

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES
DEPARTEMENT DE GENIE DES MATERIAUX



Mémoire de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du Diplôme de Master Académique en Génie des Matériaux
Option : sciences des matériaux pour la construction durable

Thème

***Amélioration de la qualité de la bentonite de
Hammam Boughrara par essai de dessablage
et activation chimique aux carbonates sodium***

Réalisé par :

M^{lle} S. AMRANI

Proposé et Encadré par :

M^r. A.BENMOUNAH

Promotion Juin 2016



Remerciements

Je tiens à remercier Dieu Le Clément et Miséricordieux de m'avoir donné la force et la volonté d'achever ce travail.

Mes vifs remerciements vont à Monsieur BENMOUNAH pour l'aide qu'il m'a apporté et pour ses conseils clairs voyants durant l'élaboration de ce travail.

Un grand merci à Monsieur HACHEMI pour ses conseils, ses encouragements, ses précieuses aides et ses qualités humaines.

Je tiens également à remercier toute ma famille pour son aide et sa compréhension.

Enfin, je remercie les membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce modeste travail.

Résumé

L'objectif de ce travail consiste à étudier les dépôts argileux et essentiellement les dépôts bentonitiques qui sont l'une des caractéristiques néogènes de la plaine de Maghnia. Le gisement ciblé par cette étude est celui de **Hammam Boughrara**, où deux échantillons ont été prélevés. La bentonite a toujours connu une utilisation assez diversifiée dans l'industrie, tel que le domaine pétrolier ; où elle est utilisée comme boue de forage. Comme le minerai de bentonite brut ne répond jamais aux exigences techniques du secteur pétrolier ; des essais d'enrichissement sont nécessaires afin d'améliorer les caractéristiques rhéologiques tel que la viscosité, la contrainte seuil et la perte au filtrat. Ces essais d'enrichissement consistent à faire un dessablage par voie humide et voie sèche. Les produits issus de ce dessablage seront activés chimiquement à la soude, pour subir ensuite des tests rhéologiques qui permettent de déterminer la viscosité, la contrainte seuil et la perte au filtrat. Ces derniers devront être conformes aux exigences du secteur pétrolier.

Mots Clefs : Bentonite, Hammam Boughrara, caractéristiques rhéologiques, viscosité, la contrainte seuil, perte au filtrat.

Abstract

The objective of this work is to study the clay deposits and essentially the bentonite deposits are one of the Neogene characteristics of the plain of Maghnia. The deposit targeted by this study was that of Hammam Boughrara where two samples were taken. Bentonite has always had a fairly diversified industrial use, such as the oil industry; where it is used as drilling mud. As raw bentonite ore never meets the technical requirements of the oil sector; Enrichment trials are needed to improve the rheological characteristics such as viscosity, yield stress and the loss to the filtrate. These enrichment tests consist in a grit wet and dry. The products of this grit will be chemically activated with soda, then undergo rheological tests to determine the viscosity, yield stress and the loss to the filtrate. These must comply with the requirements of the oil sector.

Key words: Bentonite, Hammam Boughrara, rheological properties, viscosity, yield stress, loss to the filtrate.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة رواسب الطين وخاصة ودائع البنتونيت التي تمثل واحدة من خصائص النيوجين في سهل مغنية. الإيداع المستهدف من قبل هذه الدراسة هو إيداع حمام بوغراة حيث تم أخذ عينتين منه. عرفت البنتونيت منذ دائما استخداما صناعيا متنوعا إلى حد ما، مثل تنقيب عن البترول حيث يتم استخدامه كطين الحفر. بما أن البنتونيت الخام لا يمكن لها تلبية المتطلبات التقنية لقطاع النفط، يجب إجراء تجارب التخصيب لتحسين خصائص الانسيابية مثل اللزوجة، إجهاد الخضوع وفقدان الراشح. تكمن إختبارات التخصيب في إزالة الرمل والحصى بطريقتين بالماء و بدون ماء. منتجات هذا التخصيب سيتم تفعيلها كيميائيا مع الصودا، ثم إخضاعها لإختبارات الانسيابية لتحديد اللزوجة، إجهاد الخضوع وفقدان الراشح يجب أن تكون هذه الخصائص الانسيابية تتوافق مع متطلبات القطاع النفطي

الكلمات المفتاحية:

البنتونيت. حمام بوغراة. خصائص الانسيابية. اللزوجة. إجهاد الخضوع. فقدان الراشح.

SOMMAIRE

Introduction générale :	1
Chapitre I: La bentonite dans tous ses états(de la microstructure à la macrosutructure)	
1.1 la bentonite: formation et utilisation.....	3
1.2 structure et propriétés des phyllosilicates	7
1.2.1 structure cristallographique	7
1.2.2 classification des phyllosilicates	8
1.2.3 le feuillet de smectites	8
1.3 microstructure de la bentonite	10
1.3.1 le feuillet	11
1.3.2 la particule primaire	11
1.3.3 l'agregat.....	13
1.4 les propriétés rhéologiques	14
1.4.1 la viscosité	15
1.4.2 la contrainte seuil ou le yield point.....	15
1.5 les proprités de filtartion.....	Erreur ! Signet non défini.
1.5.1 la perte au filtrat.....	Erreur ! Signet non défini.
Chapitre II: Cadre géographique	
2.1 cadre géographique	17
2.2 secteur limitrophes	17
2.3 topographie	19
2.4 hydrographie	19
2.5 climat	19
Chapitre III: Cadre géologique	
3.1 cadre géologique et structural de l'Oranie.....	21
3.2 évolution géodynamique	24
3.3 stratigraphie	26
3.4 magmatisme.....	28
3.5 volcanisme	29
3.6 tectonique.....	31
Chapitre IV: Protocole des essais d'enrichissement	
4.1 homogénéisation et quartage de l'échantillon	34

4.2 prélèvement des échantillons pour les essais de dessablage	34
4.3 analyse minéralogique du produit tout venant	34
4.4 analyse chimique du produit tout venant	35
4.5 les essais de dessablage.....	35
4.6 les tests rhéologiques.....	36
Chapitre V: Etude comparative de bentonite de Roussel-1- et Dar M'barek.....	
5.1 identification du minéral tout venant	40
5.2 essai de dessablage du tout venant par voie humide.....	45
5.3 essai d'activation à la soude de la fraction (-75 μ m) issue du dessablage par voie humide	46
5.4 essai de dessablage du tout venant par voie sèche	47
5.5 essai d'activation à la soude de la fraction (-75 μ m) issue du dessablage par voie sèche.....	48
5.6 tests rhéologiques des produits issus de l'activation à la soude.....	49
Conclusion générale	51
Bibliographie.....	53
Annexe.....	Erreur ! Signet non défini.

Introduction Générale

La bentonite présente un intérêt croissant car ses applications industrielles ne cessent de se diversifier. Elle est utilisée dans de nombreux secteurs industriels, comme l'industrie agroalimentaire ainsi que dans l'industrie pétrolière où elle joue le rôle d'un composant "viscosifiant" dans les boues de forage des puits pétroliers.

Les grands gisements d'argiles se rencontrent principalement dans la partie Nord-Ouest de L'Algérie dans les régions de Mostaganem et Maghnia (Tlemcen) avec d'importantes réserves exploitables en bentonite. Les propriétés physico-chimiques des argiles bentonitiques ont suscitées un intérêt particulier, en raison de leurs différentes utilisations dans le domaine industriel tel que le forage pétrolier, l'agriculture, la céramique, le traitement des déchets, les travaux de génie civil, la pharmacologie et l'industrie cosmétique, etc....

L'utilisation si diversifiée de la bentonite est due aux propriétés qu'elle possède tels que la capacité de gonflement et le pouvoir adsorbant.

Néanmoins elle doit subir quelques fois des traitements pour répondre aux exigences des industries aux quelles, elle est destinée.

C'est le cas de la bentonite destinée au domaine pétrolier (boue de forage) qui doit répondre aux exigences de la norme API 13 A.

La présente étude a pour objectif l'élaboration d'un procédé d'enrichissement de la bentonite de **Hamam Boughrara** qui se trouve à Maghnia (Tlemcen) et l'amélioration de ses caractéristiques rhéologiques par ajout d'une substance chimique. Deux échantillons sont à traiter, **Dar M'barek** et **Roussel-1**.

Ce travail est divisé en deux grandes parties : Une partie bibliographique et une partie expérimentale.

La partie bibliographique comporte trois chapitres :

- Le premier chapitre traitera des généralités sur la bentonite, sa structure, ses propriétés et son utilisation.
- Dans le deuxième chapitre, nous aborderons le contexte géographique du gisement de **Hamam Boughrara**.
- Le troisième chapitre sera consacré au cadre géologique de ce gisement.

La partie expérimentale est répartie sur deux chapitres :

- Le chapitre quatre qui mettra l'accent sur le protocole d'essai à réaliser pour la caractérisation physico-chimique de la bentonite.
- Le dernier chapitre comprendra les résultats des essais d'enrichissement par dessablage ainsi que les résultats des analyses chimiques et des paramètres rhéologiques. Il présentera aussi une étude comparative entre les deux échantillons étudiés **Dar M'barek** et **Roussel-1**.

Introduction Générale

Enfin, nous terminerons ce travail par une conclusion générale qui résume les principaux résultats obtenus durant cette étude. Il met en évidence la conformité ou la non-conformité de cette bentonite au domaine pétrolier.

Introduction :

La bentonite est une catégorie d'argile que l'on retrouve dans les cendres volcaniques. A sa découverte, ses propriétés remarquables étaient encore inconnues au point où elle était assimilée à toute autre argile. Elle se forme quand des cendres volcaniques sont en contact avec de l'eau. Compte tenu de sa charge négative, cette argile agit comme un aimant quand elle est entourée d'eau. Du fait de cette propriété, cette argile parvient à éliminer les toxines présentes dans le corps humain. [1]

Cette argile s'obtient à partir des cendres volcaniques. La Montmorillonite minérale, une smectite, fait partie des minéraux présents dans cette argile bien que ce ne soit pas toujours le cas. Même si d'autres éléments influent sur les propriétés de la bentonite, la smectite joue un rôle essentiel sur les propriétés de la bentonite. [2]

Les bentonites, essentiellement constituées de smectite, sont des matériaux naturels très diversifiés dont les propriétés physico-chimiques et mécaniques sont largement utilisées dans l'industrie. Dans ce chapitre, nous présenterons les caractéristiques des smectites qui font leur spécificité depuis l'échelle microscopique (minéralogie, morphologie) jusqu'à l'échelle macroscopique (rhéologie). [1][2][3]

Après un bref rappel sur les différentes utilisations industrielles de la bentonite, nous nous focaliserons sur la smectite et ses spécificités susceptibles d'expliquer ses propriétés mécaniques si recherchées. Nous développerons plus précisément les capacités d'interaction entre feuillets.

