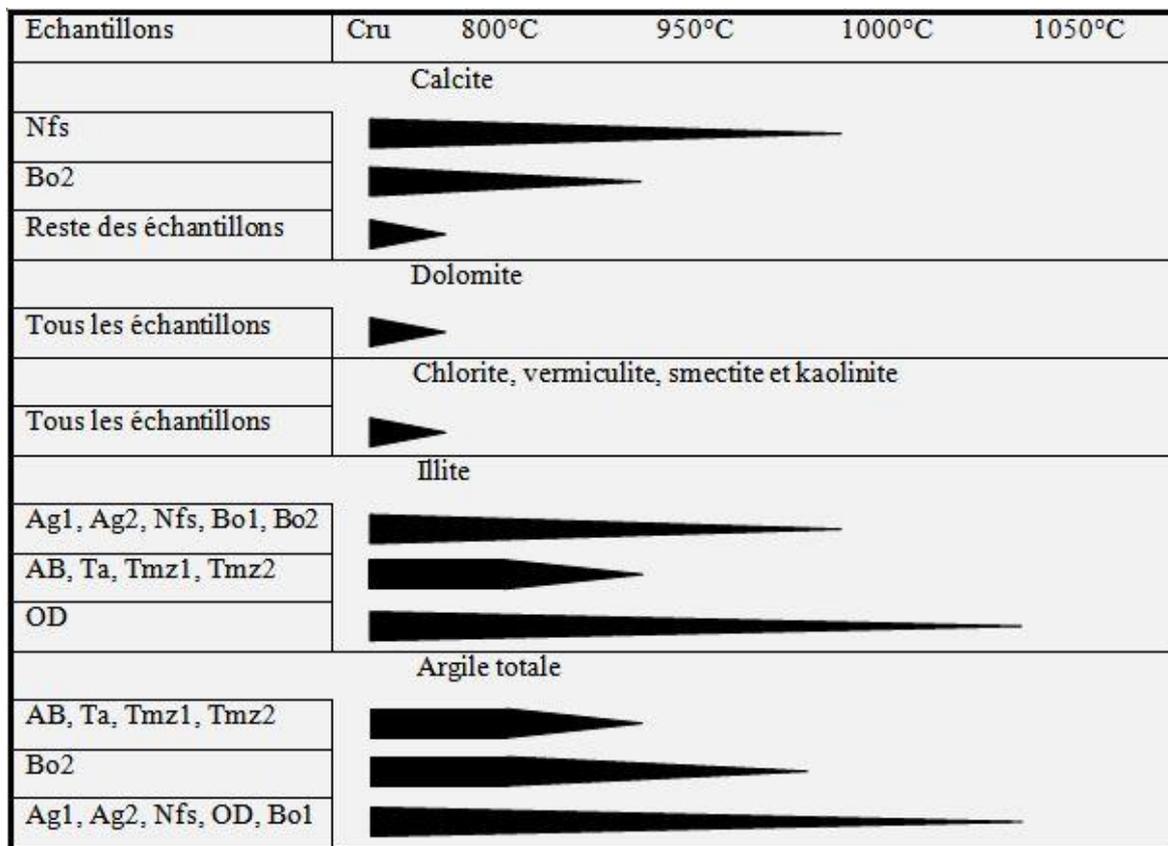


Figure IV-11 : Comportement de la calcite, la dolomite, l'illite, la chlorite, la vermiculite, la smectite et la kaolinite au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.

Les pics de chlorite, vermiculite et smectite (14\AA) et celui de la kaolinite (7\AA) disparaissent dans tous les échantillons avant la température de 800°C (Figure IV-11).

L'illite se comporte de trois manières différentes au cours de la cuisson. Dans un premier groupe composé des échantillons Ag1, Ag2, Nfs, Bo1 et Bo2, l'intensité du pic situé à 10\AA diminue progressivement entre 800 et 950°C , et disparaît totalement à 1000°C . Dans un deuxième groupe composé des échantillons AB, Ta, Tmz1 et Tmz2, le pic ne change presque pas entre l'état cru et 800°C ,

et disparaît brusquement à 950°C. Le troisième cas de figure est observé dans l'échantillon OD où on a une diminution progressive jusqu'à 1000°C et une disparition totale à 1050°C (Figure IV-11).

Le pic de l'argile totale (4,4 Å) est stable jusqu'à 800°C. Il commence ensuite à diminuer d'intensité jusqu'à disparition totale à 950°C pour les échantillons AB, Ta, Tmz1 et Tmz2, à 1000°C pour l'échantillon Bo2 et à 1050°C pour les échantillons Ag1, Ag2, Nfs, OD et Bo1 (Figure IV-11).

Le comportement thermique des plagioclases varie très différemment d'un échantillon à l'autre. Dans les échantillons Ag1, Ag2 et Nfs, l'intensité du pic principal (3,18-3,2 Å) est diminuée à 800°C, puis augmente entre 950°C et 1050°C jusqu'à atteindre une intensité supérieure à celle de la pâte initiale dans le cas de l'échantillon Ag2. Dans l'échantillon Ta, son intensité est augmentée à 800°C puis diminue de nouveau à 950°C. Dans le reste des échantillons (AB, Tmz1, Bo1 et Bo2), on observe une diminution de l'intensité du pic entre 800°C et 950°C qui disparaît à 1000°C dans l'échantillon AB. Il n'en reste plus qu'une trace à 1000°C pour l'échantillon OD et à 1050°C pour l'échantillon Bo2. Pour l'échantillon Tmz2, son intensité ne paraît diminuer qu'entre 950°C et 1000°C (Figure IV-12).

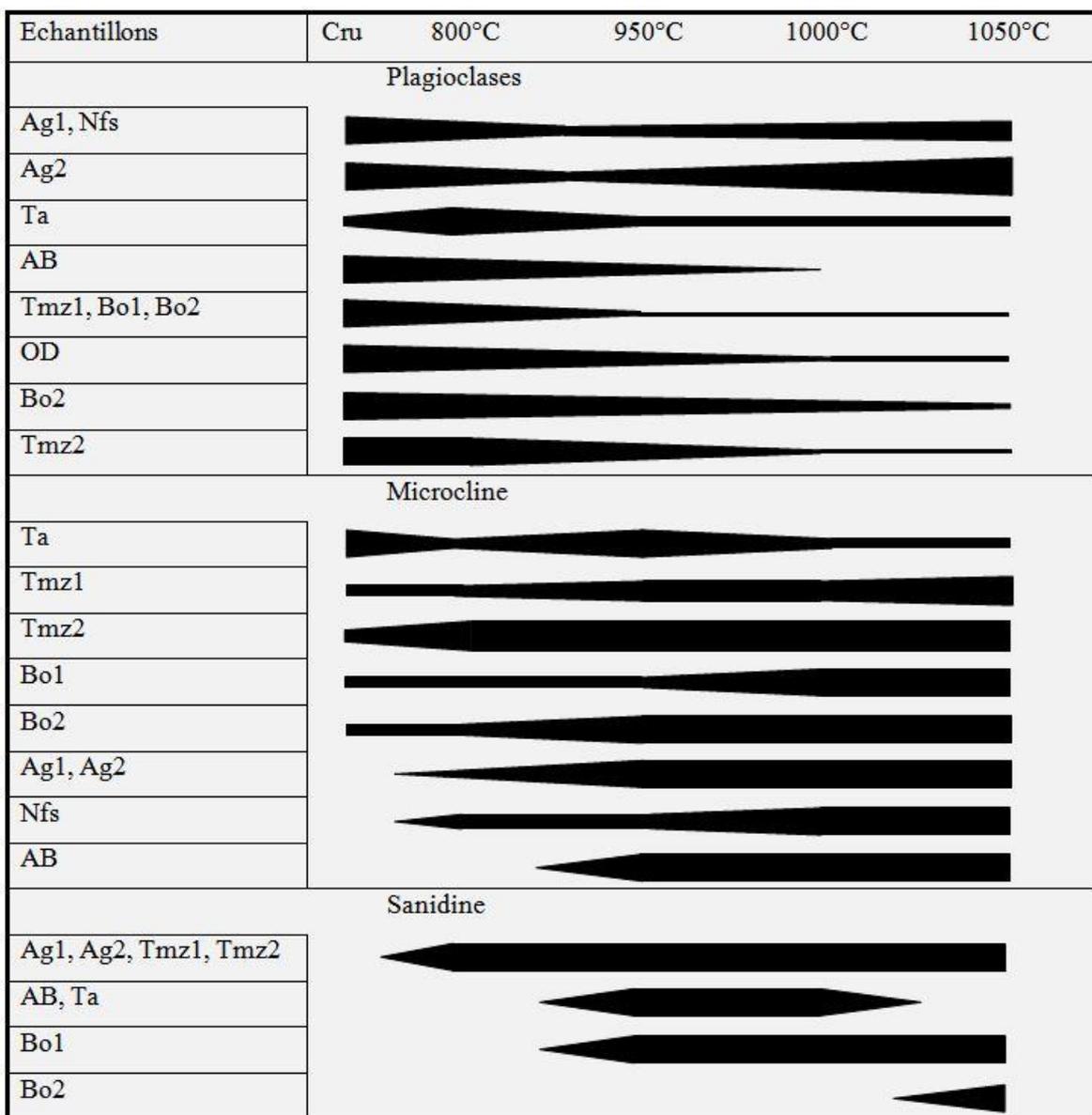


Figure IV-12 : Comportement des plagioclases, de la microcline et de la sanidine au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.

Le microcline (pic à 3,241 Å) existe naturellement avant cuisson dans 5 échantillons (Ta, Tmz1, Tmz2, Bo1 et Bo2). Dans Ta, il diminue d'intensité à 800°C, augmente à 950°C et diminue à nouveau à 1000°C. Dans Tmz1, il augmente à 950°C et à 1050°C. Dans Tmz2, il augmente à 800°C. Dans les

échantillons Bo1 et Bo2, l'intensité du pic augmente respectivement à 1000°C et à 950°C. Pour les échantillons Ag1, Ag2, Nfs et AB, cette phase minérale qui n'existe pas dans l'argile crue est néoformée et apparaît dans les tessons cuits à 800°C pour les trois premiers échantillons et à partir de 950°C pour le quatrième. Son intensité augmente à 950°C pour les échantillons Ag1 et Ag2, alors qu'elle n'augmente qu'à partir de 1050°C pour l'échantillon Nfs (Figure IV-12). Dans l'échantillon OD, le microcline n'est observé à aucun stade de cuisson.

La sanidine (pic à 3,26Å) apparaît à 800°C dans les échantillons Ag1, Ag2, Tmz1 et Tmz2, à 950°C dans les échantillons AB, Bo1 et Ta et à 1050°C dans l'échantillon Bo2. Elle disparaît dans deux échantillons (AB et Ta) à 1050°C, alors qu'elle persiste dans les autres (Figure IV-12).

La trémolite (amphibole, pics à 8,38 et 3,12 Å) qui existe dans l'argile crue des échantillons Tmz1 et Tmz2, améliore sa cristallinité à 800°C. L'intensité de son pic diminue à 950°C jusqu'à disparition à 1000°C. Elle réapparaît à 1050°C dans l'échantillon Tmz2 (Figure IV-13).

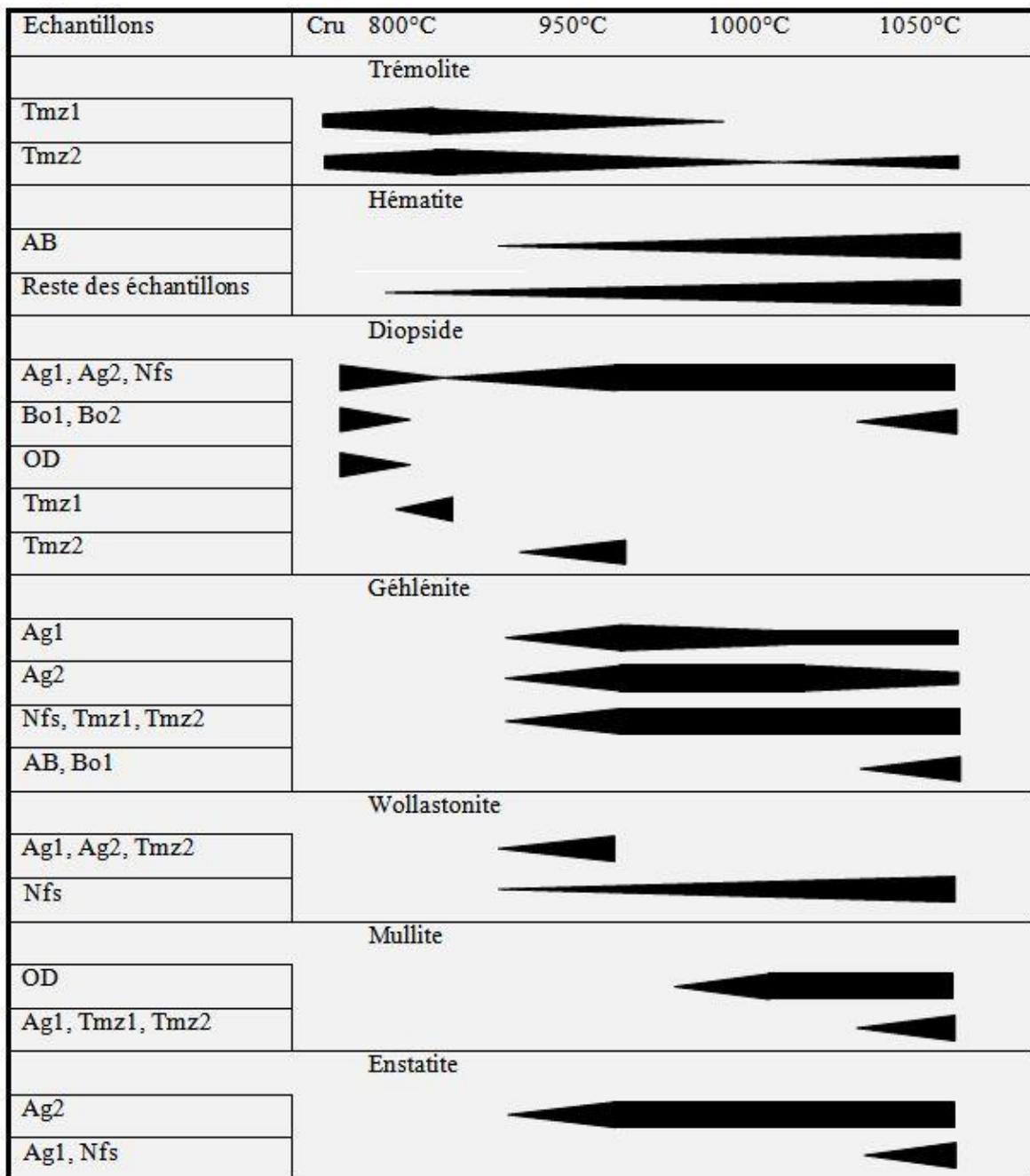


Figure IV-13 : Comportement de la trémolite, l'hématite, le diopside, la géhlénite, la wollastonite, la mullite et l'enstatite au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.

L'hématite (pic à 2,69Å) est identifiée dans tous les échantillons à partir de 800°C sauf dans l'échantillon AB où elle n'apparaît qu'à 950°C. Sa cristallinité s'améliore progressivement jusqu'à 1050°C (Figure IV-13).

Le diopside (à 2,99 Å) est présent dans la pâte crue de certains échantillons (Ag1, Ag2, Nfs, OD, Bo1 et Bo2) où il disparaît à 800°C. Cependant, son pic réapparaît à nouveau (sous une forme peut être secondaire) à 950°C dans les échantillons Ag1, Ag2 et Nfs, et à 1050°C dans les échantillons Bo1 et Bo2. Une néoformation s'observe à 800°C dans l'échantillon Tmz1 et à 950°C dans l'échantillon Tmz2 (Figure IV-13). Dans les échantillons AB et Ta, le pic de ce minéral n'est identifié à aucun stade.

Le pic de la gehlénite (2,85 Å) s'observe dans les diffractogrammes des tessons cuits de tous les échantillons, excepté Ta, OD et Bo2. Il apparaît à 950°C dans les échantillons Ag1, Ag2, Nfs, Tmz1 et Tmz2 et à 1050°C dans les échantillons AB et Bo1. Son intensité paraît diminuer à 1000°C pour l'échantillon Ag1 et à 1050°C pour l'échantillon Ag2 (Figure IV-13).

La wollastonite (2,97 Å) apparaît à 950°C dans les échantillons Ag1, Ag2, Tmz2 et Nfs tout en augmentant d'intensité entre 1000 et 1050°C pour l'échantillon Nfs (Figure IV-13).

La mullite ($\text{Al}_{(4+2x)}\text{Si}_{(2-2x)}\text{O}_{(10-x)}$ avec $x = 0.17$ à 0.59) caractérisée par ses réflexions à 2,542 Å et à 2,2 Å apparaît à 1050°C dans les échantillons Ag1, Tmz1 et Tmz2 et à 1000°C dans l'échantillon OD (Figure IV-13).

L'ensatite ($\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$; 3,167 Å, 2,872 Å et 2,494 Å) apparaît dans Ag1 et Nfs à 1050°C, et dans Ag2 à 950°C (Figure IV-13).

La wustite (FeO ; 2,14 Å et 2,476 Å) fait son apparition à 1050°C dans les échantillons Ag1, Ag2 et Nfs (Figure IV-14).

Le spinelle (MgAl_2O_4 ; 2,02 Å) apparaît à 1050°C dans Ag1 et Tmz2 (Figure IV-14).

La cristobalite (SiO_2 ; 4,05 Å, 2,841 Å et 2,485 Å) apparaît à 1050°C dans les échantillons Tmz1 et Tmz2 (Figure IV-14).

La périclase (MgO ; 2,106 Å) apparaît à 1000°C dans l'échantillon Ag1 (Figure IV-14).

L'anhydrite (CaSO_4 ; 2,849 Å) disparaît à 800°C dans tous les échantillons (Figure IV-14).

Echantillons	Cru	800°C	950°C	1000°C	1050°C
Wustite					
Ag1, Ag2, Nfs					▶
Spinelle					
Ag1, Tmz2					▶
Cristobalite					
Tmz1, Tmz2					▶
Périclase					
Ag1				▶	
Anhydrite					
Tous les échantillons	▶				

Figure IV-14 : Comportement de la wustite, du spinelle, de la cristobalite, du périclase et de l'anhydrite au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.

**CHAPITRE V - INTERPRETATION ET DISCUSSION DES
RESULTATS**

INTRODUCTION

Les résultats de caractérisation du chapitre précédent vont nous permettre dans ce chapitre d'investiguer et de détecter les paramètres influençant l'aptitude de façonnage dans les pâtes céramique de Marrakech, d'étudier le comportement au séchage des pâtes étudiées, de relier entre les propriétés des pâtes et celles des produits cuits, de discuter les défauts céramiques dans les sites étudiés et des solutions qui peuvent les résoudre et de discuter les transformations minéralogiques au cours de la cuisson et enfin nous allons tenter de valoriser ces matières premières dans d'autres applications industrielles de plus grande ampleur.

V.1. PARAMETRES INFLUENÇANT LA PLASTICITE

Le comportement plastique des matières premières argileuses est l'un des paramètres les plus importants pour la fabrication de produits céramiques à base d'argiles. Il détermine l'aptitude au façonnage des pâtes qui est la première exigence recherchée par les artisans potiers. Les limites d'Atterberg nous permettent de connaître l'intervalle plastique de la pâte où la teneur en eau de gâchage doit être comprise.

Le comportement plastique d'un matériau dépend, selon la littérature, de plusieurs paramètres parmi lesquels la granulométrie (Holtz and Kovacs, 1981), la nature des minéraux argileux (Daoudi et al., 2015; Dumbleton and West, 1966; Hajjaji et al., 2010), le degré de diagenèse subi par les matériaux argileux (Daoudi et al., 2015), la présence de matériaux amorphes (Wan et al., 2002) et la présence de matière organique (Holtz and Kovacs, 1981). L'identification des influences respectives de ces paramètres sur le comportement plastique du matériau sédimentaire est une tâche souvent délicate.

Dans cette section, nous allons analyser le comportement plastique des argiles étudiées et nous essayerons d'identifier les différents paramètres l'influençant.

V.1.1. Influence de la granulométrie

Plusieurs études ont pu montrer que la distribution granulométrique et la teneur en argile ont une influence significative sur la plasticité des matières premières argileuses (Dumbleton et West, 1966; de Oliveira Modesto et Bernardin, 2008; Hajjaji et al., 2010). Le diagramme ternaire de McManus (1988) concerne la relation entre la composition en sable, limon et argile d'une part et leurs contrôles sur la porosité et la perméabilité d'autre part (Figure V-1).

a - Relation entre la perméabilité, la porosité et la granulométrie

La perméabilité est le facteur qui détermine la capacité d'un fluide à passer à travers un milieu poreux. Elle dépend en grande partie de la forme et de la taille des grains et de leur tri :

1) concernant la forme et la taille des grains, les vides entre les particules sont mieux interconnectés dans la plupart des dépôts clastiques grossiers que dans les sédiments fins. Cependant, dans le cas des argiles, leur porosité élevée est associée à une très faible perméabilité (Figure V-1b et c). Cela s'explique par le fait que la perméabilité diminue lorsque les matériaux deviennent plus fins (Figure V-1c) en raison d'une augmentation de la pression capillaire associée résistante à la circulation des fluides (McManus, 1988; Selley, 1998) ;

2) concernant le tri des grains, selon McManus (1988), dans un granulat bien classé - donc mal trié, de petits grains occupent les espaces intergranulaires, en remplissant partiellement les vides entre les particules plus grosses (Figure V-1b) ce qui réduit la porosité et la perméabilité.

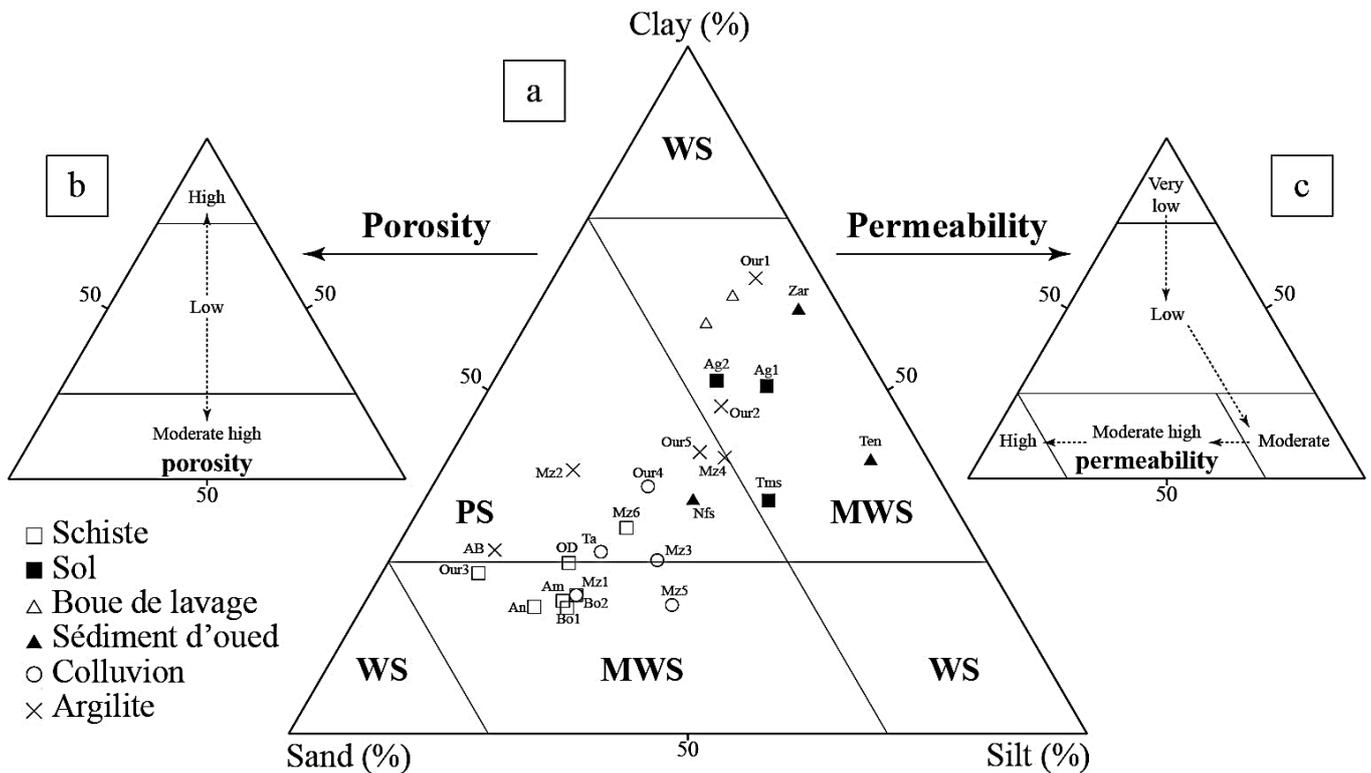


Figure V-1 : Diagramme ternaire des pâtes étudiées suivant la relation entre les composants sable, limon et argile et leur contrôle sur le tri (a), la porosité (b) et la perméabilité (c), d'après McManus (1988).

WS : bien trié ; PS : mal trié ; MWS : modérément bien trié.

b - Influence de la perméabilité et de la porosité sur l'aptitude au façonnage

La perméabilité facilite la pénétration de l'eau dans l'argile, ce qui rend son absorption plus rapide et plus importante. L'eau contenue dans la pâte céramique doit fournir suffisamment de cohésion au corps céramique pour équilibrer la malléabilité. Cependant, les matières premières à haute perméabilité ont une faible cohésion et sont difficiles à manipuler (El Ouahabi et al., 2014b), alors que celles à porosité et perméabilité réduites ont une bonne malléabilité et consistance. Dans cette optique, la plupart des pâtes étudiées présentent une bonne faculté au tournage et figurent dans le champ de faible porosité et perméabilité, sauf celles à base de schistes. Ainsi dans les sites de Bouchane et d'Oulad Dlim, les artisans associent la technique de boudinage à celle de tournage pour surmonter le manque de malléabilité des pâtes surtout lors de la fabrication de grandes pièces.

La bonne aptitude au tournage de la plupart des pâtes s'explique par leur faible perméabilité et porosité (Figure V-1) responsables d'une bonne cohésion qui facilite la manipulation. Quant à la malléabilité difficile des pâtes à base de schiste, elle est due à leur granulométrie grossière et à leur bon tri, qui induit à une grande perméabilité et par conséquent à une faible cohésion.

c - Influence de la fraction argileuse sur la plasticité

Les indices de plasticité et l'abondance en fraction argileuse ne montrent pas de corrélation significative [$Cor(X,Y) = 0,25$; Figure V-2]. Les échantillons Tmz1, Tmz2, Zar et Our1 ont des teneurs en fraction argileuse très rapprochées (60-65%) alors que leurs indices de plasticité sont très différents (15 à 30), tandis que des échantillons comme Bo1, Bo2, OD, Mz6, Nfs, Ag1 et Tmz2 ont des teneurs en fraction argileuse très différentes (18 à 65%) alors que leurs indices de plasticité sont similaires (15-16).

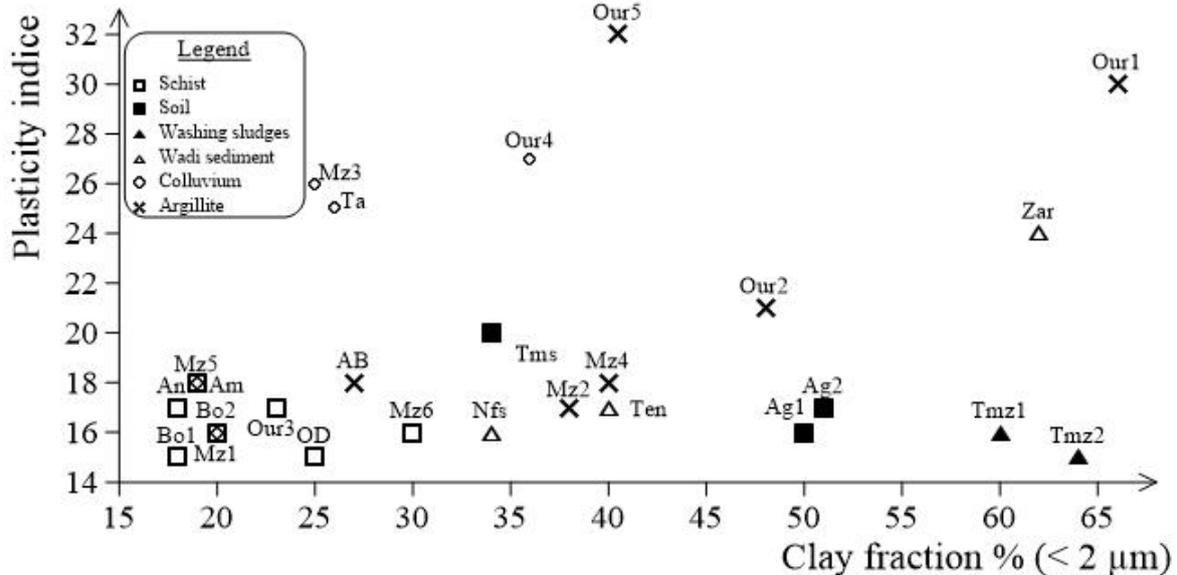


Figure V-2 : Relation entre l'indice de plasticité des échantillons étudiés et le pourcentage de la fraction < à 2 microns.

En considérant les pâtes à base de schistes et de colluvions, le diagramme de Shepard (Figure IV-1) montre qu'elles se caractérisent par une composition granulométrique proche et grossière. Cependant, les schistes affichent la plasticité la plus basse et les colluvions présentent une plasticité faible à élevée. Ceci dit que la teneur en fraction argileuse n'est pas le seul paramètre contrôlant le comportement plastique des matériaux argileux étudiés, d'autres facteurs doivent être pris en considération.

d - Dualité fraction argileuse-argile totale

Dans la littérature, il est fréquent de rencontrer des confusions dans l'utilisation du terme « argile », on confond souvent entre « fraction argileuse » et « argile totale ». Normalement, le terme « fraction argileuse » désigne la fraction granulométrique < 2 microns qui peut comporter des minéraux argileux et non argileux. Le terme « argile totale » désigne la teneur en minéraux argileux quel que soit leur taille granulométrique.

La Figure V-3 regroupe la teneur de l'argile totale des pâtes étudiées et celle de leur fraction argileuse avec une indication des natures lithologiques et des rapports « Fraction argileuse/argile totale » (CF/TC). En comparant la teneur en fraction argileuse et la teneur en argile totale des échantillons étudiés, la teneur en fraction argileuse (% CF) est dans la plupart des cas inférieure ou égale à la teneur en argile totale (% TC) tel que relevé par le rapport CF/TC, sauf pour 8 pâtes : Tmz1, Tmz2, Ag1, Ag2, Mz2, Our1, Our2 et Zar. Ce rapport (%CF/TC) est situé entre 0,4 et 0,5 pour les pâtes à base de schiste, entre 0,5 et 0,9 pour les pâtes à base de colluvions et entre 0,8 et 1,3 pour les pâtes à base de sédiments des oueds et de sols. Il atteint 2,2 pour la pâte à base de boues de lavage. Pour les pâtes à base d'argilites, le rapport est compris entre 0,6 et 1,8.

