

ARTICLE DE RECHERCHE / RESEARCH ARTICLE

# Étude des argiles du Sud-est de la Tunisie en vue de leur utilisation en céramique

Chedlia Ounissi<sup>1</sup>, Salah Mahmoudi<sup>1,\*</sup>, Luca Valentini<sup>2</sup>, Ali Bennour<sup>3</sup> et Gilberto Artioli<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Faculté des Sciences de Gabès, Université de Gabès, Gabès, Tunisie

<sup>2</sup> Département de Géosciences – Centre CIRCe, Université de Padoue, Padoue, Italie

<sup>3</sup> Institut des Régions Arides (IRA), Medenine 4100, Tunisie

**Résumé** – Ce travail présente les résultats d’une étude détaillée des séries argileuses qui affleurent dans la plaine de la mégastructure des Chotts (Kébili-Sud-Est de la Tunisie) afin d’évaluer leur aptitude à être utilisées dans les produits céramiques. La caractérisation des argiles a été menée par des analyses minéralogiques, physico-chimiques, géotechniques et des essais semi-industriels. Ces argiles sont composées essentiellement d’illite et de kaolinite, et occasionnellement de chlorite. Leur teneur en fer est de l’ordre de 6–7 %, et celle de l’alumine de 13–19 %. Les analyses géotechniques prouvent que la plupart des échantillons sont peu à moyennement plastiques (indice de plasticité est de 13–20 %). Tous ces paramètres sont encourageants pour l’utilisation de ces argiles dans le domaine de la céramique traditionnelle.

**Mots clés** : Sud-Est de la Tunisie / argiles / céramique

**Abstract** – **Study and ceramic application of clays from the southeastern Tunisia.** This paper shows the results of various analyses and ceramic aptitude tests made on the representative clay samples from the Basin, located between within northern and southern Chotts Ranges. The greatest part of work focuses on the mineralogical, chemical, physical, and geotechnical tests carried out on Cretaceous clays collected from the Kébili area (Southeastern Tunisia). In terms of mineralogy, they can be considered illitic clays. However, other clay minerals such as kaolinite and chlorite. The chemical analysis indicates that these clays are notably siliceous. The amount of alumina and iron oxide are 13–19% and 6–7%, respectively. The plasticity test shows low to medium values (PI = 13–19%). These clays could be used in manufacturing of the ceramic pieces.

**Keywords:** Southeastern Tunisia / Clays / ceramic

## 1 Introduction

Le secteur d’étude est situé au Sud-Est de la Tunisie. Il forme une plaine de la mégastructure des Chotts Fedjej et Djerid. Les travaux portent sur les argiles du Crétacé inférieur (Hautérvien-Barrémien), largement exposées au Nord de la ville de Kébili (Fig. 1). Ils ont pour objectif de caractériser précisément ces argiles et d’évaluer leur potentiel à être valorisées en usage noble.