1.1 La bentonite : formation et utilisations

Les bentonites sont issues de l'altération de produits du volcanisme soit par sédimentation de cendres en milieu lacustre ou lagunaire soit par altération des roches volcaniques sous forme de filons. Théoriquement, les bentonites sont des roches constituées à plus de 50 % de smectite. De nombreux autres minéraux, témoins des roches originelles, néoformées ou transportées peuvent y être associés. [2]

Les bentonites sont utilisées sous de nombreuses formes depuis le simple concassage du matériau jusqu'à son extraction et son traitement approfondi (Fig. 1.1). En particulier, les smectites contenues dans les bentonites confèrent des propriétés adsorbantes, d'étanchéité, de transport ou de liant largement utilisées dans la construction, l'industrie chimique et l'ingénierie environnementale. [3]

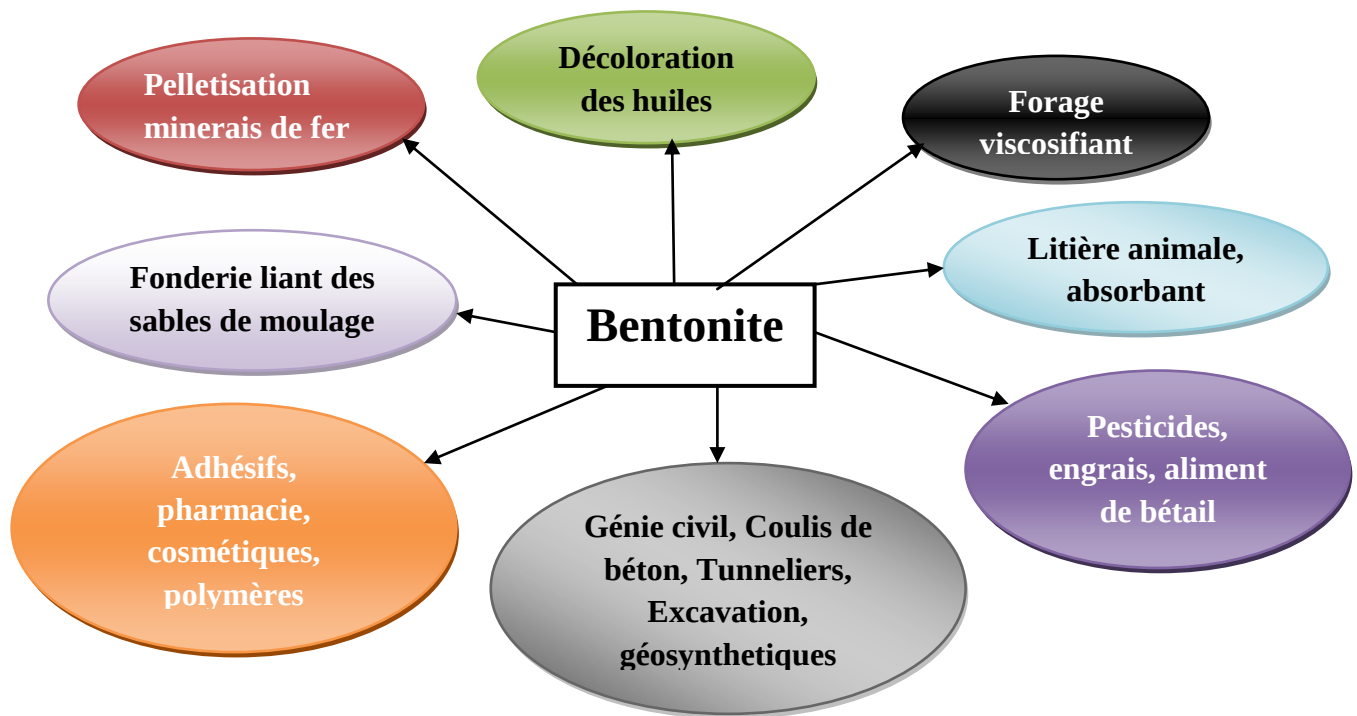


Fig. 1.1 – Domaines industriels d'utilisation des bentonites.

Chaque domaine a ses propres exigences au niveau des capacités d'adsorption, des propriétés mécaniques (viscosité, seuil, thixotropie) et des critères minéralogiques (présence de minéraux non argileux, polymères, surfactants). Les bentonites sont utilisées sous différentes formes de la poudre ou granulés (associé à un géotextile), jusqu'à la suspension plus ou moins concentrée et plus ou moins traitée (fluides de forage). Les applications dans les domaines : agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique nécessitent une connaissance accrue de la minéralogie de la bentonite étudiée. Son utilisation est alors soumise à des règles strictes de composition. [4]

❖ Les travaux souterrains : forage, excavation

Lors d'un forage, la boue bentonitique est injectée sous pression à l'intérieur de la tige de forage puis remonte le long des parois du forage. Sur son passage, la boue va tout d'abord lubrifier la tête de forage puis englober les cuttings afin de faciliter leur extraction et enfin déposer une pellicule stabilisatrice sur les parois. Lors d'un arrêt temporaire des travaux, la boue se gélifie et les cuttings sont maintenus en suspension, évitant ainsi leur sédimentation.

Lors de la reprise, la boue se fluidifie et les travaux reprennent. Si les pertes en circulation ne sont pas trop importantes, la boue utilisée est recyclée puis éventuellement réinjectée dans le forage. L'ajustement des propriétés de la boue peut, dans certaines conditions, permettre de colmater les pertes.

Mélangée à du ciment, la bentonite est également utilisée afin d'améliorer les caractéristiques du sol, notamment en diminuer la perméabilité (injection de coulis béton). Des mélanges béton-bentonite sont parfois réalisés afin d'améliorer l'imperméabilité des parois d'excavation. [3][5]

❖ Les céramiques

La connaissance des propriétés rhéologiques des céramiques (mélanges d'argile, de quartz et de feldspath) est indispensable pour permettre l'écoulement et la conservation de la forme acquise. La bentonite permet également de maintenir des mélanges de particules assez grossiers en suspension dans les émaux. [2]

❖ Les peintures

Dans l'industrie de la peinture, la bentonite est utilisée pour épaissir les liquides. L'écoulement de la peinture doit être suffisant pour permettre une bonne couverture et doit pouvoir se structurer en gel dès l'arrêt du cisaillement. En effet la durée de séchage des peintures (liée à la thixotropie) doit être ni trop courte sous peine de conserver les marques de pinceau, ni trop longue, puisqu'elle entraînerait des coulures. [4]

❖ L'agroalimentaire

Dans l'agroalimentaire, la bentonite est utilisée pour ses propriétés structurantes en vue d'épaissir les aliments pour animaux, lier les aliments en comprimés ou en pastilles (1,5 à 3 % de la ration) ou comme agent antiagglomérant. [5]

Elle est également utilisée pour ses propriétés d'hydratation, la smectite est un bon agent absorbant qui permet de réduire les pertes liquides à un moindre coût par rapport aux agents de conservation habituels. De plus, la bentonite peut être ajoutée à un ensilage de maïs afin d'en augmenter le pH et donc la production d'acides organiques et l'incorporation de l'azote dans les corps microbiens. Cependant, la bentonite doit alors être utilisée en grande quantité (10 kg/tonne) ce qui augmente considérablement la quantité de minéraux dans l'ensilage et en réduit la digestibilité. [3]

Au cours de la vinification, la charge électrostatique négative de la montmorillonite interagit avec les protéines et la matière colorante colloïdale, chargées positivement au pH du vin. Les protéines insolubilisées sont éliminées du vin par un soutirage. L'ajout de bentonite évite ainsi l'apparition de trouble. Toutefois, au delà des doses habituelles d'utilisation (entre 50 et 100 g/hl), l'usage de la bentonite provoque un appauvrissement significatif de l'arôme variétal des raisins. [5]

❖ La pharmacie et la cosmétique

Les smectites sont largement employées en dermopharmacie et dermocosmétiques pour leurs propriétés de gonflement (onctuosité, consistance) ainsi que leurs propriétés mécaniques. Les formulations doivent répondre à de nombreuses exigences telles que la facilité d'étalement (rhéofluidification) et la tenue après dépôt (restructuration liée à la thixotropie). Leur utilisation permet d'éviter l'utilisation de corps gras dans les shampooings, les crèmes et les pâtes de dentifrice. Les propriétés de gonflement des argiles sont également utilisées comme principes actifs (protection gastro-intestinale, laxatifs, anti-diarrhéiques) ou comme excipients (bases inertes, émulsifiants, lubrifiants). [1][2]

Chapitre I : La Bentonite dans tous ses états

Les suspensions argileuses ont une forte adhésion à la peau. En cosmétique cette propriété facilite la diffusion de l'eau interstitielle et contribue à l'échauffement local qui assure une dilatation des pores et contribue à son hydratation. Des recherches portent sur les capacités des smectites, via leurs propriétés d'échange cationiques, à soustraire les ions calcium déposés sur la peau (par la sueur ou les conditions extérieures) par des cations sodium voire d'échanger des anions agressifs (chlorures) par d'autres anions mieux tolérés, tels que les phosphates et les polyphosphates. [1][2]

Les capacités d'absorption des smectites tendent également à être utilisées comme des vecteurs de principe actif. Elles sont d'ores et déjà utilisées dans l'industrie animale afin de palier aux carences des troupeaux (sélénite, magnésium). A terme, l'utilisation de smectite devrait permettre de moduler voire de cibler la délivrance du principe actif.

