



## **Caractérisation physico-chimique d'une argile Marocaine [Physico-chemical characterization of a morrocan clay]**

**A. Qlihaa, S. Dhimni\*, F. Melrhaka, N. Hajjaji, A. Srhiri**

*Laboratoire de Matériaux, Electrochimie et Environnement.*

*Faculté des Sciences, Université Ibn Tofail de Kénitra, BP 133, 14000 Kénitra, Maroc*

*Received 04 Nov 2015, Revised 15 Feb 2016, Accepted 02 Mar 2016*

*\*Corresponding author. E-mail: Souad DHIMNI E-mail: [souad\\_dhimni@yahoo.fr](mailto:souad_dhimni@yahoo.fr), Tél 0663054088*

### **Abstract**

This work concerned the physicochemical characterization and the identification of a natural Moroccan clay from the area of oriental middle atlas of Morocco, "Missour, Boulemane province". The analyses by X-rays diffraction, x-ray fluorescence per Infra-red like by microscopic observations using scanning and transmitting microscope, The results obtained  $SiO_2/Al_2O_3=3,2$  is an index characterizing the free Quartz. The PUTS analysis showed the presence of clay layers dispersed in form of sticks and some clusters of aggregates which can be due to the presence of carbonates within clay. The semi-quantitative analysis by EDAX, shows the presence of chemical elements If, Al, Mg, Fe, K, P, S, plus a great amount of silicon due to the large presence of Quartz.

*Keywords:* Clay, characterization, X-rays diffraction, x-ray fluorescence, Infra-red.

### **Résumé**

Ce travail a pour objectif la caractérisation et l'identification d'une argile marocaine naturelle de la région du moyen Atlas oriental du Maroc, "Missour, province de Boulemane". Les analyses ont été réalisées par diffraction X, par fluorescence X par Infrarouge ainsi que par des observations microscopiques au microscope à balayage et en transmission. Les résultats obtenus montrent que cette argile est un mélange de Kaolinite, de Quartz en proportion très importante, et de Calcite. Par analyses chimiques élémentaires, nous avons noté que les constituants prédominants sont : la silice, la Calcite et l'aluminium. Le rapport  $SiO_2/Al_2O_3=3,2$  est un indice caractéristique du Quartz libre. L'analyse MET a montré la présence de feuillettes d'argiles dispersées sous forme de bâtonnets et quelques amas d'agrégats qui peuvent être dû à la présence de carbonates au sein de l'argile. L'analyse semi-quantitative par EDAX, montre la présence d'éléments chimiques Si, Al, Mg, Fe, K, P, S, Ca. A noter une forte présence de silicium due à la présence majoritaire du Quartz.

*Mots clés:* Argile, caractérisation, diffraction X, fluorescence, IR.

### **1. Introduction**

Les argiles occupent une place prépondérante dans l'ensemble des roches sédimentaires. Les roches argileuses sont formées de mélanges de minéraux argileux, auxquels viennent s'associer des minéraux allogènes (Quartz, feldspaths, micas, minéraux lourds) ou authigènes (anatase, sulfates, etc.). Les minéraux argileux commencent seulement à être bien connus ; c'est les résultats des progrès techniques, en particulier des méthodes : analyses thermiques différentielles et surtout les rayons X, permettant de déterminer la structure des minéraux. La disposition des atomes dans les feuillettes élémentaires des minéraux argileux est la seule base possible d'une classification [1]. Dans les ouvrages de référence, différentes définitions d'argile sont proposées. Par exemple, Eslinger&Peaver définissent les argiles comme un minéral qui domine dans la fraction fine < 2 microns des

roches et des sols. Par contre, Weaver regroupe tous les minéraux phyllosilicatés sans aucune connotation de taille et propose d'utiliser le terme de "physils" pour éviter les confusions [2].

Les propriétés minéralogiques et physico-chimiques des argiles suscitent un intérêt particulier dans beaucoup d'applications dont le traitement des eaux, peinture, barrière pour les polluants, adsorbant, catalyseur, etc. (Grim ; Moore et Reynolds ; Bergaya et Lagaly). L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par leur abondance dans la nature, leur bas coût, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangeabilité des cations interfoliaires. Le comportement des argiles dans le cadre de l'interaction argile/polluant (Brigatti et al; Bereket et al; Auboiron) explique les nombreux travaux concernant les réactions d'échanges dans le système argile-eau [3].

Les argiles jouent alors divers rôles par leurs propriétés physico-chimiques particulières; par leurs charges négatives, elles fixent les cations sous la forme échangeable; avec la matière organique elles contribuent à une organisation structurale favorable à la circulation de l'eau et de l'air; par leur capacité d'absorber de l'eau entre les feuillets (Argiles gonflantes). Toutes ces propriétés font de l'argile un matériau d'une qualité exceptionnelle [4].

Plusieurs travaux antérieurs à travers le monde ont montré que des minéraux argileux de smectite, de montmorillonite, de bentonite, d'Illite, de vermiculite, de Kaolinite ou encore de sépiolite ont des capacités d'adsorption des métaux lourds dans les effluents et les eaux contaminées. Récemment, des études conduites sur des mélanges d'argiles naturelles ont montré leur efficacité pour l'élimination de certains ions dans des solutions aqueuses synthétiques. Le paramètre le plus important, contrôlant l'adsorption des métaux lourds relevé dans la littérature est le pH [5].