En général, les échantillons qui présentent des valeurs de fraction argileuse supérieure à l'argile totale correspondent à des matériaux qui résultent d'une désagrégation mécanique naturelle élevée ou qui ont subi un fort broyage (Boues de lavage). Les échantillons qui présentent des valeurs de fraction argileuse inférieures à l'argile totale correspondent plutôt à des matériaux qui ont subi un faible transport (colluvions), ou qui proviennent de roches compactées par métamorphisme (schistes) ou diagenèse (argilites).

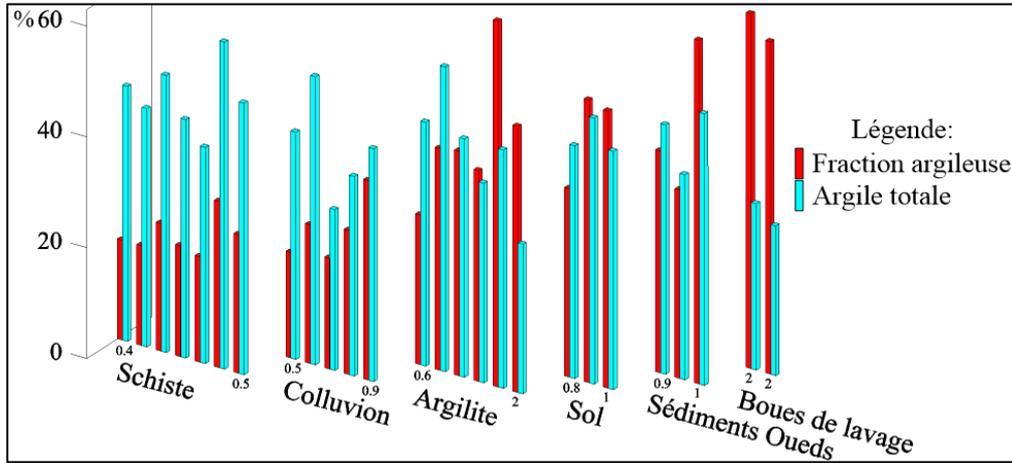


Figure V-3 : Comparaison entre la fraction argileuse (obtenue par granulométrie lazer) et l'argile totale (obtenue par XRD) des pâtes étudiées avec une indication de leurs natures lithologiques et du rapport fraction argileuse/argile totale (CF/TC).

e - Effet de la diagenèse et du métamorphisme sur la taille des grains

Daoudi et al. (2010) montrent que la diagenèse d'enfouissement est le principal facteur contrôlant la genèse des assemblages argileux des séries sédimentaires du Mésozoïque inférieure du Haut Atlas occidental. Les effets de l'enfouissement sur ces assemblages argileux s'expriment par une augmentation en profondeur dans les proportions et dans la taille des cristallites d'illite. En outre, en fonction de leur granulométrie et de leurs compositions minéralogiques et chimiques, les argilites représentent les matériaux étudiés les plus hétérogènes. Elles appartiennent à différentes séries sédimentaires ayant subies des degrés de diagenèse variables, ce qui a un impact sur leur degré de plasticité. En effet, les indices de plasticité des argilites sont répartis entre deux pôles : argilites de plasticité faible (18-21 : AB, Mz4 et Our2) et argilites de plasticité élevée (30-32 : Our1 et Our5). Ces deux pôles présentent également des rapports « % fraction argileuse/argile totale (% CF/TC) » très différents (Figure V-3), ils se situent entre 0,6 et 1,8. Cela suggère que la diagenèse joue un rôle important dans le comportement de la plasticité de ces matériaux.

Par ailleurs, les observations en microscopie électronique à balayage montrent que la pâte de Bouchane à base de schistes présente des particules d'illite avec des tailles qui peuvent dépasser 3 μ m de diamètre (Figure V-4). Ceci explique le faible rapport fraction argileuse/argile totale dans le cas des pâtes à base de schistes (Figure V-3).

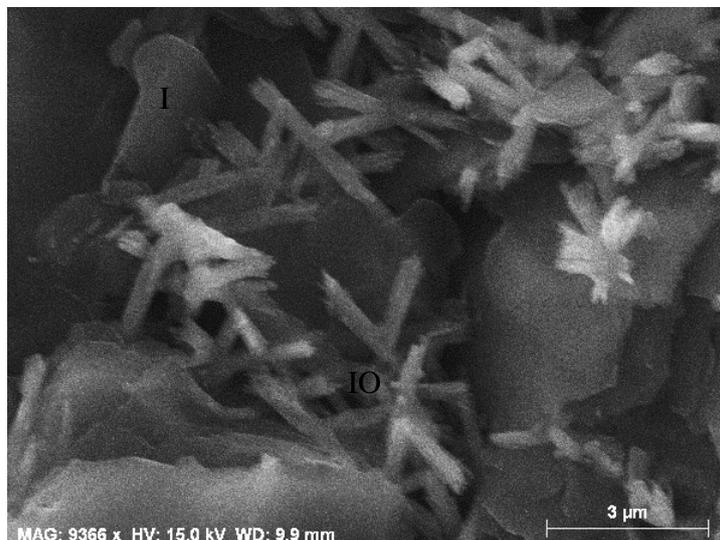


Figure V-4 : Particules d'illite dépassant 3 μ m de diamètre intercalant des oxyde de fer dans un échantillon de Bouchane.

I : Illite, IO : Oxyde de fer.

V.1.2. Influence de la minéralogie des argiles

La classification de Shepard (1954) ne prend pas en compte la nature du sédiment et son origine (Figure IV-1). Le système de classification des sols développé par Casagrande (1948) considère que les matériaux dans lesquels les limons et les argiles n'affectent pas les performances mécaniques du sol sont classés en fonction de leurs caractéristiques granulométriques, tandis que les sols dont les grains fins contrôlent le comportement mécanique sont classés en fonction de leurs caractéristiques de plasticité (Holtz et Kovacs, 1981). C'est ainsi que la nature des minéraux argileux et leur teneur sont essentiels pour la compréhension du comportement mécanique des sols à grains fins. La recherche dans ce domaine a classiquement mis l'accent sur l'influence des minéraux argileux sur les propriétés de plasticité des sols (Bain, 1971 ; Schmitz et al., 2004 ; Hajjaji et al., 2010). Dumbleton et West (1966) ont étudié les relations entre les teneurs en argile et les limites de plasticité et de liquidité de sols naturels en provenance du monde entier, dans une tentative de définir la contribution de la composante minérale argileuse dans les propriétés techniques du sol.

Des études antérieures montrent que la minéralogie de l'argile peut avoir une influence significative sur la plasticité de l'argile (Grim, 1968; Low, 1980; Sridharan et Choudhury, 2002; Aiban, 2006; Daoudi et al., 2015). La kaolinite, la chlorite et l'illite sont considérées comme des argiles de faible plasticité contrairement aux smectites et aux argiles fibreuses (palygorskite et sépiolite) très plastiques.

La minéralogie des argiles permet d'expliquer la faible corrélation entre la granulométrie et la plasticité (Figure V-2). Si l'on considère les échantillons d'argiles à base de schiste et à base de colluvions, ces deux matériaux sont caractérisés par des granulométries grossières proches les unes des autres (Figure V-3). Pourtant ces deux matériaux sont caractérisés par des comportements plastiques très différents (schistes : $15 \leq IP \leq 18$; colluvions : $16 \leq IP \leq 27$). La différence de plasticité entre ces deux matières premières peut s'expliquer par leurs compositions en minéraux argileux. En effet dans la plupart des échantillons de schiste, la composition d'argile est dominée par de l'illite et de la kaolinite, qui sont considérées comme des argiles de faible plasticité. Par contre les colluvions à plasticité élevée ($IP = 25-27$) sont caractérisées par une teneur importante d'argiles fibreuses [Ta], pyrophyllite et talc [Our4], smectite et interstratifiés smectitiques [Ta, Our4 et Mz3] (Figure V-5).

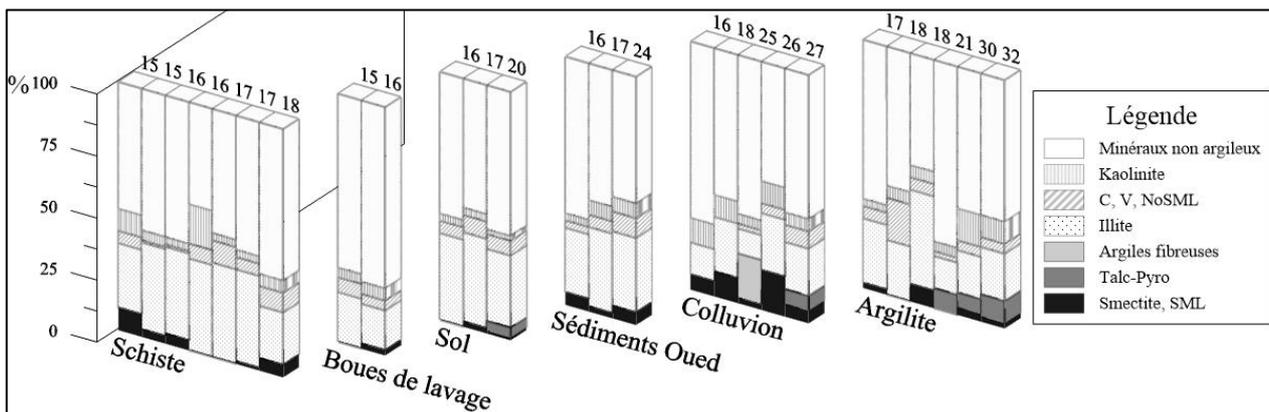


Figure V-5 : Variation des indices de plasticité des échantillons étudiés en fonction de leurs compositions en minéraux argileux avec indication de la lithologie.

Les fonds en nuances du gris soulignent les minéraux qui influencent le plus la plasticité.

Les smectites et les argiles fibreuses présentent le comportement de plasticité le plus élevé parmi les minéraux argileux (Grim, 1968; Low, 1980; Sridharan et Choudhury, 2002; Aiban, 2006; Daoudi et al., 2015). Les indices de plasticité élevés des échantillons Mz3 ($IP = 26$) et Ta ($IP = 25$) s'expliquent par l'abondance en smectite (smectite = 6%, interstratifiés à smectite = 10%) et/ou argiles fibreuses (18%) (Tableau IV-4, Figure V-5). Pour la pâte à base de colluvions (Our4), ainsi que dans d'autres pâtes à base d'argilites (Our1 et Our5) et de sol (Tms), la composition en minéraux argileux est caractérisée par la présence de smectite associée des teneurs variables en pyrophyllite et talc. Ces derniers résultent

vraisemblablement du démantèlement des roches métamorphiques du Paléozoïque et du Trias (Daoudi et Pot De Vin, 2002).

Le talc est caractérisé par de bonnes propriétés céramiques ; il représente un complément idéal aux ball-clays (argile de haute plasticité) pour créer une pièce facilement séchable tout en gardant d'excellentes propriétés de manœuvrabilité et de finesse. Le talc et la pyrophyllite sont proches de la smectite au niveau de leur structure, mais se comportent très différemment (Giese et al., 1991). Alors que le talc et la pyrophyllite sont hydrophobes (Steenberg et Harris, 1985), la smectite présente un caractère hydrophile. Le caractère hydrophobe du talc et de la pyrophyllite est dû au fait qu'ils ne sont pas capables d'intercaler l'eau et de gonfler en raison de la faible interaction entre les plans 001 de ces deux minéraux et les molécules d'eau (Giese et al., 1991). Par conséquent la poudre de talc a une faible plasticité (Norsker, 1990). Ces minéraux hydrophobes possèdent une faible liaison de van der Waals qui permet une dispersion facile dans l'eau et les empêchent de s'agglomérer (Mukherjee, 2013). Cet auteur explique qu'avec de tels minéraux dispersants (anti-agglomérants), d'autres argiles sont dispersées et ensuite facilement dissoutes dans l'eau sans agglomération.

Le talc disperse donc les autres minéraux argileux, augmentent leurs surfaces spécifiques et par conséquent leur capacité d'intercaler une plus grande quantité d'eau, ce qui se traduit sur les valeurs des limites d'Atterberg. Cela explique pourquoi les indices de plasticité sont les plus élevés dans les échantillons incluant du talc et des smectites (Figure V-5).

Les indices de plasticité les plus élevés sont identifiés dans les échantillons provenant des argilites d'Ourika (Our1 et Our5 pâtes) (Figure V-5). Cette grande plasticité est liée au taux élevé de fraction argileuse (66 et 41% respectivement), une teneur élevée en argile totale (45%) et la présence de talc et de smectite.

Les indices de plasticité des pâtes à base de sol sont peu différents de ceux des pâtes à base de schiste, sauf pour la pâte de Tamsloht qui contient du talc et atteint un IP de 20 (Figure V-5). L'IP des pâtes à base de boues de lavage restent faible malgré le taux élevé de la fraction argileuse, dû à la faible teneur en argile totale (< 28 %).

V.2. EVOLUTION ET CONTROLE DU SECHAGE

V.2.1. Variation des paramètres de Bigot au cours du séchage

Le retrait linéaire varie selon différents paramètres : teneur en argile et nature minéralogique, teneur en dégraissants, teneur en eau de façonnage (eau de gâchage) et degré de compression de l'argile lors de son passage dans la filière de façonnage (Alviset, 1994).

Lors du séchage, l'eau colloïdale (différence entre l'eau de façonnage normal [FN] et l'eau d'interposition [EI]), s'évapore en premier (Figure IV-9). Sa teneur dépend de la teneur en eau de façonnage du départ. L'eau d'interposition commence à s'évaporer à son tour pour laisser place aux vides des pores intergranulaires. Les eaux d'interposition, de fin de linéarité et de limite de retrait pour une pâte donnée, restent constantes quelle que soit la teneur initiale en eau de gâchage. Cependant ces valeurs peuvent diminuer par l'augmentation de la pression exercée sur la pâte lors du façonnage ou de l'extrusion. Cette pression augmente le contact entre les grains ce qui induit à une diminution de la porosité de la brique sèche. Quant à l'eau colloïdale et au taux de retrait, ils diminuent en fonction de la diminution de l'eau de gâchage et de l'augmentation de la pression de façonnage ou d'extrusion.

V.2.2. Relation entre la plasticité et la forme des courbes de Bigot

On peut subdiviser les courbes de Bigot obtenues en trois groupes selon le rayon de courbure des arcs. Le premier groupe comporte les pâtes dont la courbe présente un arc de faible rayon de courbure : il correspond aux échantillons de plasticité élevée (Our1, Our4, Our5, Ta et Mz3). Le deuxième groupe comporte les échantillons ayant une granulométrie intermédiaire et une faible plasticité (argilite de faible

plasticité, sol, boue de lavage, sédiment des oueds). Le troisième groupe comporte les échantillons ayant une granulométrie grossière et une faible plasticité (pâtes à base de schistes, Mz1 et Mz5).

a - Argiles fortement plastiques

Les courbes à faible rayon de courbure sont celles des pâtes Our1, Our4, Our5, Ta et Mz3 qui comportent le plus de minéraux influant la plasticité (smectite, talc, argiles fibreux) et le gonflement de la pâte. Our5 est constitué d'un mélange en proportion égale d'argilite et de colluvions. La courbe de Bigot correspondante montre que la pâte se comporte comme le reste des argilites au début du séchage, ensuite elle se comporte comme les colluvions (par rapport à sa hauteur et son rayon de courbure). Our1 représente l'argile la plus fine parmi tous les échantillons étudiés avec une forte plasticité ; il en résulte une courbe quasi rectiligne. Cela s'accorde avec l'observation de Bodin (1956; in Kornmann, 2006) selon laquelle les argiles plastiques donnent de très petits rayons de courbure, à proximité du point de Bigot, alors que les matières maigres présentent un arc très important.

Après la fin de linéarité, l'eau d'interposition s'évapore sans engendrer de retrait. Les minéraux argileux très plastiques occuperaient les espaces intergranulaires et leur tassement serait responsable du léger retrait responsable du petit rayon de courbure. Pour la pâte Our1, le phénomène est différent après la fin de linéarité, il se produit sans retrait, la fraction fine non plastique étant plus abondante (rapport fraction argileuse/argile totale [CF/TC] = 1,6 ; Figure V-3) et joue un effet dégraissant à ce stade, ce qui bloque le retrait. Le point de fin de linéarité pour cette pâte coïncide ainsi avec le point de limite de retrait et avec le début d'évaporation de l'eau d'interposition.

b - Argiles faiblement plastiques

- Argile à granulométrie intermédiaire

Les courbes à rayon de courbure moyen sont celles des pâtes à base d'argilite et qui sont faiblement plastiques (AB, Mz2, Mz4 et Our2), les pâtes à base de boue de lavage (Tmz1 et Tmz2), de sol (Ag1, Ag2 et Tms) et de sédiment des oueds (Zar, Ten et Nfs).

La fin de linéarité se manifeste généralement quand les particules non plastiques (sable et silt) prennent contact. Cela freine progressivement le retrait jusqu'à l'arrêter (limite de retrait) quand les grains atteignent un maximum de contact. A cette phase de retrait final (arc de la courbe) qui est lente, il ne reste plus qu'un faible taux de retrait avant que ce dernier ne prenne fin.

Cette réduction progressive du retrait jusqu'à sa limite produit un rayon de courbure assez important après la fin de linéarité pour les pâtes faiblement plastiques.

- Argile à granulométrie grossière

Les courbes avec les plus grands rayons de courbure sont celles des pâtes à base de schistes, des échantillons Mz1 et Mz5. Ces échantillons sont caractérisés par de faibles indices de plasticité (15 à 18, Figure IV-10f). Les arcs de ces courbes sont plus larges. Cette forme de courbe signifie que la pâte continue à se rétrécir plus longtemps après la fin de linéarité de la courbe. Une pente plus faible signifie que le rapport « retrait / % d'humidité » est plus grand, donc le retrait est relativement plus important par rapport à l'évaporation de l'eau. Il en résulte de légères concavités et convexités dans la surface des briques. Dès que les grains rentrent en contact, ils continuent à se rapprocher jusqu'à atteindre un maximum de contact ce qui modifie l'aplanissement de la surface du façonnage initial. Le retrait dans cette phase sensible (arc de la courbe) est dû à l'abondance de la fraction sableuse (Figure IV-7) et à la forme allongée et aplatie des grains dans le cas des schistes (Figure IV-10e). Cela suggère que la courbe est également influencée par la forme des grains.

V.2.3. Evolution de la porosité

Les courbes de Bigot les plus éloignées de l'axe des abscisses présentent les plus grandes porosités (sédiments des oueds : 38 à 43% ; Figure IV-10). Tandis que les courbes les plus proches de l'axe des abscisses sont les plus plastiques et présentent les plus faibles porosités (12 à 19%) sauf l'échantillon Our1 qui présente une porosité assez élevée (32%). Les argilites faiblement plastiques (Mz2, Mz4 AB et Our2), les boues de lavage et les sols présentent des valeurs moyennes à élevées (20 à 35%). Les pâtes à base de schistes et de colluvions présentent des valeurs variables (15 à 33%).

Les courbes sont influencées par l'ampleur de la porosité que peut générer chaque type de matériaux. Les porosités sont en liaison avec les teneurs en eau d'interposition. L'eau d'interposition peut diminuer par l'augmentation de la pression exercée sur la pâte lors du façonnage ou de l'extrusion. Cette pression augmente le contact entre les grains ce qui induit à une diminution de la porosité de la brique sèche. La pression exercée lors du façonnage manuelle dépend de la consistance de la pâte qui elle-même dépend de la teneur en eau de façonnage. Ainsi les valeurs de porosité des pâtes varient en fonction de l'eau et de la pression de façonnage, donc elles ne seront pas représentatives étant donné que les éprouvettes d'essai sont confectionnées de manière artisanale. Cela explique la variation dans leurs valeurs de porosité au sein de matériaux de même groupe.

V.2.4. Phase d'accélération du séchage :

Quand toute l'eau colloïdale est évaporée (Figure V-6), l'eau d'interposition entre les grains prend le relai. A ce stade, la pâte est en état solide et le taux de retrait restant avant la fin du séchage est très faible (environ 1%), mais une quantité importante d'eau reste encore entre les grains. Ce taux de retrait faible est d'environ 5 fois plus lent que le taux de retrait au début du processus (lors de l'intervention de l'eau colloïdale). Cependant, le taux de retrait à ce stade est faible, il n'y a donc plus de risque d'accélérer le séchage, d'où l'intérêt de procéder à ce stade au séchage accéléré par les rayons de soleil ou séchoir. Cette observation s'accorde avec l'observation d'Alviset (1994) : plus la teneur en eau d'interposition est élevée, plus l'argile est facile à sécher puisque la phase correspondante au départ d'eau sans variation dimensionnelle est importante. Il serait donc intéressant de façonner les pièces avec une teneur en eau de façonnage près du point de fin de linéarité de la courbe de Bigot pour permettre d'accélérer le séchage le plutôt possible après la fin du façonnage.

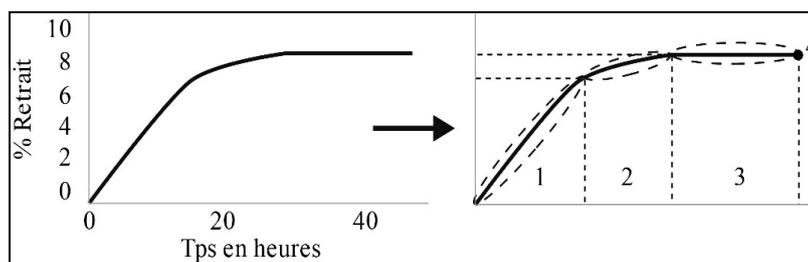


Figure V-6 : Phénomènes associés au séchage au cours du temps.

- 1 = Champs d'intervention de l'eau colloïdale : retrait rapide.
- 2 = Champs d'intervention de l'eau d'interposition : état solide avec retrait faible et très lent.
- 3 = L'eau d'interposition continue à intervenir mais sans retrait.
- 4 = Point d'arrêt de la perte de poids (fin de séchage).

V.3. LIENS ENTRE LES PROPRIETES DE LA PATE ET LES PROPRIETES DE LA TERRE CUITE

V.3.1. Influence de la plasticité des pâtes sur la forme et la taille des pièces

La plasticité des pâtes contrôle la taille des produits et la procédure de fabrication (par exemple : % eau de gâchage, méthodes de façonnage ou processus de séchage).

Les indices de plasticité les plus élevés sont identifiés dans les pâtes à base d'argilites d'Ourika (pâtes Our1 et Our5). Cette grande plasticité permet aux artisans des sites d'Ourika de produire des pièces de décoration avec les formes les plus compliquées dans la région de Marrakech (Figure II-3g) et qui nécessitent une aptitude au façonnage élevée.

Une limite de liquidité basse signifie que le contenu de l'eau retenue est faible, de sorte que la pâte est moins plastique et plus stable. Cela influence la taille des pièces ; plus les pièces sont grandes, plus la pâte doit être stabilisée afin de supporter son propre poids. Cela explique pourquoi les schistes et les argiles de faible plasticité sont utilisés pour produire de grandes pièces (Figure II-3b, d).

V.3.2. Lien entre la granulométrie de la pâte et la taille des pièces

Il existe une relation entre la distribution granulométrique des pâtes étudiées et le type de produits fabriqués. Les pâtes Tmz1, Tmz2 et Our1 sont principalement utilisées pour les petites pièces (Figure II-3j) en raison de leur granulométrie fine (60-66% de fraction argileuse). En revanche, les pâtes à granulométrie grossière (Tms, pâtes à base de schistes et de colluvions) sont utilisées pour des pièces plus grandes (Figure II-3a, b, d, m). Les pièces de céramique nécessitent un tesson mince quand elles sont petites et plus épaisses quand elles sont plus grandes. Une pâte à granulométrie fine est utilisée dans le premier cas et une pâte à granulométrie grossière est utilisée dans le second. Les gros grains sont plus stables en présence d'eau et ils ont la capacité de supporter le poids des pièces (Rye, 1981). Alors que les petites pièces céramiques ont un poids léger et peuvent être façonnées par des pâtes à grains fins. Notons que la granulométrie grossière des colluvions permet leur utilisation pour des pièces assez grandes malgré (Figure II-3a) leur plasticité assez élevée.

V.3.3. Lien entre la granulométrie de la pâte et la résistance aux chocs thermiques

Pour produire des ustensiles de cuisson (Figure II-3f, h, i, m, n), les potiers de Marrakech utilisent préférentiellement des pâtes de granulométrie grossière à base de colluvions et de schistes. D'après Müller et al. (2014, 2013), le choix des potiers est parfois justifié par la capacité d'une marmite à être exposée à des températures élevées et de résister à des contraintes thermiques au cours des utilisations quotidiennes. Les pièces doivent être fortes et assez dures pour supporter les manipulations fréquentes. Müller et al. (2009) montrent que la résistance aux chocs thermiques est améliorée par des ajouts de quantités croissantes de matières grossières car elles rendent le tesson hétérogène et elles introduisent des défauts souhaitables dans le corps céramique. Une structure avec un nombre élevé de défauts et fissures répond mieux aux différentes tensions qui résultent de la dilatation thermique du gradient de température au sein d'un matériau. En effet, les grains grossiers bloquent la propagation des fractures (Figure V-7). En outre, les tessons faiblement cuits montrent la plus haute résistance aux chocs thermiques (Müller et al., 2009), ce qui est normal puisque la faible température de cuisson permettra de garder la granulométrie initiale grossière de la pâte. Cela explique pourquoi les potiers des villages de Talatast et de Bouchane utilisent un cycle de cuisson ne dépassant pas 1,5 h et 4 h respectivement avec une température de cuisson qui peut être inférieure à 800°C, tandis que dans les autres sites, le cycle de cuisson dépasse souvent 6 h, avec une température maximale > 850 °C. Les grains de quartz et de feldspath de formes angulaires rencontrés dans les colluvions triasiques, sont considérés comme pertinents pour les ustensiles de cuisson (Müller et al., 2009, 2010).

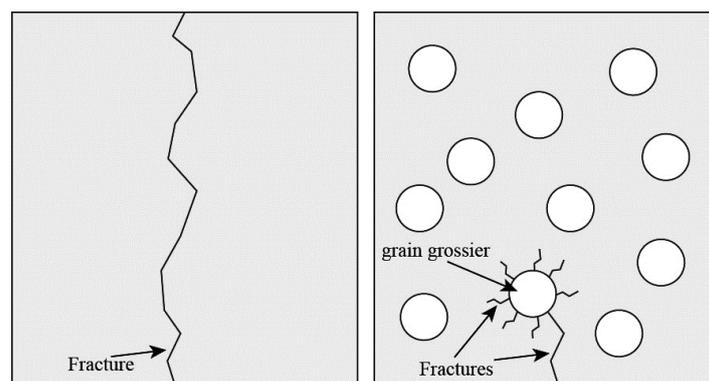


Figure V-7 : Schéma montrant la propagation d'une fracture en milieu à grains fins et homogène (à gauche) et le blocage de sa propagation en milieu à grains grossiers et hétérogène (à droite).

Les schistes d'Oulad Dlim servent aussi à fabriquer des gazettes (cf. I.2.). Ces schistes caractérisés par des grains grossiers et allongés ont subi un degré de métamorphisme assez élevé qui leur donne un caractère céramique résistant aux hautes températures.

V.3.4. Rôle de la composition minéralogique et granulométrique

La minéralogie des argiles a un rôle clé dans la plasticité des pâtes. Les grains de calcaires grossiers sont appropriés pour les grosses pièces (Hoard et al., 1995) si le comportement de la chaux est contrôlé. La pâte est plus malléable et permet de façonner des récipients plus minces et plus ronds, et le corps de l'argile cuite est plus résistant aux contraintes mécaniques et thermiques. Les carbonates peuvent aussi être utilisés pour changer la couleur des terres cuites du rouge vers le blanc ou vers le jaune en présence de sel (NaCl).

a - Influence des carbonates et de la granulométrie sur la porosité

Les carbonates montrent une forte corrélation positive avec la porosité (Figure V-8). Les limons montrent indirectement que c'est eux qui sont porteuse de la plus grande part de carbonates puisque c'est eux qui influencent le plus la porosité par rapport aux autres fractions granulométriques comme le montre les coefficients de corrélation dans la Figure V-8. La perte au feu à 550 °C n'influence pas la porosité [$Cor(X,Y)=0.18$], contrairement à celle à 950 °C [$Cor(X,Y)=0.79$]. Ceci dit que la matière organique est très fine dans les pâtes étudiées et n'engendre donc pas une grande porosité contrairement aux matières inorganiques (carbonates).

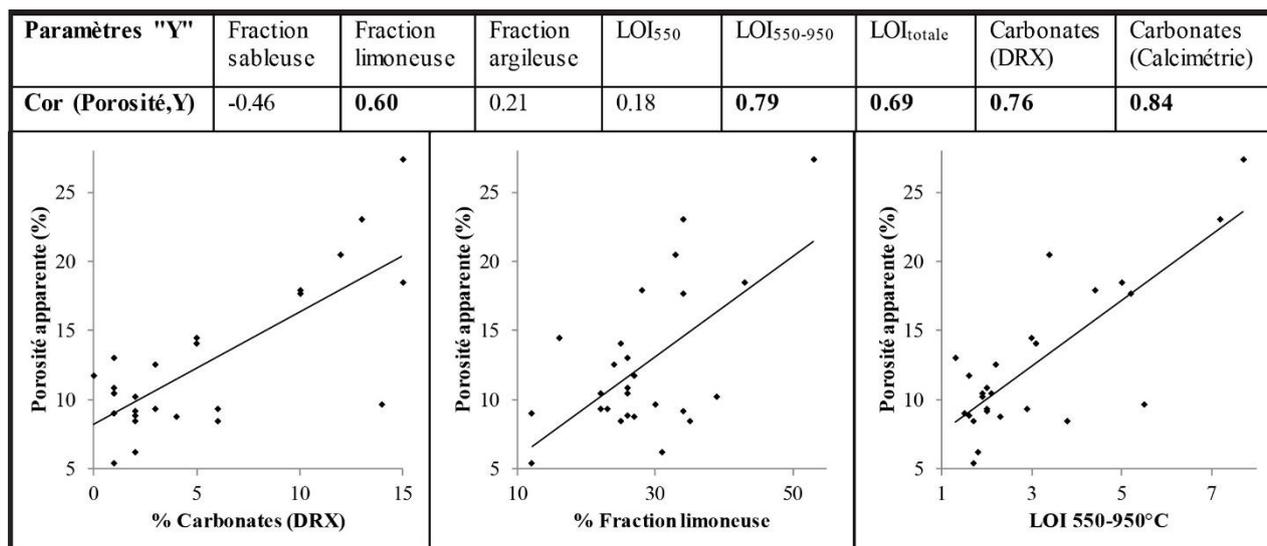


Figure V-8 : Paramètres influençant la porosité des pièces cuites à 1050 °C.

b - Influence de la porosité et de la granulométrie sur les résistances mécaniques

La Figure V-9 montre qu'il n'existe pas une forte corrélation entre la porosité et les résistances mécaniques. Mais c'est plutôt la granulométrie qui explique mieux le comportement mécanique. Les RM diminuent avec l'augmentation de la teneur en sable et augmentent avec l'augmentation des teneurs en fraction argileuse.

a - Rôle de la granulométrie et de la composition minéralogique dans la résistance mécanique

Les feldspaths représentent la masse fondante principale dans les échantillons étudiés. La plupart des échantillons comportent 15 à 33% de feldspaths, sauf les échantillons OD, Mz3, Mz4, Mz5, Mz6, Our1, Our2 et Zar qui en comportent entre 5 et 10%. Les échantillons Mz3, Our1 et Our2 comportent les moindres teneurs (6%-8%). Pour la plupart des échantillons, le Ca et Mg des carbonates peut compenser le manque de feldspath.