Les recherches portent actuellement sur :

- l'efficacité des systèmes argiles-médicaments,
- le choix de l'argile (synthétique ou naturelle) et l'ajout éventuel de polymères,
- la quantité de principe actif retenu par l'argile,
- les cinétiques de redistribution,
- la quantité totale de délivrance par rapport au régime thérapeutique. [2][3]

❖ Les limites d'utilisation

Les applications agroalimentaires, médicales et cosmétiques sont systématiquement remises en cause par la composition du matériau argileux utilisé. En effet, les mailles aluminosiliciques des argiles renferment d'autres éléments minéraux tels que des carbonates de calcium, de magnésium (dolomite) et de fer (sidérite) et des matières organiques (acides humiques, des mucopolysaccharides et des composés basiques) qui pourraient s'avérer nocifs. De plus, les argiles sont associées dans le milieu naturel à des structures fibreuses à effet cancérogène comme les sépiolites et la chrysotile, du groupe des amiantes. Elles peuvent également contenir des métaux lourds de type arsenic ou plomb dont les teneurs sont réglementées, en particulier lors de son utilisation dans les domaines liés à la consommation. Les recherches sur la synthèse des argiles pourraient apporter de nouvelles solutions, mais leur élaboration reste difficile, coûteuse et dans des quantités souvent incompatibles avec leur utilisation industrielle. [6]

Dans le milieu naturel, l'utilisation de la bentonite pose le problème du vieillissement des structures lié principalement aux propriétés d'échange. En effet, les interactions entre les bentonites et les eaux chargées peuvent conduire à une évolution de leurs propriétés mécaniques. Par exemple, la bentonite incluse dans les géosynthétiques bentonitiques est en contact avec les lixiviats et les eaux chargées provenant de pluies acides, des aquifères marins sous-jacents ou encore des massifs carbonatés voisins. Les risques liés aux échanges avec la bentonite sont mal connus, ils pourraient diminuer significativement les propriétés d'étanchéité. De même, lors d'un forage, le fluide bentonitique est en contact avec de nombreux matériaux et fluides qui peuvent modifier ses propriétés mécaniques. [4][5][7]

Il existe peu de gisements de bentonites, toutefois on trouve de la smectite dans de nombreux sols. Ces propriétés d'échange et de gonflement posent de nombreux problèmes dans le domaine de la gestion environnementale et du génie civil (stabilité des terrains, coulées boueuses, envasement, transfert de polluants . . .). La smectite est exploitée et employée dans de nombreux domaines et le développement de son utilisation passe par une meilleure compréhension des phénomènes d'échanges et des mécanismes de structuration susceptibles de se produire en suspension. [6][7]

1.2 Structure et propriétés des phyllosilicates

L'étude du système argile/eau peut être réalisée à différentes échelles d'observations, depuis la description du feuillet et de ses défauts jusqu'à la formation de structures constituées de plusieurs feuillets extensives et fortement déformables dans l'eau.

Les phyllosilicates sont des silicates dans lesquels les tétraèdres de SiO_4 forment des feuillets infinis bidimensionnels. Ces feuillets tétraédriques sont condensés avec des octaèdres d'oxydes métalliques dans un rapport 2 : 1 ou 1 : 1. Les phyllosilicates sont également appelés plus simplement silicates lamellaires. Les smectites appartiennent au groupe des phyllosilicates 2 : 1 ou TOT (une couche d'octaèdres entre deux couches de tétraèdres). Des substitutions isomorphes dans leur structure cristalline permettent d'obtenir différents argiles smectiques, parmi lesquelles la montmorillonite. [7]

1.2.1 Structure cristallographique

Les phyllosilicates sont des silicates particuliers pour lesquels les tétraèdres $(\text{SiO}_4)^{4-}$ sont disposés en couches (la couche tétraédrique T) selon un motif hexagonal par mise en commun de trois oxygènes. La base de la couche tétraédrique est électriquement neutre. Les oxygènes apicaux sont reliés à une couche d'octaèdres (O). Lorsque la couche O est liée de part et d'autre à une couche T, on obtient le groupe des phyllosilicates TOT ou 2 : 1. L'épaisseur d'un feuillet est alors de $10\text{\AA}$, (voir figure 1-2), ce groupe réunit de nombreux minéraux (talc, mica, illite, smectite). [7]

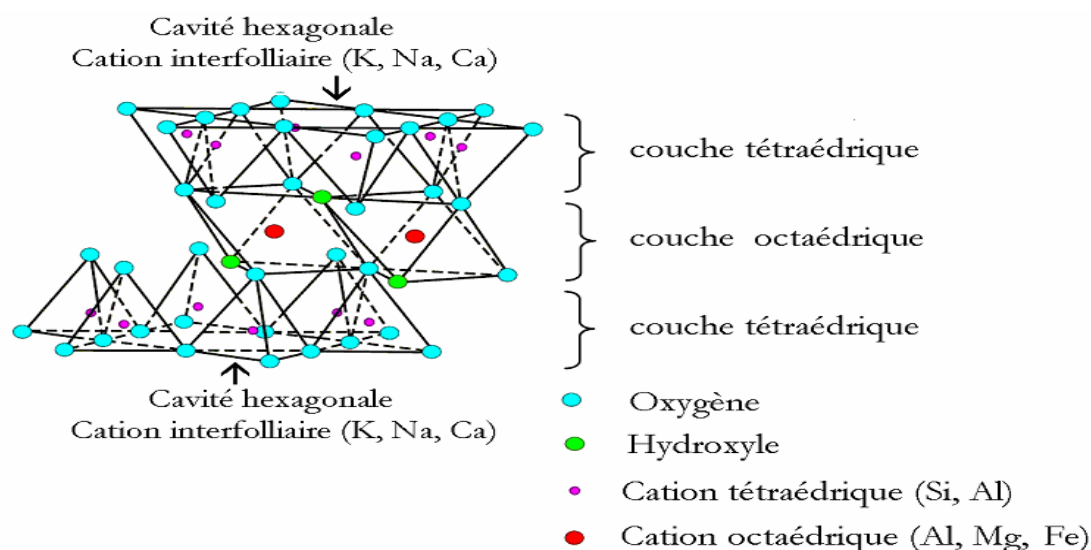


Fig. 1.2 –Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicates 2:1. [7]

1.2.2 Classification des phyllosilicates

Différents modèles de classification des phyllosilicates existent. Le tableau 1.1- présente une synthèse de deux classifications. La première, établie par le comité international de classification et de nomenclature des minéraux argileux en 1966 ; est basée uniquement sur la charge du feuillet et sur le nombre d'atomes métalliques en couche octaédrique.

La deuxième, établie par J.MERING et G.PEDRO, prend en compte la localisation des substitutions, leur distribution et le type de cations compensateurs. Cette classification ne prend pas en compte les silicates synthétiques, parfois utilisés dans l'élaboration de nano-composites. Cette classification met bien en évidence que les smectites se répartissent en plusieurs catégories. [7]

Feuillet	Charge par maille	Diocatédrriques	Triocatédrriques
1: 1	0	Kaolinite (Si ₄)(Al ₄)O ₁₀ (OH) ₈	Antigorite (Si ₄)(Mg ₃)O ₁₀ (OH) ₈
	#0		Berthierines (Si _{4-x} Al _x)(Mg ²⁺ _{6-x} M ³⁺ _x)O ₁₀ (OH) ₈
	#0	Pyrophyllite (Si ₈)(Al ₄)O ₂₀ (OH) ₄	Talc (Si ₈)(Mg ₆)O ₂₀ (OH) ₄
2: 1		SMECTITES	
	0.4 à 1.2	Montmorillonite (Si ₈)(Al _{4-y} Mg _y)O ₂₀ (OH) ₄ M _y ⁺ Beidellite (Si _{8-x} Al _x)Al ₄ O ₂₀ (OH) ₄ M _x ⁺	Hectorite (Si ₈)(Mg _{6-y} Li _y)O ₂₀ (OH) ₄ M _y ⁺ Saponite (Si _{8-x} Al _x)(Mg ₆)O ₂₀ (OH) ₄ M _x ⁺
	1.2 à 1.8	Illites (Si _{8-x} Al _x)(Al _{4-y} M ²⁺ _y)O ₂₀ (OH) ₄ K ⁺ _{x+y}	Vermiculites (Si _{8-x} Al _x)(Mg _{6-y} M ³⁺ _y)O ₂₀ (OH) ₄ K ⁺ _{x+y}
		MICAS	
	2	Muscovite (Si ₆ Al ₂)(Al ₄)O ₂₀ (OH) ₂ K ₂ ⁺	Phlogopite (Si ₆ Al ₂)(Mg ₆)O ₂₀ (OH) ₂ K ₂ ⁺
	4	Margarite (Si ₄ Al ₄)(Al ₄)O ₂₀ (OH) ₂ Ca ₂ ²⁺	Clintonite (Si ₄ Al ₄)(Mg ₆)O ₂₀ (OH) ₂ Ca ₂ ²⁺

Tableau 1.1 : Classification des phyllosilicates. [7]

1.2.3 Le feuillet de smectites

Ce type de phyllosilicates est constitué des deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique (figure 1.2). Les minéraux les plus importants de cette famille sont la montmorillonite, la beidellite, l'hectorite et la saponite. Cette famille d'argile est composée de particules plates d'une grande extension latérale avec des diamètres allant de quelques microns à plusieurs centaines de microns. [7]

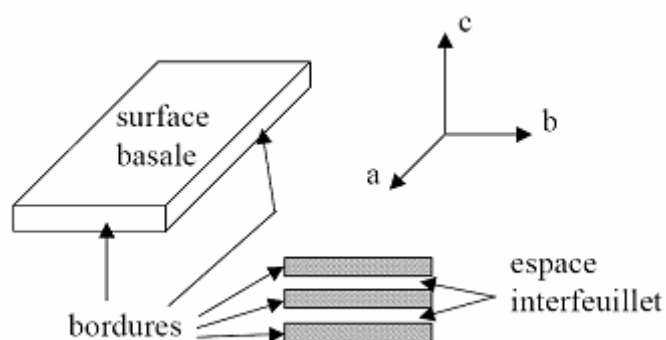


Fig. 1.3 – Illustration de l'empilement des feuillets d'argile, montrant les surfaces basales, les bordures des particules, ainsi que les espaces interfeuillets. [7]

Ces particules sont elles-mêmes constituées d'un empilement de feuillets unitaires, formant spatialement une structure de type "jeu de cartes" (figure 1.4). L'épaisseur totale du feuillet et de l'espace interfeuille associé est d'environ 14 Å. [7]

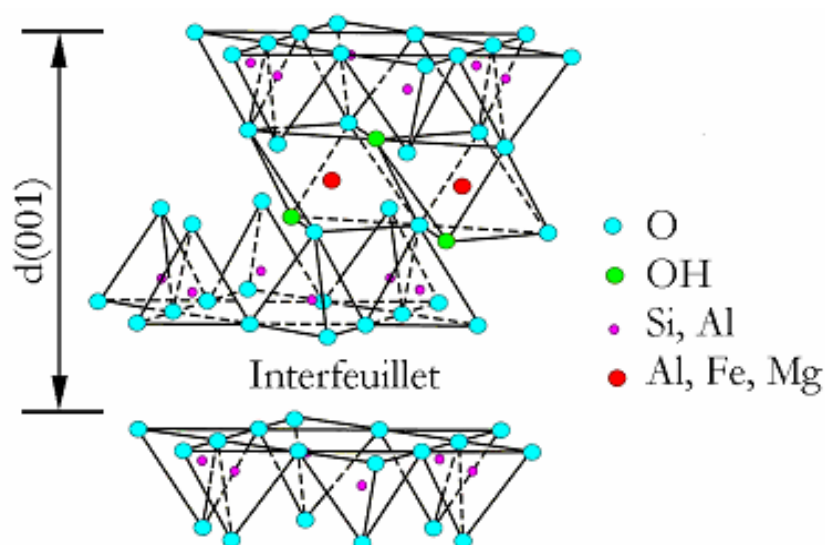


Fig. 1.4 – Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaires dans une smectite. [7]