En effet cette étude a été menée pour évaluer le potentiel d'argiles disponibles localement dans la région du moyen Atlas oriental du Maroc (Missour) province de Boulemane, non encore identifiées. L'objectif donc de ce travail est d'effectuer une caractérisation physico-chimique et minéralogique de cette argile en vue de conclure sur la possibilité de l'utiliser dans la dépollution et le traitement des eaux usées industrielles comme adsorbant des métaux lourds.

## **2. Matériels et méthodes**

### **2.1. Préparation de l'échantillon argileux**

- **Source**

L'échantillon a été prélevé au niveau de la région de moyen Atlas oriental du Maroc, "la région de Missour, province de Boulemane".

- **Concassage, Séchage et broyage**

L'échantillon prélevé a subi les opérations unitaires suivantes :

- Concassage des roches de l'échantillon en morceaux par un mortier,
- Séchage dans l'étuve pendant 24 h ( $T = 65^{\circ}\text{C}$ ),
- Broyage des morceaux de l'échantillon argileux dans un broyeur,
- Tamisage de la poudre de l'échantillon (Tamis de  $50\mu\text{m}$ ).

### **2.2. Détermination du pH**

La détermination du pH est nécessaire pour quantifier l'apport de l'acidité lorsque le solide est en contact avec la solution. Une solution à 10% d'argile m/v est préparée avec de l'eau distillée, le mélange est laissé reposer 4h à  $25^{\circ}\text{C}$ , pour permettre aux ions de passer en solution. la solution d'argile obtenue est homogénéisée par un agitateur magnétique. La lecture est faite directement sur un pH-mètre HANNA [6].

### **2.3. Taux d'humidité**

La mesure du taux d'humidité consiste à déterminer la masse d'eau éliminée par le séchage d'un matériau humide jusqu'à l'obtention d'une masse constante à une température de  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$  pendant 24 heures, La masse du matériau après l'étuvage est considérée comme la masse des particules solides ( $m_s$ ). La détermination du taux d'humidité a été calculée à partir du rapport de la masse de l'eau ( $m_{\text{eau}}$ ) sur la masse des particules solides ( $m_s$ ). Celui-ci donne la teneur en eau de l'échantillon analysé comme cela a été proposé par CALLAUD M.J. [7] :

$$H (\%) = (m_{\text{eau}}/m_s) * 100 = (m_t - m_s / m_s) * 100$$

$m_{\text{eau}}$  : masse d'eau (g)

$m_s$  : masse de l'échantillon sec (g)

$m_t$  : masse de l'échantillon humide (g)

#### 2.4. Densité

La mesure de la densité apparente de l'échantillon étudié a été réalisée par la détermination du volume d'une masse  $m$  de l'échantillon à l'aide d'un pycnomètre.

$$\text{Densité} = \text{Masse du volume de l'échantillon} / \text{masse du même Volume d'eau}$$

#### 2.5. Indice de gonflement

Par la mise en suspension, l'argile peut fixer une quantité notable d'eau, ce qui a pour effet d'écartier les uns des autres en traduisant ainsi un gonflement.

Nous remplissons une éprouvette graduée de 100 ml avec 50 ml d'eau distillée et nous ajoutons 0,5 g d'argile. Après 45 min, nous ajoutons encore 0,5 g d'argile. Après 2H, on note le volume de gonflement. L'indice de gonflement est mesuré par la formule suivante [8] :

$$\text{Indice de gonflement (\%)} = (\text{volume de gonflement} * 50) / (50 - \text{humidité})$$

#### 2.6. Colloïdalité

Cette propriété est liée à la présence de charges négatives à la surface de chaque grain d'argile. Le caractère colloïdal se traduit par le recouvrement de chaque grain d'argile par une double couche d'ions hydrosoluble de charges opposées. La colloïdalité a été mesurée par la mise en suspension d'une quantité d'argile donnée, en ajoutant 0,2g de MgO pour permettre la défloculation, après une agitation de 5 min, le mélange est placé dans une éprouvette graduée. Après 24h nous mesurons le volume  $V$  (ml) occupé par le surnageant. La colloïdalité est mesurée par la formule suivante [9] :

$$C (\%) = 100 - V$$

#### 2.7. Porosité

La détermination de la porosité permet d'évaluer le pourcentage du vide dans le matériau. Elle est due alors à la présence dans la structure du solide des pores, de canaux et des cavités de différentes dimensions. Elle influence la diffusion des molécules à l'intérieur des solides.

Nous procédons par mettre dans une éprouvette de 10 ml un volume d'un solide de masse  $M_1$ , nous ajoutons du méthanol  $M_2$  jusqu'à atteindre le volume de 2 ml dans l'éprouvette. La porosité ( $P$ ) est déterminée par la formule suivante [9]:

$$P = V_1 / V_t = \{ [(M_2 - M_1) / \rho_{\text{méthanol}}] - V_2 \} / V_t$$

Avec :  $\rho_{\text{méthanol}} = 0,79 \text{ g/cm}^3$

$V_t = 2 \text{ ml}$ .