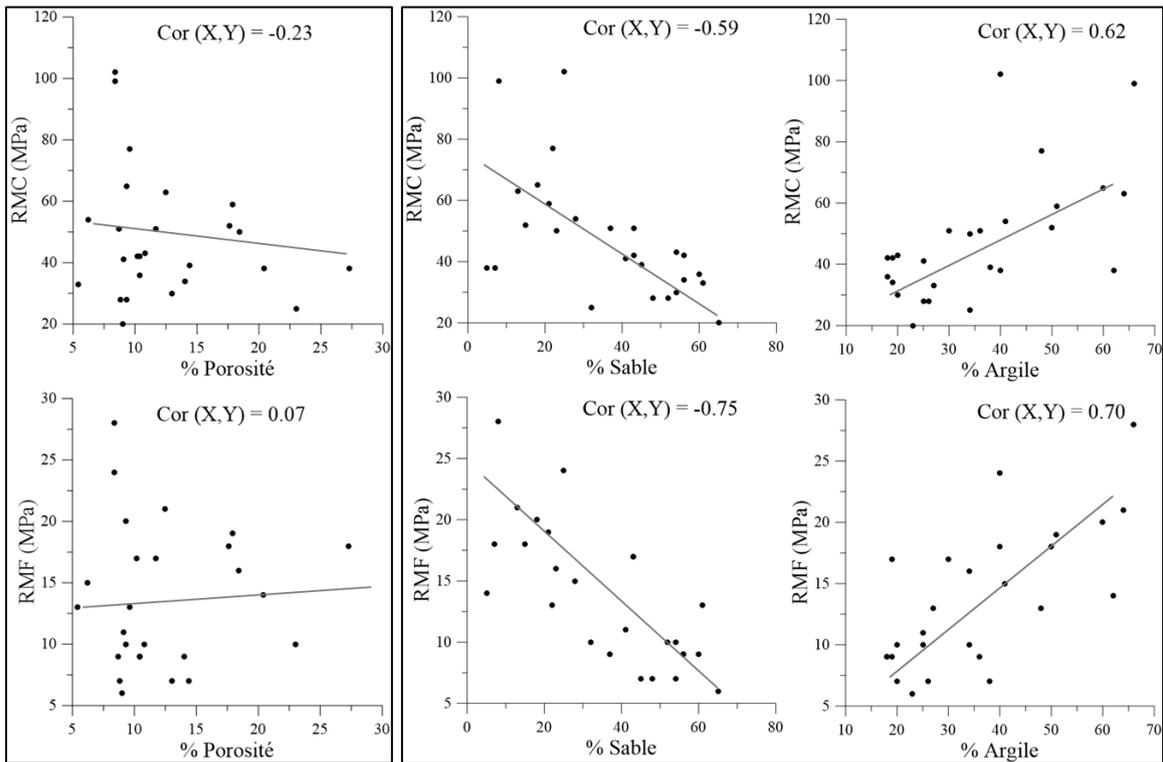


Figure V-9 : Influence de la porosité et de la granulométrie sur les résistances mécaniques des pâtes étudiées.

D'une manière générale, le manque de fondants engendre des pièces fragiles après cuisson (Atkin, 2015). Toutefois, dans le cas de nos échantillons, une faible corrélation [$\text{Cor}(X,Y) = -0,16 \text{ à } 0,02$] a été identifiée entre la teneur en fondants (feldspaths et carbonates) et les valeurs de la résistance mécanique (Figure V-10A, B, C et D).

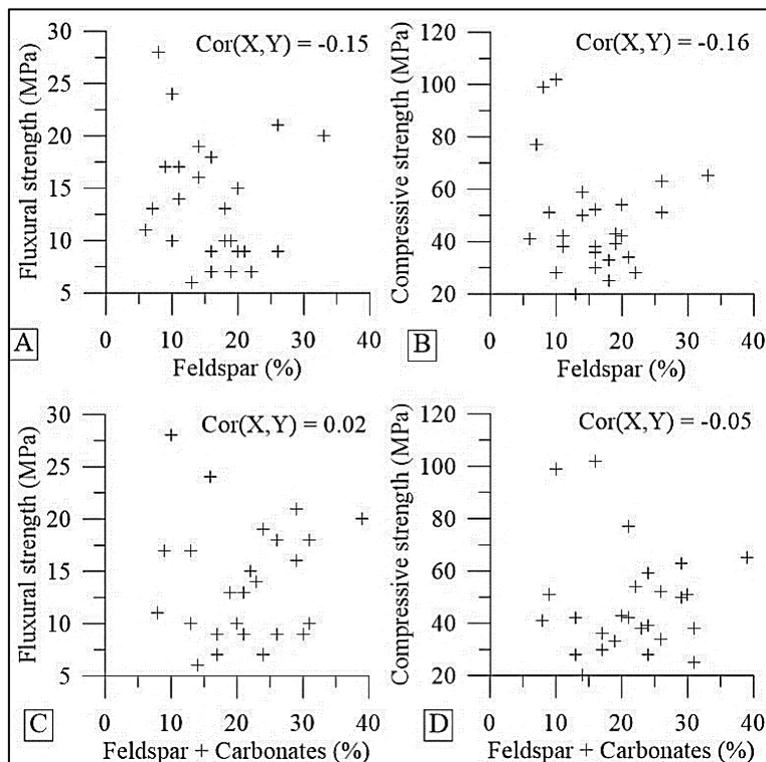


Figure V-10 : Relation entre la résistance mécanique et la teneur en feldspaths (A et B) et la teneur en feldspaths + carbonates (C et D).

Le premier facteur qui contrôle la fragilité des pièces est la présence de grains grossiers comme le montre la forte corrélation négative [$\text{Cor}(X,Y) = -0,75 \text{ à } -0,59$] entre la teneur en sable et les résistances mécaniques (Figure V-9). Les grains grossiers de feldspaths n'interviendront que localement à cause de

leur basse surface spécifique. Les grains fins auront une influence positive sur la résistance mécanique comme en atteste le coefficient de corrélation positive [$Cor(X,Y) = 0,62$ à $0,70$; Figure V-9] entre la teneur en fraction argileuse et les résistances mécaniques. Cela est dû à la grande surface spécifique de la fraction argileuse qui leur permet de colmater les vides entre les grains à plus grande ampleur et améliore leur contact avec la chaleur durant le processus de cuisson. En conséquence, il est nécessaire d'utiliser des concasseurs mécaniques efficaces pour que les phases fondantes soient pleinement efficaces, sinon, malgré leur abondance, les grains des éléments fondants ne seront pas à 100% actifs. C'est le cas par exemple dans les échantillons Nfs, Ta, Our4 et Am qui comportent une teneur significative de phases fondantes (feldspath + carbonates = 24-30%), mais vu leurs granulométries grossières, leurs résistances mécaniques restent faibles. Les échantillons Our1, Mz4 et Our2 comportent moins de fondants (10-20%) mais leurs résistances mécaniques sont les plus élevées à cause de leurs granulométries fines.

V.3.5. Rôle de la composition chimique

La composition chimique de la pâte céramique est utile pour confirmer les résultats de minéralogie mais également pour prédire les phases néoformés dans les corps cuits (Levin et al., 1964 ; El Ouahabi et al., 2015). Les oxydes dominants (SiO_2 , Al_2O_3) sont principalement associés aux minéraux argileux et aux feldspaths. La teneur en SiO_2 est également associée au quartz et feldspaths. Le contenu significatif de Fe_2O_3 provient de l'hématite et de la décomposition des minéraux argileux (Figure V-11). Cet oxyde est sensible aux conditions de cuisson et produit souvent des résultats inattendus dans la couleur et la texture des argiles cuites (Molera et al., 1998; Ngun et al., 2011). Les produits de cuisson élaborés à partir des argiles étudiées étaient généralement de couleur rouge en raison de leur teneur en oxydes de fer. L'oxyde de fer agit également comme agent fondant (Figure V-11B, Kornmann, 2007). Il contribue avec K_2O et Na_2O en tant que principaux agents fondants des matériaux argileux (Abajo, 2000; Emiliani et Corbara, 1999). Si le potassium et le sodium sont en faible teneur (2-5% et 0,1-2% respectivement dans les échantillons étudiés), la phase vitreuse à basse température de cuisson peut diminuer. Dans les échantillons étudiés, ils sont liés à la teneur en feldspath sodique et potassique. Les valeurs de CaO et MgO s'expliquent par la teneur en minéraux carbonatés (calcite et dolomie). Le contenu en MgO et TiO_2 pourrait expliquer la légère couleur jaune (Nzeugang Nzeukou et al., 2013) observée sur certains spécimens surcuits dans les fours traditionnels.

La valeur de perte au feu est liée à la déshydroxylation des minéraux argileux, à la combustion de la matière organique et à la décomposition des carbonates (Milheiro et al., 2005; Baccour et al., 2008).

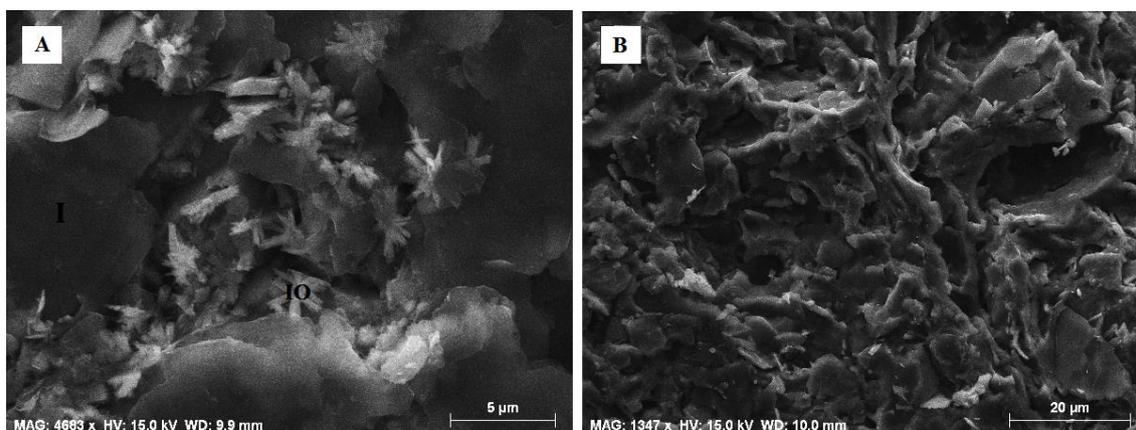


Figure V-11 : (A) micrographies MEB d'une fabrique schisteuse de Bouchane montrant les grandes particules d'illite [I] avec une granulométrie $>$ à 5 microns. Le tesson est cuit jusqu'à 800°C et il montre l'oxyde de fer [IO] qui provient de la désintégration de l'illite. (B) A 950 ° C, l'oxyde de fer provenant de l'illite a fondu et a agi comme fluxant et agent de liaison entre les grains.

Les matériaux étudiés sont généralement pauvres en matière organique. La perte au feu à 550°C ($<$ 7%) est liée à la déshydroxylation des minéraux argileux et à la combustion des matières organiques. Cependant la matière organique facilite le transport des pièces lourdes en raison de l'augmentation de la

porosité (Skibo et al., 1989). Cette dernière améliore la capacité d'isolation thermique. Toutefois la porosité peut atteindre un niveau à partir duquel le produit commence à présenter des caractéristiques mécaniques médiocres (Skibo et al., 1989; Kornmann, 2005).

Dans les échantillons Nfs, Zar et Ten les pertes au feu laissent place à une plus grande porosité (Tableau IV-9). Cela confère aux produits qui en sont issus une meilleure isolation thermique et légèreté lors du transport et de l'utilisation ce qui a favorisé leur utilisation par les potiers de Marrakech dans la fabrication de tuiles et de briques.

V.4. TRANSFORMATIONS LIÉES À LA CUISSON

Les principaux constituants des matières premières argileuses (minéraux d'argile, quartz, feldspath, calcite, dolomite) perdent leur stabilité pendant le processus de cuisson ; ils se décomposent partiellement et réagissent les uns avec les autres (Jordán et al., 2001). Ils donnent ainsi de nouvelles phases minérales plus stables dans les conditions de hautes températures et généralement moins sensibles aux conditions météoriques. Il n'y a pas de destruction instantanée des structures préexistantes (Jordán et al., 1999). Dans les conditions des fours céramiques (haute température - basse pression), la formation de nouvelles phases minérales comme la mullite, la cristobalite et le diopside, dépend des compositions minéralogiques et chimiques initiales, de la méthode de façonnage, de la température et de la vitesse de cuisson, du palier de cuisson (temps de maintien à la température maximale) et de l'atmosphère du four (oxydant - réducteur) (Echajia et al., 2007; Khalfaoui et Hajjaji, 2009; Hajjaji et Mezouari, 2011; Pardo et al., 2011). La composition chimique et minéralogique des matériaux influencent largement leurs propriétés technologiques qui déterminent leur utilisation pour la production de terre cuites (Jordán et al., 1999).

La disparition et la néoformation par cuisson dans les fours céramiques ont été largement reportées dans la littérature. Les argiles calcaires ou les marnes ont fait l'objet de plusieurs études (Peters et Jenny, 1973; Pollifrone et Ravaglioli, 1973; Peters et Iberg, 1978; Núñez et al., 1992; Carretero et al., 2002; Kacim et Hajjaji, 2003; Trindade et al., 2009; Hajjaji et Mezouari, 2011). Capel et al. (1985) ont étudié la formation de la gehlénite et du plagioclase calcique dans les argiles calcaires. González-García et al. (1990) ont étudié la néoformation d'aluminosilicates calciques à partir d'un mélange entre une matière première argileuse dépourvue de carbonates et une autre qui en comporte. Par ailleurs, Jordán et al. (2001) déclarent que les matériaux argileux pauvres en carbonates donnent une composition minéralogique simple, constituée principalement de quartz et d'hématite. Ces mêmes auteurs approuvent l'utilisation d'un taux élevé de carbonates car ils sont très réactifs dans l'argile et produisent une structure céramique compacte. L'étude menée par El Ouahabi et al. (2015) a porté sur les néoformations lors de la cuisson des argiles du nord du Maroc. Les études précitées démontrent que la cuisson peut produire des résultats inattendus.

Les matériaux argileux se comportent très différemment selon la présence ou non des carbonates. Dans les matériaux argileux calcaires, les minéraux argileux décomposés forment, en combinaison avec CaO, des phases telles que la gehlénite, l'anorthite, le diopside et la wollastonite, plutôt que de la mullite (Trindade et al., 2009, 2010). Dans les matériaux argileux non calcaires, la décomposition des minéraux argileux engendre une phase amorphe, du feldspath alcalin et de la mullite (Rodriguez-Navarro et al., 2003; Khalfaoui et Hajjaji, 2009).

Lors de la cuisson des argiles calcaires, on obtient une phase fondue riche en Si, Al, Ca et K (Trindade et al., 2009). La calcite et la dolomite se décomposent et forment de la chaux (CaO) et de la magnésie (MgO). La fusion commence juste avant 950°C en présence des carbonates (Hajjaji et Kacim, 2004). Le Ca résiduel issu de la transformation des plagioclases calciques peut contribuer à son tour à la formation de la wollastonite, du diopside et de la gehlénite (El Boudour El Idrissi et al., 2016a). Le Ca et le Mg des carbonates peuvent jouer le rôle d'agents fondants mais ils limitent l'extension de la vitrification à des températures supérieures à 1000°C (Cultrone et al., 2001).

Le diopside contenu dans les pâtes crues de certains échantillons (Ag1, Ag2, Nfs, OD, Bo1 et Bo2) n'est plus détecté à 800°C mais il réapparaît entre 950 et 1050°C. Dans les échantillons qui en sont dépourvus à l'état cru, il peut apparaître dès 800°C (Tmz1 à 800°C et Tmz2 à 950°C).

La gehlénite commence à se former dès 860°C et atteint un maximum à 1050°C après elle commence à décroître pour contribuer à la formation de l'anorthite et de la wollastonite (Peters et Iberg, 1978). Un pic intense de gehlénite est observé à partir de 950°C dans l'échantillon Nfs qui contient le plus de calcite. Dans l'échantillon AB dépourvu de carbonates, on assiste à une diminution intense du taux de plagioclase jusqu'à leur disparition à 1000°C ; le Ca qui en est issu contribue à la formation tardive de la gehlénite à 1050°C. Ce qui signifie que même en absence de carbonates la gehlénite peut se former tardivement à partir d'espèces de plagioclases calciques.

La wollastonite qui améliore la résistance mécanique des céramiques ainsi que leurs résistances à l'eau et au chauffage (Azarov et al., 1995) apparaît dans seulement 4 échantillons (Ag1, Ag2, Tmz2 et Nfs) entre 950 et 1050°C. Cela est dû à leur contenu en carbonates (3-13%).

Dans certains échantillons (AB, Ta, Tmz1, Tmz2) ou la cristallinité de l'illite est la plus faible, les cristaux de l'illite se décomposent totalement à une température inférieure à 950°C (Figure IV-11). Pour le reste des échantillons ou la cristallinité de l'illite est meilleur, les cristaux de l'illite persistent à des températures plus élevées et disparaissent avant 1000 ou 1050°C. Ça signifie que l'illite mal cristallisée induit une moindre résistance à la cuisson. Cela va permettre de cuire les échantillons à illite mal cristallisée à plus basse température tout en garantissant d'avoir un produit céramique qui ne comporte pas de minéraux argileux susceptibles d'interagir facilement avec les conditions météoriques et d'altérer les pièces céramiques.

La sanidine qui est un feldspath potasso-sodique (K-Na) dérive surtout des espèces albitiques qui lui fournissent le sodium alors que le microcline peut aussi dériver d'espèces anorthitiques appauvrie en Na. Quant au potassium, il peut provenir de la décomposition de l'illite. La formation des feldspaths alcalins à partir des plagioclases est justifiée par le fait que leur apparition ou l'augmentation de l'intensité de leurs pics (entre 800 et 1050°C) est accompagnée de la réduction du pic des plagioclases et inversement.

L'hématite joue un rôle important dans les terres cuites. Elle réduit la réactivité des verres face à l'hydroxylation et améliore la durabilité des poteries face à l'altération (Nodari et al., 2007). La phase amorphe continue à piéger du fer dans un site octaédrique (déformée) paramagnétique. La nucléation de l'hématite commence dès que la phase amorphe contribue, avec les carbonates, à la formation des aluminosilicates calciques. Cependant l'oxyde de fer se comporte aussi comme fondant (Figure V-11). En analysant les diffractogrammes des échantillons étudiés, on observe que le pic de l'hématite augmente d'intensité durant la cuisson à cause de l'oxydation du fer provenant des phyllosilicates en cours de décomposition. Sa cristallinité s'améliore dans tous les échantillons étudiés durant l'augmentation de la température de cuisson.

La mullite et le spinelle sont des phases qui se forment normalement dans des pâtes céramiques dépourvues de CaO (Trindade et al., 2009, 2010). La variété assez importante des éléments chimiques dans les tessons ne favorise que rarement la néoformation de ces phases lors de la cuisson. La mullite a été identifiée en quantité mineur dans 4 éprouvettes (Ag1, Tmz1, Tmz2 et OD) entre 1000 et 1050°C malgré la teneur en carbonates (3-10%). Quant au spinelle, il ne s'est formé que dans 2 éprouvettes (Ag1, Tmz2) à 1050°C.

L'enstatite (Mg,Fe)SiO₃ est un produit de cuisson du talc Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂ (Iwamoto et Sudo, 1965). L'enstatite est formée dans un tesson à base d'argile riche en chlorite ferrifère (> 25%) entre les températures de 1050 et 1100°C (Jordán et al., 1999). Dans le cas d'un échantillon pauvre en carbonates, l'enstatite peut se former à partir de 1000°C et persister jusqu'à 1150°C (Jordan et al., 2008). Pardo et al. (2011) ont détecté l'enstatite entre les températures de 830 et 1080°C dans des échantillons à teneur

élevée en chlorite. L'enstatite peut aussi résulter de la transformation de la stevensite (Faust et Murata, 1953) entre les températures de 1150 et 1250°C (Bejjajoui et al., 2010). Dans certains échantillons étudiés riches en illite (25-40%), elle se forme à 950°C dans l'échantillon Ag2 et à 1050°C dans les échantillons Ag1 et Nfs.

La néoformation de la wustite (FeO) a été identifiée par Pontikes et al. (2009) dans un échantillon riche en fer à partir de la température de 1050°C, température à laquelle on observe sa formation dans les échantillons Ag1, Ag2 et Nfs.

La périclase résulte de la décomposition de la dolomite dans des argiles riches en Ca-Mg et il se forme à partir de 700°C (Trindade et al., 2009). Nous avons détecté cette phase dans le diffractogramme de l'échantillon Ag1 à 1050°C. Nous l'avons également mis en évidence par le MEB (Figure V-12) dans l'échantillon Ag1 à partir de la température de 900°C.

L'anhydrite fond normalement à 1460°C (Kornmann, 2007) mais Sokolar et Vodova (2011) notent que le dioxyde de soufre peut apparaître dans les gaz de combustion à des températures plus basses (~860°C) à cause de la décomposition du phosphate de calcium. L'anhydrite est présente seulement en traces dans les échantillons étudiés et sa décomposition se produit à une plus basse température (800°C).

La cristobalite est formée par la modification structurale du quartz (Pardo et al., 2011). Elle apparaît dans deux échantillons (Tmz1 et Tmz2) à 1050°C.

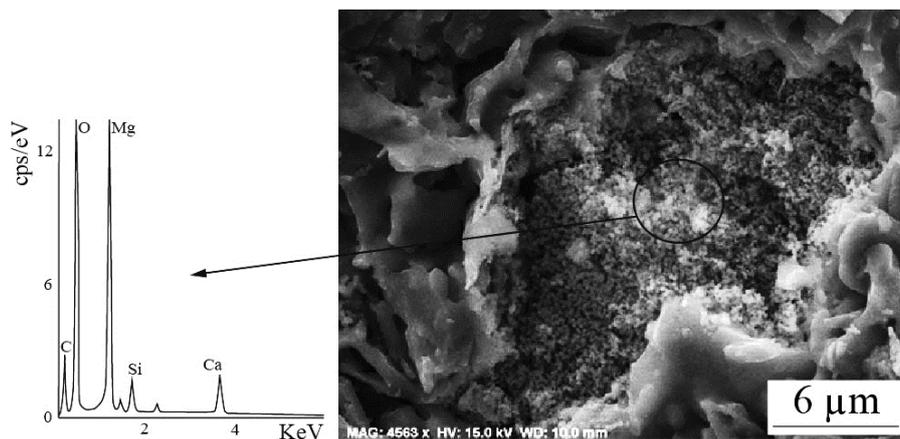


Figure V-12 : Grains de periclase (tesson cuit à 900°C) avec son analyse EDX.

V.5. INTERPRETATION DES DEFAUTS CERAMIQUES DANS LES SITES ETUDIES

V.5.1. Défauts liés aux matières premières

Le problème majeur des matières premières concerne les argiles des dépôts des oueds et du canal Zaraba. Ces matières premières argileuses n'ont pas un caractère stable, leurs qualités varient d'un chargement à l'autre. Les artisans sont obligés de faire des mélanges entre différents arrivages pour obtenir une meilleure consistance.

Certaines matières premières extraites sous forme de mottes d'argiles peuvent comporter un certain taux de grains grossiers de carbonates qui engendrent après cuisson des défauts liés à la chaux. Les artisans résolvent ce problème par un délitage dans des bassins suivi d'un tamisage humide. Les artisans qui exploitent les schistes directement du socle (e.g. Bouchane, Oulad Dlim) concassent très difficilement ces matériaux d'où la nécessité de l'amélioration de leurs moyens de concassage.

Les ustensiles de cuisson des aliments nécessitent la présence d'un taux assez élevé de grains grossiers qui bloquent la propagation des fractures lors des chocs thermiques (Figure V-7). Cependant, dans le site de Mzouda, réputé par la production de tajines émaillés destinés à la cuisson des aliments, les artisans utilisent des pâtes fines à base d'argilite (Mz2 et Mz4). Et même quand le matériau est grossier (e.g. colluvions, sables), ils le délitaient dans des bassins puis le tamisent pour éliminer les grains grossiers. Ces

pâtes fines nécessaires pour le processus d'émaillage des tajines ne conviennent pas à l'utilisation finale de ces produits. En effet, les pièces se fracturent souvent dès la première utilisation (Figure V-13A). Les produits sont alors entourés par une bande métallique pour maintenir la pièce après fissurations (Figure V-13B).



Figure V-13 : (A) Fracture le long du tajine ; (B) Fil métallique qui maintient le tajine.

Pour remédier à ce problème, les artisans doivent utiliser une pâte à granulométrie grossière (e.g. sites de Bouchane, Oulad Dlim et Talatast) sans carbonates. L'utilisation d'ajout de sables grossiers et quartzeux aux pâtes fines est une autre alternative. Avant la fin du séchage, quand la pièce crue est encore légèrement tendre, la surface de la pièce doit subir une dernière finition par lissage ce qui facilitera l'adhérence de l'émail malgré la granulométrie grossière du tesson.

Le problème des carbonates dans les matières premières sera discuté dans la section V.5.3.

V.5.2. Défauts liés au séchage

L'accélération du séchage dans la ville de Marrakech est due au climat très chaud en été ou au vent parfois fort en hiver. Cette accélération du séchage favorise l'apparition de défauts tels que les fissures et les déformations.

Pour éviter les problèmes liés au séchage, il faut tenir compte du retrait linéaire important au début du processus de séchage. Le séchage doit donc débuter dans l'ombre et à l'abri des courants d'air afin de permettre à l'eau colloïdale de s'échapper lentement, ce qui donnera aux grains suffisamment de temps pour se réorganiser sans risque de fissurations. L'accélération du séchage au soleil ne doit avoir lieu qu'au moment où l'eau d'interposition commence à s'échapper, stade où le retrait est presque terminé. L'atteinte de ce stade d'arrêt de retrait peut être vérifiée facilement par les artisans par la simple utilisation d'une règle.

Il faut signaler qu'une cuisson avant séchage complet ou une cuisson trop rapide durant les 250 premiers degrés peuvent générer de grandes zones d'éclatements en surface, voire même des explosions (Atkin, 2015).

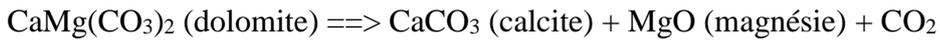
V.5.3. Les défauts liés aux grains de carbonates

a - Formation de la chaux à partir des carbonates

Au cours de la cuisson d'une pâte céramique comportant des grains de carbonates, ces derniers se décomposent à des températures comprises entre 550 et 960°C produisant de la chaux (CaO) (Engler et al., 1989; Gunasekaran et Anbalagan, 2007; Kornmann, 2007).

Dans un *milieu réducteur* (saturée en CO₂), la décomposition de la dolomie commence à 550°C et se termine à 960°C, quant à la calcite elle se décompose entre 910 et 960°C selon les réactions suivantes :

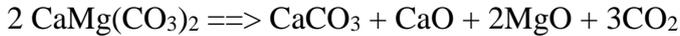
- Entre 550 et 765°C :



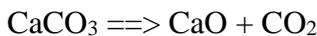
- Entre 765 et 910°C, la réaction est stable, CaCO_3 ne se décompose pas.
- Entre 910 et 960°C, CaCO_3 se décompose en CaO (chaux vive) et CO_2 .

Dans un *milieu oxydant*, la décomposition de la dolomie commence vers 700°C et se termine à 790°C, quant à la calcite elle se décompose entre 750 et 790°C selon les réactions suivantes :

- Entre 700 et 750°C:



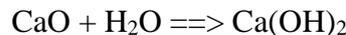
- Entre 750 et 790°C :



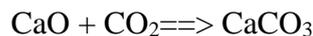
b - Défauts liés à la présence de la chaux dans le tesson cuit

- *Gonflement de la chaux*

La chaux (CaO) issue de la décomposition des carbonates reste vive si elle n'intègre pas la structure cristalline des nouvelles phases néoformées durant la cuisson d'une pâte céramique. La présence de gros grains de carbonates dans la matière première engendre par conséquence de gros grains de chaux. En effet, seule la partie externe de ces grains réagit pendant la cuisson avec la phase vitreuse et se silicatise (Cultrone et al., 2001), alors que la partie interne du grain transformée en chaux vive conserve sa composition en CaO . Avec le temps, la chaux vive réagit à froid avec l'humidité de l'air et s'hydrate selon la réaction suivante :



La chaux peut aussi se recarbone selon la réaction suivante :



Ces deux phénomènes se font avec expansion car le volume spécifique de chacun des deux composés ($\text{Ca}(\text{OH})_2$ et CaCO_3) est plus grand que celui de la chaux vive (et donc la densité est beaucoup plus faible : 3340 kg/m³ pour CaO , 2710 kg/m³ pour CaCO_3 et 2340 kg/m³ pour $\text{Ca}(\text{OH})_2$). L'hydroxyde [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] présente la plus forte expansion, il parvient alors à éclater la surface de la pièce céramique (Kornmann, 2007) (Figure V-14).

Ce phénomène est désigné par plusieurs termes : "lime blowing", "lime spallings", "blowouts", "lime popping" (Laird et Worcester, 1956; Rye, 1976; Norsker et Danisch, 1993) ce qui signifie « éclatement de chaux » ou « expansion de chaux ». Les pièces peuvent s'écailler et se désintègrent si les carbonates sont abondants, ce qui n'est pas le cas dans nos échantillons. Selon Kornmann (2007), la pression exercée par la cristallisation des sels dans des pores de petite taille (de 0,005 µm) peut atteindre 39 MPa. Cependant les pores dans les terres cuites sont nettement plus gros et les pressions sont inversement proportionnelles aux diamètres ce qui réduit l'impact de la pression et par conséquent celui des fracturations.

- *Efflorescences*

Si la réaction n'est pas complète durant la cuisson entre les carbonates et les autres composants de la pâte céramique, des efflorescences émergent avec le temps par la dissolution de CaO dans l'eau et son dépôt sur la surface des pièces céramiques (Figure II-16G) (Laird et Worcester, 1956; Rye, 1976; Norsker et Danisch, 1993). Souvent, les efflorescences n'ont qu'un effet esthétique défavorable et momentané. Avec le temps, la pluie peut les laver en les redissolvant. Cependant, ces efflorescences peuvent devenir

insolubles après leur première exposition à l'air à cause de la recarbonatation de la chaux (Kornmann, 2007).