Des molécules d'eau sont susceptibles de s'intercaler dans l'espace interfoliaire (fig. 1.4). Le degré d'hydratation dépend de la nature du cation hydraté et de l'humidité relative. Cette possibilité de "gonflement" des espaces interfoliaires conduit à désigner ces argiles par le terme d'"argiles gonflantes". [7]

Les smectites présentent des substitutions isomorphes : les ions silicium (Si^{4+}) des couches tétraédriques peuvent être remplacés par des ions aluminium (Al^{3+}). De même, les ions métalliques de la couche octaédrique (Al^{3+}) peuvent être remplacés par des ions de valence inférieure (Mg^{2+} , Fe^{2+}) (Fig. 1.5). [7]

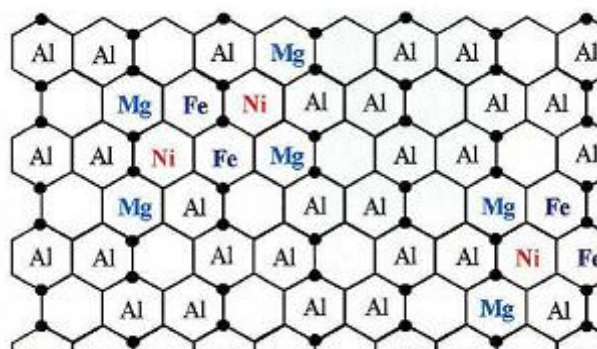


Fig. 1.5 – Modèle de distribution cationique dans la couche octaédrique de la montmorillonite de Camp-Bertaux (• : OH) [7]

1.3 Microstructure de la bentonite

Pour comprendre la microstructure de la bentonite, nous présentons dans ce paragraphe une revue bibliographique sur la microstructure de la montmorillonite en prenant en considération les différents types de minerais et d'empilements de particules constituant l'argile en question. Cette démarche est motivée par :

- La forte présence de la montmorillonite dans la littérature.
- Le fait que les phyllosilicates présentent des similitudes de structure et de propriétés.
- La bentonite en général, particulièrement celle étudiée ici, est constituée en grande partie par ce type de minéral.

En plus de leurs formes exceptionnelles (fig.1.6), les montmorillonites possèdent la propriété de gonflement la plus intéressante de tous les minéraux de la famille des phyllosilicates. Cette partie décrit leur structure à différentes échelles et leurs propriétés spécifiques. Ceci est rendu possible par l'utilisation de techniques expérimentales telles que la Diffraction des Rayons X (DRX), la Microscopie Electronique à transmission (MET) et la Microscopie Electronique à Balayage (MEB).

Différents auteurs ont mis en évidence trois niveaux d'organisation dans les systèmes argileux, particulièrement les montmorillonites. Nous avons repris sur la figure 1.6 la présentation des différents niveaux d'organisation selon l'échelle d'observation proposée par Le Pluart et al. (2004). Nous présentons donc dans cette partie les trois différents "objets" caractéristiques de cette structure multi-échelle des montmorillonites. [7]

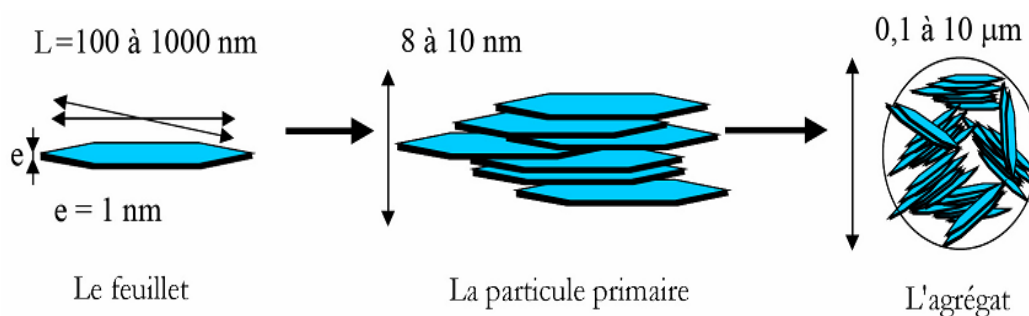


Fig. 1.6 – Structure multi-échelle de la montmorillonite (Le Pluart et al. (2004)). [7]

1.3.1 Le feuillet

Les feuillets sont les unités structurales de base définissant la nature minéralogique, l'appartenance au type d'argile, les propriétés physico-chimiques ainsi que le comportement macroscopique. Le feuillet représente la répétition horizontale de la demi-maille dans les directions x et y. Il est assimilable à un disque ou à une plaquette, possédant des dimensions latérales de l'ordre du micron, et faisant à peu près un nanomètre d'épaisseur. Ces plaquettes sont considérées comme souples et relativement déformables. L'anisotropie des feuillets est très importante. Dans la famille des smectites, la charge d'un feuillet varie de 0,2 à 0,6 électron par maille, selon la localisation des substitutions et le taux d'occupation des couches octaédriques. La montmorillonite possède environ 0,3 à 0,4 électron par maille (Le Pluart (2002)). Comme nous l'avons dit plus haut, les cations compensateurs à la surface des feuillets de montmorillonite sont généralement des ions calcium ou sodium. On emploie généralement les termes de montmorillonite "calcique" et de montmorillonite "sodique" pour faire référence à la nature de ces cations. [7]

1.3.2 La particule primaire

Les particules constituent le premier niveau d'organisation. Elles sont caractérisées par un empilement de feuillets identiques parallèlement à leur plan de base. Les forces de cohésion entre feuillets sont plus faibles que celles existant au sein du feuillet. Si on considère les principales espèces minéralogiques, la structure de la particule observée dans un plan perpendiculaire au plan des feuillets peut se présenter suivant trois grands types d'empilements:

- **Empilement ordonné** où les feuillets sont empilés les uns sur les autres dans un ordre parfait. C'est le cas des phyllosilicates dont l'espace interfoliaire est vide ou anhydre (plutôt pour les kaolinites ou illites).
- **Empilement semi-ordonné** (ou désordre translationnel). Dans ce cas, les feuillets successifs présentent des translations "semi-définies". Ils sont séparés par quelques molécules d'eau, l'épaisseur de la particule est variable et dépend du degré d'hydratation. Ils peuvent glisser latéralement les uns sur les autres.
- **Empilement désordonné** (ou désordre turbostratique). Dans ce cas, des feuillets successifs présentent des translations et/ou des rotations quelconques dans tout l'édifice. Les feuillets sont séparés par un film d'eau permettant une libre rotation autour d'un axe perpendiculaire au plan de la particule. [7]

Il existe un nombre important de termes pour désigner les particules. Le plus petit élément cristallin (le plus petit volume cohérent) produisant des interférences dans un phénomène de diffraction X a été appelé par Mering et Oberlin (1971) "particule primaire". La particule la plus grossière, obtenue après une dispersion dans certaines conditions, constituée par l'association de plusieurs particules primaires, a été désignée par les mêmes auteurs par le terme de "particule libre". La montmorillonite est généralement constituée par l'association de plusieurs particules primaires, dont l'extension latérale est particulièrement

importante. Ces auteurs avaient été amenés à concevoir une juxtaposition, par les bords, des cristallites présentant une légère désorientation les unes par rapport aux autres. Toujours dans le cas de la montmorillonite, Aylmore et Quirk (1971) avaient introduit la formation, par chevauchement face-face à partir de particules libres ou primaires, d'édifices à extension latérale considérable : les "domaines". [7]

Si nous nous limitons à la dimension des particules dans la direction perpendiculaire au plan des feuillets, l'épaisseur de ces particules a été évaluée, par l'analyse classique aux Rayons X des réflexions 001, à une dizaine de feuillets maintenus par les forces électrostatiques attractives entre les ions compensateurs et les feuillets. Elle fait généralement 8 à 10 nanomètres d'épaisseur (fig. 1.6). La taille des particules est à peu près constante, c'est-à-dire que lorsqu'une montmorillonite est gonflée, l'espace interfoliaire est augmenté et il y a moins de feuillets dans une particule [7].

D'autre part, la montmorillonite présente des substitutions isomorphes de type dioctaédrique. Ce type de localisation des charges empêche les cavités hexagonales de deux feuillets adjacents de se superposer. L'arrangement global des feuillets, au sein d'une particule primaire de montmorillonite, est donc turbostratique. Ils présentent un désordre dans le plan latéral mais sont tous perpendiculaires à la direction z. Cela a été bien confirmé dans le cas des montmorillonites calciques fortement hydratées en utilisant l'analyse de la diffusion aux petits angles et la microscopie électronique à transmission. Ces auteurs ont défini la particule comme étant un empilement parallèle quel que soit le degré d'ordre dans la répétition de ces feuillets à l'intérieur de l'empilement. Comme nous le verrons plus loin, ces particules constituent les "parois" du réseau de pores développé au sein de l'échantillon et ont une épaisseur extrêmement variable en fonction de la teneur en eau de l'échantillon. [7]

Dans la littérature, on trouve souvent des travaux sur des bentonites constituées par des minéraux non homogènes dites "interstratifiées" [7]. Ces particules d'argile sont constituées par la superposition de feuillets qui sont :

- soit de nature différente (illite-smectite, vermiculite-smectite, etc..).
- soit de même nature mais qui diffèrent par leurs remplissages interfoliaires comme le cas de la montmorillonite hydratée où l'espace interfoliaire peut contenir une, deux, trois ou quatre couches d'eau.
- ou par la nature et le remplissage interfoliaire à la fois, comme le cas de l'illite-smectite avec des feuillets de smectite dans des états d'hydratation variables [7].

Parmi ces minéraux, les interstratifiés illite/smectite sont les plus étudiés. On les trouve dans des bentonites couramment utilisées dans les boues de forage [7].

Dans le cas des minéraux interstratifiés, l'empilement se caractérise essentiellement par le mode de succession des feuillets de nature différente suivant la normale à leur plan. Ainsi, si on considère un minéral interstratifié qui contient deux types de feuillets A et B, on peut envisager essentiellement trois types d'interstratifiés :

- *ségrégués* : une particule donnée présente des séquences AAABBB (figure 1.7.a). Le diagramme de diffraction X est la superposition des diagrammes produits par chacun des constituants.
- *Réguliers* : une particule donnée comporte des séquences ABABAB...AB (figure 1.7.b). Une période de surstructure perpendiculairement au plan des feuillets égale à la somme des épaisseurs des deux feuillets apparaît ($d_T = d_A + d_B$). Le diagramme de diffraction X comporte alors des réflexions basales de surstructure correspondant à d_T .
- *Aléatoires* : tous les cas intermédiaires entre les deux décrits précédemment (figure 1.7.c). Dans ce cas, les diagrammes de diffraction X présentent des réflexions (00l) irrationnelles [7] et leur interprétation est très délicate.