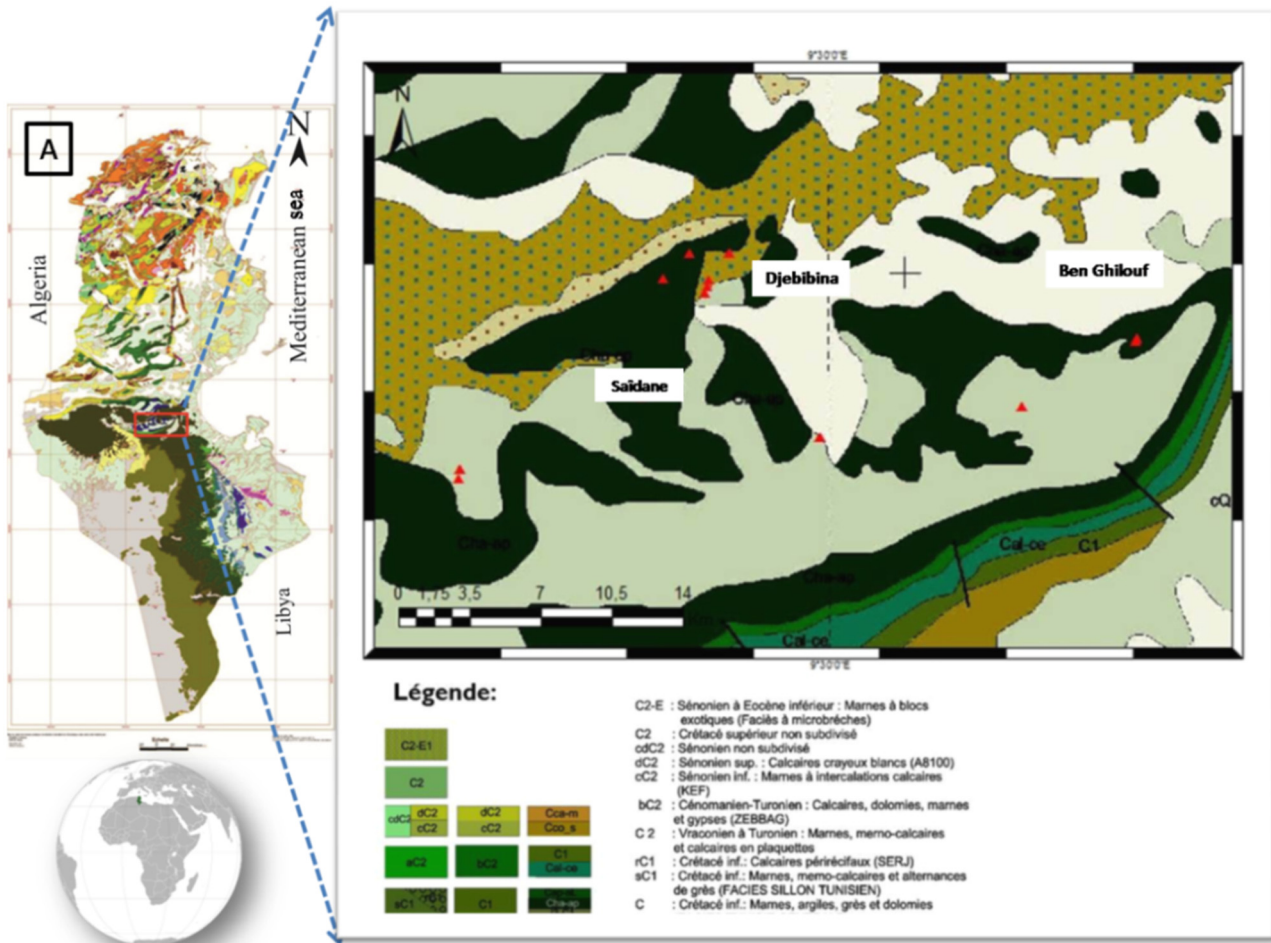
La structure monoclinale du Jebel Aziza est l’extrémité orientale de la chaîne de Tebaga de Kébili ou dite aussi chaîne Sud des Chotts, présente un pendage moyen vers l’ESE et est affectée par des failles subméridiennes. On note également une variation remarquable des puissances et des faciès marquant le

passage, vers l’Est, à une ancienne zone haute ou môle d’El Hamma, active depuis l’Aptien (Ghanmi et Potfaj, 1991). Cette structure monoclinale présente une famille de failles de direction NW-SE, localement recoupées par des directions conjuguées. Le régime tectonique dans ce secteur est dominé par l’extension intracénomano-turonien, et les failles normales existantes ont été le résultat d’une extension suivie d’un décrochement. En résultat, cette fracturation est celle qui a fossilisé l’émersion des dolomies de Guattar, enchaîné par leur durcissement et minéralisation à la surface.

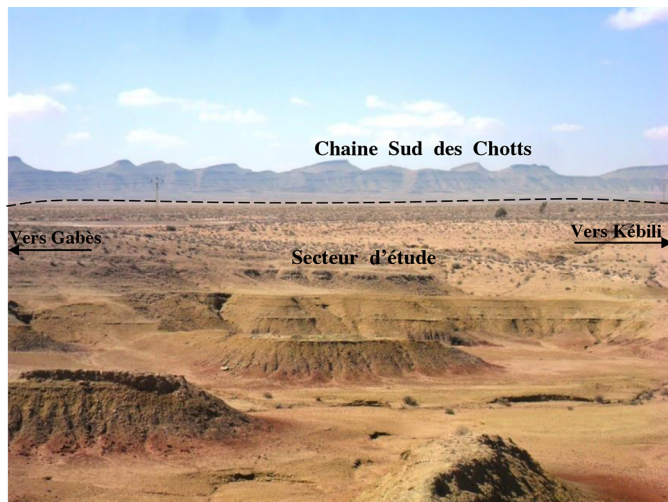
Les argiles de la formation Kebeur Elhadj, d’âge Hautérvien-Barrémien basal et d’épaisseur moyenne 600 m affleurent à l’ouest du Jebel Aziza vers le cœur de l’anticlinal des chotts (Ghanmi et Potfaj, 1991 ; Bouaziz, 1995).