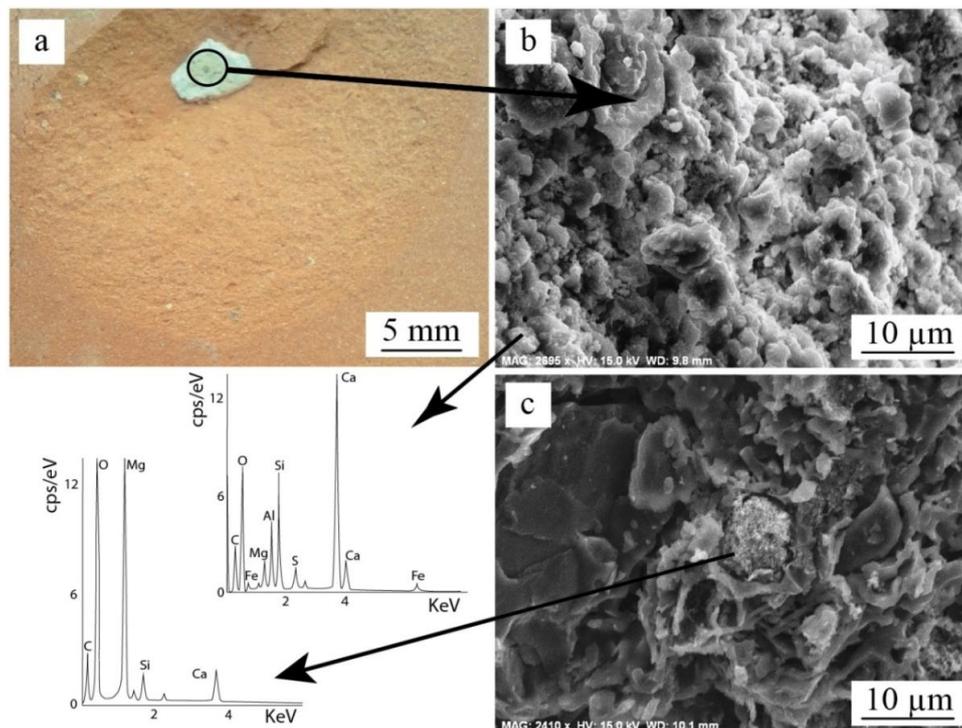


Figure V-14 : (a) "Eclatement de chaux" observé dans un tessou d'Agafay cuit à 950°C; (b) micrographies MEB d'un grain de chaux partiellement silicatisé et (c) d'un grain de périclase (tessou cuit à 1050°C) avec leur analyse EDX (El Boudour El Idrissi et al., 2016b).

c - Oxyde de calcium dans les sites étudiés

D'après les résultats de la XRF, les matières premières des sites étudiés comportent entre 0,5 et 8 % de CaO. La chaux provient de la décomposition de la calcite, de la dolomite, de l'anhydrite et même des feldspaths calciques. La corrélation entre la teneur en CaO et celle de la calcite des échantillons étudiés (Figure V-15) suggère que la chaux provient principalement de ce carbonate. Les pâtes qui comportent le plus de chaux sont celles du sol de la plaine du Haouz (site d'Agafay et de Tamsloht) et celles des sédiments des oueds et du canal la Rocade.

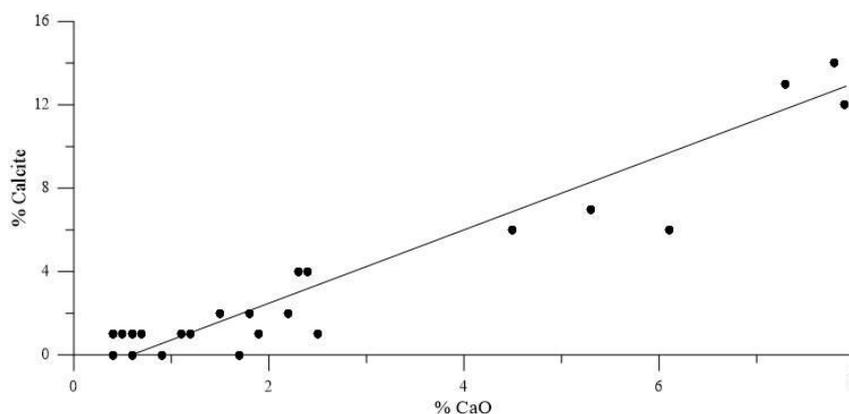


Figure V-15 : Relation entre la teneur en CaO et la teneur en calcite des échantillons étudiés.

Comme nous l'avons vu précédemment, la chaux n'est produite qu'à partir de la température de 910°C dans un milieu réducteur. C'est le climat régnant dans les fours traditionnels majoritairement utilisés dans les sites étudiés. Toutefois le climat oxydant peut alterner entre les chargements des combustibles comme on le verra plus tard dans la section V.5.4. , ce qui impliquera la formation de certains grains de chaux à partir de 700°C.

Un four est toujours exposé à une longue période de ré-oxydation pendant le refroidissement, car son étanchéité n'est pas suffisante pour empêcher des arrivées d'oxygène. Ceci conduit à une brûlure du carbone même pendant le refroidissement (Rhodes, 1976b). On en déduit que même si la cuisson est réductrice et que la température maximale atteinte ne dépasse pas à 910°C (température nécessaire pour la formation de la chaux en atmosphère réductrice), pendant le refroidissement lent en atmosphère oxydante la chaux pourra se former avant d'atteindre 700°C (la chaux étant formé en climat oxydant entre 700 et 790°C). On en déduit qu'au final la décomposition des carbonates aura lieu nécessairement quelle que soit l'atmosphère pendant la cuisson.

La Figure V-14a et b représente un gros grain de chaux gonflée (~ 2 mm de diamètre) dans le tesson cuit. En raison de la présence de Si et Al (analyse EDX) et de sa légère dureté, ce grain correspond à une chaux hydraulique (Lanas et al., 2004). Par ailleurs, la phase vitreuse formée à 1050°C ne semble pas avoir été suffisante pour neutraliser un petit grain (~ 10 µm de diamètre) de périclase (Figure V-14c), en raison du manque d'agents fondants. Cependant des grains d'une telle taille ne présentent aucun problème esthétique vu qu'ils sont invisibles à l'œil nu.

Les éclatements de grains de chaux à Bouchane ne se manifestent pas lors de la cuisson dans les fours traditionnels pour trois raisons : 1) l'atmosphère majoritairement réducteur dans ces fours dont la température nécessaire pour la décomposition des carbonates est d'au moins 910°C, 2) la température de cuisson relativement basse à Bouchane (~700 – 800°C ; Tableau II-7) et 3) la courte durée de cuisson (< 4h). Ces conditions impliquent la formation de faibles quantités de chaux juste suffisante pour émerger des efflorescences aux surfaces des pièces cuites (Figure II-16G).

d - Inhibition des défauts liés à l'expansion de la chaux et aux efflorescences

Diverses solutions sont proposées dans la littérature pour résoudre les problèmes liés au gonflement et à l'efflorescence de la chaux. Kornmann (2007) propose un tamisage humide à 0,2 mm de maille pour éviter ce problème. Laird et Worcester (1956) proposent plutôt un trempage du corps argileux cuit dans l'eau froide [un procédé appelé "docking" (Ramachandran et al., 1960)], immédiatement après la cuisson et le refroidissement de la pièce pour dissoudre la chaux ou la portlandite. Ces auteurs montrent qu'il est peu probable que la solubilité soit un facteur important régissant la prévention du gonflement de la chaux lors de l'immersion dans l'eau. En effet l'absorption rapide de l'eau entraînerait une extinction immédiate de la chaux et donnerait moins de volume apparent. De ce fait, aucune force perturbatrice ne sera développée au sein de la pièce avec la prévention du gonflement de la chaux.

Une autre solution consiste à ajouter jusqu'à 0,5% de NaCl lorsque l'échantillon contient 10% de calcaire. Cela inhibe la transition de calcite à l'oxyde de calcium et élimine les éclatement de chaux et même les efflorescences (Blumen, 1943; Laird et Worcester, 1956; Rye, 1976; Stimmell, 1978; Stimmell et al., 1982; Bearat et al., 1989; Hoard et al., 1995). Le NaCl disparaît dès 500°C et le HCl est formé au cours de la déshydratation des minéraux argileux (Fabbri and Fiori, 1987). La décomposition du CaCO₃ commence en même temps. Le CaO réagit avec HCl pour donner CaCl₂ entre 500 et 600°C (Bearat et al., 1989), celui-ci réagit avec les minéraux argileux pour donner des silicates de calcium plus stables à une température relativement basse.

Les agents fondants sont également à suggérer pour remédier aux problèmes liés à la chaux. En effet, l'analyse EDX d'un grain de chaux gonflé montre que la silicatisation est partielle (Figure V-14a-b). Les résultats obtenus par Cultrone et al. (2001) en utilisant la microsonde électronique analytique (EMPA) ont montré que la teneur en Ca présente dans le mélange chaux + périclase diminue de manière significative à température élevée suite à l'incorporation de cet élément dans les phases néoformées de silicates de haute température comme la gehlenite, l'anorthite et le diopside. La réaction avec l'air du CaO incorporé dans les phases néoformées ne peut donc plus avoir lieu comme c'est le cas dans la forme poudreuse de cet

oxyde. Une addition de phases fondantes peut donc aider à neutraliser toute la chaux par silicification (Kornmann, 2007), à condition que les grains de chaux soit suffisamment petits.

Durant la cuisson, il est avantageux de cuire à haute température (1100°C) avec de longs temps de maintien pour favoriser la silicatisation du calcium et consommer le grain de chaux. Il semblerait aussi que la chaux résiduelle traitée à haute température soit moins réactive. Notons enfin que le calcaire est l'apport de carbonate le plus dangereux, la dolomie provoque moins d'éclatement de chaux et le carbonate de magnésium n'en produit pas (Kornmann, 2007).

e - Impact de l'addition de NaCl

L'addition de NaCl est une solution efficace pour éviter les défauts liés à la chaux. Toutefois cet ajout change la couleur de la surface des tessons en une couleur claire ou blanche (Brooks et al., 1974; Bearat et al., 1989; Lapuente et Pérez-Arantegui, 1999). Cette couleur claire apparaît dans une pâte salée à une température inférieure à celle nécessaire pour une pâte calcaire sans sel (Blumen, 1943; Iwamoto et Sudo, 1965). Par ailleurs, certains potiers tunisiens utilisent l'eau de mer pour la poterie de couleur blanche et de l'eau douce pour la poterie de couleur rouge (Lisse et Louis, 1956; Combès et Louis, 1967; Dufournier, 1982). Cette méthode est appliquée dans d'autres régions du monde comme le Moyen-Orient, le Pakistan et l'Italie (Matson, 1971; Brooks et al., 1974; Rye et Evans, 1976; Dufournier, 1982). Cette décoloration ne se produit que lorsque l'argile brute est riche en Ca (Dufournier, 1982; Bearat et al., 1989), et lorsque la température de cuisson est comprise entre 750 et 900°C.

La présence de NaCl et de CaO dans une pâte provoque une volatilisation partielle de K sous la forme de K_2Cl_2 lors de la cuisson, en particulier entre 800 et 900°C (Dufournier, 1982; Fabbri et Fiori, 1983). La quantité de K-feldspath néoformé sera donc affectée.

La formation de la gehlénite, de l'anorthite ou de la wollastonite est catalysée par le sel, car elle augmente la réactivité entre les argiles et Ca (Bearat et al., 1989). De 900 à 1000°C, la couleur vire au jaune en raison du piégeage des ions Fe^{3+} dans le réseau cristallin des aluminosilicates calciques précités, par substitution de Al^{3+} ou Ca^{2+} (Klaarenbeek, 1961; Chevalier et al., 1976; Maniatis et al., 1983; Nöller et Knoll, 1983; Noller et Knoll, 1988; Riedel et al., 1988; Bearat et al., 1989).

V.5.4. Hétérogénéité de couleur

La couleur des produits de terres cuites dépend de la composition des mélanges argileux, de l'atmosphère de cuisson (oxydante ou réductrice) et de la température de cuisson maximale atteinte. Au sein du même four, les températures à l'intérieur des fours traditionnels des sites étudiées sont très hétérogènes depuis la base (près du foyer de combustible) jusqu'au sommet. L'atmosphère des fours traditionnels est difficilement contrôlable et peut alterner entre milieu oxydant (pendant le chargement de combustible) et réducteur (entre les chargements de combustible). Ces conditions variables engendrent l'hétérogénéité observée dans la couleur des pièces.

L'hétérogénéité de couleur peut aussi résulter d'un mauvais enfournement. En effet, un remplissage excessif du four et/ou la proximité des pièces de la source de la chaleur engendrent une cuisson inégale des pièces et par conséquent une hétérogénéité de couleur (Atkin, 2015). La surface de la même pièce peut être aérée d'un côté et donc être affectée par plus de chaleur, alors qu'un autre côté peut être mis au contact d'une autre pièce qui le prive de bonne aération et donc de profiter d'une chaleur égale à celle qui affecte le reste de la pièce. Cela engendre une hétérogénéité de couleur au sein de la même pièce comme l'illustre la Figure V-16.

Dans la zone d'étude, la couleur du produit fini change de site en site suite à la composition variable de la matière première. En effet, pour le même cycle de cuisson, la couleur change significativement entre les matériaux riches en calcaire (teintes claires) et les matériaux qui en sont dépourvus ou appauvris (teintes brunes) (Figure V-17) malgré leurs teneurs très rapprochés en Al_2O_3 et en Fe_2O_3 .

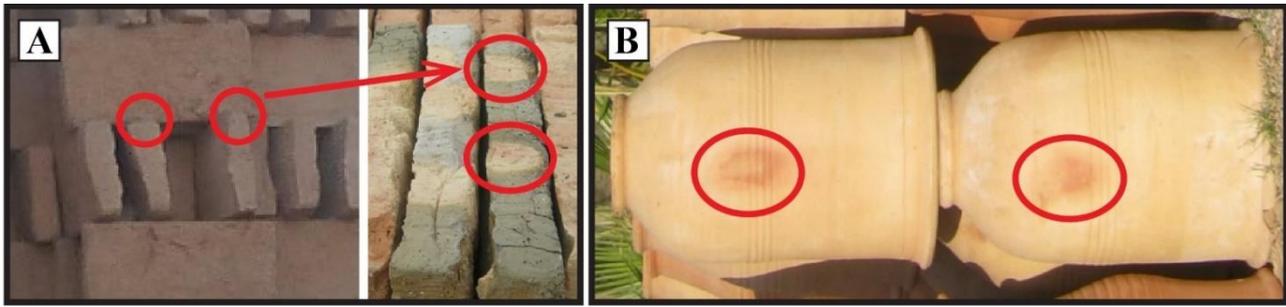


Figure V-16 : Hétérogénéité de couleur dans les zones de contact durant la cuisson dans les briques d'Agafay (A) ou dans les vases de Tamsloht (B).



Figure V-17 : Variation de la couleur de deux pâtes humides cuites jusqu'à 1000°C dans un four électrique ; à droite, pâte à teneur élevée en chaux (sédiment de N'Fis) ; à gauche, pâte dépourvue de chaux (colluvions de Talatast).

La combinaison entre l'atmosphère du four et la composition des matières premières amplifie le problème : chaque atmosphère (oxydante ou réductrice) peut engendrer des colorations différentes.

Dans des conditions oxydantes, les teneurs respectives en fer, calcium et aluminium ont une incidence prépondérante sur la coloration des terres cuites. Les produits restent jaunes quelle que soit la concentration en fer si le rapport $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (exprimé en molécule-gramme) est > 1 , ils sont rouges dans le cas inverse. Pour les argiles non calcaires (argiles ferrugineuses), la coloration est rouge après une cuisson oxydante quand la concentration en oxyde de fer est supérieure à 5% (Kornmann, 2007). La couleur va devenir de plus en plus foncée, avec une température de cuisson croissante, partant d'ocre jaune ou ocre rosé, passant au rouge brique classique, au rouge brun, puis au brun noirâtre quand on est proche de la fusion. La concentration en alumine est aussi importante. Si le rapport $(\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3) < 0,2$, la teinte est claire ; si le rapport $(\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3) > 0,33$, la teinte est nettement rouge. Pour les argiles calcaires, riches en chaux ($> 7\%$), on obtient systématiquement des teintes claires : la teinte évolue du rose pâle au jaune rosé, au jaune franc jusqu'au vert à l'approche de la fusion. On obtient des teintes jaunes pour le rapport $(\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaO}) < 0,5$. Le fer n'est plus présent dans le tesson sous forme d'oxyde rouge mais de composés ferro-calciques (ferrites de calcium : $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ et $2\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$) (Kornmann, 2007).

En cuisson réductrice, des teintes grises et bleutées sont obtenues, dues aux oxydes de fer incomplètement oxydés (Kornmann, 2007). La réaction chimique des carbonates influence beaucoup la couleur lors de la cuisson si le sel (NaCl) est présent dans l'eau de gâchage ou dans la matière première (Brooks et al., 1974; Bearat et al., 1989; Lapuente et Pérez-Arantegui, 1999).

V.5.5. Vitrification totale

La présence de matière organique et de Fe_2O_3 dans l'argile peut former une masse fondue très visqueuse à partir de 900°C . Au même moment, la fuite de CO_2 des carbonates peut provoquer un léger ballonnement (Ramachandran et al., 1960) et produire des boursouflures et des cloques dans les produits cuits (Figure II-16E). La solution est de ralentir la vitesse de cuisson aux températures élevée afin de permettre au CO_2 de s'échapper (Atkin, 2015).

V.5.6. Tessons à cœur noir

Des cœurs noirs se produisent souvent à l'intérieur des produits en terre cuite. Il s'agit d'une zone interne de couleur foncée (bleue, grise, noire) observée au centre des tessons (Figure V-18A). Cette coloration est due au contenu en matière organique qui se décompose sur place au lieu de s'oxyder en se transformant en CO_2 . Cela est dû au court temps de cuisson qui ne permet pas un échange suffisant entre le cœur du tesson et l'air. Il reste donc un résidu carboné, peu oxydable (Kornmann, 2007). Ce phénomène est observé dans plusieurs sites comme c'est le cas à Anougal, Ait Bousaid et Talatast. Si la cuisson se prolonge plus dans le temps, la coloration du cœur migre vers une couleur plus claire et orangée (Figure V-18B). Ce phénomène peut donc être surmonté en prolongeant le temps de cuisson, étant donné que la matière organique nécessite 4 h de cuisson à 550°C pour qu'elle soit totalement brûlée. Le cœur noir peut également résulter d'une faible porosité ou du grésage important de la couche extérieure qui devient alors trop étanche.

Ce phénomène peut aussi être lié à la décomposition des hydrates de fer (goethite $\text{FeO}(\text{OH})$) qui engendre la formation d'oxydes de fer de degré d'oxydation moyen. Ce degré d'oxydation moyen est caractérisé par des minéraux de couleur noirs (wustite FeO , magnétite Fe_3O_4). Cette coloration est due au fait que la zone interne n'a pas subi une atmosphère oxydante pendant suffisamment de temps pour tous les oxydes de fer. Ce haut degré d'oxydation est caractérisé par un minéral de couleur rouge (hématite Fe_2O_3) (Kornmann, 2007).

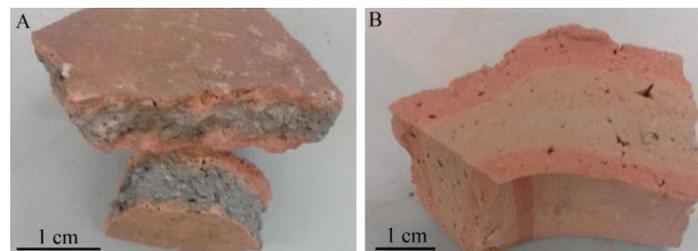


Figure V-18 : (A) Coeur noir dans un tesson d'Anougal cuit dans un four traditionnel, (B) Migration de la couleur du coeur vers une couleur clair dans un tesson d'Agafay (four traditionnel).

V.5.7. Tressailage

Ce problème affecte parfois les tajines vernissés de Mzouda comme le montre la Figure V-19A. Il se manifeste sous forme de craquelures très fines sur la glaçure cuite à cause d'une sous-cuisson, une cuisson trop rapide, l'ouverture trop rapide du four après fin de cuisson, la présence d'oxydes métalliques dans la glaçure, l'association barbotine/argile non conforme et/ou une glaçure trop épaisse.

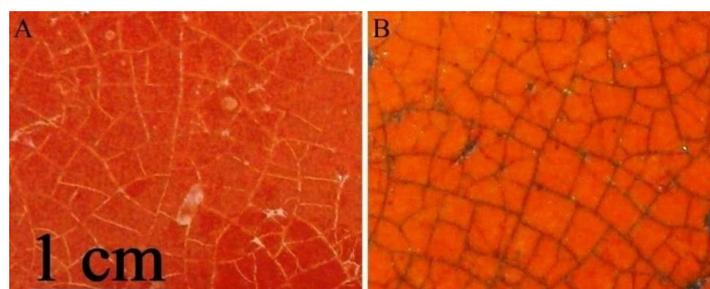


Figure V-19 : (A) Tressailage dans un tajine de Mzouda, (B) Après utilisation dans la cuisson des aliments : résidus nuisant à l'hygiène bloqués dans les fissures.

Ce type de défaut pose un problème esthétique (le tressailage donne une mauvaise texture au produit confectionné) et un problème sanitaire. Des résidus restent bloqués dans les fissures du tressailage après cuisson des aliments ce qui nuit à l'hygiène (Figure V-19B).

Pour prévenir ce type de défaut, différentes solutions peuvent être proposées. Il faut soit :

- veiller à ne pas ouvrir le four à une température supérieure à 100°C.
- mélanger la barbotine avec la même argile que celle utilisée pour la pâte pour faciliter l'adhérence.
- fluidifier la glaçure et la mettre en couche fine pour diminuer la probabilité du tressailage (Atkin, 2015).

V.6. PERSPECTIVES INDUSTRIELLES

L'aptitude des matières premières argileuses à être utilisées dans le domaine de l'industrie céramique est attestée par l'application des diagrammes ternaires de la littérature (Figure V-20).

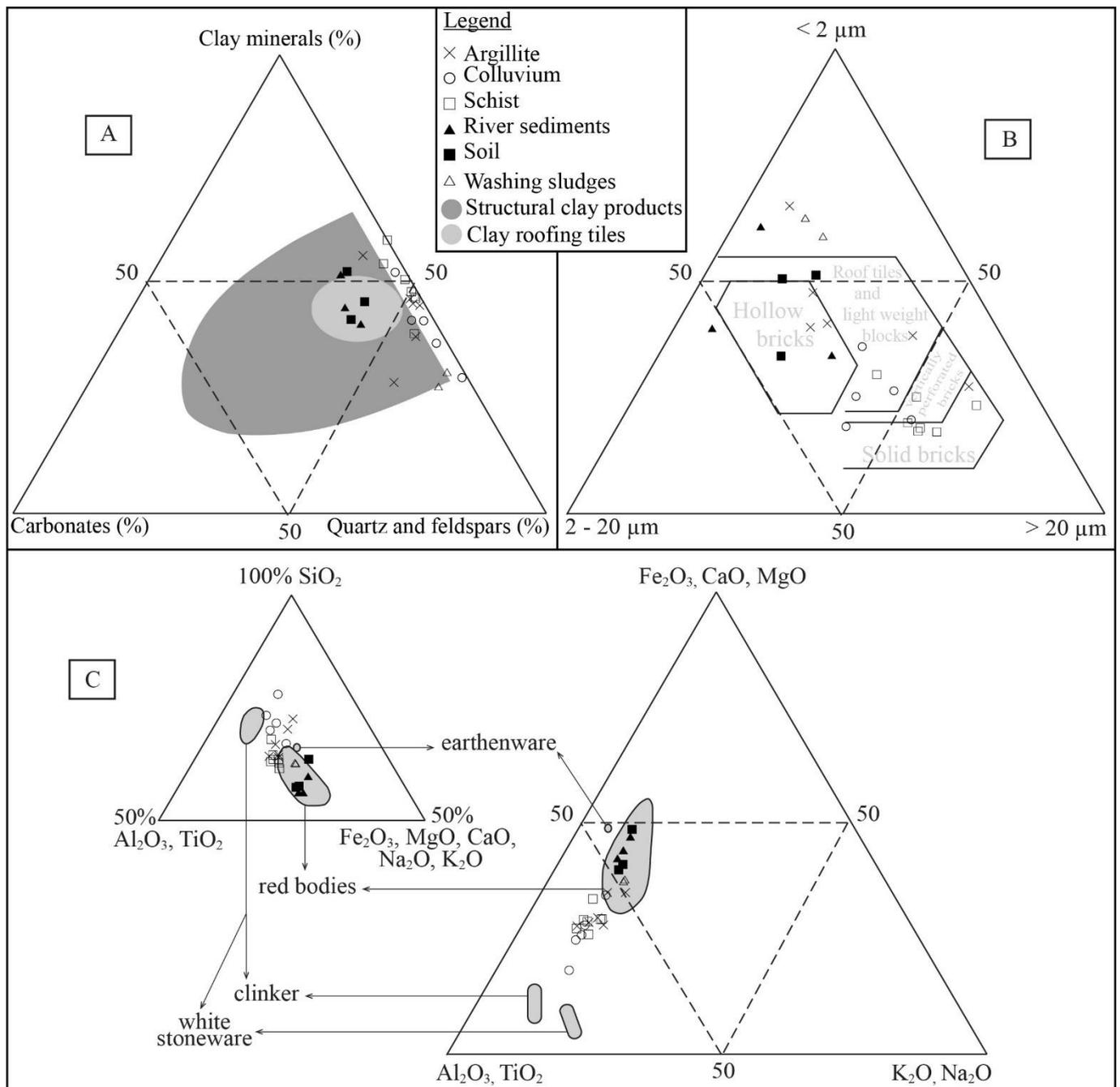


Figure V-20 : (A) Compositions minéralogiques (Strazzeria et al., 1997), (B) granulométriques (Winkler, 1954) et (C) chimiques (Fiori et al., 1989) des pâtes étudiées comparées aux matières premières utilisées dans l'industrie italienne (A et C) et dans le domaine des matériaux de construction (B).

Dans le diagramme ternaire de Strazzer et al. (1997) (Figure V-20A), toutes les pâtes étudiées présentent une composition appropriée et entrent dans le domaine des matériaux de construction en terre cuite malgré leur large gamme de compositions minéralogiques. Cette figure montre aussi que les échantillons d'argiles limoneuses (Zar, Ten et Nfs) utilisés dans le site Saada pour la production de tuiles présentent une composition optimale pour ce type de produit. Ces argiles limoneuses montrent avec les échantillons de sol, les plus hautes teneurs en carbonates : lors de la calcination, le CO₂ échappé confère une porosité plus élevée aux tessons. Cette augmentation de porosité est appropriée dans le cas des produits céramiques de Tamsloht comme les vases de pépinière (Figure II-3b) et les pichets (Hajjaji et Mezouari, 2011) ainsi que pour l'isolation thermique nécessaire pour les tuiles du site de Saada et d'Agafay. La porosité engendre également une diminution du poids des pièces, ce qui facilite la portabilité lors du transport de pièces lourdes (Skibo et al., 1989).

Dans le diagramme ternaire de Winkler (Figure V-20B), la majorité des pâtes étudiées entrent dans les différents domaines de matériaux de construction. Pour introduire les pâtes Ten, Zar, Our1, Tmz1 et Tmz2 dans les domaines de matériaux de construction, leur granulométrie peut être facilement ajustée en ajoutant de la fraction limoneuse ou sableuse.

Dans le diagramme ternaire de Fiori et al. (1989) (Figure V-20C), la moitié des pâtes entre dans le domaine des produits de terre cuite rouge. Le reste des échantillons présente des valeurs intermédiaires entre le domaine des terres cuites rouges et celui des grès blancs, et peuvent donc donner des couleurs orange à jaune. Cela signifie que les argiles étudiées ne peuvent pas être utilisées dans la production de pièces blanches (Dondi et al., 2001; Nzeugang Nzeukou et al., 2013), mais elles sont toujours adaptées à différents produits qui donnent des colorations jaunes, oranges, rouges foncées à rouges claires après cuisson.

Pour les productions courantes en terre cuite, les valeurs de résistances mécaniques recommandées selon la norme NF sont comprises entre 12,5 et 40 MPa pour la résistance mécanique à la compression (RMC) et entre 5 et 25 MPa pour la résistance mécanique à la flexion (RMF) (Kornmann, 2009b). Avec une cuisson à 1050°C, les résistances mécaniques de tous les échantillons présentent des valeurs intéressantes pour le domaine de construction en terre cuite, avec des valeurs de RMC comprises entre 20 et 102 MPa et des valeurs de RMF comprises entre 6 et 28 MPa. Cependant, les éprouvettes à base de matériaux grossiers (schistes et colluvions) montrent les valeurs les plus faibles tandis que les valeurs les plus élevées (RMC = 55-102 MPa ; RMF = 13-28 MPa) sont mesurées dans les éprouvettes à base des matériaux les plus fins tels que les produits de boues de lavage et surtout les argilites fines (Mz2, Our1, Our2 et Our5). Ces pâtes fines peuvent donc être utilisées dans la production de matériaux de construction de qualité supérieure à celle en usage actuellement.

Compte tenu de leurs caractéristiques minéralogiques, granulométriques, chimiques et mécaniques, toutes les pâtes étudiées offrent un potentiel pour l'exploitation dans l'industrie de terre cuite.

CHAPITRE VI - CONCLUSIONS GENERALES

La caractérisation des matières premières argileuses utilisées dans le domaine de la terre cuite de la région de Marrakech nous a permis d'établir une base de données sur les caractéristiques de ces matériaux et leurs défauts de production tout en vérifiant la potentialité industrielle céramique de ces matériaux.

Compositions et utilisations

Un lien étroit a été établi entre la nature lithologique des matières premières et leur application dans certains types de production de terre cuite dans la région de Marrakech.

Les pâtes très plastiques d'argilites sont utilisées dans la production d'objets de décoration à formes compliquées, tandis que la granulométrie grossière des pâtes de schistes et de colluvions permet une utilisation dans la production d'objets volumineux (Tableau VI-1).

Tableau VI-1 : Lien entre certaines propriétés des pâtes des terres cuites et le type de produits.

Propriétés		Type de produits
Plasticité élevée	Granulométrie fine (argilites)	Pièces de décoration aux formes compliquées, pièces produites par barbotine.
	Granulométrie grossière (colluvions)	Ustensiles de cuisson.
Plasticité basse	Granulométrie fine (boues de lavage)	Pièces de décoration.
	Granulométrie grossière (schistes)	Pièces volumineuses, ustensiles de cuisson.
Porosité élevée (sédiments d'oueds, sols)		Tuiles, briques, vases de pépinières, pichets.

Les grains grossiers dans les pâtes à base de schistes et de colluvions jouent le rôle de squelette qui maintient les grandes pièces lors du façonnage et bloquent la propagation des fractures lors des chocs thermiques. Alors que les carbonates et les matières organiques améliorent l'isolation thermique et allègent le poids des pièces.

Certains paramètres à priori défavorables s'avèrent positifs dans certains cas. A titre d'exemple, la présence de grains grossiers dans les ustensiles de cuisson et la présence de carbonates dans les matériaux utilisés pour la fabrication de tuiles et de briques améliorent la fonction de ces produits (i.e. résistance aux chocs thermiques, isolation thermique, poids léger).