1.3.3 L'agrégat

C'est un ensemble de particules primaires orientées dans toutes les directions. Les agrégats ont une taille qui varie de 0,1 à 10 microns comme il est montré sur la figure. 1.7.

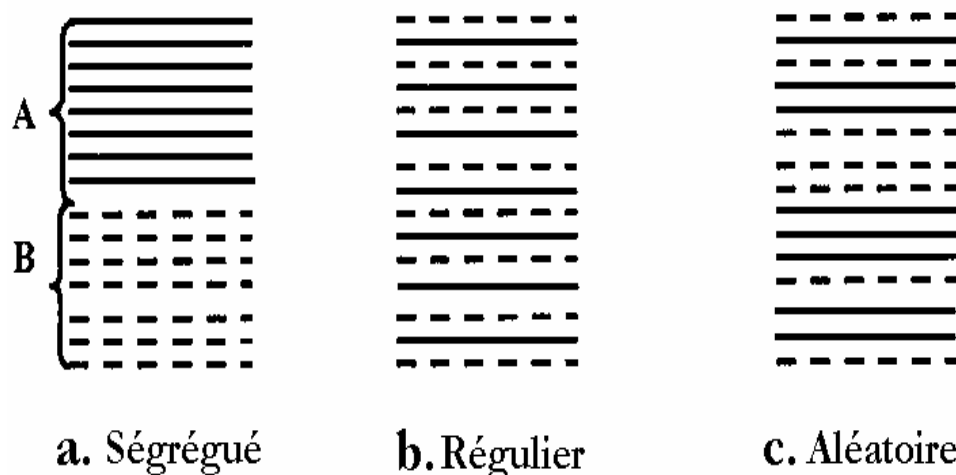


Fig. 1.7 – Différents modes de succession des feuillets au sein d'une unité interstratifiée. [7]

Il s'agit d'un assemblage de particules dont l'arrangement est gouverné par le type de forces résultant des interactions entre particules (et du degré de compaction). En effet, lorsque les forces répulsives sont dominantes, les particules s'orientent parallèlement et la structure est dite dispersée. Ces particules s'assemblent au sein d'*agrégats*, plus au moins denses selon la texture et le nombre des particules, ainsi que les distances entre celles-ci. Tessier (1975), en prenant pour référence les données de Mering et Oberlin (1971) et de Van Olphen (1963), portant sur les minéraux expansibles, a proposé une nomenclature pour nommer les différents modes d'association des particules (détaillés plus loin) : l'agrégat constitué de plusieurs particules primaires a été nommé *unité morphologique* ; le dernier niveau d'organisation est constitué par les *super-agrégats*, où se regroupent les agrégats. [7]

Selon la quantité d'eau présente au sein du système et la nature de l'argile considérée, l'organisation sera plus ou moins variée. Il en résulte différents types de structuration comme,

par exemple, dans le cas de la montmorillonite, qui possède des unités morphologiques très déformables. Ces déformations sont probablement plus aisées que dans les autres phyllosilicates, même si elles sont relativement limitées du fait que les particules possèdent une certaine rigidité. [7].

On en conclut que l'organisation de la microstructure de la bentonite (du feuillet à l'assemblage d'agrégats) ne peut être interprétée que si l'organisation de l'espace poral est prise en considération. La dimension, la forme et la distribution des espaces poraux dépendent de la granulométrie de l'argile, de son caractère gonflant et aussi du fluide interstitiel et des contraintes auxquelles la bentonite est soumise. Touret *et al.* (1990) ont décrit l'existence de trois types d'espaces liés à l'organisation de la phase solide dans des argiles (Figure 1.7) [7] :

- *L'espace interfoliaire* sépare deux feuillets dans un empilement. Il est généralement occupé par les couches d'eau adsorbée (1 à 4) et des cations échangeables, et son épaisseur moyenne est comprise entre 1,5 et 2,5 nm.
- *L'espace interparticulaire* séparant les particules argileuses qui forment les agrégats. Il est susceptible de diminuer jusqu'à atteindre la valeur de l'espace interfoliaire pour les argiles fortement compactées [7]. Dans ce type d'espace, la double couche, qui sera traitée en détail plus loin, peut se développer. Les micropores lenticulaires sont intérieurs aux particules, à l'échelle de quelques nm.
- *L'espace interagrégat* a une section moyenne comprise entre 1,6 et 16 nm où l'eau circule librement (eau libre) limitant les effets électrostatiques de la double couche (fig. 1.8).

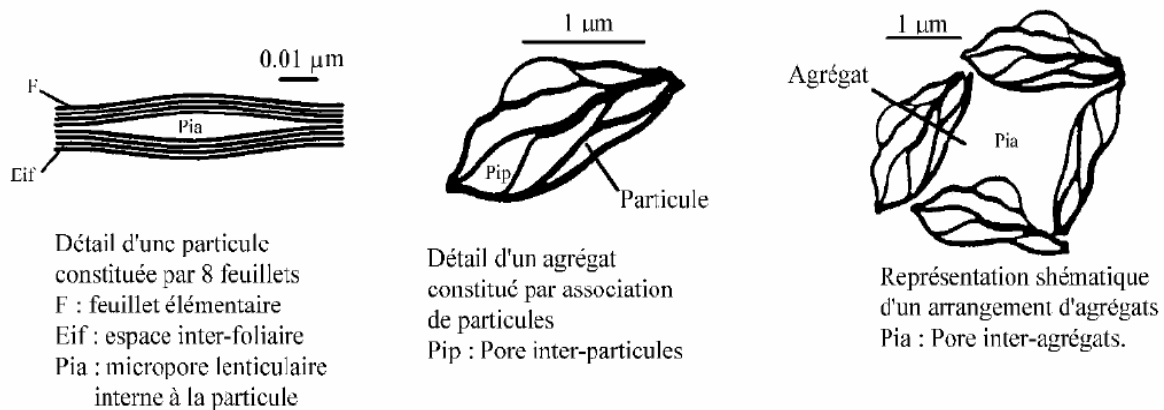


Fig. 1.8 – Les différents types d'espaces poraux (Touret *et al.* (1990)).[7]

1.4 Les propriétés rhéologiques

La rhéologie est la science des déformations et écoulements de la matière, des contraintes qui en résultent et des efforts qu'il faut appliquer pour les obtenir. La rhéologie repose sur les bases de la mécanique des milieux continus, dont l'objet est de déterminer les contraintes et les déformations en chaque point d'un milieu continu [4].

Chapitre I : La Bentonite dans tous ses états

Cette science trouve également son application industrielle dans tous les procédés de préparation des matériaux, pour lesquels on doit produire un écoulement de la matière mais également en domaine pétrolier pour tout ce qui est boue de forage.

Les normes API imposent de calculer trois paramètres correspondant au modèle de Bingham : μ_p (Viscosité plastique), μ_A (Viscosité apparente), Y_p (contrainte seuil, Yield value). [4]

1.4.1 La viscosité

La viscosité dépend avant tout de la teneur en solides contenue dans la boue et de la présence des polymères. Une augmentation de viscosité ne pourra donc être combattue que par l'élimination de solides. D'un point de vue pratique, on définit deux types de viscosité exprimées en [cP] : une viscosité apparente (μ_A) et une viscosité plastique (μ_p) souvent liée à la taille des particules, et à leur forme :

$$\mu_A = L600/2 \text{ [cP]}$$

$$\mu_p = L600 - L300 \text{ [cP]}$$

Où L600 et L300 représentent respectivement les lectures à 600 et 300 tr/mn sur le rhéomètre. Une viscosité maximale améliore la mise en suspension des déblais et réduit l'infiltration et l'érosion, tandis qu'une faible viscosité facilite le pompage de fluide, améliore la lubrification et réduit les pertes de charges, accélérant ainsi l'avancement du forage. [4]

Le viscosimètre est un appareil à cylindres coaxiaux dont le rotor est entraîné à l'aide d'un moteur électrique. Il sert à mesurer la résistance au cisaillement de la boue contenue dans le godet à l'intérieur duquel sont immergés des cylindres. Le cylindre extérieur (rotor) peut tourner aux vitesses 3, 6, 100, 200, 300, 600 tr/mn. Pour chaque vitesse on lit le couple transmis par le fluide sur le cylindre intérieur (stator). Ces six points de mesure permettent de tracer le rhéogramme. [4].

1.4.2 La contrainte seuil ou le yield point

La contrainte seuil est une mesure dynamique qui représente la résistance initiale à vaincre, pour que le fluide s'écoule. Cette résistance est due aux forces électrostatiques attractives localisées à la surface de particules : $Y_p = L300 - \mu_p = (\mu_A - \mu_p).2 \text{ [lb/100Ft}^2\text{]}$.

La contrainte seuil dépend du type des solides présents et de leurs charges de surface respectives, de la concentration de ces solides et du type et de la concentration des autres ions ou sels éventuellement présents. [4]

1.5 Les propriétés de filtration

1.5.1 La perte au filtrat

Une suspension de bentonite et d'eau distillée est préparée et mise en agitation pendant 1 mn environ. La suspension est versée dans la cellule de filtre presse. Un chronomètre est réglé à 30mn. La vanne de pression est ouverte à 7 bars. Une éprouvette est placée sous l'orifice de la cellule. Toutes ces opérations doivent être effectuées simultanément dans moins de 15 secondes. Après 30minutes écoulées, le chronomètre sonne, il faut enlever l'éprouvette et noter le volume. Cette opération est répétée encore une fois et le volume est noté. [4]

Conclusion :

La grande variété des smectites trouve son origine dans l'organisation atomique de sa structure. La charge des feuillets évolue en terme de localisation, de répartition et d'intensité. A l'état hydraté, le système devient complexe puisque nous devons considérer ce feuillet dans son environnement. En fonction de sa charge, le feuillet s'entoure d'un cortège électronique hydraté dont l'épaisseur est en fonction de la valence des cations, de la force ionique de la solution suspendante. Les particules sont alors susceptibles ou non de s'associer en tactoïdes puis en agrégats ou en flocs. Un degré de complexité supplémentaire est atteint lors de l'ajout de substances gélifiantes dans le cas des smectites activées.

Ainsi, l'étude des matériaux argileux débute à petite échelle avec sa caractérisation minéralogique fine jusqu'aux interactions complexes avec son environnement physico-chimique. Ces informations couplées à une étude rhéologique devraient permettre de mieux comprendre les propriétés d'interactions entre les particules à l'origine de leur spécificité mécanique notamment sous cisaillement.

Introduction :

Les dômes rhyolitiques de Hammam Boughrara sont les plus anciens témoins du volcanisme cénozoïque en Oranie. Les produits volcaniques (rhyolites et dépôts pyroclastiques) protégés par des centres d'émissions réparties de part et d'autre de l'Oued Tafna se répartissent sur plus de 200 km², et la bentonisation apparue dans ces milieux volcanogènes est à l'origine des plus grands gisements d'argile bentonitique en Algérie.