Plusieurs missions de terrain ont permis d’explorer la zone d’étude et la collecte d’une quarantaine d’échantillons argileux

\* Auteur de correspondance : [salahmahmoudii@yahoo.fr](mailto:salahmahmoudii@yahoo.fr)



**Fig. 1.** Localisation de la zone d'étude.  
*Fig. 1. The geographic location of the studied sector:*



**Fig. 2.** Vue d'ensemble des argiles affleurant au sein de secteur d'étude.  
*Fig. 2. Panoramic view of clays from the studied sector.*

(Fig. 2). Ils ont fait l'objet d'une caractérisation par des analyses minéralogiques et chimiques. Ils ont ensuite été mélangés et divisés en 04 échantillons représentatifs, nommés C1, Cr1, BM2 et Dj1 pour une étude en laboratoire incluant l'identification des propriétés de l'argile et des tests industriels (Fig. 3).

Une superficie d'une dizaine de km<sup>2</sup> et des profondeurs allant jusqu'à une profondeur d'environ une centaine de mètres permettent d'envisager une réserve de ce gisement le long terme. Ces matériaux sont subaffleurants. La variation de la couleur d'argile : rouge, verte et beige, n'est pas un critère discriminant pour la qualité, et elle est liée au milieu de dépôt (confiné ou pas, milieu réducteur ou oxydant) de ces sédiments. Autrement dit, une argile de même teneur en fer, peut avoir une couleur rouge témoignant d'un milieu de sédimentation oxydant et sera verte dans un milieu réducteur. Les résultats expérimentaux présentés sont le fruit d'une collaboration entre la Faculté des Sciences de Gabès (Tunisie), l'Office Nationale des Mines (Tunisie) et le Département des Géosciences de l'Université de Padoue (Italie).