Utilité de cette base de données

Les transformations à la cuisson dans les échantillons étudiés sont diversifiées d'un site et d'un échantillon à l'autre. L'étude des transformations à la cuisson permet de définir la température de cuisson optimale garantissant la décomposition d'un maximum de phases vulnérables (minéraux argileux) aux conditions environnantes telle que l'humidité.

En outre, dans le cas des études archéologiques et de restaurations des monuments historiques, la détermination de la composition chimique, minéralogique et granulométrique des tessons céramiques permet de les relier à leurs sources possibles pour améliorer le choix des matières premières argileuses à utilisées lors des restaurations par une approche de similitudes et de comparaisons et de spéculer sur leurs conditions de production telle que la température de cuisson. La base de données de cette étude serait donc d'un grand support pour les éventuelles études portant sur les céramiques anciennes de la ville impériale de Marrakech.

Les défauts céramiques

Les défauts en céramiques présentés et discutés sont susceptibles d'être surmontés par les différentes techniques suggérées (Tableau VI-2).

Ceux liés aux matières premières argileuses sont surmontés en mélangeant une partie de ceux de mauvaise qualité avec ceux de meilleure qualité, cela équilibre entre les teneurs en plastifiants, fondants et dégraissants et mène à une meilleure consistance.

Les problèmes d'éclatements de grains de chaux liés aux carbonates peuvent être résolus par un tamisage humide et fin. Toutefois les problèmes de la chaux peuvent persister sous forme d'efflorescences de chaux d'où la nécessité d'utiliser d'autres solutions chimiques telles que l'addition de NaCl à la pâte ou l'augmentation du taux de fondants feldspathiques pour garantir la neutralisation totale de la chaux et de l'intégrer dans les phases néoformées.

D'autres problèmes sont difficilement surmontés tel que l'absence d'outils efficaces pour le concassage des schistes d'où la nécessité d'avoir des concasseurs industriels.

Concernant les défauts liés au séchage, ils peuvent être surmontés par la généralisation de l'utilisation de grandes surfaces couvertes dans tous les sites.

L'accélération du séchage par les rayons du soleil ou d'autres moyens n'est recommandée que lors de l'arrêt du retrait linéaire, chose qui peut être vérifiée facilement par une inspection régulière en utilisant une règle.

Pour que les fondants soient 100% actifs, il faut qu'ils soient utilisés en fraction fine ce qui augmente leur surface spécifique et améliore leur contact avec la chaleur.

Tableau VI-2 : Résumés des défauts et de leurs remèdes dans les sites étudiées.

	Défauts	Agafay	Bouchane	Oulad Dimm	Talatast	Ait Bousaid	Tamazouzt	Tamesloht	Ourika	Amez Miz	Anougal	Mzouda	Saada	Remèdes
Matières premières	Composition non stable												×	Dissoudre le mauvais arrivage de matière première argileuse dans d'autres matériaux de meilleures qualités.
	Grains grossiers		×	×		×				×		×		Utilisation de concasseurs et broyeurs industriels ; Déliter efficacement les argiles dans des bassins ; utiliser des tamis à maille plus fine (~1 mm).
	Mottes d'argilite						×		×			×	×	Réduire les mottes en petits morceaux avant de la délayer dans des bassins.
	Carbonates, Chaux	×	×				×	×				×	×	Tamissage fin et humide ; addition de NaCl à la pâte ; augmentation du taux de fondants.
Séchage	Fissurations et fractures	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Généralisation de l'utilisation des grands espaces couverts ; accélérer le séchage par les rayons du soleil après l'arrêt du retrait linéaire.
Cuisson	Décolorations et hétérogénéités de couleurs	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Maitrise parfaite de la cuisson en fours traditionnels et à gaz ; Equiper les fours par des thermomètres et ventilateurs ; Espacer entre les pièces pour permettre la circulation de l'air.
	Vitrification totale	×											×	Utilisation de fours à gaz équipés de thermomètres pour une meilleure maîtrise de la cuisson.
	Tressaillage											×	×	Veiller à ne pas ouvrir le four avant son refroidissement ; Mélanger la barbotine avec la même argile que celle utilisée pour la pâte pour faciliter l'adhérence ; Fluidifier la glaçure et la mettre en couche fine pour diminuer la probabilité du tressaillage.
	Fissurations et cassures	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Utiliser des fours à gaz de bonne qualité équipés de thermomètres ; n'ouvrir le four qu'après son refroidissement total ; cuisson lente pour les premiers 250 degrés ; éviter les surcharges lors de l'enfournement ; bien dégager les bulles d'air lors du pétrissage ; ne cuir que des pièces complètement sèches.
	Déformations et torsions	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	Cuir à une vitesse ne dépassant pas ~3°C/min ; ne pas remplir excessivement le four ; bien pétrir la pâte pour dégager les bulles d'air.
	Cœurs noirs				×						×			Ralentir la vitesse de cuisson ; prolonger le temps de cuisson.
	Décollement de glaçure											×	×	Appliquer la glaçure sur surface biscuit propre ; neutraliser toute la chaux lors de la cuisson ; avoir un même retrait entre glaçure et biscuit.

La résolution des décolorations observées sur les pièces cuites nécessite une maîtrise parfaite du cycle de cuisson en fours traditionnels. Cependant l'utilisation de four à gaz équipé de thermomètre réduit considérablement les difficultés de cuisson. Dans les deux cas, un mauvais enfournement ne permet pas une bonne aération et conduit à la persistance du problème de décolorations. Le temps et la vitesse de cuisson, ainsi que le refroidissement doivent être maîtrisés afin d'éviter les problèmes de boursoufflures et cloques, de cœurs noirs et de tressailages.

L'application de ces différentes recommandations permettra l'amélioration de la qualité des produits et du rendement de production.

Potentiel industriel

Concernant le potentiel industriel des matériaux étudiés, la caractérisation granulométrique, chimique et minéralogique révèle que ces matériaux diversifiés peuvent avoir d'autres applications industrielles surtout dans le domaine de construction. Leurs propriétés surtout mécaniques sont de qualité supérieure surtout pour les matériaux à base de grains très fins tels que les argilites (Tableau VI-3).

Tableau VI-3 : Comparaison des valeurs de résistances mécaniques avec ceux de la norme française (Kornmann, 2009b).

	Résistances mécaniques à la compression (MPa)	Résistances mécaniques à la flexion (MPa)
Valeurs recommandées (Norme française)	13 – 40	5 - 25
Echantillons étudiés	20 - 102	6 - 28

En conclusion, cette caractérisation scientifique et son interprétation mettent en évidence l'importance de la recherche scientifique dans ces types d'études tout en permettant d'approuver les connaissances accumulées par les artisans depuis plusieurs siècles. Cependant, notre compréhension actuelle des facteurs déterminants des propriétés technologiques des terres cuites est loin d'être complète. Nous contribuons par cet examen à la mise en place d'une base de données systématique de l'éventail des choix technologiques (minéralogie, compositions chimiques, plasticité et granulométrie) associés à la production de certains types de produits de terres cuites. Cet examen peut également contribuer aux discussions des choix technologiques observées dans les matériaux archéologiques et de la production en terre cuite actuelle.

BIBLIOGRAPHIE

- Abajo, M.F., 2000. Manual sobre fabricación de baldosas, tejas y ladrillos [Disco Magnetico]. Laboratorio Técnico Cerámico, Igualada, España.
- Abourida, A., Razoki, B., Errouane, S., Leduc, C., Prost, J., 2003. Impact de l'irrigation sur la piezometrie du secteur N'fis au Haouz Central de Marrakech (Maroc). IAHS Publ. 278, 389–395.
- Achiou, B., Omari, H. El, Bennazha, J., Albizane, A., Daoudi, L., Saadi, L., Ouammou, M., Alami Younssi, S., El Maadi, A., Chehbouni, M., 2016. Physicochemical and mineralogical characterizations of clays from Fez region (basin of Saiss, Morocco) in the perspective of industrial use. *J. Mater. Environ. Sci.* 7, 1474–1484.
- Adams, W.Y., Abel, L.J., Arnold, D.E., Chittick, N., Davis, W.M., De Maret, P., Fattovich, R., Franken, H.J., Kolb, C.C., Myers, T.P., Simmons, M.P., Syms, E.L., 1979. On the Argument From Ceramics to History: A Challenge Based on Evidence From Medieval Nubia. *Curr. Anthropol.* 20, 727–744. doi:10.1086/202373
- Aiban, S.A., 2006. Compressibility and swelling characteristics of Al-Khobar Palygorskite, eastern Saudi Arabia. *Eng. Geol.* 87, 205–219. doi:10.1016/j.enggeo.2006.07.003
- Alviset, L., 1994. Matériaux de terre cuite. *Tech. l'ingénieur C905-1*, 19.
- Atkin, J., 2015. Les secrets de l'artisan potier, Marabout. ed.
- Azarov, G.M., Maiorova, E. V., Oborina, M.A., Belyakov, A. V., 1995. Wollastonite raw materials and their applications (a review). *Glas. Ceram.* 52, 237–240. doi:10.1007/BF00681090
- Baccour, H., Medhioub, M., Jamoussi, F., Mhiri, T., Daoud, A., 2008. Mineralogical evaluation and industrial applications of the Triassic clay deposits, Southern Tunisia. *Mater. Charact.* 59, 1613–1622.
- Bain, J.A., 1971. A plasticity chart as an aid to the identification and assessment of industrial clays. *Clay Miner.* 9, 1–17.
- Bastien, R., 2011. L'Islam, l'Art et la Géométrie.
- Bearat, H., Dufournier, D., Nguyen, N., Raveau, B., 1989. Influence de NaCl sur la couleur et la composition chimique des pâtes céramiques calcaires au cours de leur cuisson. *Rev. d'archéométrie* 13, 43–53.
- Bejjajoui, R., Benhammou, A., Nibou, L., Tanouti, B., Bonnet, J.P., Yaacoubi, A., Ammar, A., 2010. Synthesis and characterization of cordierite ceramic from Moroccan stevensite and andalusite. *Appl. Clay Sci.* 49, 336–340. doi:10.1016/j.clay.2010.06.004
- Ben Aboud, A., Lopez Galindo, A., Fenoll Hach-Ali, P., Chellai, E.H., Daoudi, L., 1996. The presence, genesis and significance of palygorskite in some Moroccan Tertiary sequences. *Adv. clay Miner. Spanish-Italian Meet. Clay Miner. Granada* 87–89.
- Berrada, H., 2002. La poterie féminine au Maroc.
- Blanc, J., 1986. La vitrification de pâtes alcalines dopées par le talc. *L'industrie céramique* 104–107.
- Blanc, J., Roumezi, C., 1988. La cuisson rapide du sanitaire. II: Intérêt des micro-feldopaths. *L'Industrie céramique* 105–108.
- Blanchart, P., 2014. Céramiques industrielles. *Tech. l'ingénieur n4800*, 17.
- Blumen, L.M., 1943. Common salt as a catalyst in reactions of silicate formation in the solid state. *Journal of Applied chemistry*, (USSR translation: Butterworth, B. in *Claycraft* 1957, 4, 196–201).
- Bodin, V., 1956. Technologie des produits de terre cuite, Gauthier Villars. Paris.
- Boski, T., Pessoa, J., Pedro, P., Thorez, J., Dias, J.M., Hall, I., 1998. Factors governing abundance of hydrolyzable amino acids in the sediments from the N.W. European Continental Margin (47–50°N). *Prog. Oceanogr.* 42, 145–164. doi:10.1016/S0079-6611(98)00032-9
- Bouyahyaoui, F., 1996. Etude géologique, minéralogique et technologique des marnes du Miocène supérieur au Pliocène inférieur de la région de Fès-Meknès et de Rabat-Salé. Etude géologique, minéralogique et technologique des marnes du Miocène supérieur au Pliocène inférieur de la région de Fès-Meknès et de Rabat-Salé (Doctoral dissertation, Thesis. University Mohammed V-Agdal, Faculty of Sciences.
- Brongniart, A., 1844. *Traité des arts céramiques ou des poteries*. Paris, Béchét, Mathias 759.
- Bronitsky, G., Hamer, R., 1986. Experiments in ceramic technology: The effects of various tempering materials on impact and thermal-shock resistance. *Am. Antiq.*
- Brooks, D., Bieber, A.M., Harbottle, G., Sayre, E. V., 1974. Biblical studies through activation analysis of ancient pottery, in: *Archaeological Chemistry—a Symposium Sponsored by the Division of the History of Chemistry at the 165th Meeting of the American Chemical Society, Dallas, Tex., April 9-10, 1973*. pp. 48–80.
- Burst, J.F., 1991. The application of clay minerals in ceramics. *Appl. Clay Sci.* 5, 421–443. doi:10.1016/0169-1317(91)90016-3
- Capel, J., Huertas, F., Linares, J., 1985. High temperature reactions and use of bronze age pottery from La Mancha, central Spain. *Miner. Petrogr. Acta* 29, 563–575.
- Carretero, M.I., Dondi, M., Fabbri, B., Raimondo, M., 2002. The influence of shaping and firing technology on ceramic properties of calcareous and non-calcareous illitic-chloritic clays. *Appl. Clay Sci.* 20, 301–306. doi:10.1016/S0169-1317(01)00076-X
- Casagrande, A., 1948. Classification and Identification of Soils. *Trans. Am. Soc. Civ. Eng.* 113, 901–930.
- Chehbouni, A., Escadafal, R., Duchemin, B., Boulet, G., Simonneaux, V., Dedieu, G., Mougnot, B., Khabba, S., Kharrou, H., Maisongrande, P., Merlin, O., Chaponnière, A., Ezzahar, J., Er-Raki, S., Hoedjes, J., Hadria, R., Abourida, A., Cheggour, A., Raibi, F., Boudhar, A., Benhadj, I., Hanich, L., Benkaddour, A., Guemouria, N., Chehbouni, A.H., Lahrouni, A., Olioso, A., Jacob, F., Williams, D.G., Sobrino, J.A., 2008. An integrated modelling and remote sensing approach for hydrological study in arid and semi-arid regions: the SUDMED Programme. *Int. J. Remote Sens.* 29, 5161–5181. doi:10.1080/01431160802036417
- Chevalier, R., Coey, J.M.D., Bouchez, R., 1976. A study of iron in fired clay: Mössbauer effect and magnetic measurements. *Le J. Phys. Colloq.* 37, 861–865. doi:10.1051/jphyscol:19766181
- Combès, J.L., Louis, A., 1967. Les potiers de Djerba. Secrétariat d'État aux affaires culturelles et à l'information, Tunis.
- Commission-Européenne, 2007. Fabrication des céramiques. Document de référence sur les meilleures techniques disponibles.
- Cook, H.E., Johnson, P.D., Matti, J.C., Zemmels, I., 1975. IV. Methods of Sample Preparation, and X-ray Diffraction Data

- Analysis, X-ray Mineralogy Laboratory, Deep Sea Drilling Project, University of California, Riverside. Initial reports Deep sea Drill. Proj. 25, 999–1007.
- Cornille, A., 1928. Aide-mémoire de céramique industrielle, édition de. ed.
- Cultrone, G., Rodriguez-Navarro, C., Sebastian, E., Cazalla, O., De La Torre, M.J., 2001. Carbonate and silicate phase reactions during ceramic firing. *Eur. J. Mineral.*
- Dakshanamurthy, V., Raman, V., 1973. A simple method of identifying an expansive soil. *Soils Found.* 13, 97–104.
- Daoudi, L., 1991. Sédimentation et diagenèse des argiles du Jurassique-supérieur à l'Eocène dans le bassin du Haut Atlas occidental (Maroc). Université des Sciences et Techniques de Lille - Flandres-Artois, Lille.
- Daoudi, L., 1996. Contrôles diagénétique et paléogéographique des argiles des sédiments mésozoïques du Maroc. Comparaison avec les domaines atlantiques et téthysien. Doctorat thesis. Université Cadi Ayyad, Marrakech.
- Daoudi, L., Deconinck, J.F., 1994. Contrôles paléogéographique et diagénétique des successions sédimentaires argileuses du Bassin Atlasique au Crétacé (Haut-Atlas Occidental, Maroc). *J. African Earth Sci.* 18, 123–134. doi:10.1016/0899-5362(94)90025-6
- Daoudi, L., El Boudour El Idrissi, H., Saadi, L., Albizane, A., Bennazha, J., Waqif, M., El Ouahabi, M., Fagel, N., Lahcen, D., Hicham, E.E., Latifa, S., Abderrahmane, A., Jamal, B., Mohamed, W., Meriam, E., Nathalie, F., 2014. Characteristics and ceramic properties of clayey materials from Amezmiz region (Western High Atlas, Morocco). *Appl. Clay Sci.* 102, 139–147. doi:10.1016/j.clay.2014.09.029
- Daoudi, L., Knidiri, A., El Boudour El Idrissi, H., Rhouta, B., Fagel, N., 2015. Role of the texture of fibrous clay minerals in the plasticity behavior of host materials (Plateau du Kik, Western High Atlas, Morocco). *Appl. Clay Sci.* 118, 283–289. doi:10.1016/j.clay.2015.10.006
- Daoudi, L., Ouajhain, B., Rocha, F., Rhouta, B., Fagel, N., Chafiki, D., 2010. Comparative influence of burial depth on the clay mineral assemblage of the Agadir-Essaouira basin (western High Atlas, Morocco). *Clay Miner.* 45, 453–467.
- Daoudi, L., Pot De Vin, J., 2002. Effets thermique et hydrothermal de la coulée de basalte triasico-liasique sur les argiles du bassin d'Argana (Maroc). *Comptes Rendus Géoscience* 334, 463–468.
- Daugas, J.-P., El Idrissi, A., Ballouche, A., Marinval, P., Ouchauou, B., 2008. Le Néolithique ancien au Maroc septentrional: données documentaires, sériation typochronologique et hypothèses génétiques. *Bull. la Société préhistorique française* 105, 787–812.
- de Oliveira Modesto, C., Bernardin, A.M., 2008. Determination of clay plasticity: Indentation method versus Pfefferkorn method. *Appl. Clay Sci.* 40, 15–19. doi:10.1016/j.clay.2007.06.007
- Dijon, R., 1968. Aperçu hydrogéologique et ressources en eau de la vallée du Souss (Sud marocain).
- Dion, P., 1994. Déshydroxylation de la kaolinite par analyse thermique à vitesse de transformation contrôlée, Etude de la métakaolinite. Université d'Orléans.
- Dondi, M., Guarini, G., Ligas, P., Palomba, M., Raimondo, M., 2001. Chemical, mineralogical and ceramic properties of kaolinitic materials from the Tresnuraghes mining district (Western Sardinia, Italy). *Appl. Clay Sci.* 18, 145–155. doi:10.1016/S0169-1317(00)00042-9
- Dufournier, D., 1982. L'utilisation de l'eau de mer dans la préparation des pâtes céramiques calcaires, premières observations sur les conséquences d'un tel traitement. *Rev. d'Archéométrie* 6, 87–100. doi:10.3406/arsci.1982.1195
- Dumbleton, M., West, G., 1966. Some factors affecting the relation between the clay minerals in soils and their plasticity. *Clay Miner.* 6, 179–193.
- Echajia, M., Kacim, S., Hajjaji, M., 2007. Effect of forming methods on the firing transformations and some technical properties of a illitic-kaolinitic raw clay. *Ind. Ceram.* 27, 185–190.
- El Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., Collin, F., Fagel, N., 2014. Caractérisation de colluvions triasiques utilisés dans l'élaboration d'ustensiles rustiques de cuisson, cas de Talatast (Région de Marrakech, Maroc). *Verres, Céramiques Compos.* 3, 18–22.
- El Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., El Ouahabi, M., Balo Madi, A., Collin, F., Fagel, N., 2016a. Suitability of soils and river deposits from Marrakech for the manufacturing of earthenware. *Appl. Clay Sci.* 129, 108–115. doi:10.1016/j.clay.2016.05.013
- El Boudour El Idrissi, H., Daoudi, L., El Ouahabi, M., Fagel, N., 2016b. Flaws linked to lime in pottery of Marrakech (Morocco). *jmaterenvirosci.com* 7, 3738–3745.
- El Idrissi, A., 2001. Le Néolithique ancien du Maroc du Maroc septentrional dans son contexte régional. Institut National des Sciences de l'Archéologie et du Patrimoine.
- El Ouahabi, M., 2013. Valorisation industrielle et artisanale des argiles du Maroc. Université de Liège.
- El Ouahabi, M., Daoudi, L., De Vleeschouwer, F., Bindler, R., Fagel, N., 2014a. Potentiality of clay raw materials from northern Morocco in ceramic industry: Tetouan and Meknes areas. *J. Miner. Mater. Charact. Eng.* 2, 145–159. doi:10.4236/jmmce.2014.23019
- El Ouahabi, M., Daoudi, L., Fagel, N., 2014b. Mineralogical and geotechnical characterization of clays from Northern Morocco for their potential use in ceramic industry. *Clay Miner.* 49, 1–17.
- El Ouahabi, M., Daoudi, L., Hatert, F., Fagel, N., 2015. Modified Mineral Phases During Clay Ceramic Firing. *Clays Clay Miner.* 63, 404–413. doi:10.1346/CCMN.2015.0630506
- El Yakoubi, N., 2006. Potentialités d'utilisation des argiles marocaines dans l'industrie céramique : cas des gisements de Jbel Kharrou et de Benhmed (Meseta marocaine occidentale). Thèse de Doctorat 212.
- Emiliani, P., Corbara, F., 1999. *Tecnologia, Ceramica – Le Materie Prime*. Faenza: Gruppo Editoriale Faenza Editrice.
- Engler, P., Santana, M.W., Mittleman, M.L., Balazs, D., 1989. Non-isothermal, in situ XRD analysis of dolomite decomposition. *Thermochim. Acta* 140, 67–76. doi:10.1016/0040-6031(89)87285-5
- European Standard, E. 12390-5, 2000. Testing hardened concrete - Part 5: Flexural strength of test specimens 9.
- Everhart, J.O., 1957. Use of auxiliary fluxes to improve structural clay bodies. *Bull. Am. Ceram. Soc.* 36, 268–271.
- Fabbri, B., Fiori, C., 1983. Emissione di vapori alcalini durante la cottura di argille per laterizi contenenti NaCl. *Ceramurgia*

- 13, 252–260.
- Fabbri, B., Fiori, C., 1987. Influence of sodium chloride on thermal reactions of heavy clays during firing, in: Schultz, L.G., van Olpen, H., Mumpton, F.A. (Eds.), Proceedings of the International Clay Conference, Denver, 1985. The Clay Minerals Society, Bloomington, Indiana, USA, pp. 390–5.
- Fagel, N., Boski, T., Likhoshway, L., Oberhaensli, H., 2003. Late Quaternary clay mineral record in Central Lake Baikal (Academician Ridge, Siberia). *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 193, 159–179. doi:10.1016/S0031-0182(02)00633-8
- Faust, G.T., Murata, K.J., 1953. Stevensite, redefined as a member of the montmorillonite group. *Am. Mineral.* 38, 973–987.
- Fiori, C., Fabbri, B., Donati, G., Venturi, I., 1989. Mineralogical composition of the clay bodies used in the Italian tile industry. *Appl. Clay Sci.* 4, 461–473. doi:10.1016/0169-1317(89)90023-9
- Fontaine, L., Anger, R., 2009. *Bâtir en terre: du grain de sable à l'architecture.*
- Foucault, A., Raoult, J., 2010. *Dictionnaire de Géologie-7e édition.*
- Frechette, V.D., Varner, J.R., 1991. *Fractography of glasses and ceramics II.* Westerville, OH (United States); American Ceramic Society, Inc.
- Giese, R., Costanzo, P., Oss, C. Van, 1991. The surface free energies of talc and pyrophyllite. *Phys. Chem. Miner.* 17, 611–616.
- Gogotsi, G.A., 1989. The use of brittleness measure (χ) to represent mechanical behaviour of ceramics. *Ceram. Int.* 15, 127–129.
- Gogotsi, G.A., 2014. Classification of ceramics and glass (edge chipping and fracture toughness). *Ceram. Int.* 40, 5591–5596.
- González-García, F., Romero-Acosta, V., García-Ramos, G., González-Rodríguez, M., 1990. Firing transformations of mixtures of clays containing illite, kaolinite and calcium carbonate used by ornamental tile industries. *Appl. Clay Sci.* 5, 361–375.
- Greiner, M., Mörtel M., Wolfes, M., 1983. Influence of the fluxes on the properties of fast-fired porcelain. *Sci. Ceram.* 12, 125–130.
- Grim, R., 1968. *Clay mineralogy.*
- Grosjean, P., 1984. Contribution à la monocuisson rapide de faïence au talc. *L'Ind. céramique* 106–114.
- Guerraoui, F., Zamama, M., Ibnoussina, M., 2008. Caractérisation minéralogique et géotechnique des argiles utilisées dans la céramique de Safi (Maroc). *African J. Sci. Technol.* 9, 1–11.
- Guerraoui, F., Zamana, M., Ibnoussina, M., 2009. Comportement thermique de la poterie et de la céramique de Safi-Maroc. *Phys. Chem. news* 49, 114–120.
- Guggenheim, S., Adams, J.M., Bain, D.C., Bergaya, F., Brigatti, M.F., Drits, V.A., Formoso, M.L.L., Galan, E., Kogure, T., Stanjek, H., 2006. Summary of recommendations of nomenclature committees relevant to clay mineralogy: report of the Association Internationale pour l'Etude des Argiles (AIPEA), Nomenclature committee for 2006. *Clays Clay Miner.* 54, 761–772.
- Gunasekaran, S., Anbalagan, G., 2007. Thermal decomposition of natural dolomite. *Bull. Mater. Sci.* 30, 339–344. doi:10.1007/s12034-007-0056-z
- Guyot, C., 1997. *Comportement d'une pâte céramique vitreuse en cuisson accélérée: influence des différents constituants et de leurs propriétés.* Université d'Orléans.
- Hajjaji, M., Kacim, S., 2004. Clay-calcite mixes: sintering and phase formation. *Br. Ceram. Trans.* 103, 29–32.
- Hajjaji, M., Kacim, S., Boulmane, M., 2002. Mineralogy and firing characteristics of a clay from the valley of Ourika (Morocco). *Appl. Clay Sci.* 21, 203–212. doi:10.1016/s0169-1317(01)00101-6
- Hajjaji, M., Mezouari, H., 2011. A calcareous clay from Tamesloht (Al Haouz, Morocco): Properties and thermal transformations. *Appl. Clay Sci.* 51, 507–510. doi:10.1016/j.clay.2011.01.018
- Hajjaji, W., Hachani, M., Moussi, B., Jeridi, K., Medhioub, M., López-Galindo, a., Rocha, F., Labrincha, J. a., Jamoussi, F., 2010. Mineralogy and plasticity in clay sediments from north-east Tunisia. *J. African Earth Sci.* 57, 41–46. doi:10.1016/j.jafrearsci.2009.07.007
- Hamer, F., Hamer, J., 2004. *The potter's dictionary of materials and techniques.* University of Pennsylvania Press.
- Heimann, R.B., 2010. *Classic and Advanced Ceramics: From Fundamentals to Applications.* doi:10.1002/9783527630172
- Heimann, R.B., Maggetti, M., 2014. *Ancient and historical ceramics: materials, technology, art, and culinary traditions.* Schweizerbart Science publ.
- Heiri, O., Lotter, A.F., Lemcke, G., 2001. Loss on ignition as a method for estimating organic and carbonate content in sediments: reproducibility and comparability of results. *J. Paleolimnol.* 25, 101–110.
- Hennicke, H.W., 1967. Zum Begriff Keramik und zur Einteilung keramischer Werkstoffe. *Ber. Dtsch. Keram. Ges.* 44, 209–211.
- Hernandez, G.M., 2002. Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) et analyse digitale d'images. Université Louis Pasteur-Strasbourg I.
- Hoard, R.J., O'Brien, M.J., Khorasgany, M.G., Gopalratnam, V.S., 1995. A materials-science approach to understanding limestone-tempered pottery from the Midwestern United States. *J. Archaeol. Sci.* 22, 823–832. doi:10.1016/0305-4403(95)90011-X
- Holmström, N., 1981. Fast firing of triaxial porcelain. *Bull. Am. Ceram. Soc.* 66, 470–473.
- Holtz, R.D., Kovacs, W.D., 1981. *An Introduction to Geotechnical Engineering* 747.
- Holtzapffel, T., 1985. Les minéraux argileux, préparation, analyse diffractométrique et détermination. *Société géologique du Nord* 12, 135.
- Howard, A., 1977. *Laboratory Classification of Soils: Unified Soil Classification System.* US Department of the Interior, Bureau of Reclamation, Engineering and Research Center, Division of Research, Geotechnical Branch.
- Huvelin, P., 1977. *Etude géologique et gîtologique du massif hercynien des Jebilet (Maroc occidental).*
- Iwamoto, S., Sudo, T., 1965. Chemical reactions among clay minerals, calcium carbonate, and ammonium chloride. *Am.*