2.1 Cadre géographique

Le secteur d'étude se situe dans la plaine de Maghnia partie intégrante du bassin de la moyenne Tafna qui à son tour fait partie de l'Oranie (l'Algérie nord occidentale) [8].

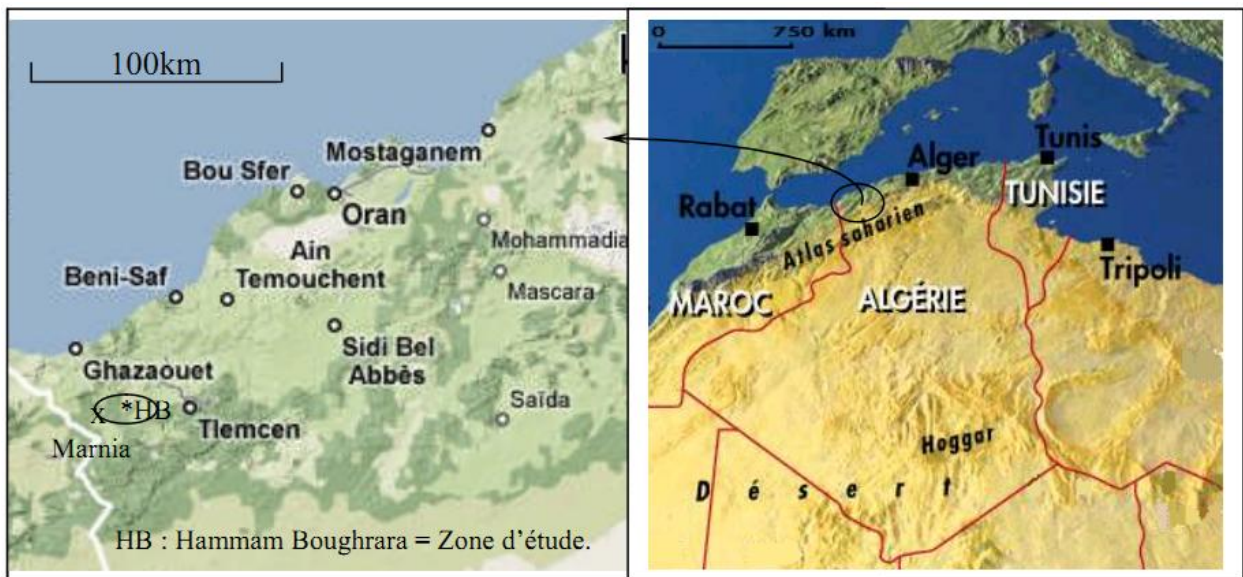


Fig. 2.1 – Situation géographique.

La superficie du secteur est d'environ 500km².

2.2 Secteur limitrophes

Le secteur d'étude est situé près du village de Hammam Boughrara, au nord-ouest de l'Algérie, distant de 30 km à l'ouest de la ville de Tlemcen (chef lieu de la wilaya) et à 14km de la frontière Algéro-marocaine sur une latitude de 34°54'N et une longitude de 1°38'W. Cette région est limitée au Nord et à l'Ouest par la chaîne de Fillaoussène, et au Sud par la plaine de Maghnia et les monts de Tlemcen. [8]

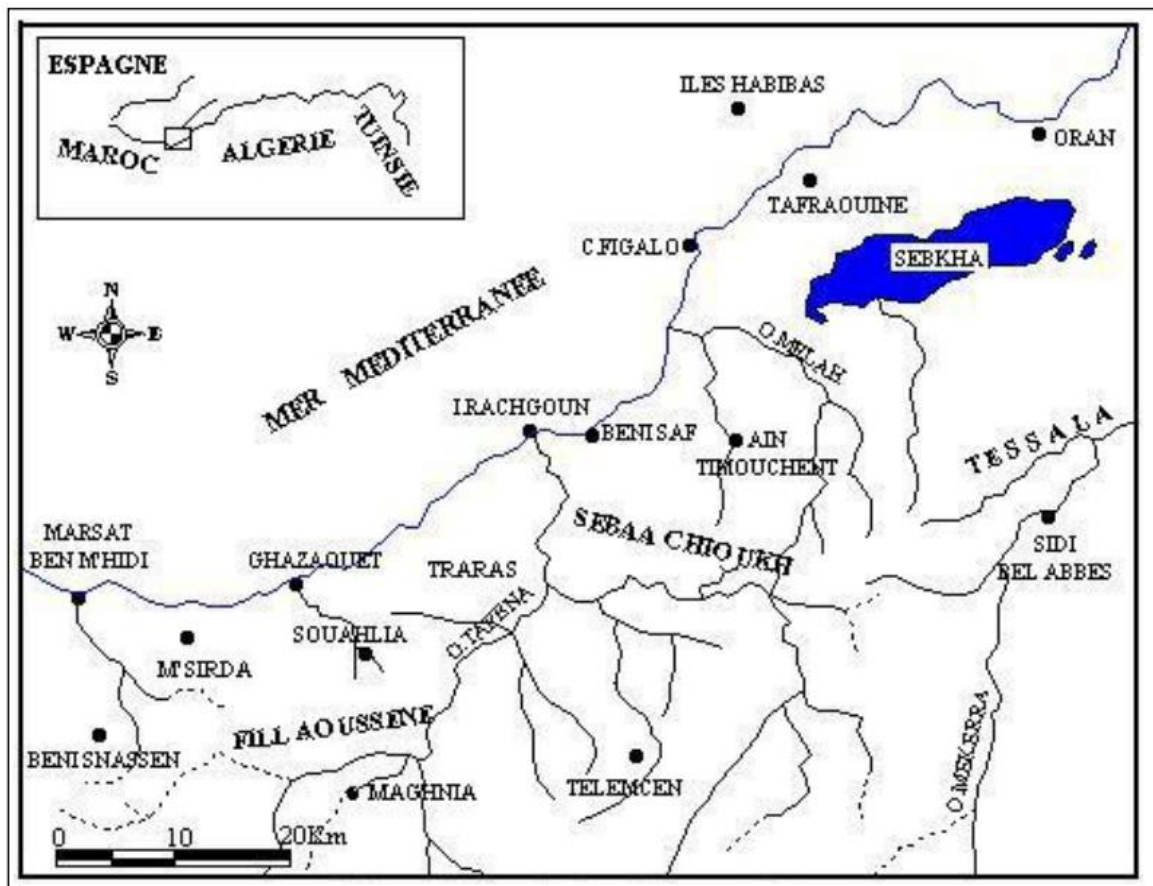


Fig. 2.2– Esquisse géographique de la zone étudiée. [9]

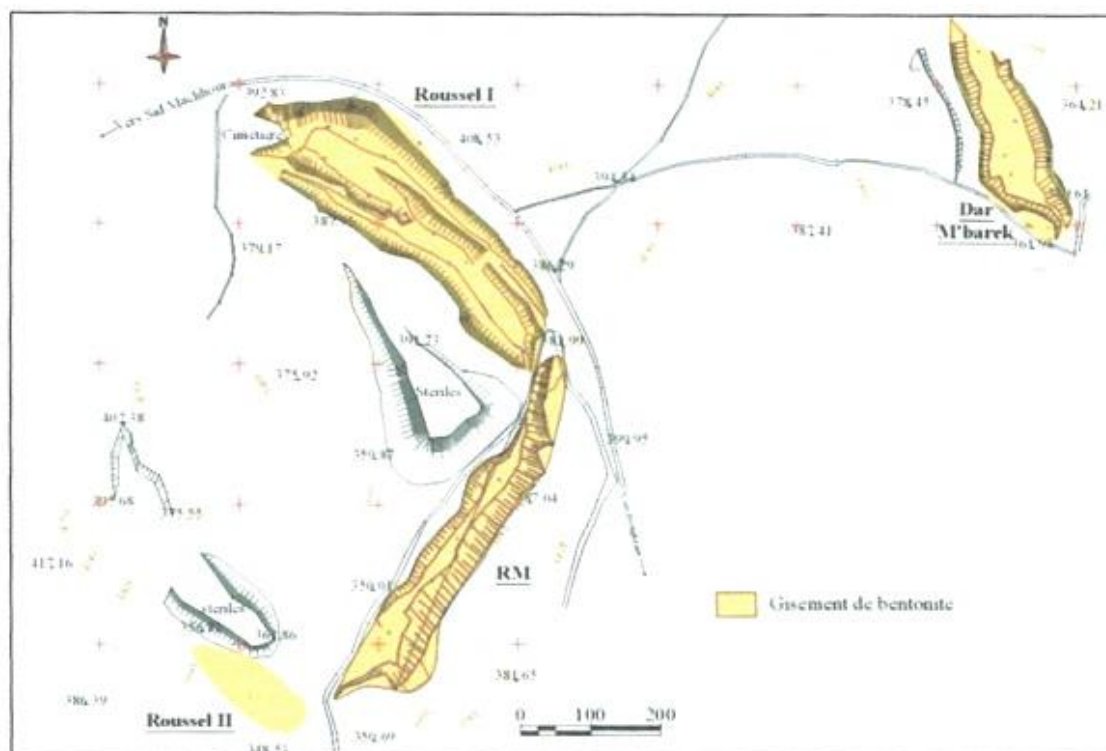


Fig.2.3– Localisation géographique de gisement de bentonite de Hamam Bouhrara (d'après Bental 2009). [9]

2.3 Topographie

Les grands traits orographiques de cette partie de l'Oranie sont marqués par les alignements atlasiques SW-NE des reliefs, qui sont séparés par des dépressions de même orientation. La plaine de Maghnia se situe entre deux massifs atlasiques ; le massif hercynien des Traras avec son plongement méridional, la chaîne Fillaoussène au nord et les monts de Tlemcen au Sud (l'altitude de ces massifs montagneux dépasse souvent 1000m). Elle s'allonge sur la bordure Nord du domaine des hauts plateaux avec altitude qui n'excède pas les 500m au dessus du niveau de la mer. [10]

2.4 Hydrographie

Le réseau hydrographique est très développé et suit le découpage tectonostructural de la région. Il est dense et profond avec des vallées souvent courtes et étroites. Les nombreux Oueds qui sillonnent la vallée en ravins encaissés au profil caractéristique de vallées torrentielles, sont alimentés quelques jours par an, par les eaux de ruissellement superficiel. Ils rejoignent l'Oued Tafna presque permanent, de 177km de long et qui prend sa source dans les monts de Tlemcen. On note également la présence de plusieurs sources thermales dont la célèbre source de Hammam Boughrara (et Hammam Echiguer). [10]

2.5 Climat

La région d'étude est caractérisée par un climat méditerranéen, avec des étés chauds et secs et des hivers doux et pluvieux. Il s'agit d'une des zones les plus humides d'Algérie, avec des précipitations annuelles variant entre 400 et 1000 mm d'eau. Les températures moyennes estivales et hivernales sont respectivement de 25°C et de 11°C. En été, le sirocco, un vent sec et très chaud (appelé localement le Chehili), souffle depuis la Sahara en direction du nord. [10]

Conclusion :

Le volcanisme cénozoïque en Oranie est à l'origine de l'apparition des dômes rhyolitiques de Hammam Boughrara, et leur bentonisation est une source de gisement d'argile en Algérie. Ce secteur est à l'ouest de la ville de Tlemcen. Cette région est marquée par les alignements atlasiques SW-NE. Cette dernière est caractérisée par un climat méditerranéen. Elle est parmi les zones les plus humides en Algérie.