#### 2.8. Capacité d'échange cationique

Les argiles ont la propriété de fixer de façon réversible certains cations contenus dans les solutions environnantes. La capacité d'échange de cations (CEC) correspond au nombre de charges négatives susceptibles de fixer des cations de cette manière. Elle est exprimée en centimols par kg ( $\text{cmol kg}^{-1}$ ), qui est une traduction dans le système international de parts des milliéquivalents par 100 g (MEQ), qui ont été traditionnellement utilisés pendant des décennies. Les cations ne peuvent être échangés s'ils sont faiblement liés aux surfaces externes ou internes (Espaces entre les couches de cristaux) [10].

#### 2.9. Diffractométrie des rayons X (DRX)

Les phases cristallines ont été identifiées par diffraction au rayons X sur des poudres avec un diffractomètre Brüker D5000 à monochromateur arrière en graphite, fonctionnant sous une tension de 40 kV et une intensité de

50 mA avec la radiation CuK $\alpha$  comme source de rayonnement et piloté par un ordinateur muni du logiciel Diffracplus D version 2.2.

### **2.10. Perte au feu**

La perte en poids exprimée en (%) est la perte de poids d'un échantillon après calcination à 1100°C, rapportée au poids initial. Il permet de connaître la quantité des produits susceptibles de se décomposer ou de se volatiliser au cours de la cuisson. La perte au feu a été mesurée par la mise d'une quantité d'argile dans un creuset en porcelaine préalablement taré, soit son poids P<sub>1</sub>. Le creuset est mis dans un four, avec augmentation progressive de la température jusqu'à 1000 °C pendant 1h. Le creuset a ensuite été retiré et mis dans un dessiccateur pour refroidir et pesé, soit son poids P<sub>2</sub> [11].

La valeur de la perte au feu est donnée par la relation suivante :

$$\text{PAF} = (P_1 - P_2/P_1) * 100$$

### **2.11. Microscope électronique à transmission (MET)**

L'utilisation du MET a été faite dans le but de compléter la caractérisation minéralogique. Elle permet d'avoir une connaissance plus approfondie de la composition de la phase phylliteuse et de préciser la morphologie, la micro texture et la structure des phases en présence. Le MET permet de mieux connaître les phases présentes, et aussi avoir une idée sur la forme et l'arrangement mutuel des particules [12]. L'étude MET a été effectuée sur l'argile à l'état naturel au sein du centre « UATRS » au CNRST à Rabat.

### **2.12. Microscope électronique à balayage**

L'observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB) présente l'avantage de nous permettre de visualiser des surfaces, et de mettre en évidence des détails d'une grande finesse surtout pour caractériser les espaces inter et intra granulaires (le premier espace entre les grains et au sein de la phase de liaison, le deuxième est dans les grains constitutifs). L'observation au MEB a été réalisée à la plateforme Matériaux des UATRS, CNRS.

### **2.13. Fluorescence X**

L'analyse chimique élémentaire de l'échantillon d'argile a été effectuée à l'aide d'un Spectromètre à fluorescence X de type « Axion », à dispersion de longueur d'ondes 1 kW, Ce type d'Analyse chimique a été réalisée aux laboratoires des UATRS, CNRST.

### **2.14. Infrarouge**

Les spectres infrarouge à transformée de FOURIER (IRTF) ont été effectués à l'aide d'un appareil de type VERTEX 70 dans la gamme des longueurs d'onde de 400 cm<sup>-1</sup> à 4000 cm<sup>-1</sup>; la résolution spectrale est de 4,0 cm<sup>-1</sup>. Les pastilles ont été réalisées à partir d'un mélange intime d'échantillon tamisé à 100  $\mu$ m (1 mg) et de bromure de potassium (100 mg) sous une pression de 4,5 10<sup>8</sup> Pa.

## **3. Résultats et Discussions**

### **3.1. Paramètres physico-chimiques**

Le tableau 1 réunit les valeurs des différents paramètres relatifs à notre échantillon d'argile. Nous remarquons que la valeur du pH de 8,21, révèle la basicité de l'échantillon d'argile [13] qui serait due aux sels solubles et à caractère basique comme les carbonates et bicarbonates alcalins ou les silicates, et qui rentrent généralement dans la composition de l'argile. Nous constatons que la valeur du taux d'humidité est faible, cela explique le caractère non hygroscopique et confirme la faible valeur de la porosité, démontrant que notre échantillon est considéré comme très peu poreux.

La valeur de la colloïdalité, 9,8 %, explique la faible ionisation des particules entrant dans la constitution de l'argile [8].

La perte au feu correspond à la perte de masse d'une poudre portée au four à 1000°C, dans notre cas nous trouvons une valeur élevée de l'ordre de 20,97%, cette dernière peut être en relation avec la présence de minéraux carbonatés et silicatés.