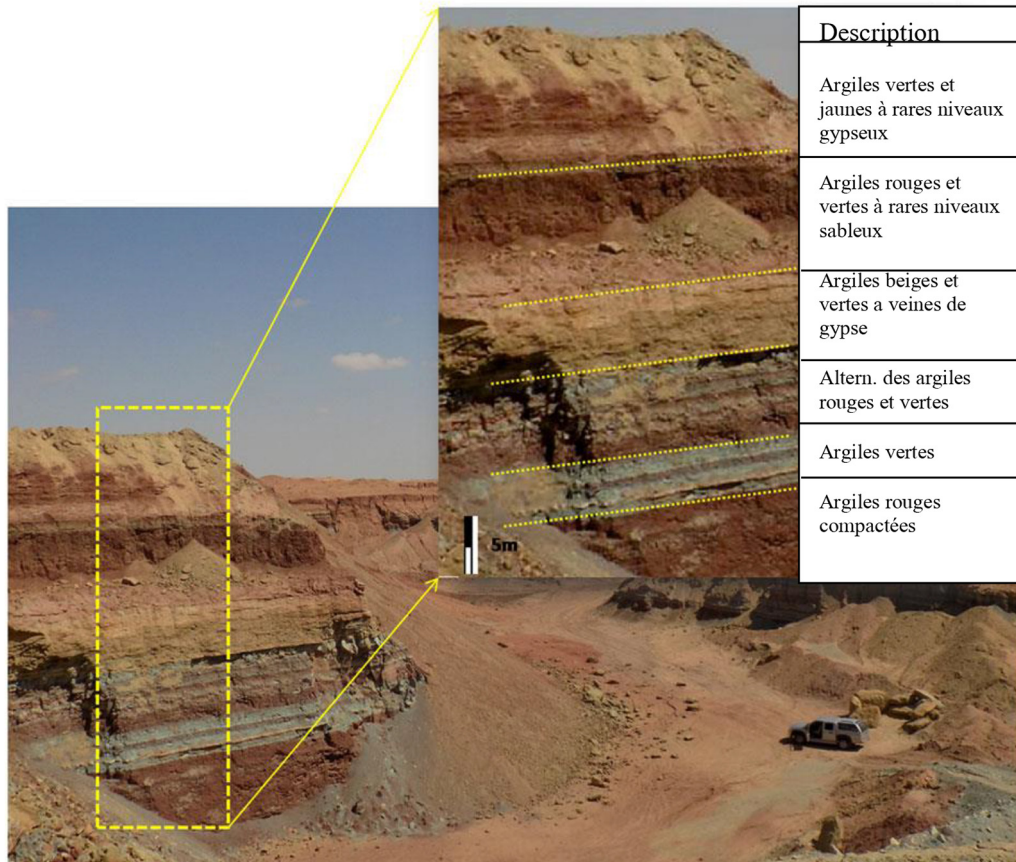


Fig. 3. Vue de détails des argiles affleurant au sein de secteur d'étude.  
 Fig. 3. Detail view of outcropping clays within the study area.

## 2 Méthodologie d'étude

La diffraction des rayons X est une méthode reconnue et couramment utilisée pour identifier les phases cristallisées, contenues dans les argiles. Le diffractomètre employé est du type *Philips X'Pert*. La diffraction des rayons X est réalisée selon deux techniques : 1) la technique de la poudre qui permet la détermination des minéraux non argileux, cette dernière est primordiale mais insuffisante et 2) la technique des agrégats orientés permet de différencier les différents minéraux argileux.

Le taux de  $\text{CaCO}_3$  est déterminé par le calcimètre du Bernard. Cette méthode repose sur le dosage, par l'acide chlorhydrique de concentration 10 %, du carbone minéral présent dans les argiles, généralement sous forme de carbonates de calcium (Norme française NF P 94-048, 1996).

Les pourcentages d'éléments chimiques majeurs des argiles du Crétacé inférieur de Kébili sont déterminés par absorption atomique. L'absorption de la lumière par des atomes constitue le principe de base de la méthode. Les atomes libres peuvent absorber la lumière avec une longueur d'onde précise. La détermination spectroscopique d'espèces atomiques peut seulement être réalisée à partir d'un échantillon à l'état gazeux, dans lequel les atomes individuels comme l'alumine, le fer, et le magnésium sont nettement séparés les uns des autres.

La perte au feu à 1000 °C est déterminée en pourcentage de roche totale. Elle représente la différence de masse avant et

après calcination. Elle a été obtenue en calcinant 1 g d'argile brute dans un creuset en porcelaine à une température de 1000 °C pendant deux heures.

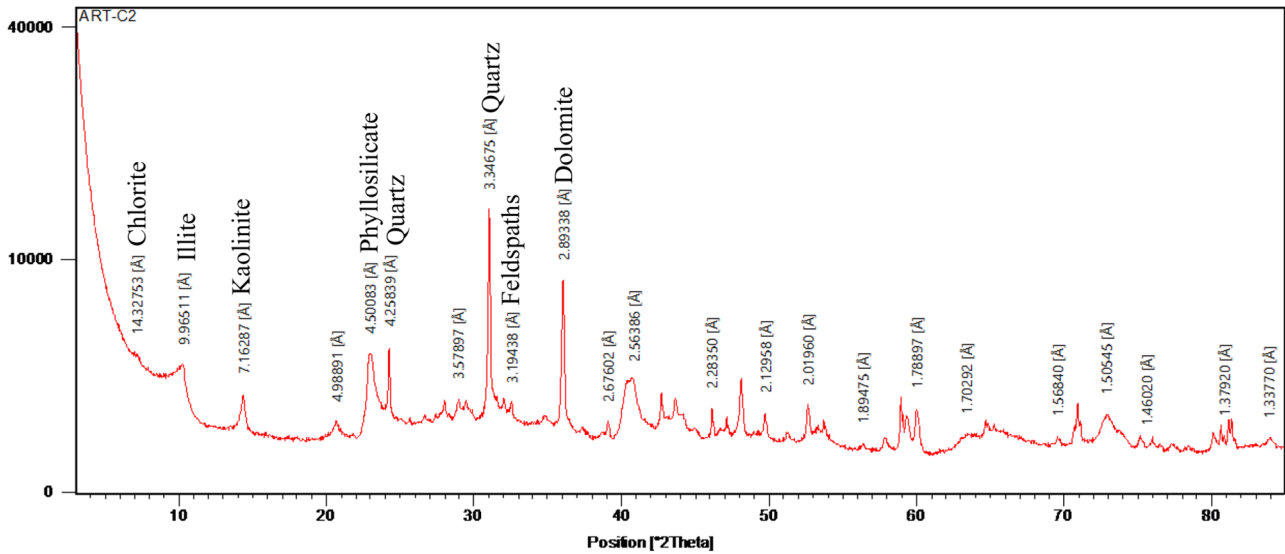
La surface spécifique est liée à la quantité de colorant de bleu de méthylène nécessaire pour recouvrir la surface totale, externe et interne, de toutes les particules argileuses par une monocouche de bleu de méthylène (NF EN 933-9, 1999). On appelle cette quantité, la valeur au bleu, notée VB et exprimée en grammes de bleu par grammes du sol tel que montre l'équation :  $VB = V_{Bm}/M_{sol}$ . La surface spécifique est donnée par la formule suivante (Beaulieu, 1979) :