Chapitre III : Cadre Géologique

Introduction :

L'Oranie a fait l'objet de plusieurs études géologiques (stratigraphiques - paléontologiques - pétrographiques).

- Ainsi M.RENOU (1846) étudie les formations nummulitiques des Tessala. Ces travaux furent suivis par ceux de L.VILLE et M.BAYLE (1854), qui apportent des précisions stratigraphiques, puis en (1856) L.VILLE édite la carte minéralogique et géologique de la province d'Oran.

Cette période de reconnaissance s'achève avec la publication du mémoire de A.POMEL (1871).

-Les premières études concernant les gisements éruptifs sont attribuées à G.VELAIN (1874) donnant une description pétrographique succincte des roches éruptives des îles Habibas.

-POUYANNE (1877) signale la présence de basalte dans la moyenne Tafna, ce qui est confirmé par les travaux de CURIE et FLAMAND (1890-1899). Ces derniers donnèrent aussi un aperçu pétrographique sur la région de Tifaraouine et des îles Habibas.

-L.GENTIL (1903) dans ses travaux sur le bassin de la Tafna a publié une étude plus détaillée sur les massifs volcaniques de la moyenne et la basse Tafna, reconnu le Tifaraouine, les îles Habibas et la région de Ain Témouchent, cette étude est complétée par la publication d'une dizaine de cartes géologiques sur la province d'Oran» levées à 1/50 000 et 1/20 000.

-A.LACROIX (1893 - 1927) dans ses ouvrages "la minéralogie de la France et de ses colonies", et "les enclaves des roches volcaniques" a apporté de nouvelles connaissances minéralogiques et chimiques des roches volcaniques de l'Oranie.

-J.DELAPARENT (1945) et G.MILLOT (1953) reprennent et complètent l'étude géologique et minéralogique de la région.

- G.SADRAN (1958) a étudié le volcanisme récent de la région et publié diverses analyses chimiques des roches éruptives.

- B.FENET (1975) et P.GUARDIA (1975) actualisent les données structurales et géodynamiques de l'Oranie.

- H.BELLON et R.BROUSSE (1977), et BELLON et GUARDIA (1980) publient des résultats de datations radiométriques (K/Ar) et attribuent au volcanisme Oranais un âge mioplio-quadernaire (9- 4,5 - 1 Ma).

- M.BENEST (1982) a étudié la tectonique et la microtectonique des monts de Tlemcen.

- Les travaux de G.THOMAS (1984) ont été consacrés à l'analyse géodynamique du bassin intramontagnard du bas Chélif et l'extrémité orientale de la Moyenne Tafna.

Chapitre III : Cadre Géologique

- M.MEGARTSI (1985) précise les données volcanologiques et pétrologiques du volcanisme de l'Oranie Nord Occidentale. Il étudie notamment le volcanisme calco-alcalin miocène situé dans la zone Tifaraouine - Bouzedjar, et le volcanisme alcalin mioplio-quaternaire de la basse Tafna, lesSouhaita, et de Ain Témouchent.
- LEMOU et KOUDIL (1993) ont montré l'appartenance des laves miocène des secteurs de Ain Roumana et Hadjrat El Kahla (moyenne Tafna) à la série calco-alcaline à tendance alcaline.
- ABAD (1993) dans son étude des laves quaternaires de la région de Ghazaouet établit une carte géologique à 1/25000, et confirme le caractère alcalin des laves émises dans ce secteur.
- Les travaux de M.GUENDOUZ (1994) sont consacrés à l'étude de l'évolution géomorphologique et géodynamique des monts des Traras.
- A-LOUNI-HACINI et Al (1995) complètent les datations (K/Ar), actualisent et mesurent le passage du volcanisme calco-alcalin au volcanisme alcalin en Oranie.
- A.LOUNI (2002) a mis en évidence le passage du volcanisme calco-alcalin au volcanisme alcalin par des analyses géochimiques.
- A ces travaux s'ajoutent les travaux accomplis par plusieurs sociétés industrielles, sur les gisements d'argile bentonitique apparus dans les milieux volcanogènes de la région.
- En 1971, puis 1978 l'ORGM et SONAREM ont effectué une estimation économique des gisements Bentonitiques de **Hammam Boughrara**.
- En 1979 SIDAM (Société industrielle Canadienne) réévalua les réserves d'argiles Bentonitiques de la région de Maghnia et publia des rapports sur leurs qualités.
- En 1992 l'ORGM division de Sidi-Bel-Abbès a rédigé un rapport sur les travaux de révisions des argiles Bentonitiques de **Hammam Boughrara** (site **Dar M'barek**).
- En 1994 SIDAM a réalisé des cartes de distributions des paramètres chimiques et physiques des bentonites de la région de Maghnia.
- Khadidja GRAINE (2000) met en évidence les différents facteurs conduisant à la bentonitisation dans les milieux volcanogènes de la région de **Hammam Boughrara**.
- ENOF groupe de BENTAL (2002) publie : 'le projet de développement des gisements d'argiles bentonitiques de Maghnia et Mostaganem'. [9]

3.1 Cadre géologique et structural de l'Oranie

En rappel, la région ibéro-maghrébine appartient à l'orogène alpin périméditerranéen. Dans sa partie la plus occidentale, cet orogène est représenté par les Cordillères bétiques en Espagne et les Maghrébides qui forment une chaîne littorale allongée sur plus de 2000

Chapitre III : Cadre Géologique

Kilomètre, allant du Rif au Maroc jusqu'au Tell en Algérie et en Tunisie. Il se poursuit plus à l'Est jusqu'aux Apennins, formant l'arc calabro-sicilien (Fig3-1-a). [9]

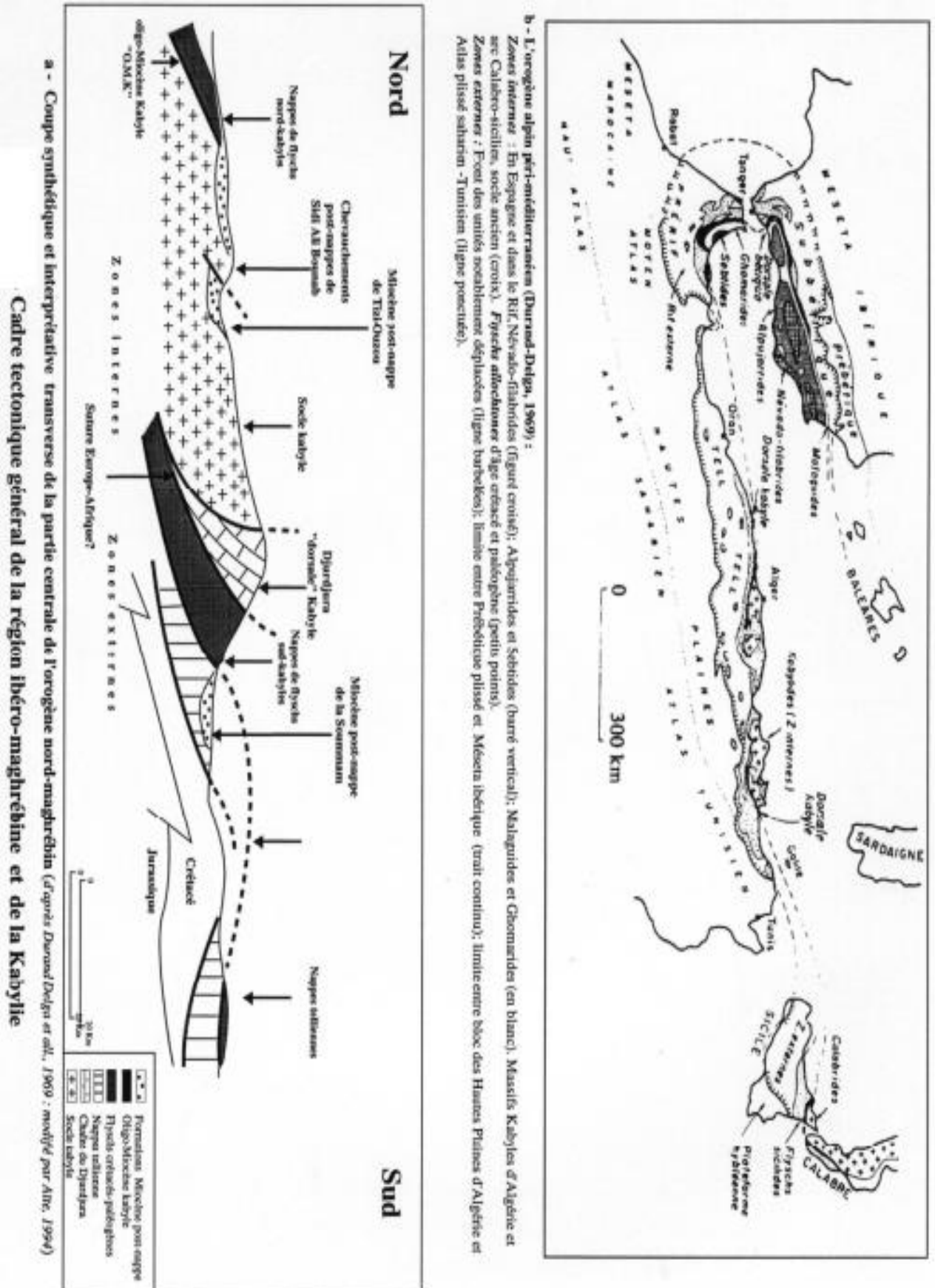


Fig.3.1 – Cadre tectonique général de la région ibéro-maghrébine et de la Kabylie [9]

Chapitre III : Cadre Géologique

Cet orogène représente la partie septentrionale de l'Algérie et forme les domaines de l'Atlas tellien où des zones internes et externes ont été reconnues :

- des zones internes comprenant les massifs paléozoïques avec sur leur bordure méridionale les éléments de la chaîne calcaire.
 - des zones externes où sont représentées des nappes de glissements. Vers le Sud, ces nappes ont glissé dans un bassin miocène, alors qu'au Nord elles recouvrent des zones autochtones ou para- autochtones plus ou moins métamorphiques.
- Des unités de flysch situées entre ces deux domaines structuraux, les recouvrent également par endroits. (Fig 3-1-b). [9]

Le nord ouest de l'Algérie (l'Oranie) appartient au domaine externe de la chaîne alpine. On distingue dans cette région deux zones structuralement différenciées ; zone tellienne et zone atlasique.