La baisse de masse à 1000°C de minéraux argileux est due à la perte de l'eau adsorbée et à la déshydroxylation du phyllosilicate [14], ce qui confirme les analyses de Fluorescence X et de diffraction X qui ont montré la présence de Calcite et de silice.

**Tableau 1 :** Paramètres physico-chimiques de l'échantillon argileux

Paramètres	pH	H %	C %	D	IG %	P	PEF %
Valeurs	8,21	1,41	9,8	1,38	47,54	0,73	20,97

Avec : H : Taux d'Humidité, C : Colloïdalité, D : Densité, IG : Indice de Gonflement, P : Porosité, PEF : Perte au feu.

### 3.2. Capacité d'échange cationique CEC

La fixation de cations est due à l'existence d'une charge structurale négative de l'argile, le tableau 2 représente les valeurs des CEC pour les principales espèces minéralogiques couramment rencontrées [15]. La capacité d'échange cationique (CEC) de l'échantillon d'argile analysée est de 16,55 meq/100g, cette valeur est plus faible que celles de Smectite (Montmorillonite). De plus, elle est en parfaite accord avec le nombre faible de cations interfoliaires ( $2,3\text{Mg}^{2+}$ ,  $0,37\text{Na}^+$  et  $1,37\text{K}^+$ ) [10].

D'après le tableau 2, cette valeur est comprise dans le domaine correspondant à l'Illite et le Chlorite, (10-40), on constate alors que notre échantillon argileux contient des Illites, Ceci est conforme avec les résultats de la diffraction X qui montre la présence d'un pic intense d'Illite.

**Tableau 2 :** Valeurs des CEC des principales espèces minéralogiques

Echantillons	Echantillons Ca CEC (meq/100gr)
<b>Kaolinite</b>	<b>1-3</b>
<b>Illite</b>	<b>10-40</b>
<b>Montmorillonite</b>	<b>80-150</b>
<b>Vermiculite</b>	<b>100-150</b>
<b>Chlorite</b>	<b>10-40</b>

### 3.3. Fluorescence X

L'analyse chimique élémentaire du matériau utilisé a été réalisée au Laboratoire UATRS du CNRST à Rabat. D'après le tableau 3, les résultats indiquent que les constituants prédominants sont la Silice, le Calcium et l'Aluminium.

**Tableau 3:** Composition chimique élémentaire de l'échantillon argileux

Elément	SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O
% massique	38,1	16,4	11,8	3,81	3,41	2,8	1,65	0,571	0,499
Elément	TiO <sub>2</sub>	SrO	MnO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>	O	Si	Ca	Al	C
% massique	0,39	0,087	0,036	0,022	50,1	17,8	11,7	6,22	5,42
Elément	Fe	Mg	K	S	Na	P	Ti	Cl	Sr
% massique	2,39	2,3	1,37	1,12	0,37	0,24	0,23	0,09	0,073
Elément	Mn	I	Zr	Rb					
% massique	0,022	0,017	0,016	0,005					

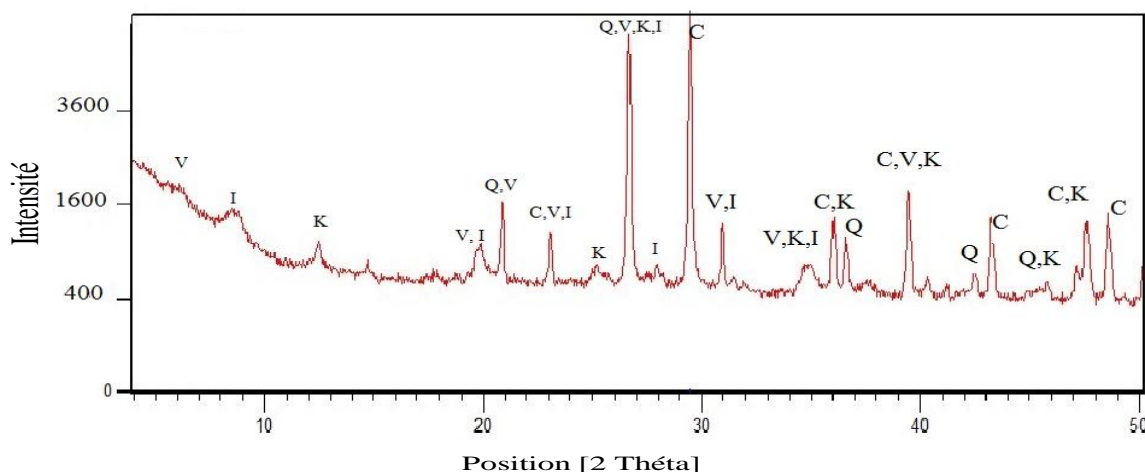
Le pourcentage de la Silice et de l'Aluminium est très important, ceci indique la présence de Kaolinite (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>). Ainsi que pour le Calcium qui est relativement élevé, donc ce matériau est riche en Calcite (CaCO<sub>3</sub>). Le rapport Alumine/Silice, renseigne sur la perméabilité du matériau vis-à-vis de l'humidité, plus ce

rapport est grand plus la perméabilité est importante [16]. Dans notre cas, ce rapport est petit  $Al_2O_3/SiO_2=0,30$ , Cette faible valeur est en accord avec le faible pourcentage d'humidité (1,41 %) estimé par la perte au feu (voir tableau 3) [16]. Le rapport molaire  $SiO_2/Al_2O_3=3,2$  (substitution maximale de  $Si^{4+}$  par  $Al^{3+}$ ) est supérieure à la valeur classique des bentonites qui est de 2,7. Cette différence indique la présence de Quartz libre dans la fraction argileuse en grande proportion [3]. La composition globale des autres oxydes ( $Fe_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $K_2O$  et  $Na_2O$ ) atteint un pourcentage de 9,31 ce qui montre que notre argile n'est pas pure [17].