$$SS = 20,93 VB/M_{sol},$$

où  $V_{Bm}$  est la quantité de bleu de méthylène adsorbé (ml) et  $M_{sol}$  est la masse sol sec de la prise d'essai (g).

La plasticité est déterminée par les limites d'Atterberg, faite selon la norme NF P 94-051 et qui sont des constantes physiques conventionnelles (Proust *et al.*, 2004 ; Ancy, 2007 ; Yu *et al.*, 2007 ; Modesto et Bernardin, 2008).

Les argiles destinées aux essais semi-industriels ont été étuvées à 105 °C puis finement broyées. Des « plaquettes » sont préparées en mélangeant deux kilogrammes d'argiles brutes avec 7 % d'eau de façonnage. À partir des différents mélanges nous avons préparé une série d'éprouvettes de dimensions 100 × 50 × 5 mm, avec un pressage maximal (250 bars), Après séchage à l'air libre pendant quatre heures, les éprouvettes sont introduites dans une étuve d'abord à 30 °C, ensuite à 50 °C et à



**Fig. 4.** Diffractogramme RX d'une argile représentative C2.

*Fig. 4.* XRD patterns of the representative clay C2.

**Tableau 1.** Analyses physico-chimiques des argiles étudiées.

*Table 1.* Physical and chemical tests of the studied clays.

Analyses	Échantillons	C2	Cr1	BM2	Dj1
Compositions chimiques ( $\pm 2\%$ )	SiO <sub>2</sub>	53,4	52,6	48,9	54,8
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17,9	18,8	15,6	13,6
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,7	7,4	6,5	6,2
	CaO	2,8	0,6	6,0	4,5
	MgO	2,3	2,0	1,7	1,1
	K <sub>2</sub> O	4,1	4,8	4,5	3,9
	Na <sub>2</sub> O	0,4	0,2	0,4	0,8
	SO <sub>3</sub>	1,1	1,0	1,5	4,0
Calcimétrie ( $\pm 2\%$ )	P.F.	9,7	11,4	13,5	10,0
	CaCO <sub>3</sub>	7,2	3,4	12,8	6,9
Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g $\pm 2$ )	S.S.	35	34	32	35
Granulométrie	Fraction < 2 $\mu$ m	37	35	45	38
	W <sub>L</sub>	43	37	42	38
Plasticité ( $\pm 2\%$ )	W <sub>P</sub>	25	24	22	25
	I <sub>P</sub>	18	13	20	13

la fin à 110 °C jusqu'au poids constant. Les essais de cuisson ont été menés au moyen d'un four électrique de laboratoire à différentes températures, 950, 1000, 1050 et 1100 °C, avec une montée de 300 °C/h. Pour chaque mélange, nous avons procédé à la cuisson de cinq pièces (Mahmoudi *et al.*, 2007 ; Mahmoudi *et al.*, 2009 ; Mahmoudi *et al.*, 2014 ; Mahmoudi *et al.*, 2016 ; Mahmoudi *et al.*, 2017).