- Mineral. 50, 886–899.
- Jordán, M., Sanfeliu, T., de la Fuente, C., 2001. Firing transformations of Tertiary clays used in the manufacturing of ceramic tile bodies, *Applied Clay Science*. doi:10.1016/S0169-1317(00)00044-2
- Jordán, M.M., Boix, A., Sanfeliu, T., De La Fuente, C., 1999. Firing transformations of cretaceous clays used in the manufacturing of ceramic tiles. *Appl. Clay Sci.* 14, 225–234. doi:10.1016/S0169-1317(98)00052-0
- Jordan, M.M., Montero, M.A., Meseguer, S., Sanfeliu, T., 2008. Influence of firing temperature and mineralogical composition on bending strength and porosity of ceramic tile bodies. *Appl. Clay Sci.* 42, 266–271. doi:10.1016/j.clay.2008.01.005
- Jouenne, C.A., 2010. *Traité de céramiques et matériaux minéraux*. Société de l'industrie minière.
- Kacim, S., Hajjaji, M., 2003. Firing transformations of a carbonatic clay from the High-Atlas, Morocco. *Clay Miner.* 38, 361–365. doi:10.1180/0009855033830102
- Khalfaoui, A., Hajjaji, M., 2009. A Chloritic-illitic clay from Morocco: Temperature-time-transformation and neoformation. *Appl. Clay Sci.* 45, 83–89. doi:10.1016/j.clay.2009.03.006
- Kingery, W.D., Lense, E., 1985. *Ancient technology to modern science*. American Ceramic Society.
- Klaarenbeek, F.W., 1961. The development of yellow colours in calcareous bricks. *Trans. Br. Ceram. Soc.* 60, 738–772.
- Knidiri, A., Daoudi, L., Ouahabi, M. El, Rhouta, B., Rocha, F., Fagel, N., 2014. Palaeogeographic controls on palygorskite occurrence in Maastrichtian-Palaeogene sediments of the Western High Atlas and Meseta Basins (Morocco). *Clay Miner.* 49, 595–608. doi:10.1180/claymin.2014.049.4.08
- Kornmann, M., 2005. *Matériaux de construction en terre cuite, fabrication et propriétés*, Septima. ed.
- Kornmann, M., 2006. New explanation of the Bigot curve. *L'industrie céramique & verrière* 44–54.
- Kornmann, M., 2007. *Clay Bricks and Rooftiles, Manufacturing and Properties*. Société de l'industrie minière.
- Kornmann, M., 2009a. *Matériaux de terre cuite: Matières de base et fabrication*. Tech. l'ingénieur C905v2, 20.
- Kornmann, M., 2009b. *Matériaux de terre cuite : Propriétés et produits*. Tech. l'ingénieur CB1.
- Laird, R.T., Worcester, M., 1956. The inhibiting of lime blowing. *Trans. Br. Ceram. Soc.* 55, 545–563.
- Lanas, J., Pérez Bernal, J.L., Bello, M.A., Alvarez Galindo, J.I., 2004. Mechanical properties of natural hydraulic lime-based mortars. *Cem. Concr. Res.* 34, 2191–2201. doi:10.1016/j.cemconres.2004.02.005
- Lapiente, P., Pérez-Arategui, J., 1999. Characterisation and technology from studies of clay bodies of local Islamic production in Zaragoza (Spain). *J. Eur. Ceram. Soc.* 19, 1835–1846.
- Larousse.fr, 2008. Larousse.fr [WWW Document]. URL <http://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/tesson/77495> (accessed 6.1.16).
- Lécrivain, L., 1987. *Céramiques. Généralités*. Tech. l'ingénieur 23.
- Levin, E.M., Robbins, C.R., McMurdie, H.F., 1964. *Phase Diagrams for Ceramists*. American Ceramic Society, Columbus, Ohio.
- Lisse, P., Louis, A., 1956. *Les potiers de Nabeul: étude de sociologie tunisienne*, Publications de l'Institut des Belles Lettres Arabes, Tunis: Institut des Belles-Lettres. Institut de Belles Lettres arabes.
- Low, P.F., 1980. The Swelling of Clay: II. Montmorillonites I. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 44, 667. doi:10.2136/sssaj1980.03615995004400040001x
- Maniatis, Y., Simopoulos, A., Kostikas, A., Perdikatsis, V., 1983. Effect of reducing atmosphere on minerals and iron oxides developed in fired clays: the role of Ca. *J. Am. Ceram. Soc.* 66, 773–781.
- Matson, F.R., 1971. A study of temperatures used in firing ancient Mesopotamian pottery, in: *Science and Archaeology*. MIT Press, pp. 65–79.
- McManus, J., 1988. Grain size distribution and interpretation. In: Tucker, M.E. (Ed.), *Techniques in Sedimentology*. Blackwell, Oxford 63–85.
- Méthode de Mesure, C., 1981. Mode opératoire, Limites de consistance des sols (limites de liquidité et de plasticité). *Cent. Rech. Routières MF47/81*, 41.
- Meunier, A., 2003. *Argiles*, J. ed.
- Michard, A., 1976. *Eléments de géologie marocaine*. Notes Mém. Serv. Géol. Maroc 252, 408.
- Michard, A., Saddiqi, O., Chalouan, A., De Lamotte, D.F., 2008. *Continental Evolution: The Geology of Morocco*.
- Milheiro, F.A.C., Freire, M.N., Silva, A.G.P., Holanda, J.N.F., 2005. Densification behaviour of a red firing Brazilian kaolinitic clay. *Ceram. Int.* 31, 757–763.
- Molera, J., Pradell, T., Vendrell-Saz, M., 1998. The colours of Ca-rich ceramic pastes: Origin and characterization. *Appl. Clay Sci.* 13, 187–202. doi:10.1016/S0169-1317(98)00024-6
- Moore, D.M., Reynolds, R.C., 1989. *X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals*. Oxford University Press, Oxford.
- Moukhchane, M., 1983. *Contribution à l'étude des réservoirs profonds de la bordure nord de l'Atlas entre Demnat et Imin'tanout (Maroc)*. France: Besançon.
- Mukherjee, S., 2013. *The Science of Clays: Applications in Industry, Engineering, and Environment*. Springer Science & Business Media.
- Müller, N., Kilikoglou, V., Day, P., Hein, A., Vekinis, G., 2009. The influence of temper on performance characteristics of cooking ware ceramics. *Vessel. Insid. Outs. Proc. 9th Eur. Meet. Anc. Ceram.* 145–149.
- Müller, N., Kilikoglou, V., Day, P., Vekinis, G., 2010. The influence of temper shape on the mechanical properties of archaeological ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.* 30, 2457–2465. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2010.04.039
- Müller, N.S., Hein, A., Kilikoglou, V., Day, P.M., 2013. Bronze Age cooking pots: Thermal properties and cooking methods. *Préhistoires Méditerranéennes*.
- Müller, N.S., Kilikoglou, V., Day, P.M., Vekinis, G., 2014. Thermal shock resistance of tempered archaeological ceramics. M Martínón-Torres (Ed.), *Cr. Sci. Int. Perspect. Archaeol. Ceram.* Doha, Qatar Bloom. Qatar Found. doi:<http://dx.doi.org/10.5339/uclq.2014.cas.ch28>
- Ngun, B.K., Mohamad, H., Sulaiman, S.K., Okada, K., Ahmad, Z.A., 2011. Some ceramic properties of clays from central

- Cambodia. *Appl. Clay Sci.* 53, 33–41. doi:10.1016/j.clay.2011.04.017
- Nodari, L., Marcuz, E., Maritan, L., Mazzoli, C., Russo, U., 2007. Hematite nucleation and growth in the firing of carbonate-rich clay for pottery production. *J. Eur. Ceram. Soc.* 27, 4665–4673. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2007.03.031
- Noller, R., Knoll, H., 1988. The yellow colouration of oxidized burned ceramics. *Berliner Beiträge zur Archäometrie* 107–112.
- Nöller, R., Knoll, H., 1983. Magnetic properties of calcium-silicates (diopside and gehlenite) doped with iron (III). *Solid State Commun.* 47, 237–239. doi:10.1016/0038-1098(83)90552-5
- Norme Européenne, N.E. 12390-3, 2003. Essai pour béton durci - Partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes 15.
- Norsker, H., 1990. Clay materials for the self-reliant potter.
- Norsker, H., Danisch, J., 1993. Glazes--for the Self-reliant Potter. Vieweg.
- Núñez, R., Delgado, A., Delgado, R., 1992. The sintering of calcareous illitic ceramics. Application in archaeological research, in "Electron Microscopy EUREM 92." A. Galindo, ed. Univ. Granada, Granada 795–796.
- Nzeugang Nzeukou, A., Fagel, N., Njoya, A., Beyala Kamgang, V., Eko Medjo, R., Chinje Melo, U., 2013. Mineralogy and physico-chemical properties of alluvial clays from Sanaga valley (Center, Cameroon): Suitability for ceramic application. *Appl. Clay Sci.* 83–84, 238–243. doi:10.1016/j.clay.2013.08.038
- Pardo, F., Meseguer, S., Jordán, M.M., Sanfeliu, T., González, I., 2011. Firing transformations of Chilean clays for the manufacture of ceramic tile bodies. *Appl. Clay Sci.* 51, 147–150. doi:10.1016/j.clay.2010.11.022
- Peters, T., Iberg, R., 1978. Mineralogical changes during firing of calcium-rich clays. *Am. Ceram. Soc. Bull.* 57, 503–509.
- Peters, T.J., Jenny, J.P., 1973. Mineralogical study of the firing characteristics of brick clays. *Beitr. Geol. Schweiz Geotechn.* 50, 59.
- Piqué, A., Soulaïmani, A., Hoepffner, C., Bouabdelli, M., Laville, E., Amrhar, M., Chalouan, A.A.P.A.S.C.H.M.B.E.L.M.A.A., 2007. Géologie du Maroc.
- Pollifrone, G.G., Ravaglioli, A., 1973. Le argile: compendio genetico, mineralogico e chimico fisico. *Ceram. Inf* 7, 565–581.
- Pontikes, Y., Rathossi, C., Nikolopoulos, P., Angelopoulos, G.N., Jayaseelan, D.D., Lee, W.E., 2009. Effect of firing temperature and atmosphere on sintering of ceramics made from Bayer process bauxite residue. *Ceram. Int.* 35, 401–407. doi:10.1016/j.ceramint.2007.11.013
- Ramachandran, V.S., Majumdar, N.C., Patwardhan, N.K., 1960. Lime blowing and mechanism of docking. *Trans. Indian Ceram. Soc.* XIX, 37–40.
- Reeves, G.M., Sims, I., Cripps, J.C., 2006. Clay Materials Used in Construction.
- Restrepo, J., Dinger, D., 1995. Control of pyroplastic deformation in triaxial porcelain bodies using thermal dilatometry. *Interceram* 44, 391–398.
- Rhodes, D., 1976a. La Poterie : Terres et glaçures. Dessain et Tolra.
- Rhodes, D., 1976b. La Poterie: les fours. Dessain et Tolra.
- Riedel, E., Reinbacher, T., Knoll, H., Nöller, R., 1988. X-ray and Mössbauer study of a red-yellow ceramic from Tunis and of a similar clay material from Rheinzabern. *Berliner Beiträge zur Archäometrie* 10, 113–123.
- Rodriguez-Navarro, C., Cultrone, G., Sanchez-Navas, A., Sebastian, E., 2003. TEM study of mullite growth after muscovite breakdown. *Am. Mineral.* 88, 713–724. doi:10.2138/am-2003-5-601
- Rye, O.S., 1976. Keeping Your Temper under Control: Materials and the Manufacture of Papuan Pottery. *Archaeol. Phys. Anthropol. Ocean.* 11, 106–137.
- Rye, O.S., 1981. Pottery technology: principles and reconstruction.
- Rye, O.S., Evans, C., 1976. Traditional Pottery Techniques of Pakistan: Field and Laboratory Studies. *Smithson. Contrib. to Anthropol.* 21, 283.
- Santisteban, J.I., Mediavilla, R., López-Pamo, E., Dabrio, C.J., Zapata, M.B.R., García, M.J.G., Castaño, S., Martínez-Alfaro, P.E., 2004. Loss on ignition: a qualitative or quantitative method for organic matter and carbonate mineral content in sediments? *Journal of Paleolimnology* 32: 287-299.
- Schmitz, R.M., Schroeder, C., Charlier, R., 2004. Chemo-mechanical interactions in clay: A correlation between clay mineralogy and Atterberg limits. *Appl. Clay Sci.* 26, 351–358. doi:10.1016/j.clay.2003.12.015
- Segnit, E.R., Anderson, C.A., 1972. Scanning electron microscopy of fired illite. *Trans. J. Br. Ceram. Soc.* 71, 85–88.
- Selley, R., 1998. Elements of Petroleum Geology.
- Shepard, F.P., 1954. Nomenclature based on sand-silt-clay ratios. *J. Sediment. Res.* 24, 151–158.
- Signori, E., 1990. Porcelain and Vitreous Bodies : The Grinding of Hard Materials Particulary Quartz. *Ceram. Forum Int.* 67, 314–319.
- Sinan, M., 2000. Méthodologie d'identification, d'évaluation et de protection des ressources en eau des aquifères régionaux par la combinaison des SIG, de la géophysique et de la géostatistique: Application à l'aquifère du Haouz de Marrakech (Maroc). Ecole Mohammadia d'Ingénieurs, Maroc.
- Skibo, J.M., Schiffer, M.B., Reid, K.C., 1989. Organic-tempered pottery: an experimental study. *Am. Antiq.* 122–146.
- Sokolar, R., Vodova, L., 2011. The effect of fluidized fly ash on the properties of dry pressed ceramic tiles based on fly ash-clay body. *Ceram. Int.* 37, 2879–2885. doi:10.1016/j.ceramint.2011.05.005
- Sridharan, A., Choudhury, D., 2002. Swelling pressure of sodium montmorillonites. *Géotechnique* 52, 459–462. doi:10.1680/geot.2002.52.6.459
- Steenberg, E., Harris, P.J., 1985. Surface-chemical and mineralogical properties relevant to the flotation of talc and other layer silicates.
- Stimmell, C., 1978. A preliminary report on the use of salt in shell tempered pottery of the upper Mississippi Valley. *Wisconsin Archeol.* 59, 266–274.
- Stimmell, C., Heimann, R.B., Hancock, R.G. V., 1982. Indian pottery from the Mississippi Valley: Coping with bad raw materials, in: *Archaeological Ceramics*. Smithsonian Institution Press, pp. 219–228.
- Strazzeria, B., Dondi, M., Marsigli, M., 1997. Composition and ceramic properties of tertiary clays from southern Sardinia (Italy). *Appl. Clay Sci.* 12, 247–266. doi:10.1016/S0169-1317(97)00010-0

- Tite, M.S., Maniatis, Y., 1975. Examination of ancient pottery using the scanning electron microscope. *Nature* 257, 122–123.
- Touret, O., 1988. Structures des Argiles Hydratées, Thermodynamique de la Déshydratation et de la Compaction des Smectites. Université Louis Pasteur, Strasbourg, France.
- Trindade, M., Dias, M., Coroado, J., 2010. Firing tests on clay-rich raw materials from the Algarve basin (southern Portugal): study of mineral transformations with temperature. *Clays Clay Miner.* 58, 188–204.
- Trindade, M., Dias, M., Coroado, J., Rocha, F., 2009. Mineralogical transformations of calcareous rich clays with firing: A comparative study between calcite and dolomite rich clays from Algarve, Portugal. *Appl. Clay Sci.* 42, 345–355. doi:10.1016/j.clay.2008.02.008
- Tucker, M.E., 2001. *Sedimentary Petrology: An Introduction to the Origin of Sedimentary Rocks*, 3 edition. ed.
- Vatan, A., 1967. *Manuel de sédimentologie*.
- Wan, Y., Kwong, J., Brandes, H.G., Jones, R.C., 2002. Influence of Amorphous Clay-Size Materials on Soil Plasticity and Shrink-Swell Behavior. *J. Geotech. Geoenvironmental Eng.* 128, 1026–1031. doi:10.1061/(ASCE)1090-0241(2002)128:12(1026)
- Warrier, K.K.G.K., Mukundan, P., Pillai, P.K., Damodaran, A.D., 1989. Particle Size of Quartz and the Vitrification of Porcelain Bodies. *Interceram* 5, 19–21.
- Wetshondo Osomba, D., 2012. Caractérisation et valorisation des matériaux argileux de la Province de Kinshasa (RD Congo) 340.
- Winkler, H.G.F., 1954. Bedeutung der Korngrößenverteilung und des Mineral-bestandes von Tonen für die Herstellung grobkeramischer Erzeugnisse. *Ber. DKG* 31, 337–343.
- Worrall, D., 1986. *Clays and ceramic raw materials*.
- Zachariasen, W.H., 1932. The atomic arrangement in glass. *J. Am. Chem. Soc.* 54, 3841–3851. doi:10.1021/ja01349a006
- Zarzycki, J., 1982. *Les verres et l'état vitreux*. 1982.

LISTE DES FIGURES ET DES TABLEAUX

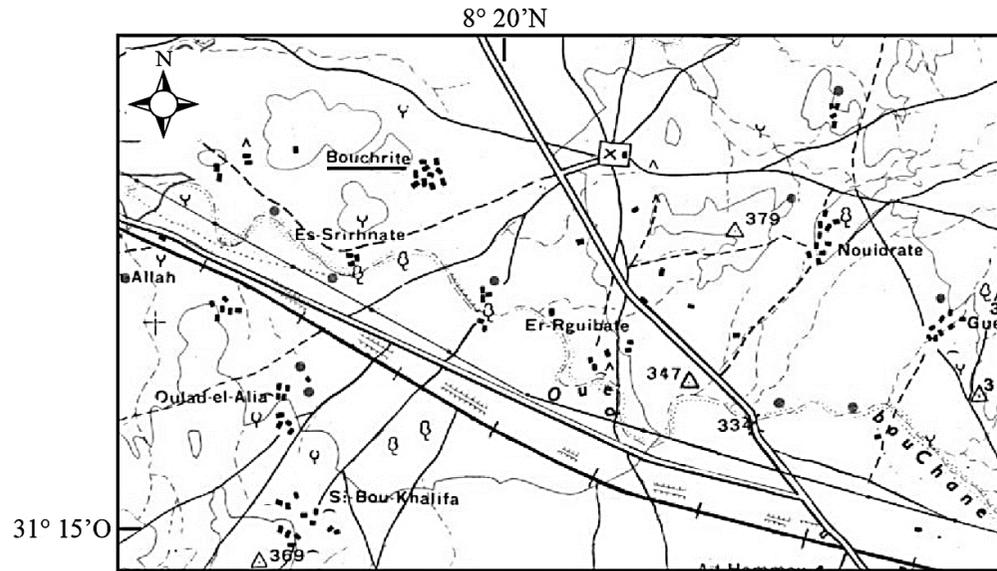
Figure I-1 : Classification concernant les différents groupes de matériaux (Heimann, 2010).	5
Figure I-2 : Classification des céramiques à base de silicates (Hennicke, 1967).	6
Figure I-3 : Classification des principaux groupes des céramiques silicatées classiques (Heimann et Maggetti, 2014).	6
Figure I-4 : Classification des céramiques techniques (Heimann, 2010).	6
Figure I-5 : Domaine des compositions minéralogiques des produits de céramiques silicatées (Blanchart, 2014).	8
Figure I-6 : Structure des phyllosilicates d'argiles (Tucker, 2001).	10
Figure I-7 : Processus de fabrication des céramiques silicatées (Blanchart, 2014).	12
Figure I-8 : Structure du mélange argileux au cours du séchage (Kornmann, 2009a).	14
Figure I-9 : Représentation schématique de l'organisation texturale d'une phase argileuse constituée d'un arrangement d'agrégats [modifié, d'après Touret (1988)].	14
Figure I-10 : Produits céramiques de différents villes du Maroc. (A) Salé, (B) Safi, (C) Fès, (D) Poterie féminine du Rif, (E) Meknès. Echelle : trait noir = 10 cm.	24
Figure II-1 : Formulaire synthétique utilisé lors des diagnostics des sites de terre cuite de la région de Marrakech.	29
Figure II-2 : Localisation des sites potiers de Marrakech (étoiles) (Carte routière du Maroc).	30
Figure II-3 : Quelques produits de terre-cuites caractéristiques des sites étudiés.	31
Figure II-4 : Domaines structuraux du Nord du Maroc et localisation de la zone d'étude.	32
Figure II-5 : Localisation des Oueds et du Canal de la Rocade autour de la ville de Marrakech.	33
Figure II-6 : Carte géologique de la zone d'étude (modifiée, d'après Michard et al., 2008) et localisation des sites étudiés.	34
Figure II-7 : Carte synthétique des Jbilette (D'après Piqué et al., 2007).	35
Figure II-8 : Colonne litho-stratigraphique synthétique de la zone d'étude (sur la base du bouquin de Piqué et al., 2007).	36
Figure II-9 : Aspect des matières premières dans les carrières d'exploitation ou après extraction.	38
Figure II-10 : Fréquence d'utilisation de chaque type de matières premières argileuses dans les pâtes céramiques et dans les sites étudiés.	40
Figure II-11 : Procédé général de confection des pâtes céramiques dans les sites étudiés.	41
Figure II-12 : Procédés de confection des pièces céramiques dans les sites étudiés.	43
Figure II-13 : Fours utilisés dans certains sites.	45
Figure II-14 : Eclatement de grains de chaux dans les vases de Tamsloht à cause de la présence de carbonates dans la matière première argileuse.	48
Figure II-15 : Fissurations au niveau des joints de collage dans le site de Tamsloht.	48
Figure II-16 : Aperçu des différents types de défauts rencontrés dans la céramique de Marrakech.	49
Figure III-1 : principe de l'analyse par granulométrie laser.	54
Figure III-2 : Illustration de la loi de Bragg (Modifié, d'après Holtzapffel, 1985).	55
Figure III-3 : Schéma du calcimètre de Bernard.	58
Figure III-4 : états du sol en fonction de sa teneur en eau d'après les limites d'Atterberg.	58
Figure III-5 : Mesure de la limite de liquidité. (a) Coupelle après fermeture de la rainure.	60
Figure III-6 : (A) Dispositif d'élaboration des éprouvettes par la méthode de la plaque. (B) Exemple d'une éprouvette avec les deux croix de repère pour la mesure du retrait.	61
Figure III-7 : Eprouvettes soumises aux essais mécaniques de flexion et de compression.	64
Figure IV-1 : Classification des pâtes étudiées en se basant sur les rapports sable-limon-argile, d'après Shepard (1954).	68
Figure IV-2 : Diagramme des quartiles de la composition minéralogique de la roche totale des pâtes étudiées.	70
Figure IV-3 : Diffractogrammes de la roche totale des pâtes étudiées.	71
Figure IV-4 : Diffractogrammes de rayons X types des échantillons étudiés.	73
Figure IV-5 : Diagramme des quartiles de minéraux argileux présents dans les pâtes étudiés.	75
Figure IV-6 : Diagramme des quartiles de la composition chimique des pâtes étudiées.	76
Figure IV-7 : Compositions granulométriques, minéralogiques et chimiques des pâtes étudiées selon leurs lithologies.	79
Figure IV-8 : Projection des échantillons sur la diagramme de Casagrande (1948) [d'après Howard (1977), et Dakshanamurthy et Raman (1973)]. CL: Argile à basse limite de liquidité ; ML: Limon à basse limite de liquidité.	80
Figure IV-9 : Définition de la courbe de Bigot.	81

Figure IV-10 : Courbes de Bigot des pâtes étudiées.....	82
Figure IV-11 : Comportement de la calcite, la dolomite, l'illite, la chlorite, la vermiculite, la smectite et la kaolinite au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.....	86
Figure IV-12 : Comportement des plagioclases, de la microcline et de la sanidine au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.	87
Figure IV-13 : Comportement de la trémolite, l'hématite, le diopside, la géhlénite, la wollastonite, la mullite et l'enstatite au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.....	88
Figure IV-14 : Comportement de la wustite, du spinelle, de la cristobalite, du périclase et de l'anhydrite au cours de la cuisson dans les échantillons étudiés.....	89
Figure V-1 : Diagramme ternaire des pâtes étudiées suivant la relation entre les composants sable, limon et argile et leur contrôle sur le tri (a), la porosité (b) et la perméabilité (c), d'après McManus (1988).	94
Figure V-2 : Relation entre l'indice de plasticité des échantillons étudiés et le pourcentage de la fraction < à 2 microns.	95
Figure V-3 : Comparaison entre la fraction argileuse (obtenue par granulométrie lazer) et l'argile totale (obtenue par XRD) des pâtes étudiées avec une indication de leurs natures lithologiques et du rapport fraction argileuse/argile totale (CF/TC).....	96
Figure V-4 : Particules d'illite dépassant 3 μ de diamètre intercalant des oxyde de fer dans un échantillon de Bouchane.....	96
Figure V-5 : Variation des indices de plasticité des échantillons étudiés en fonction de leurs compositions en minéraux argileux avec indication de la lithologie.....	97
Figure V-6 : Phénomènes associés au séchage au cours du temps. 1 = Champs d'intervention de l'eau colloïdale : retrait rapide. 2 = Champs d'intervention de l'eau d'interposition : état solide avec retrait faible et très lent. 3 = L'eau d'interposition continue à intervenir mais sans retrait. 4 = Point d'arrêt de la perte de poids (fin de séchage).....	100
Figure V-7 : Schéma montrant la propagation d'une fracture en milieu à grains fins et homogène (à gauche) et le blocage de sa propagation en milieu à grains grossiers et hétérogène (à droite).....	101
Figure V-8 : Paramètres influençant la porosité des pièces cuites à 1050 °C.....	102
Figure V-9 : Influence de la porosité et de la granulométrie sur les résistances mécaniques des pâtes étudiées.	103
Figure V-10 : Relation entre la résistance mécanique et la teneur en feldspaths (A et B) et la teneur en feldspaths + carbonates (C et D).....	103
Figure V-11 : (A) micrographies MEB d'une fabrique schisteuse de Bouchane montrant les grandes particules d'illite [I] avec une granulométrie > à 5 microns. Le tesson est cuit jusqu'à 800°C et il montre l'oxyde de fer [IO] qui provient de la désintégration de l'illite. (B) A 950 ° C, l'oxyde de fer provenant de l'illite a fondu et a agi comme fluxant et agent de liaison entre les grains.....	104
Figure V-12 : Grains de periclase (tesson cuit à 900°C) avec son analyse EDX.	107
Figure V-13 : (A) Fracture le long du tajine ; (B) Fil métallique qui maintient le tajine.	108
Figure V-14 : (a) "Eclatement de chaux" observé dans un tesson d'Agafay cuit à 950°C; (b) micrographies MEB d'un grain de chaux partiellement silicatisé et (c) d'un grain de périclase (tesson cuit à 1050°C) avec leur analyse EDX (El Boudour El Idrissi et al., 2016b).	110
Figure V-15 : Relation entre la teneur en CaO et la teneur en calcite des échantillons étudiés.	110
Figure V-16 : Hétérogénéité de couleur dans les zones de contact durant la cuisson dans les briques d'Agafay (A) ou dans les vases de Tamsloht (B).....	113
Figure V-17 : Variation de la couleur de deux pâtes humides cuites jusqu'à 1000°C dans un four électrique ; à droite, pâte à teneur élevée en chaux (sédiment de N'Fis) ; à gauche, pâte dépourvue de chaux (colluvions de Talatast).....	113
Figure V-18 : (A) Coeur noir dans un tesson d'Anougat cuit dans un four traditionnel, (B) Migration de la couleur du coeur vers une couleur clair dans un tesson d'Agafay (four traditionnel).....	114
Figure V-19 : (A) Tressillage dans un tajine de Mzouda, (B) Après utilisation dans la cuisson des aliments : résidus nuisant à l'hygiène bloqués dans les fissures.	114
Figure V-20 : (A) Compositions minéralogiques (Strazzera et al., 1997), (B) granulométriques (Winkler, 1954) et (C) chimiques (Fiori et al., 1989) des pâtes étudiées comparées aux matières premières utilisées dans l'industrie italienne (A et C) et dans le domaine des matériaux de construction (B).	115

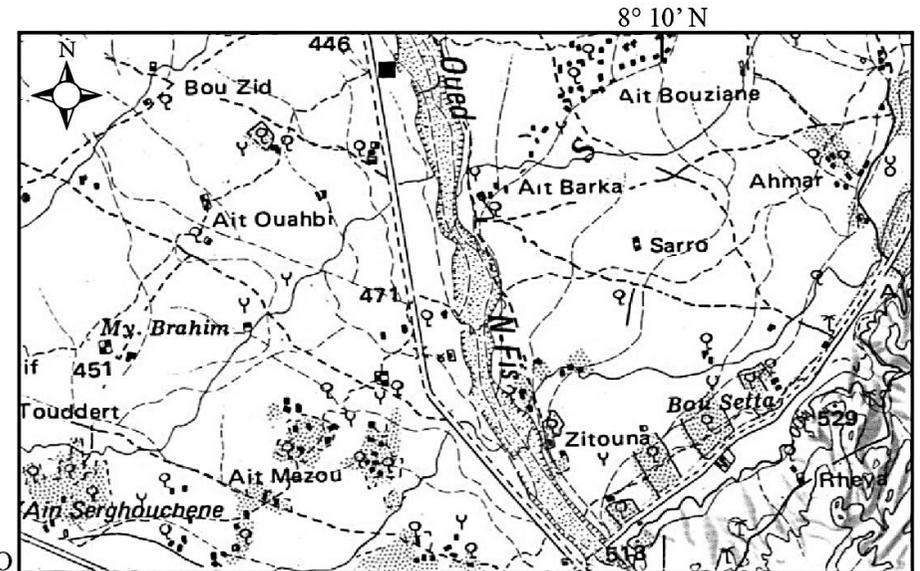
Tableau I-1 : Domaine de température de cuisson et des valeurs de porosité ouverte des différents type de céramiques silicatées (Blanchart, 2014).	7
Tableau I-2 : Classification des phyllosilicates (Guggenheim et al., 2006).	9
Tableau I-3 : Différents types d’eaux liées au processus de séchage.	13
Tableau I-4 : Déshydratation des argiles à la cuisson (Kornmann, 2007).	14
Tableau I-5 : Réaction dans les argiles non calcaire à la cuisson (Kornmann, 2007).	16
Tableau I-6 : Défauts liés à la barbotine (Atkin, 2015).	20
Tableau I-7 : Causes et remèdes des problèmes de glaçures à la cuisson (Atkin, 2015).	23
Tableau II-1 : Données indiquant quelques caractéristiques des sites potiers de la région de Marrakech.	30
Tableau II-2 : Caractéristiques des différents échantillons de matières premières argileuses prélevés dans la région d’étude.	39
Tableau II-3 : Description des formulations de pâtes étudiées.	40
Tableau II-4 : Caractéristique du tamisage et du processus de confection adoptés dans les sites étudiés.	42
Tableau II-5 : Détails du processus du séchage dans les sites étudiés.	44
Tableau II-6 : Détails du processus de cuisson au niveau de chaque site.	45
Tableau II-7: Tableau récapitulatif des procédures de confection dans les sites étudiés.	47
Tableau II-8 : Tableau récapitulatif des défauts rencontrés dans les sites étudiés.	50
Tableau III-1 : Techniques d’analyse et de caractérisations effectuées lors de cette étude.	53
Tableau III-2 : Facteurs correctifs utilisés pour la roche totale et les minéraux argileux.	56
Tableau III-3 : Fiche élaborée pour les mesures servant à tracer la courbe de Bigot.	62
Tableau IV-1 : composition granulométrique des pâtes étudiées (en %).	68
Tableau IV-2 : Résultats de l’analyse calcimétrique des pâtes étudiées.	69
Tableau IV-3 : Composition minéralogique des pâtes étudiées (en %).	72
Tableau IV-4 : Composition minéralogique de l’argile totale des pâtes étudiées (en %).	74
Tableau IV-5 : Composition chimique en éléments majeurs des pâtes étudiées (en %).	77
Tableau IV-6 : Limites d’Atterberg en % avec les indices de plasticité correspondants.	80
Tableau IV-7 : Pourcentages des différents types d’humidité et du taux de retrait obtenues à partir de la courbe de Bigot.	83
Tableau IV-8 : Tableau de mesure de la porosité à partir de la densité et de l’eau d’interposition.	84
Tableau IV-9 : Retraits à la cuisson, porosités apparentes et résistances mécaniques à la compression et à la flexion des éprouvettes cuites à 1050°C.	85
Tableau VI-1 : Lien entre certaines propriétés des pâtes des terres cuites et le type de produits.	119
Tableau VI-2 : Résumés des défauts et de leurs remèdes dans les sites étudiées.	121
Tableau VI-3 : Comparaison des valeurs de résistances mécaniques avec ceux de la norme française (Kornmann, 2009b).	122

ANNEXES

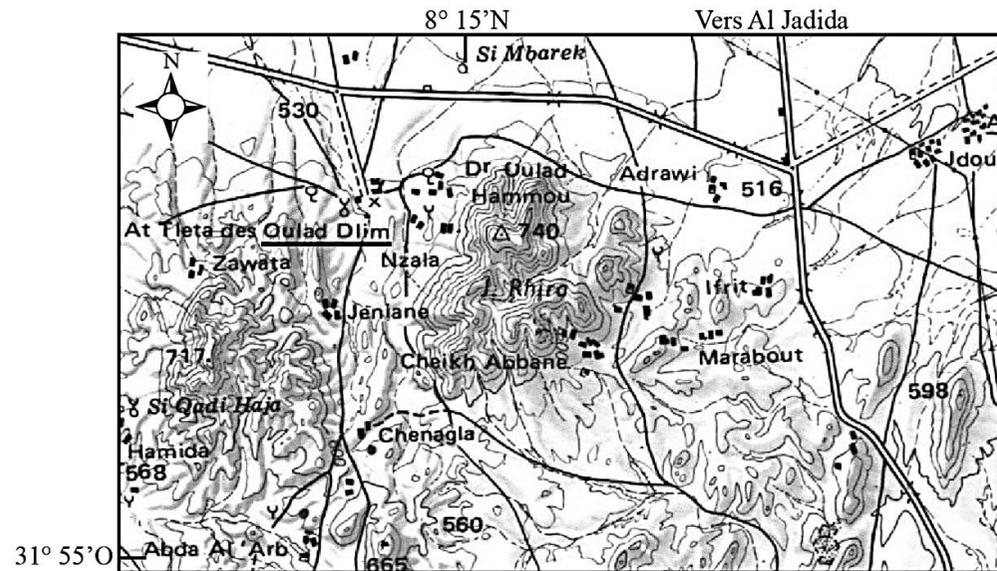
ANNEXE 1 : LOCALISATION DES SITES POTIERS ETUDIES



Localisation du site potier de Bouchane à douar Bouchrite (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Sebt des Brikyine).