### 3.4. Diffraction des rayons X :

Les diffractogrammes ont été obtenus à partir des échantillons désorientés (placés directement sous forme de poudre dans un porte-échantillon classique). Le diagramme des RX de l'argile brute est illustré par la figure 1. L'analyse spectrale indique qu'elle est composée de Quartz( $SiO_2$ ), Calcite( $CaCO_3$ ), Kaolinite ( $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ), Illite [ $(K,H_3O)Al_2Si_3AlO_{10}(OH)_2$ ]et vermiculite [ $(Mg,Al)_3(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2,4H_2O$ ]. Il révèle principalement la présence de deux pics intenses, l'un correspond à la Calcite et l'autre à un mélange de Quartz, Illite, Kaolinite et Vermiculite, ce qui implique que notre argile est hétérogène.

Ces résultats sont en parfait accord avec les observations au MEB et au MET. La fraction argileuse de notre matériau est constituée de Quartz et de Calcite comme impureté majeure dans notre échantillon, cela confirme les résultats de la Fluorescence X qui montre des proportions élevées de  $SiO_2$  (Quartz) et de Calcite.



**Figure 1 :** Diffractogramme X de l'argile brute, avec K = Kaolinite, I = Illite, Q = Quartz, C= Calcite, V= Vermiculite.

### 3.5. Infrarouge (IR)

La spectroscopie Infra Rouge a été utilisée pour compléter l'analyse de l'échantillon d'argile. Les spectres obtenus sont illustrés par la figure 2. On constate:

Deux bandes d'absorption situées entre  $3200-3800\text{ cm}^{-1}$  et entre  $1600-1700\text{ cm}^{-1}$  :

-La bande qui s'étale entre  $1600-1700\text{ cm}^{-1}$  peut être attribuée aux vibrations de valence du groupement OH de l'eau de constitution, en plus des vibrations de liaison de l'eau adsorbée situées à  $1646,2$ .

-La bande qui s'étale entre  $3200-3800\text{ cm}^{-1}$ , située à  $3614,0\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations d'élongation des groupements OH interne.

Les bandes situées entre  $1400$  et  $1500\text{ cm}^{-1}$  sont attribuées aux vibrations de déformation des groupes  $CH_3$  situés à  $1442,6\text{ cm}^{-1}$ [3,18].

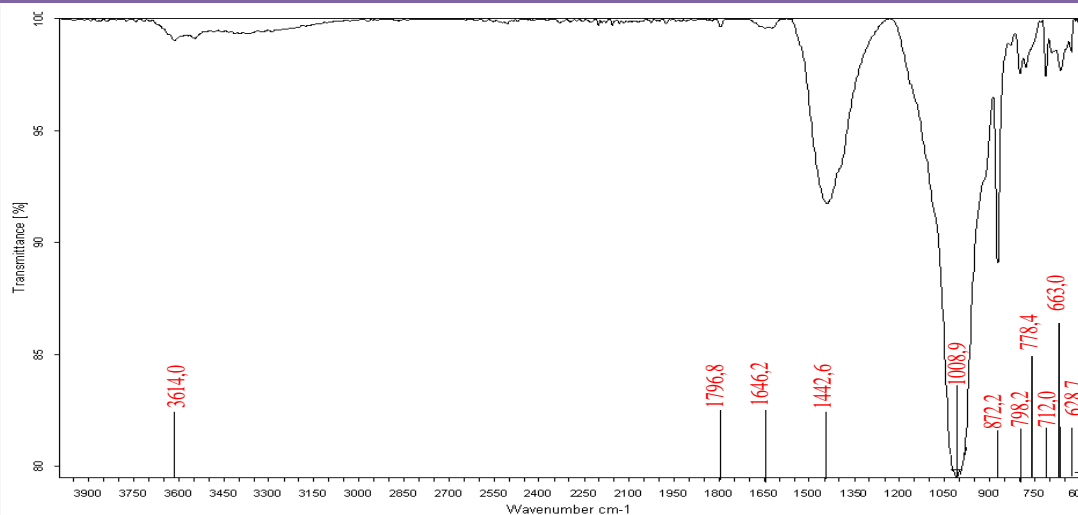
La liaison Si-O est caractérisée par :

- La bande intense située entre  $900-1200\text{ cm}^{-1}$  et centrée vers  $1008,9\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations de valence de la liaison Si-O [19].