Les mesures de la résistance à la flexion et l'absorption d'eau sont menées conformément aux normes européennes sur les carreaux et dalles céramiques, respectivement selon ISO 10545-4 (1994) et ISO 10545-3 (1995).

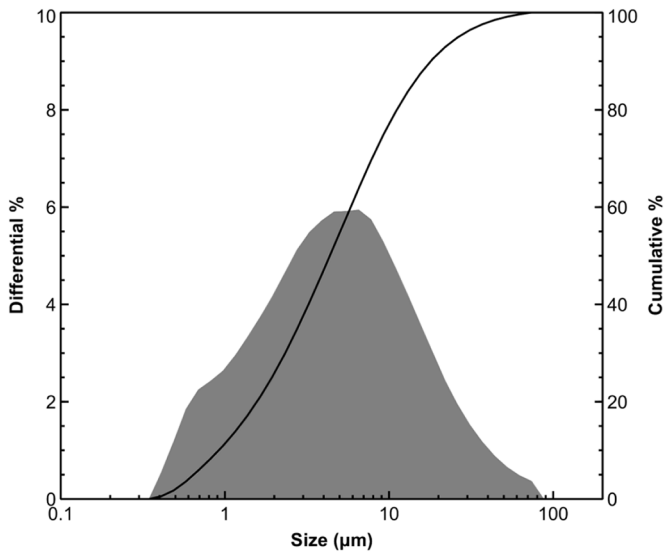
### 3 Résultats et discussion

#### 3.1 Caractérisation des argiles

La teneur en minéraux argileux varie entre 51 et 73 % dans tous les échantillons. L'illite est le minéral argileux dominant

et la kaolinite est présente dans de plus petites quantités (rapport illite : kaolinite  $\approx$  4:1). Le diffractogramme de l'échantillon C2 (Fig. 4), montre des traces de chlorite. Tous les échantillons contiennent des quantités importantes de quartz. Les phases carbonatées sont présentes dans tous les échantillons sauf Cr1, alors que le gypse représente un pourcentage important, de l'ordre de 12 %, pour Dj1. La présence de gypse pouvant affecter la qualité des céramiques, un broyage fin des matériaux permet de s'affranchir de ce problème (en présence d'humidité, les grains de gypse s'hydratent, augmentent de volume et éclatent, en laissant des cavités au sein de la pièce céramique ; le broyage fin fait que ces cavités, même si elles existent, sont de petites dimensions et n'influent pas sur la qualité). Des oxydes de fer sont détectés dans C2 (Fig. 4).

La composition chimique a révélé des quantités élevées de silice (SiO<sub>2</sub>) qui varient entre 48 et 56 %, et ceux d'alumine



**Fig. 5.** L'analyse micro granulométrique de l'échantillon C2.  
**Fig. 5.** Microgranulometry analysis of sample C2.

( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) entre 13 et 18 %. La teneur en CaO varie entre 0,64 % pour Cr1 et 7,1 % pour BM2 ; celui de l'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) est relativement élevé de l'ordre de 7 % dans presque tous les échantillons. Des traces de  $\text{SO}_3$  ont également été détectées (< 1 %). La teneur moyenne en alcali ( $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ ) est de 5,4 %. Généralement, les alcalins des argiles réduisent leurs caractéristiques réfractaires. La perte au feu varie entre 9 et 13 % en raison de la décomposition des carbonates, la dihydroxylation minérale argileuse et la décomposition des sulfates (Nayak et Singh, 2007 ; Celik, 2010 ; Mahmoudi *et al.*, 2016). Le taux de  $\text{CaCO}_3$  est variable, entre 3 et 12 % (Tab. 1). Il s'agit donc pour certains échantillons d'une argile calcareuse.

Les faibles valeurs de surface spécifique ( $38 \text{ m}^2/\text{g}$ ) suggèrent que ces matières premières contiennent des minéraux argileux tels que l'illite, la kaolinite ou le chlorite et ne contiennent pas de minéraux argileux expansibles tels que la smectite et la vermiculite, avec une abondance de minéraux non argileux (calcite) qui encouragent l'utilisation de ces argiles dans l'industrie céramique (Mahmoudi *et al.*, 2017) (Tab. 1).