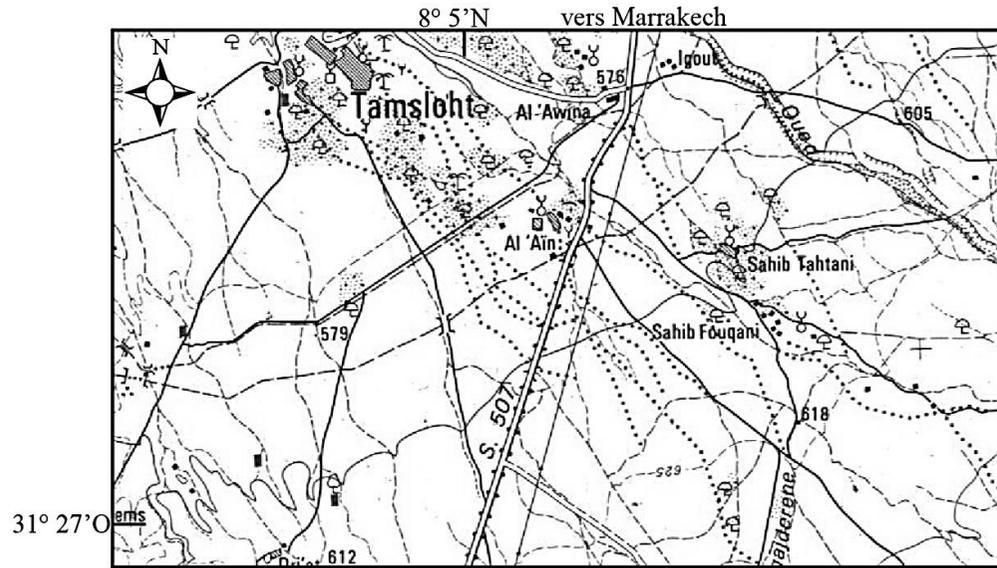
Localisation du site potier d'Agafay à douar Draoua (carré noir) (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Marrakech Ouest).



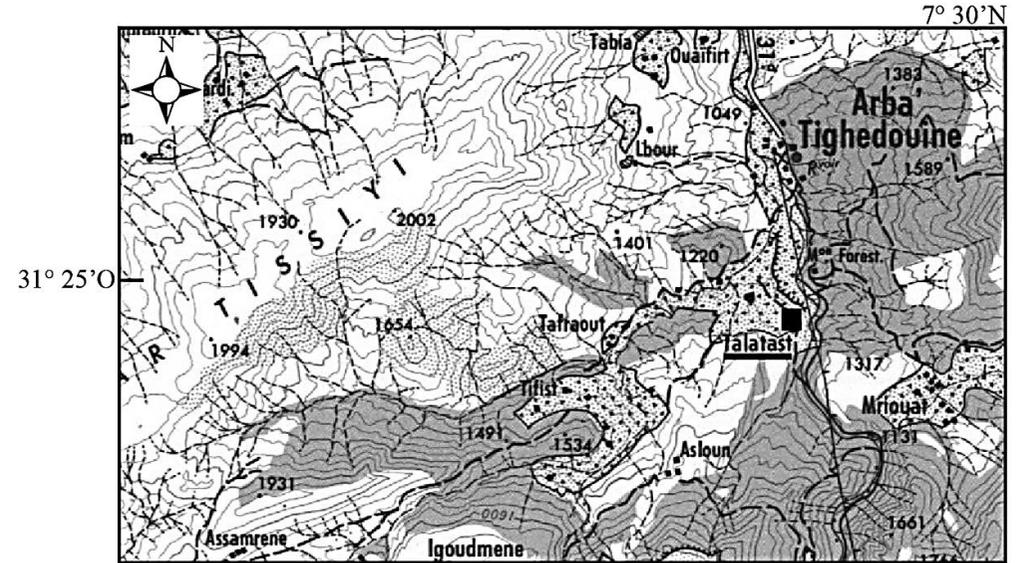
Localisation géographique du site d'Oulad Dlim (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Marrakech Ouest).



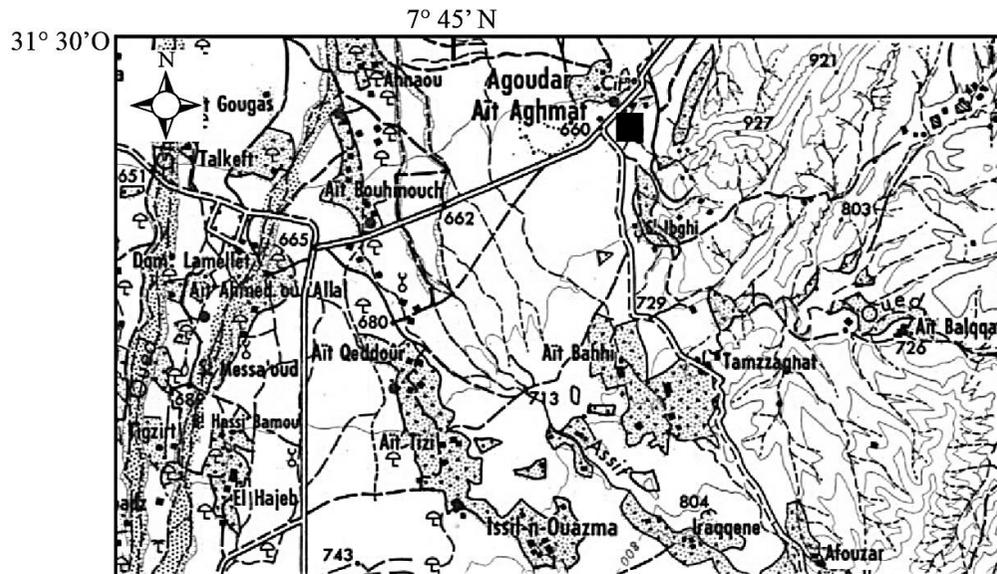
Localisation du site potier de Saada (carré noir) (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Marrakech Ouest).



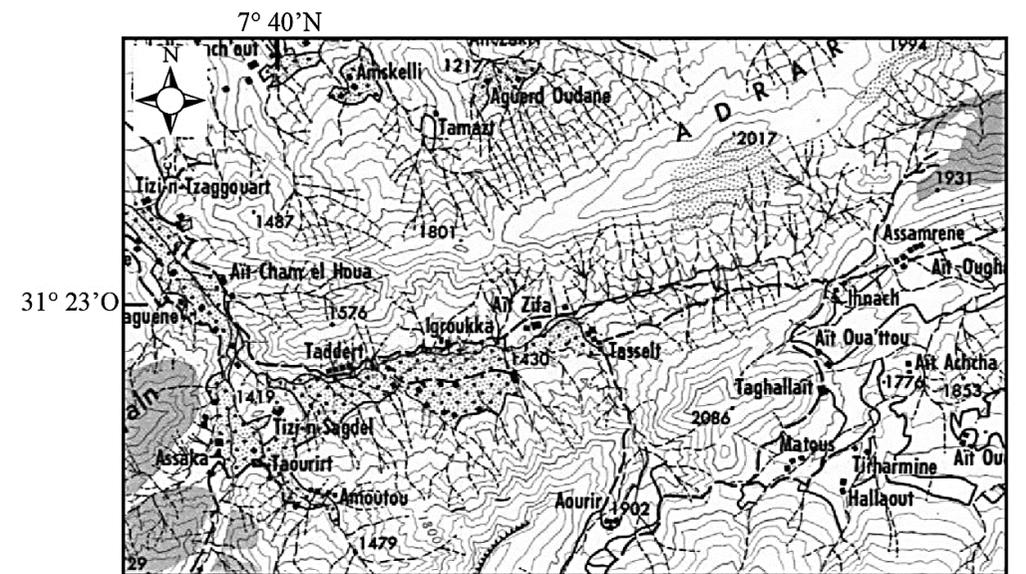
Localisation du site de Tamsloht (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Amezmit).



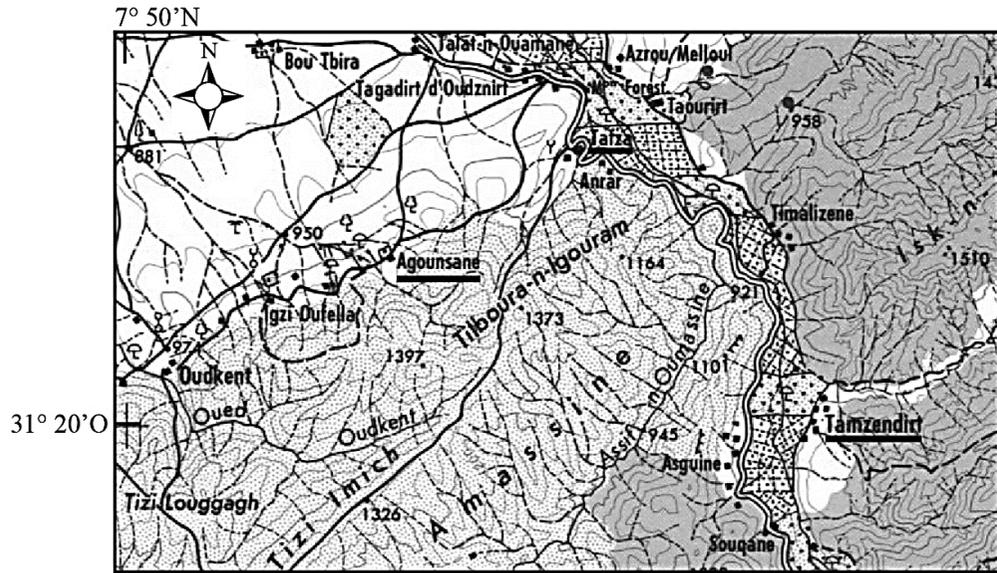
Localisation du site de Talatast (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Oukaïmeden - Toubkal).



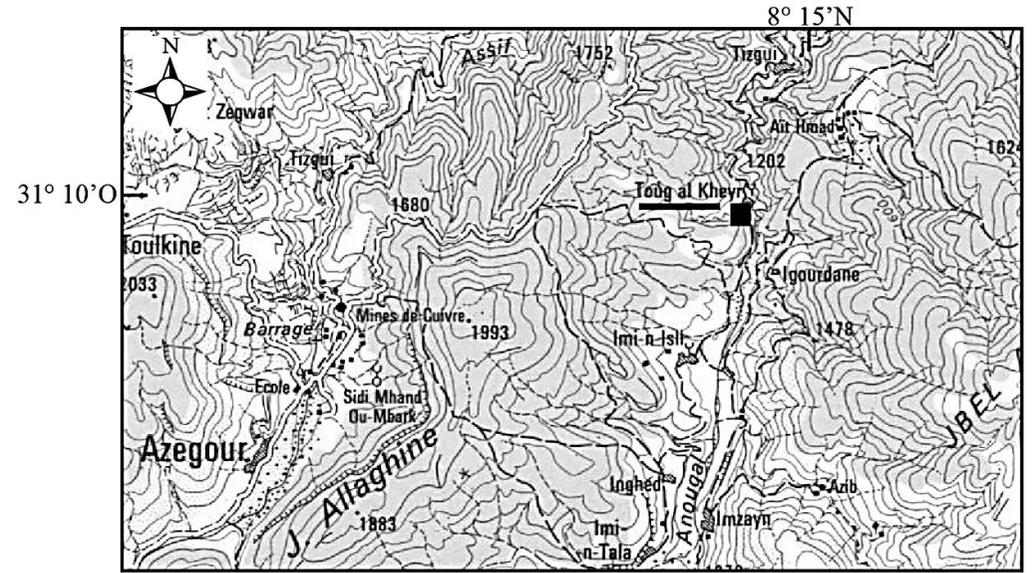
Localisation du site de Tamazouzt (carré noir) (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Oukaïmeden - Toubkal).



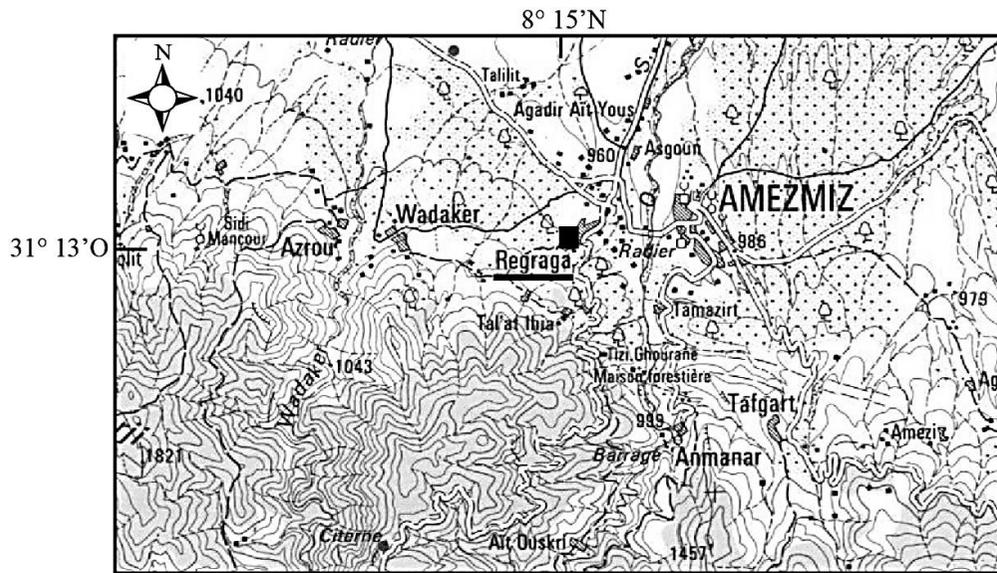
Localisation du site d'Ait Bousaid à Douar Ait Zifa au centre de la carte (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Oukaïmeden - Toubkal).



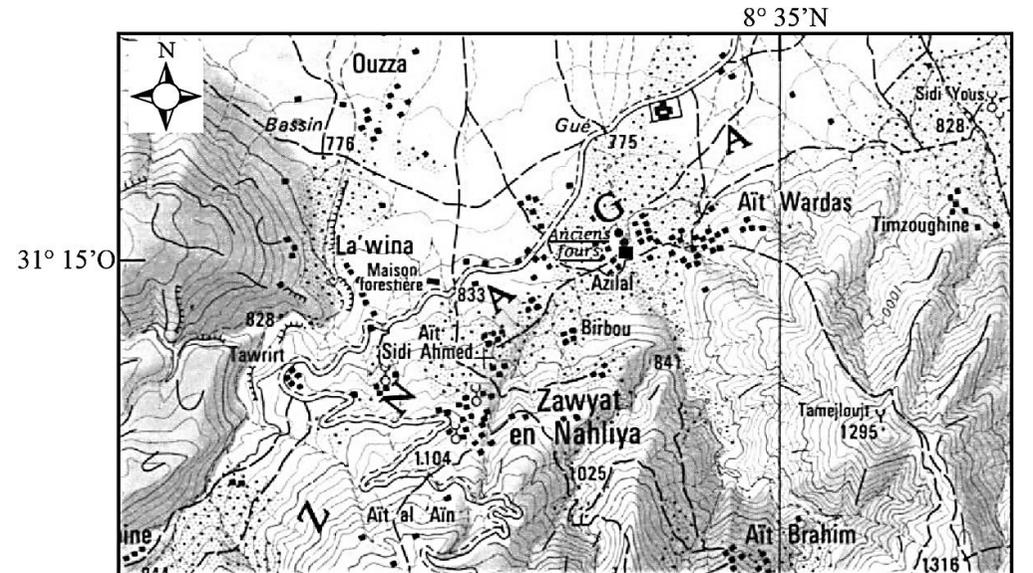
Localisation des quartiers potiers d'Ourika (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Oukaïmeden - Toubkal).



Localisation du site d'Anougal à Toug Al Khayr (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Amez Miz).



Localisation du site d'Amez Miz à Douar Regraga (Carte topographique du Maroc 1/100 000 ; feuille Amez Miz).



Localisation des quartiers potiers de Mzouda (Carte topographique du Maroc 1/50 000 ; feuille Addouz).

ANNEXE 2 : COMPOSITIONS DES ECHANTILLONS BRUTS
CONSTITUANT LES PATES COMPOSEES DE PLUS D'UNE
MATIERE PREMIERE ARGILEUSE

Composition granulométrique (en %) des échantillons bruts constituant les pâtes composées de plus d'une matière première argileuse.

Lithologie	Matière première	Sable	Limon	Argile
Sol	OD ₁	37	28	36
Schiste	OD ₂	51	23	26
Schiste	OD ₃	67	18	14
Sol	Bo ₁	47	30	23
Schiste	Bo ₂	61	23	16
Colluvion	Mz ₁	35	34	31
Sable	Mz ₂	54	32	13
Argilite	Mz ₃	12	23	65
Sédiment limoneux	Mz ₄	39	46	14
Colluvion	Mz ₅	46	31	23
Sable	Mz ₆	79	10	11
Argilite	AB ₁	46	16	38
Argilite	AB ₂	77	7	16
Colluvion	Our ₁	48	24	28
Sédiment limoneux	Our ₂	5	33	62
Argilite	Our ₃	9	38	53
Schiste	Am ₁	53	28	19
Sol	Am ₂	49	26	25
Schiste	Am ₃	70	18	12
Schiste	An ₁	60	23	18
Schiste	An ₂	60	20	19

Composition minéralogique des échantillons bruts constituant les pâtes composées de plus d'une matière première argileuse (en %).

Lithologie	Matière première	Argile totale	Quartz	Feldspath-K	Plagioclase	Calcite	Dolomite	Hématite	Diopside	Amphibole	Anhydrite
Sol	OD ₁	48	31	4	5	6	-	-	5	-	1
Schiste	OD ₂	54	25	5	5	-	1	2	8	-	1
Schiste	OD ₃	46	29	7	5	-	1	1	9	-	2
Sol	Bo ₁	47	26	6	12	-	-	-	7	-	1
Schiste	Bo ₂	40	26	4	17	1	-	-	11	-	2
Colluvion	Mz ₁	54	36	4	2	1	1	2	-	-	-
Sable	Mz ₂	47	44	-	7	-	-	-	-	-	2
Argilite	Mz ₃	60	13	9	3	2	7	4	-	-	1
Sédiment limoneux	Mz ₄	49	39	3	5	1	1	-	-	-	1
Colluvion	Mz ₅	34	51	4	10	-	1	-	-	-	1
Sable	Mz ₆	14	57	26	1	-	1	1	-	-	-
Argilite	AB ₁	41	42	4	11	1	-	-	-	-	-
Argilite	AB ₂	47	27	4	16	1	-	4	-	-	1
Colluvion	Our ₁	37	26	12	19	1	1	2	-	2	1
Sédiment limoneux	Our ₂	50	23	6	5	6	6	3	-	-	-
Argilite	Our ₃	49	32	5	5	1	1	4	-	-	1
Schiste	Am ₁	32	37	7	16	5	1	1	-	-	1
Sol	Am ₂	49	25	4	14	2	1	2	-	-	1
Schiste	Am ₃	41	34	6	14	1	1	2	-	-	2
Schiste	An ₁	44	36	5	10	1	-	1	-	-	2
Schiste	An ₂	47	32	7	9	1	1	1	-	-	2

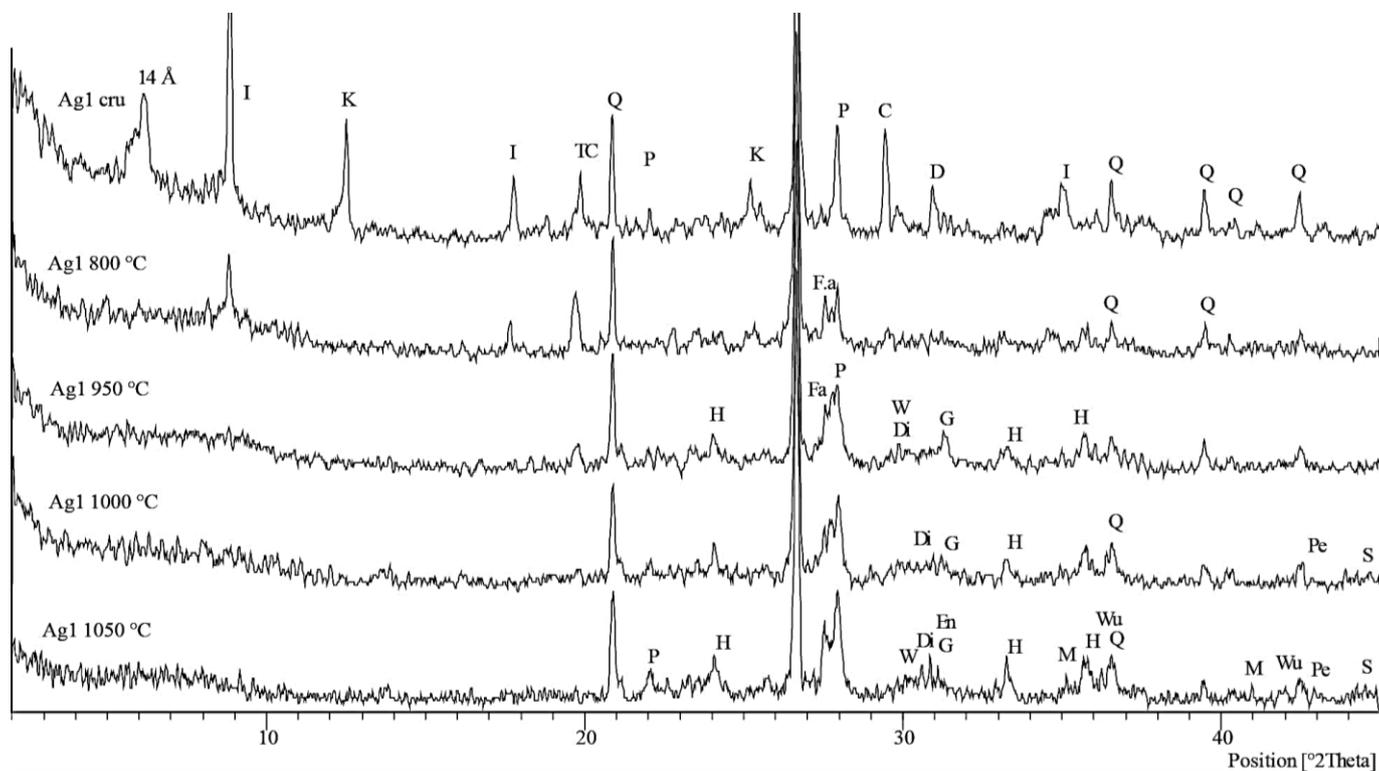
Composition minéralogique de l'argile totale des échantillons bruts constituant les pâtes composées de plus d'une matière première argileuse (en %).

Lithologie	Matière première	Illite	Kaolinite	Chlorite	Vermiculite	Smectite	Interstratifiés smectitique	Int. non smectitique	Pyrophyllite-talc	Sepiolite - palygorskite	Argile totale
Sol	OD ₁	24	8	-	5	5	4	-	-	-	48
Schiste	OD ₂	28	11	-	5	6	4	-	-	-	54
Schiste	OD ₃	24	8	-	6	5	3	-	-	-	46
Sol	Bo ₁	37	3	-	-	-	7	-	-	-	47
Schiste	Bo ₂	33	4	-	1	1	-	-	-	-	40
Colluvion	Mz ₁	12	14	5	-	8	14	-	-	-	54
Sable	Mz ₂	46	-	-	3	1	-	-	-	-	47
Argilite	Mz ₃	46	4	-	-	-	-	8	-	-	60
Sédiment limoneux	Mz ₄	29	5	-	-	9	5	-	-	-	49
Colluvion	Mz ₅	15	12	-	-	-	7	-	-	-	34
Sable	Mz ₆	7	2	1	-	2	2,3	-	-	-	14
Argilite	AB ₁	27	5	-	-	-	-	9	-	-	41
Argilite	AB ₂	17	4	-	-	-	-	26	-	-	47
Colluvion	Our ₁	15	5	1	-	2	2	4	8	-	37
Sédiment limoneux	Our ₂	30	6	6	2	2	3	-	-	-	50
Argilite	Our ₃	23	14	3	-	-	-	-	9	-	49
Schiste	Am ₁	20	3	-	5	2	-	2	-	-	32
Sol	Am ₂	29	6	-	7	4	-	3	-	-	49
Schiste	Am ₃	14	9	-	3	10	-	5	-	-	41
Schiste	An ₁	37	2	-	3	-	-	2	-	-	44
Schiste	An ₂	37	3	-	2	1	-	3	-	-	47

Composition chimique en éléments majeurs des échantillons bruts constituant les pâtes composées de plus d'une matière première argileuse (en %).

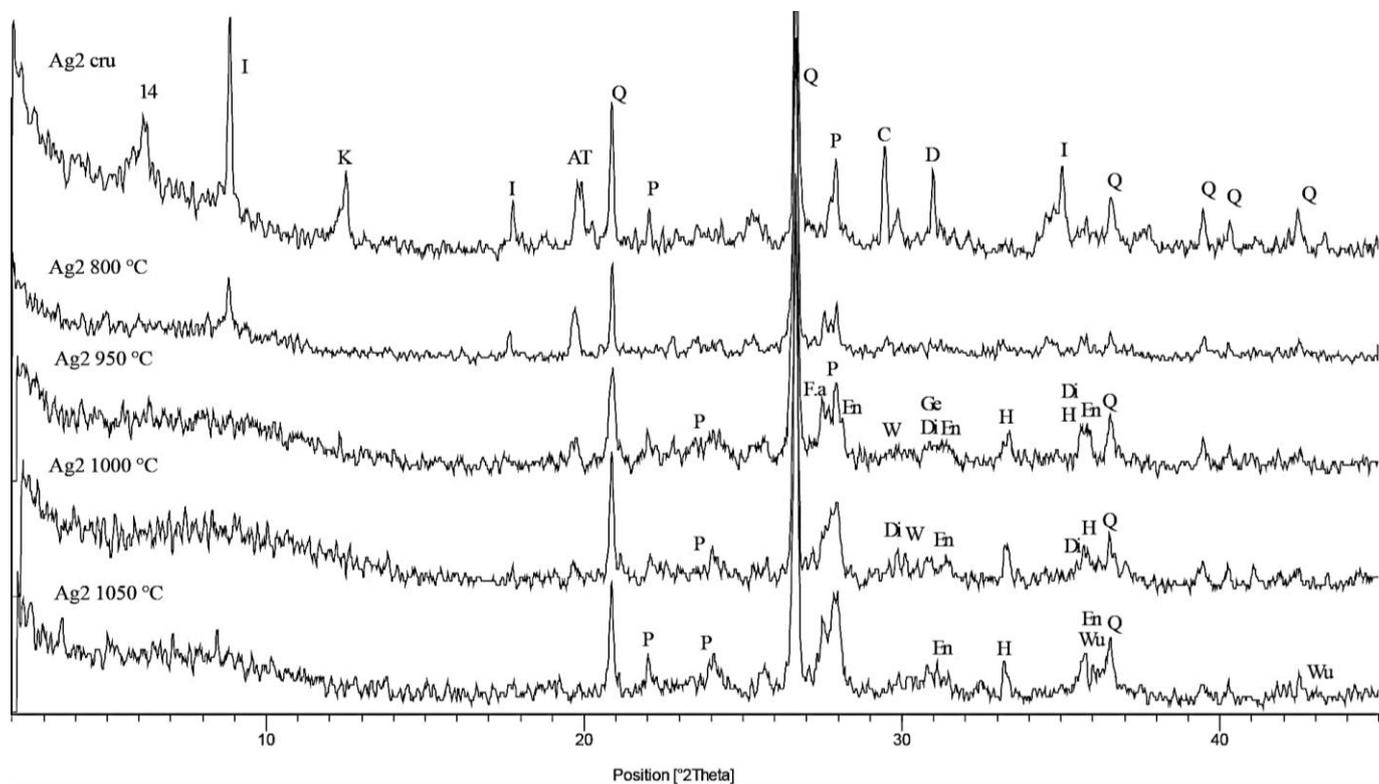
Lithologie	Matière première	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	LOI ₅₅₀	LOI ₅₅₀₋₉₅₀	LOI _{totale}
Sol	OD ₁	62.5	13.5	6.1	3.4	1.8	1.3	0.5	0.8	0.1	0.2	6.3	3.7	10.0
Schiste	OD ₂	57.2	19.9	7.0	0.6	3.5	1.1	0.4	1.0	0.1	0.1	6.6	2.4	9.0
Schiste	OD ₃	56.4	21.5	6.6	0.5	3.9	1.3	0.3	1.0	0.1	0.1	5.5	2.7	8.2
Sol	Bo ₁	62.2	17.6	7.0	1.1	3.1	1.6	1.0	0.8	0.1	0.5	3.5	1.6	5.1
Schiste	Bo ₂	58.5	19.8	7.2	1.2	3.8	2.0	1.6	0.9	0.1	0.2	2.3	2.3	4.6
Colluvion	Mz ₁	63.3	16.2	6.6	0.6	1.8	1.2	0.2	0.8	0.04	0.04	7.5	1.8	9.3
Sable	Mz ₂	68.2	18.2	2.7	0.1	5.7	0.9	0.1	0.8	0.02	0.1	0.8	2.3	3.1
Argilite	Mz ₃	49.8	17.6	8.6	3.4	5.1	3.9	0.2	0.7	0.1	0.1	5.2	5.4	10.5
Sédiment limoneux	Mz ₄	68.3	18.3	1.6	0.3	4.5	0.7	0.1	0.8	0.0	0.02	3.1	2.1	5.3
Colluvion	Mz ₅	69.8	13.9	5.2	0.4	2.0	0.8	0.3	0.9	0.1	0.04	5.0	1.6	6.6
Sable	Mz ₆	85.8	6.4	1.3	0.5	2.9	0.3	0.1	0.6	0.02	0.2	1.3	0.6	1.9
Argilite	AB ₁	62.7	17.2	6.8	0.5	2.6	1.3	1.0	0.8	0.1	0.1	4.7	2.1	6.8
Argilite	AB ₂	58.9	19.1	7.8	0.7	3.7	2.4	1.5	0.9	0.1	0.2	2.8	1.8	4.7
Colluvion	Our ₁	63.5	14.2	6.2	1.1	1.9	0.9	1.6	0.7	0.1	0.1	7.9	1.9	9.8
Sédiment limoneux	Our ₂	51.0	17.8	6.9	6.1	3.6	3.8	0.6	0.9	0.2	0.2	5.7	3.4	9.1
Argilite	Our ₃	58.6	19.9	7.0	0.3	3.5	1.7	0.4	1.2	0.03	0.2	5.5	1.8	7.3
Schiste	Am ₁	55.1	17.3	8.1	3.9	2.2	1.6	1.1	1.0	0.1	0.1	5.6	4.0	9.6
Sol	Am ₂	57.6	19.0	7.7	1.0	2.5	1.2	0.9	1.0	0.1	0.1	6.7	2.1	8.8
Schiste	Am ₃	55.8	20.7	7.8	0.7	3.1	1.6	1.0	0.9	0.8	0.1	5.0	2.4	7.4
Schiste	An ₁	58.4	19.6	7.0	0.5	3.4	1.2	1.1	0.8	0.1	0.01	6.2	1.9	8.1
Schiste	An ₂	57.7	19.9	7.2	0.5	3.5	1.2	1.1	0.9	0.1	0.01	6.0	2.0	8.0