Les bandes entre 795 et 748  $\text{cm}^{-1}$ , provenant de la liaison Si-O-Al, font également place à une bande autour de 778,4  $\text{cm}^{-1}$  [19]. Les bandes d'absorption situées à 1008,9  $\text{cm}^{-1}$  sont en accord avec la DRX indiquant la présence de la Kaolinite dans l'argile. Les bandes observées à 798  $\text{cm}^{-1}$  sont attribuables aux vibrations d'élongation des liaisons Si-O-Al et aux hydroxyles perpendiculairement à la surface (OH translationnel) [11]. La bande à 663  $\text{cm}^{-1}$  est caractéristique des vibrations de déformation des hydroxyles dans les minéraux argileux trioctaédriques en général. Néanmoins, les bandes d'absorption à 797 et 779  $\text{cm}^{-1}$  peuvent correspondre au Quartz [20]. La bande 872,6  $\text{cm}^{-1}$  correspond à la présence de carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  [21]. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés à partir de DRX. Ils confirment la présence du Quartz, de la Kaolinite et de l'Illite dans l'argile étudiée. Le tableau 4, regroupe les bandes de vibrations et de déformations issues de la figure 2.

**Tableau 4 :** Principales bandes IR caractéristiques de l'argile brute étudiée.

Les bandes $\text{cm}^{-1}$	Interprétations
3614,0	(3200-3800) $\text{cm}^{-1}$ O-H
1796,8	(1770-1800) $\text{cm}^{-1}$ C=O élongation
1646,2	(1600-1700) $\text{cm}^{-1}$ OH
1442,6	(1400 et 1500) $\text{cm}^{-1}$ CH <sub>3</sub> .
1008,9	(900-1200) $\text{cm}^{-1}$ vibrations d'allongement de Si-O (Kaolinite)
872,6	Liaison C-O carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ )
798,2	Liaisons Si-O-Al
778,4	Quartz
712	Liaison C-O carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ )
663	vibrations de déformation des OH
628,7	Si-OH ou Si-O (déformation) et/ou Al-O (élongation)



**Figure 2:** Spectre Infrarouge de l'argile brute.

### 3.6. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie à balayage permet d'observer la texture de l'échantillon argileux et de caractériser des assemblages minéralogiques. Les images obtenues par la microscopie électronique à balayage de l'échantillon argileux avec des agrandissements différents, sont représentées sur la figure 3. Les particules argileux se présentent sous forme d'amas d'agrégats fines et de plaquettes en forme des bâtonnets aux contours irréguliers (fig.3a, 3d) comme ceci a été montré par le MET. Il s'agit d'une morphologie rencontrée aussi bien pour des Kaolinites mal cristallisées que pour des Illites comme l'a observé Konan [22]. L'image de la figure 3e et en accord avec ce que nous avons obtenu en DRX, il n'y a aucun doute sur la présence de carbonates et de Quartz dans



l'échantillon. Les carbonates (Calcite) se présentent sous forme des agrégats bien visibles et le Quartz se présente sous forme des grains de petite taille [23,24].