Les mesures de plasticité (Tab. 1) ont montré que ces argiles ont un degré de plasticité faible à modéré et qu'elles s'adaptent au séchage rapide. Selon le tableau de l'ouvrabilité de Bain et Highly (1978), elles pourraient être utilisées en poterie et pour la fabrication de briques.

La distribution granulométrique des échantillons d'argile représentatifs montre des courbes de forme sigmoïde typiques (Fig. 5). Toutes les courbes présentaient des formes redressées indiquant une faible variation de leur granulométrie et une homogénéité de la répartition granulométrique. Différentes fractions (à savoir, argile, limon et sable) ont été déterminées par des méthodes de tamisage à sec et de sédimentation. L'analyse microgranulométrique a révélé la prédominance de la fraction limoneuse (2 à 20  $\mu\text{m}$ ). Cette fraction fine est acceptable pour la synthèse de la céramique (Mahmoudi *et al.*, 2016, 2017).

### 3.2 Essais céramiques

Les essais céramiques sur biscuits de faïence ont été réalisés sur un mélange représentatif M, les paramètres techniques sont résumés dans le tableau 2.

Le mélange M a subi une opération de séchage réalisée dans l'étuve à 100 °C. Le broyage et l'humidification sont effectués pour faciliter le façonnage. On conclut alors que le mélange M présente un retrait au séchage de l'ordre de 4 % influencé probablement par la nature siliceuse de l'argile utilisée.

Néanmoins, le retrait à la cuisson présente une variation en fonction de la température, à 950 °C il est de l'ordre de 1,22 %, alors qu'à 1100 °C, il est de l'ordre de 2,01 %. La résistance à la flexion suit aussi la même tendance et nous avons enregistré des valeurs de 7,91 MPa à 950 °C et 17,84 MPa à 1100 °C.

Il est à signaler aussi que les valeurs de retrait à la cuisson, de résistance à la flexion et d'absorption d'eau commencent à se stabiliser à la température de 1050 °C (Tab. 2)

En tout état de cause, ces différentes valeurs enregistrées pourront être considérées comme satisfaisantes pour la fabrication des produits rouges.

## 4 Conclusion

Le Crétacé inférieur de Kébili offre d'importantes séries argileuses, intercalées de bancs carbonatés et gréseux. La géochimie de ces argiles montre un pourcentage d'alumine variant de 13 à 19 %. Le taux de fer varie de 6 à 8 % d'où une coloration rougeâtre des éprouvettes céramiques. Les fondants énergétiques ( $\text{K}_2\text{O}$  et  $\text{Na}_2\text{O}$ ) montrent des valeurs élevées et constituent un avantage pour l'industrie céramique dans la mesure où ils permettent un gain considérable d'énergie. La perte au feu est variable et liée au pourcentage des carbonates dans ces argiles. Ces données sont aussi confirmées par le test de calcimétrie. Ce dernier constitue un essai très utilisé et efficace pour les céramistes, puisqu'il permet de suivre la variation du pourcentage de carbonates des argiles et donc de modérer la courbe de cuisson pour un produit céramique.

Cette étude a donné des résultats satisfaisants pour les produits céramiques à base d'argiles naturelles récoltées dans la région de Kébili au sud Tunisie, constituée de fractions d'argile dominée par l'illite et les quantités de kaolinite. Bien que les teneurs en kaolinite de ces argiles sont inférieures à 30 %, ces matériaux ont montré des propriétés mécaniques (résistance à la flexion de l'ordre de 17 MPa), encourageantes dans le domaine de la céramique. Des réserves très importantes d'argiles, au sud tunisien, constituent une ressource naturelle qui pourrait alimenter les usines locales de terre cuite et permettre d'exporter vers les pays avoisinants. Des études complémentaires peuvent être menées pour ces argiles, moyennant un échantillonnage plus serré et des tests de cuisson à différents paliers de températures. D'autres formes de valorisation de ces matières premières, s'avèrent primordiales, et visent à des applications plus « nobles », comme la production de matériaux géopolymères ou des agrégats légers.