ANNEXE 3 : DIFFRACTOGRAMMES DES PATES
CUITES A DIFFERENTES TEMPERATURES



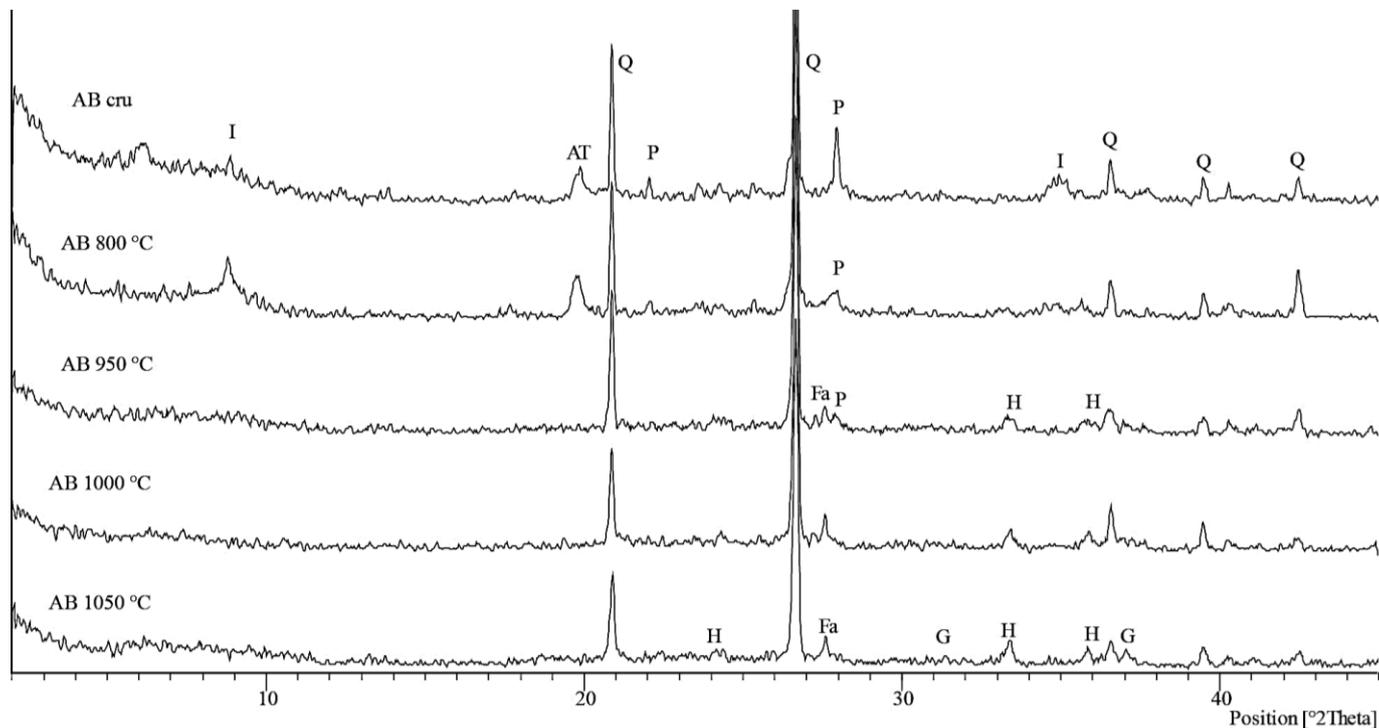
Spectres XRD de l'échantillon Ag1 cuit à différentes températures.

C : Calcite, D : Dolomite, Di : Diopside, En : Enstatite, Fa : Feldspath alcalin, G : Gehlénite, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, M : Mullite, P : Plagioclase, Pe : Périclase, Q : Quartz, S : Spinelle, TC : Argile totale, W : Wollastonite, Wu : Wustite.



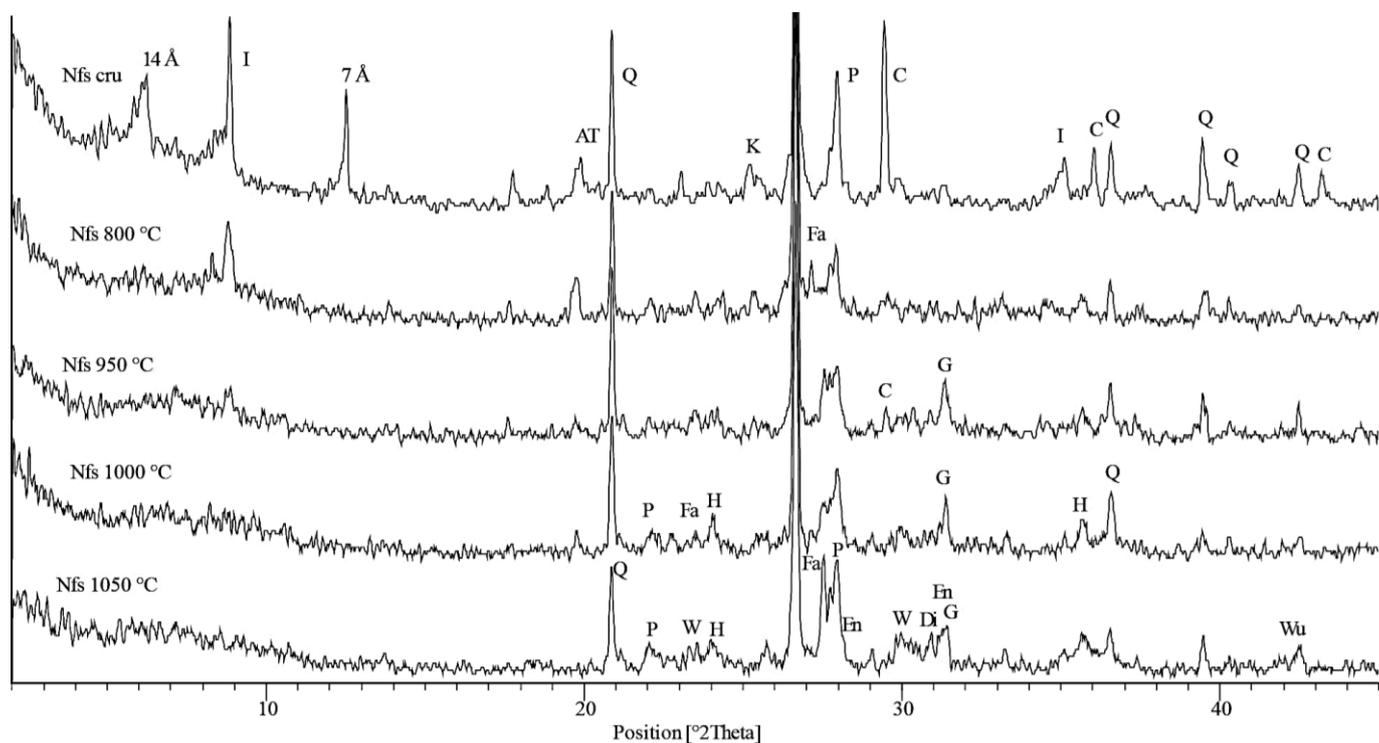
Spectres XRD de l'échantillon Ag2 cuit à différentes températures.

C : Calcite, D : Dolomite, Di : Diopside, En : Enstatite, Fa : Feldspath alcalin, Ge : Gehlénite, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, P : Plagioclase, Q : Quartz, AT : Argile totale, W : Wollastonite, Wu : Wustite.



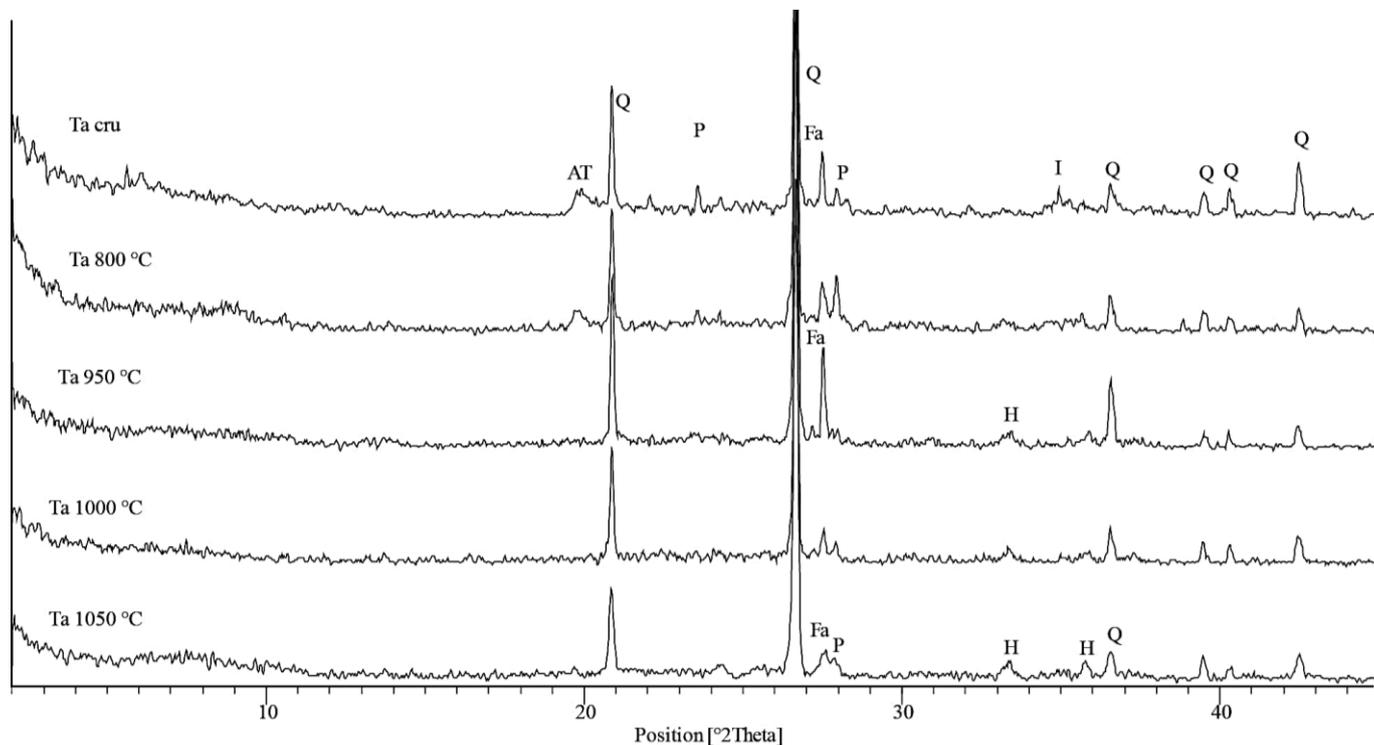
Spectres XRD de l'échantillon AB cuit à différentes températures.

C : Calcite, Fa : Feldspath alcalin, G : Gehlénite, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, P : Plagioclase, Q : Quartz, TC : Argile totale.



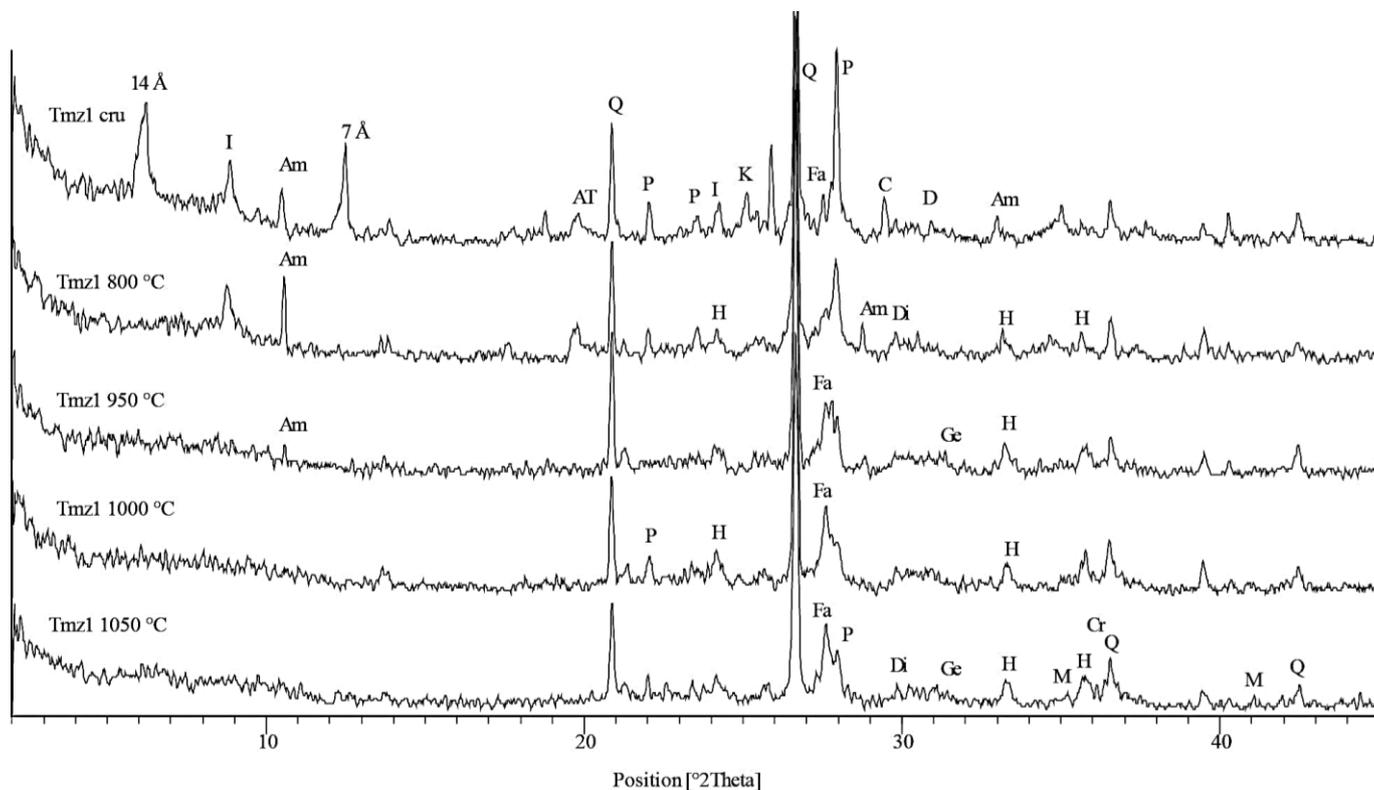
Spectres XRD de l'échantillon Nfs cuit à différentes températures.

C : Calcite, Di : Diopside, En : Enstatite, Fa : Feldspath alcalin, G : Gehlénite, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, M : Mullite, P : Plagioclase, Q : Quartz, S : Spinelle, AT : Argile totale, W : Wollastonite, Wu : Wustite.



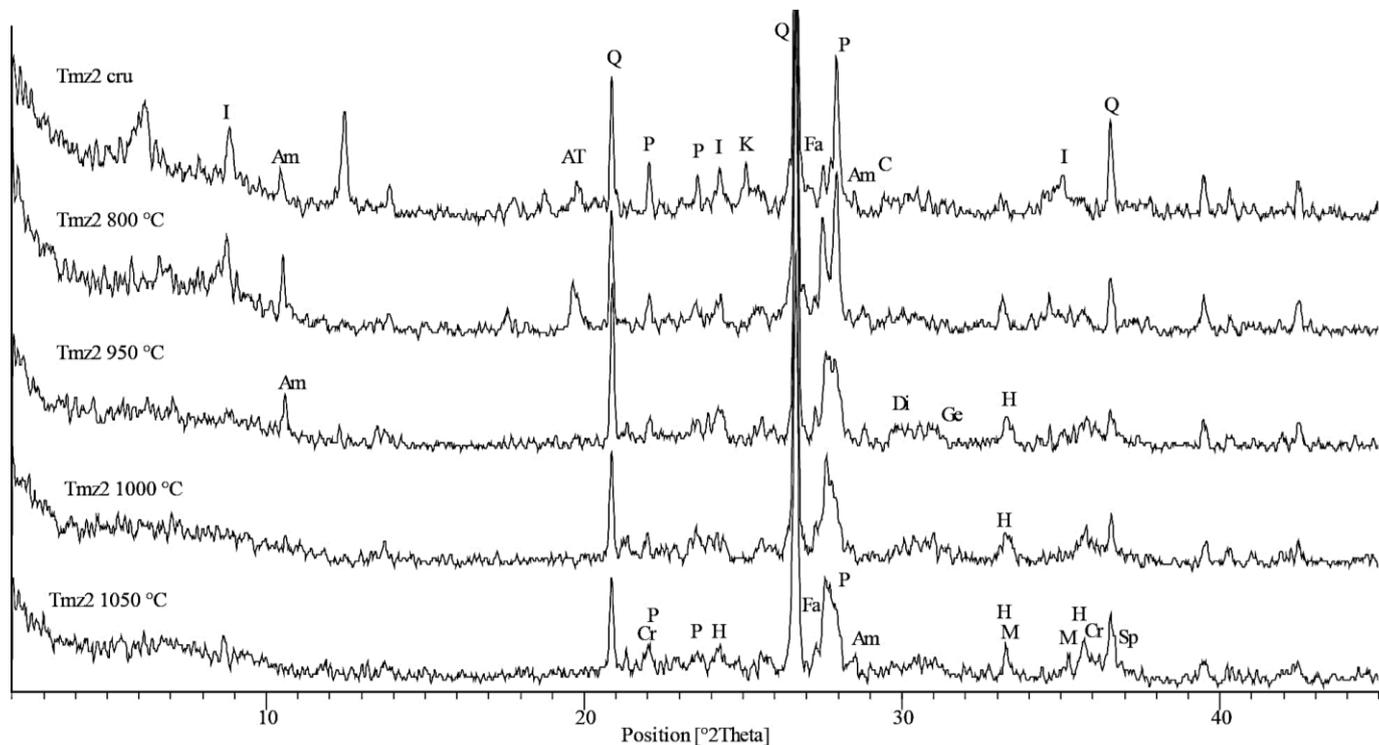
Spectres XRD de l'échantillon Ta cuit à différentes températures.

C : Calcite, Fa : Feldspath alcalin, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, P : Plagioclase, Q : Quartz, S : Spinelle, AT : Argile totale.



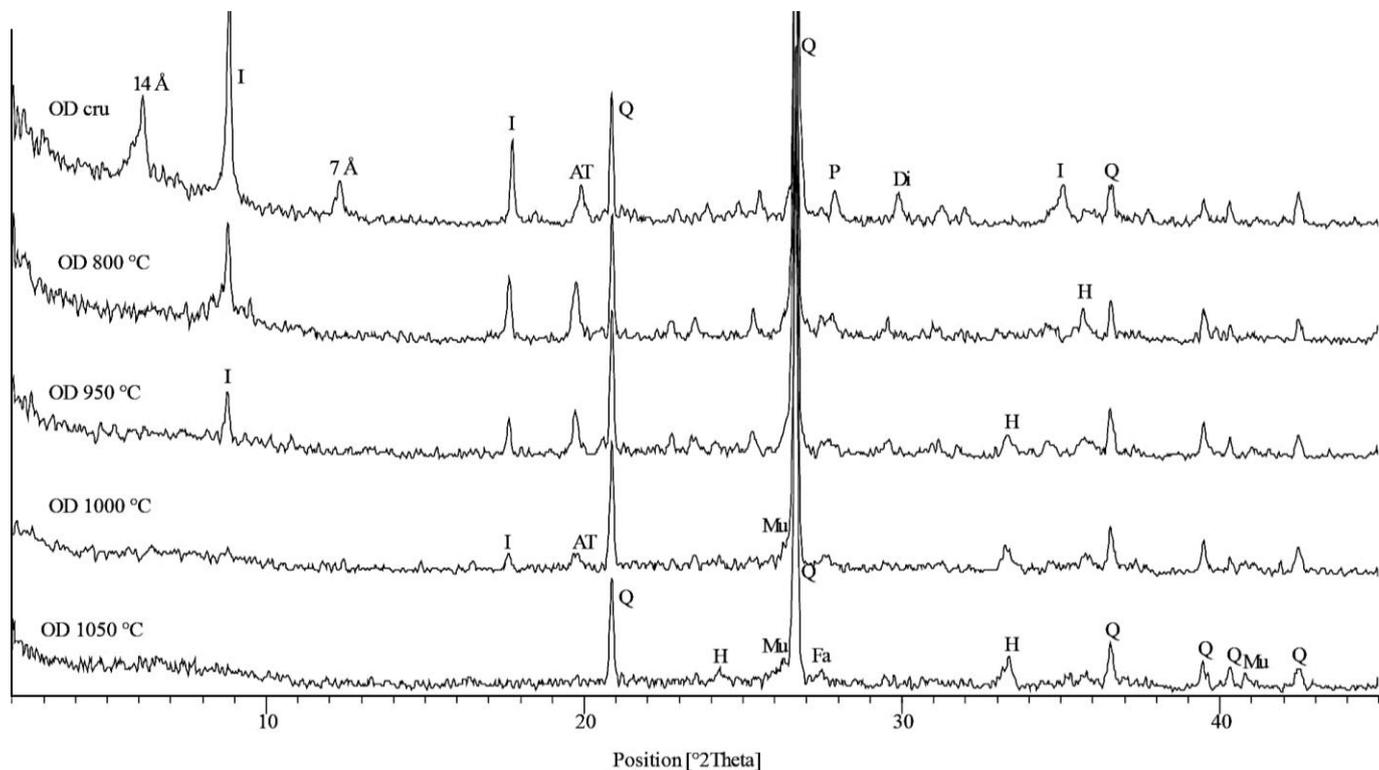
Spectres XRD de l'échantillon Tmz1 cuit à différentes températures.

Am : Amphibole, C : Calcite, Cr : Cristobalite, D : Dolomite, Di : Diopside, Fa : Feldspath alcalin, G : Gehlénite, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, M : Mullite, P : Plagioclase, Q : Quartz, AT : Argile totale.



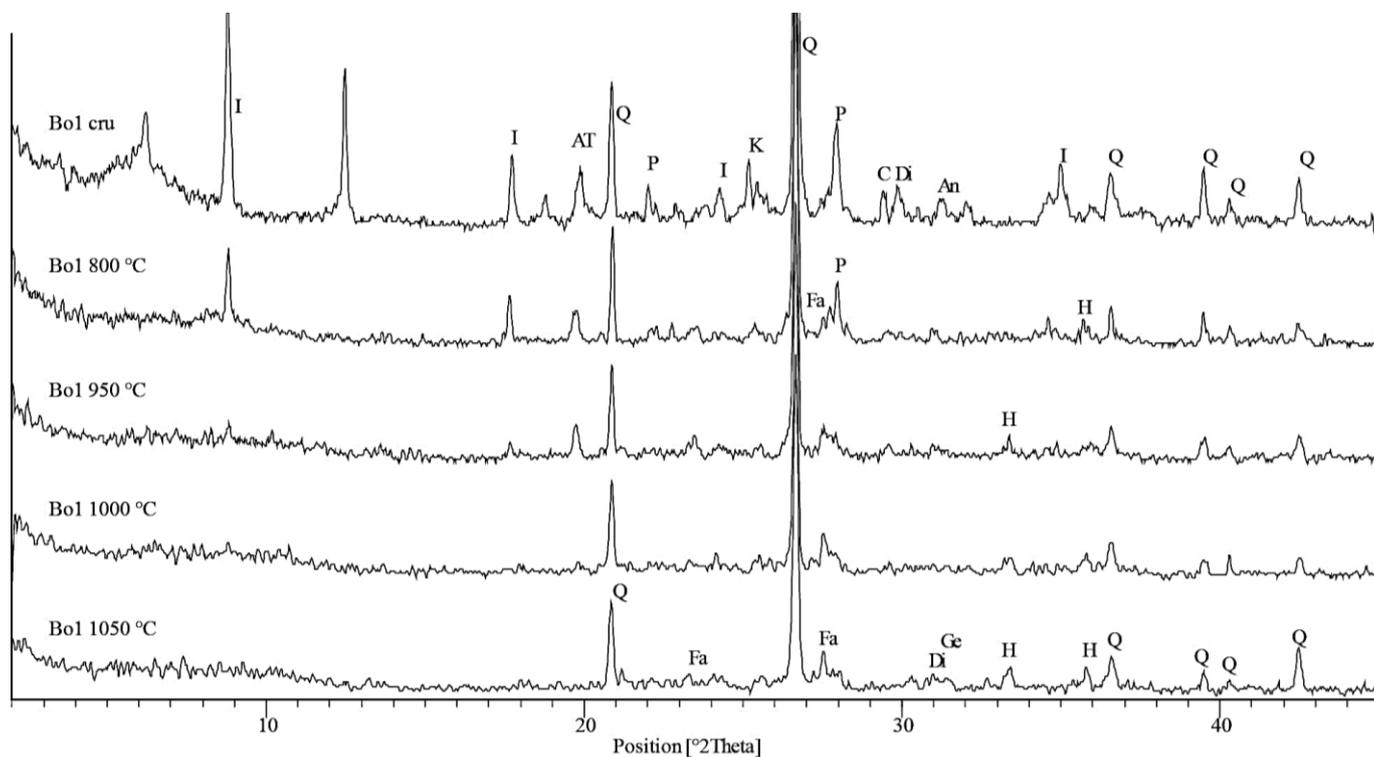
Spectres XRD de l'échantillon Tmz2 cuit à différentes températures.

Am : Amphibole, C : Calcite, Cr : Cristobalite, Di : Diopside, Fa : Feldspath alcalin, Ge : Gehlénite, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, M : Mullite, P : Plagioclase, Q : Quartz, S : Spinelle, AT : Argile totale.



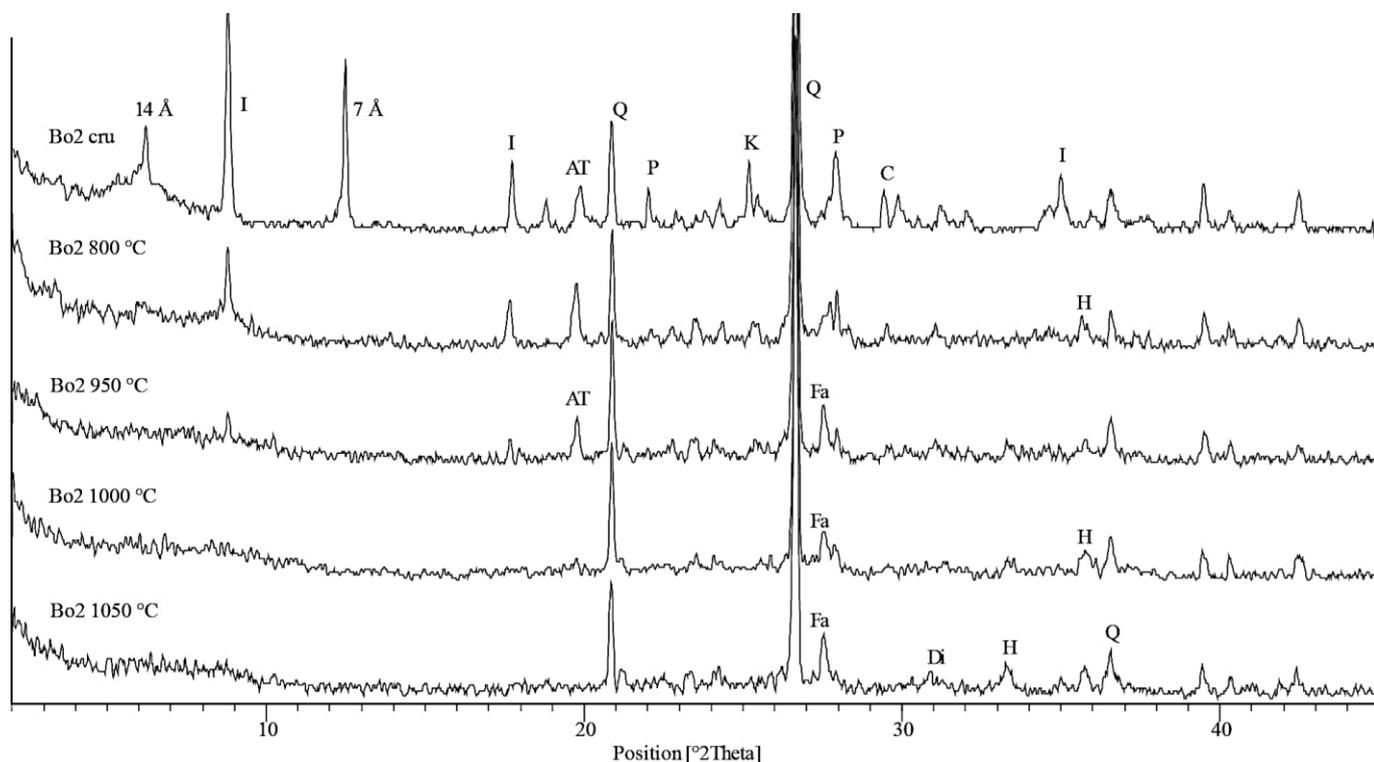
Spectres XRD de l'échantillon OD cuit à différentes températures.

Di : Diopside, Fa : Feldspath alcalin, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, M : Mullite, P : Plagioclase, Q : Quartz, AT : Argile totale.



Spectres XRD de l'échantillon Bo1 cuit à différentes températures.

An : Anhydrite, C : Calcite, Di : Diopside, Fa : Feldspath alcalin, Ge : Gehlénite, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, P : Plagioclase, Q : Quartz, S : Spinelle, AT : Argile totale.



Spectres XRD de l'échantillon Bo2 cuit à différentes températures.

C : Calcite, Fa : Feldspath alcalin, H : Hématite, I : Illite, K : Kaolinite, P : Plagioclase, Q : Quartz, AT : Argile totale.