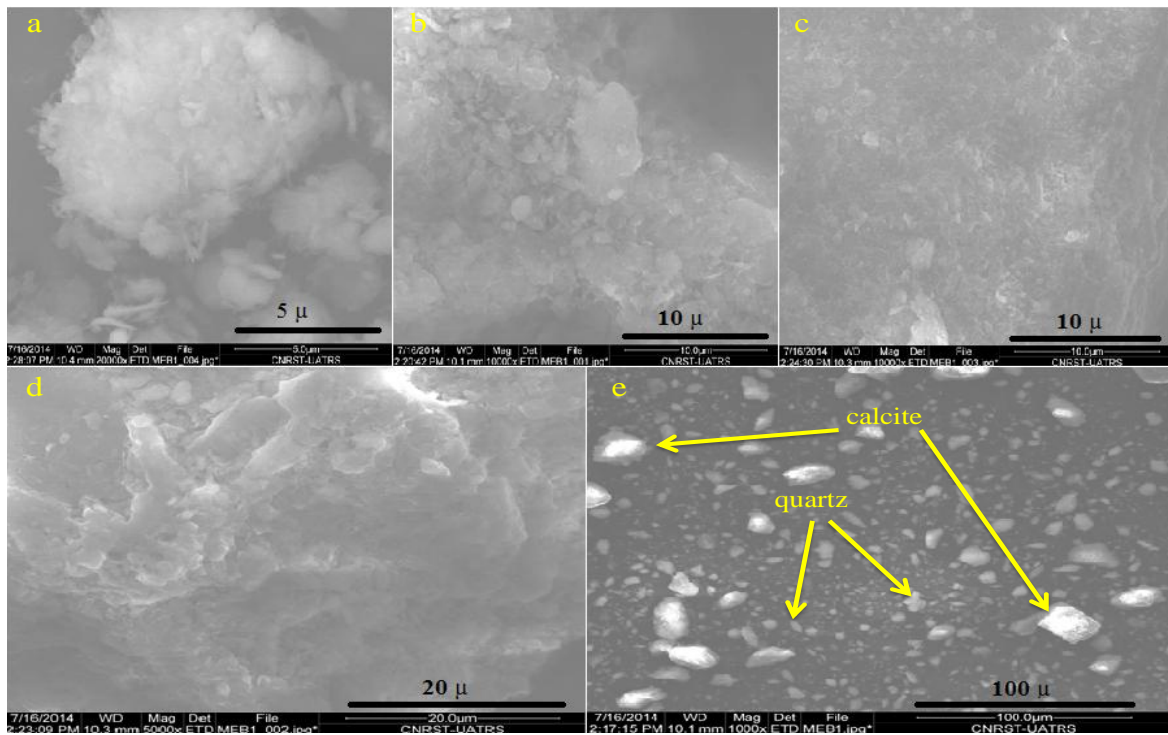


Figure 3a, 3b, 3c, 3d, 3e : Observations au microscope électronique à balayage de l'argile brute.

### 3.7. Microscopie électronique à transmission (MET)

Les images de microscopie électronique en transmission (Fig4) montrent la présence de feuillets d'argiles aléatoirement dispersés soit sous forme allongés ou enroulés et sous forme de bâtonnets. Nous pouvons observer également quelques amas d'agrégats qui peuvent être dûs à des impuretés au sein de l'argile. La taille des grains estimée à partir de ces images est de l'ordre de 1 micromètre.

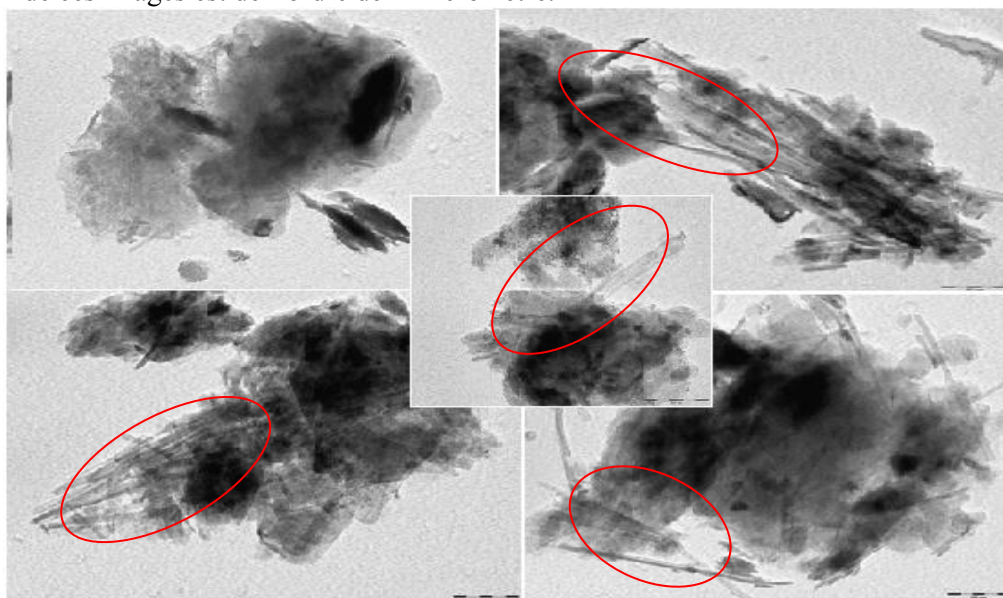
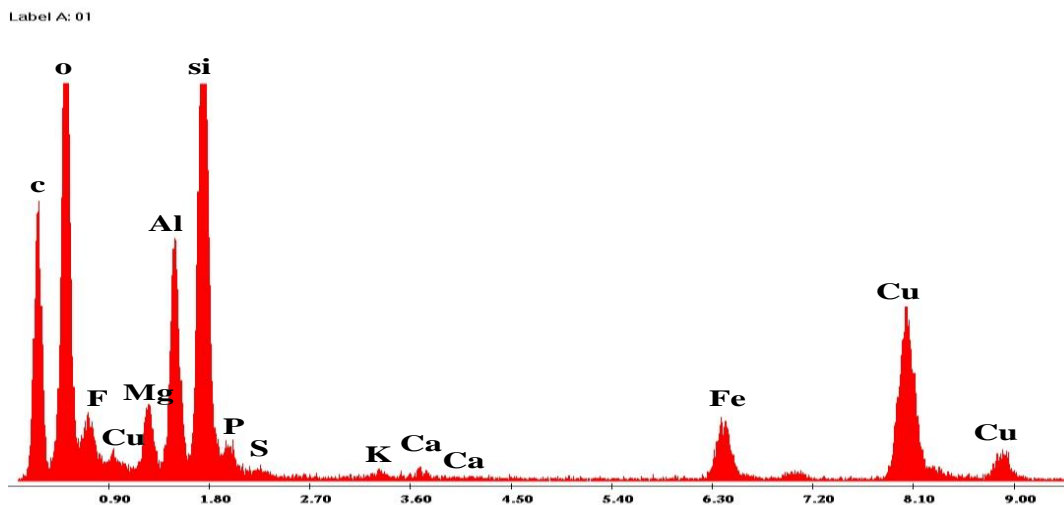


Figure 4 : Observation au microscope électronique à transmission de l'argile brute



En parallèle des clichés MET, nous avons réalisé des analyses semi-quantitatives par EDX de l'échantillon pour la détermination de la composition chimique de l'argile analysée. La figure 5 représente les éléments chimiques contenus dans les argiles (Si, Al, Mg, Fe, K, P, S, O, Ca, C), le cuivre et le carbone proviennent de la grille support de l'échantillon. A noter qu'une forte présence de silicium est due principalement à la présence majoritaire du Quartz dans l'échantillon étudié.