**Tableau 2.** Essais céramiques des carreaux céramiques.**Table 2.** Ceramic tests of ceramic products.

Mélange	Temperature (°C)	Retrait de cuisson ( $\pm 0,2\%$ )	Absorption d'eau ( $\pm 0,5\%$ )	Résistance à la flexion (MPa $\pm 0,3$ )
M	950	1,22	13,52	07,91
	1000	1,54	11,24	12,27
	1050	1,99	9,58	17,33
	1100	2,01	9,02	17,84

## Références

- AFNOR, Association Française de Normalisation . 1999. Granulats. Essai au bleu de méthylène. NF EN 933-9, Paris, 24 p.
- Ancey C. 2007. Plasticity and geophysical flows: A review. *J Non-Newton Fluid Mech* 142: 4–35.
- Bain JA, Highly DE. 1978. Regional appraisal of clay resources challenge to the clay mineralogist. In: Mortland MM, Faxmer VC, eds. *Proc. Int. Clay. Conf.* Amsterdam: Elsevier, pp. 437–446.
- Beaulieu J. 1979. Identification géotechnique des matériaux argileux naturels par la mesure de leur surface au moyen du bleu de méthylène. Thèse 3<sup>e</sup> cycle, Univ. Orsay.
- Bouaziz S. 1995. Étude de la tectonique cassante dans la plate-forme et l'Atlas sahariens (Tunisie Méridionale): évolution des paléochamps de contraintes et implications géodynamiques. Unpublished Thesis ès-Sciences, Université Tunis II.
- Celik, H. 2010. Technological characterization and industrial application of two Turkish clays for the ceramic industry. *Appl Clay Sci* (50): 245–254.
- Ghanmi M, Potfaj M. 1991. Données stratigraphiques sur la chaîne de Tebaga de Kebili Jebel Aziza (Tunisie méridionale): conséquences paléogéographiques et tectoniques. Notes du Service Géologique Tunisie 58, pp. 21–28.
- ISO 10545-4. 1994. Les normes internationales ISO 10545. Determination of modulus of rupture and breaking strength, 1st ed. Part 4.
- ISO 10545-3. 1995. Les normes internationales ISO 10545. Determination of water absorption, open porosity and density, 1st ed. Part 3.
- Mahmoudi S, Srasra E, Zargouni F. 2007. Les argiles du Djebel Oust. *L'Industrie Céramique et Verrière* 1012: 28–31.
- Mahmoudi S, Zargouni F, Srasra E. 2009. Abattage d'un gisement argileux. *L'Industrie Céramique et Verrière* 1026: 26–28.
- Mahmoudi S, Srasra E, Zargouni F. 2014. Optimisation simultanée des paramètres de séchage de pâtes céramiques en Tunisie. *L'Industrie Céramique et Verrière* 1048: 36–39.
- Mahmoudi S, Bennour A, Meguebli A, Srasra E, Zargouni F. 2016. Characterization and traditional ceramic application of clays from the Douiret region in south Tunisia. *Appl Clay Sci* 127(128): 78–87.
- Mahmoudi S, Bennour A, Srasra E, Zargouni F. 2017. Characterization, firing behavior and ceramic application of clays from the Gabes region in South Tunisia. *Appl Clay Sci* (135): 215–225.
- Modesto C, Bernardin AM. 2008. Determination of clay plasticity: Indentation method versus Pfefferkorn method. *Appl Clay Sci* 40: 15–19.
- Nayak PS, Singh BK. 2007. Instrumental characterization of clay by XRF, XRD and FTIR. *Bull Mater Sci* (30): 235–238.
- Norme française NF P 94-048 . 1996. Détermination de la teneur en carbonate : méthode du calcimètre. ISSN 0335-3931.
- Proust C, Jullien A, Forestier L. 2004. Détermination indirecte des limites d'Atterberg par gravimétrie dynamique. *C R Geosci* 335: 175–183.
- Yu HS, Khong C, Wang J. 2007. A unified plasticity model for cyclic behaviour of clay and sand. *Mech Res Commun* 34(2): 97–114.

**Citation de l'article :** Chedlia Ounissi, Salah Mahmoudi, Luca Valentini, Ali Bennour, Gilberto Artioli. Étude des argiles du Sud-est de la Tunisie en vue de leur utilisation en céramique. Rev. Fr. Geotech. 2022, 171, 2.