Ces résultats confirment bien ceux obtenus par le biais des analyses par fluorescence X et la diffraction des rayons X sur poudre qui ont révélé la présence de ces éléments chimiques sous forme d'oxydes :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ .



**Figure 5 :** Spectre de dispersion en énergie (EDX) de l'argile brute.

## Conclusion

Les techniques expérimentales utilisées nous ont permis de mettre en évidence les phases phylliteuses et minérales ainsi que la composition chimique de l'argile analysée.

Nous avons ainsi établi que cette argile est constituée essentiellement de Kaolinite, d'Illite et de Calcite comme minéraux argileux associés.

Ces résultats ont aussi mis en évidence la richesse de cette argile en Quartz dont résulte une forte proportion en Silice et que l'argile est de faible porosité.

Cette étude était donc indispensable avant toute application de ce type d'argile dans le traitement et la dépollution des eaux usées.

## Références

1. Vatan A., OPHRYS. Manuel de sédimentologie. Paris. Vol 1. ISBN 9782710800736. (2000) 1.
2. Erdemoglu M., Erdemoglu S., Sayilkan F., Akarsud M., Sener S., Sayilkan H., *App. Clay Sci.* 27 (2004) 41.
3. Gourouza M., Zanguina A., Natatou I., Boos A., *Rev. CAMES – Sciences Struct. Mat.* 1, Déc. (2013) 29.
4. Touhtouh D., Elfaleh E.M., Moujahid Y.. *J. Mater. Environ. Sci.* 5 (S2) (2014) 2535.
5. Sorgho B., Paré S., Guel B., Zerbo L., Traoré K., Persson I., *J.Soc. Ouest-Afr. Chim.* (2011) 031; 50.
6. Amin N.C., Andji Y.Y.J., Ake M., Yolou S.F., Toure Abba A., Kra Gabrielle J., *J. Sci. Pharm. Biol.* 10 (2009) 21.

7. Chossat J.C., La mesure de la conductivité hydraulique dans les sols – Choix des méthodes, 2005, *Lavoisier, USA*: 720 pp.
8. Rollet P., Bouaziz R., L'analyse thermique- les changements de phase. ED. Gautier-Villard, Tome1, Paris, (1972).
9. Gillot, E. Jack, Clay engineering geology. John Wiley et Sons, Inc. (1984).
10. Balze D., Guide des analyses en pédologie: choix, expression, présentation, interprétation, INRA. Paris. Vol. 1 ISBN 9782738008923. (2006) 1.
11. Konan K. L., Soro J., Andji J.Y.Y., Oyetola S., Kra G., *J. Soc. Ouest-Afr. Chim.* 30(2010) 29.
12. Touret O., Pons C. H., Tessier D., Tardy Y., *Clay Minerals* (1990) 25, 223.Q
13. Edahbi M., M. Khaddor, F. Salmoun, *J. Mater. Environ. Sci.* 5 (S1) (2014) 2135.
14. Khay I., *Univ. Limoges FST, Eco. Doc. Scien. Ing en Mat. Mec. Eng et Aéron*, (2012)18.
15. Meunier A., Cont. Pub. Inter. GB. Paris. ISBN: 978-2847030143. Vol 1 (2002) 1.
16. Jarraya I., Fourmentin S., Benzina M., *J. Soc. Chim. Tun.* 12 (2010) 139.
17. Sadki H., Ziat K. et Saidi M., *J. Mater. Environ. Sci.* 5 (S1) (2014) 2061.
18. Qabaqous O., Tijani N., Naciri Bennani M., El Krouk A., *J. Mater. Environ. Sci.* 5 (2014) 2247.
19. Aarfane A., Salhi A., El Krati M., S. Tahiri, Monkade M., Lhadi E.K., Bensitel M., *J. Mater. Environ. Sci.* 5 (6) (2014) 1928.
20. Bouna L., *Univ. Cadi Ayyad FST – Marr.* Vol 1. (2012) 122.
21. Lahsini A., J. Bentama, A. Addaou, M. Rafiq, *J. Chim. Phys.* 95 (1998) 1001.
22. Zangue Adija H., *Univ. Lorraine. Eco. Doc. Scien. Et Ing des Ress, Proc, Prod et Env.* (2012) 132.
23. Arib A., Sarhiri A., Moussa R., Remmal T., Gomina M., *C. R. Chimie* 10 (2007) 504.
24. Kohler E., *Univ. Evry Val d'Essonne. Eco. Doc. Phys. Chim*, (2005).

(2016); <http://www.jmaterenvirosci.com>