La première est constituée de terrains néogènes sublittoraux qui s'allongent parallèlement à la côte méditerranéenne depuis la frontière Algéro-Marocaine à l'Ouest jusqu'au méridien d'Alger. Ces terrains constituent le tell.

Dans cette zone de l'Oranie dite tellienne s'individualisent des chaînes de montagnes constituées de terrains autochtones montrant une couverture secondaire plissée ; c'est la chaîne de Fillaoussène et le massif de Traras ; qui sont dans le prolongement du moyen Atlas. Ils constituent la zone dite atlasique. Ils forment, en première approximation les zones élevées par rapport aux zones telliennes qui les entourent. [11]

Le magmatisme qui affecte la région Oranaise est représenté par le granite hercynien de Nedroma qui intrude le massif des Traras et par une intense activité volcanique d'âge Mio-plio-Quaternaire qui recouvre d'importantes surfaces.

Pour comprendre ces manifestations qui débutent au miocène ; mais aussi la structure actuelle de l'Oranie, il est nécessaire de revenir sur l'histoire géodynamique et structurale de la région. [11]

3.2 Evolution Géodynamique

La structure actuelle de la région commence à se dessiner à l'ère tertiaire. L'Afrique, bloquée dans son mouvement de translation vers l'Est qui a débuté au Jurassique avec l'ouverture de l'Atlantique central, effectue une rotation autour d'un pôle situé vers la pointe sud de l'Espagne.

Le plancher océanique téthysien s'en trouve en partie résorbé par subduction; les microplaques comprises entre l'Europe et l'Afrique entrent en collision. Ainsi, suivant des lignes de contact capricieuses, les systèmes montagneux alpins se structurent et s'élèvent (dont les structures atlasiques), en plusieurs étapes inégalement réparties dans l'espace et dans le temps.

Au Miocène la méditerranée (ex-océan téthysien) commence à s'individualiser, mais, le

Chapitre III : Cadre Géologique

dessin des rivages est extrêmement complexe, avec une multitude d'îles; la tranche d'eau est toujours très faible, avec bien souvent dépôt de calcarénites et de conglomérats traduisant l'incessant remodelage tectonique qui marque la fin de la paléogéographie alpine proprement dite (abaissement de son régime).

C'est dans cette paléogéographie reconstituée par les différentes études micropaléontologiques et stratigraphiques, mais aussi structurales, que Guardia (1975) va mettre en évidence dans l'Oranie le terme de bassin dit « synchronappes » (Fig 3-2); en effet le contexte de compression tertiaire va donner naissance à des nappes de charriage dans un tell Oranais immergé sous une faible tranche d'eau au miocène constituant un bassin sédimentaire, où seules les chaînes atlasiques étaient émergées (îles). [12]

Les unités allochtones vont, alors, se mettre en place frontalement dans une avant-fosse miocène qui est nommée "Bassin synchro-nappes". Ce qui va donner lieu à une accumulation de sédiments dont la nature va dépendre de l'endroit de dépôt. Si dans la plupart des secteurs il est constitué par une importante épaisseur de marnes vertes entrecoupées par des bancs gréseux, il peut également dans certains endroits, être conglomératique ou représenté par des affleurements transgressés et démantelés.

Après la mise en place des nappes un deuxième cycle miocène est reconnu. C'est le miocène post-nappes. Il comporte le plus souvent des argilites, des conglomérats et les marnes (voir stratigraphie). Il commence au Tortonien selon Fenet (1975). [9]

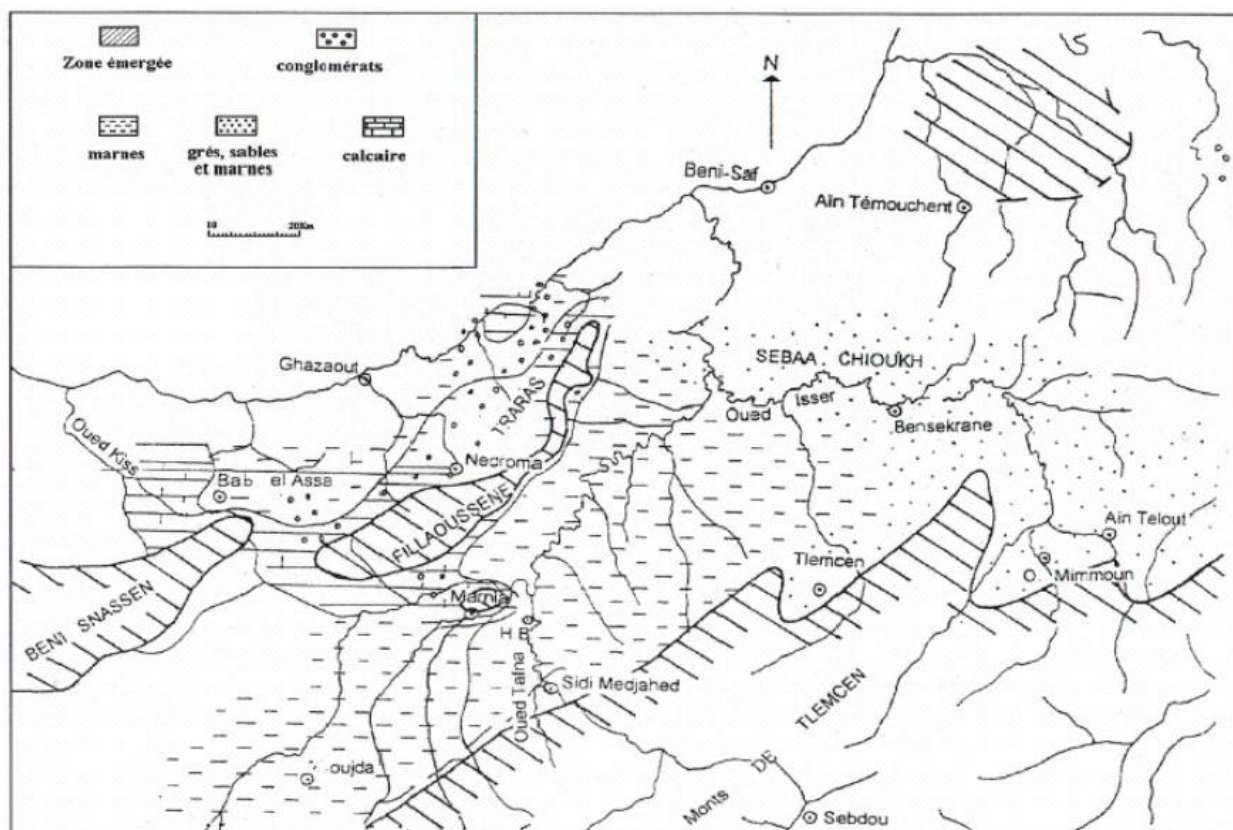


Fig. 3.2 – Bassin miocène synchro-nappes [11].

3.3 Stratigraphie

La stratigraphie de l'Oranie occidentale est représentée par d'importantes séries mésozoïques et cénozoïques, à dominance marno-calcaire ou gréseuse. Sa structure tectonique en nappes décollées au dessus du Trias gypso-argileux, montre une progression vers le Sud où les unités allochtones chevauchent l'autochtone pré-saharien des Hautes Plaines (principalement les monts de Sebâa Chioukh, les Traras, les Béni Snassen et les monts de Tlemçen).

Le Miocène synchro-nappes constitue une formation importante surtout au Sud d'Aïn Temouchent (Sebâa Chioukh) où il est marno-gréseux ; dans la vallée de la Tafna où il est marneux et dans Trarras où il est marno-carbonatés (voir fig 3.2). Il se développe vers l'Est dans les Dessala. Les études micro paléontologiques les plus fines, conduisent à attribuer un âge Serravalien à ces formations du Miocène synchronappes. Dans la région d'Oran et d'Arzew, les niveaux stratigraphiques les plus bas du Miocène synchro-nappes ont fourni un âge plus ancien, Langhien. [9][11]

Un premier cycle miocène post-nappes est mis en évidence dans les Sebâa Chioukh, la vallée de la Tafna et la région de Béni Saf, avec des formations continentales argileuses vertes, puis lie-de-vin, associées à des grès et poudingues de même couleur. Ces formations sont comprises entre le matériel des nappes et les séries du Miocène terminal marin. Vers l'Est, le premier cycle post-nappes regroupe selon Fenet (1975) les argilites rubéfiées, les conglomérats et les marnes marines, qu'il considère, appartenant au Tortonien. Ces formations du premier cycle miocène post-nappes, auraient pu se déposer au même moment que le Miocène synchro-nappes qui affleure plus au Sud. [13]

Un cycle miocène terminal, comportant deux bassins, l'un oriental, comprenant des affleurements situés dans la moyenne et la basse Tafna et dans les Sebâa Chioukh, et l'autre occidental limité à la région des M'Sirda. Le massif des Traras, ainsi que toute la zone située au Sud de la moyenne Tafna, vers Tlemcen, sont émergés (îles). Dans le bassin oriental, la série sédimentaire comprend trois formations :

- la formation "rouge" continentale à saumâtre, qui affleure très largement, surtout dans la moyenne Tafna où elle atteint les contreforts du Fillaoussène. Dans ces niveaux sont intercalés, près de Hammam Boughrara, des lits blanchâtres de tufs rhyolitiques remaniés, bien visibles dans le paysage.

- la formation marine des "marnes bleues" fait suite à la précédente dans la région des Sebâa Chioukh.

- enfin, une formation calcaire couronne cette série, également vers le Nord. Dans le secteur Bouzedjar-Tifaraouine, ce cycle miocène terminal comprend essentiellement des marnes à la base, surmontées par des niveaux calcaires à algues ; la sédimentation dans ce secteur se raccordant bien à la suite du bassin oriental de la Tafna. Dans le bassin occidental des M'Sirda, il existe une formation marine, essentiellement marneuse se terminant par une dalle calcaire. [9]

Chapitre III : Cadre Géologique

Le Pliocène comprend deux ensembles :

- l'ensemble inférieur auquel sont associées les marnes à *Globorotalia Margaritae bolli*.
- l'ensemble supérieur formé de calcaire à *Clypeasters* ou à *Pectinides*, de grés dunaires ocre et de sable rubéfié à *Hélix*.

Le plio-quaternaire est représenté par des formations continentales où la sédimentation est marquée par des alluvions argilo-sableux et des conglomérats. Les terrasses quaternaires sont bien visibles dans toute l'Oranie. [13]

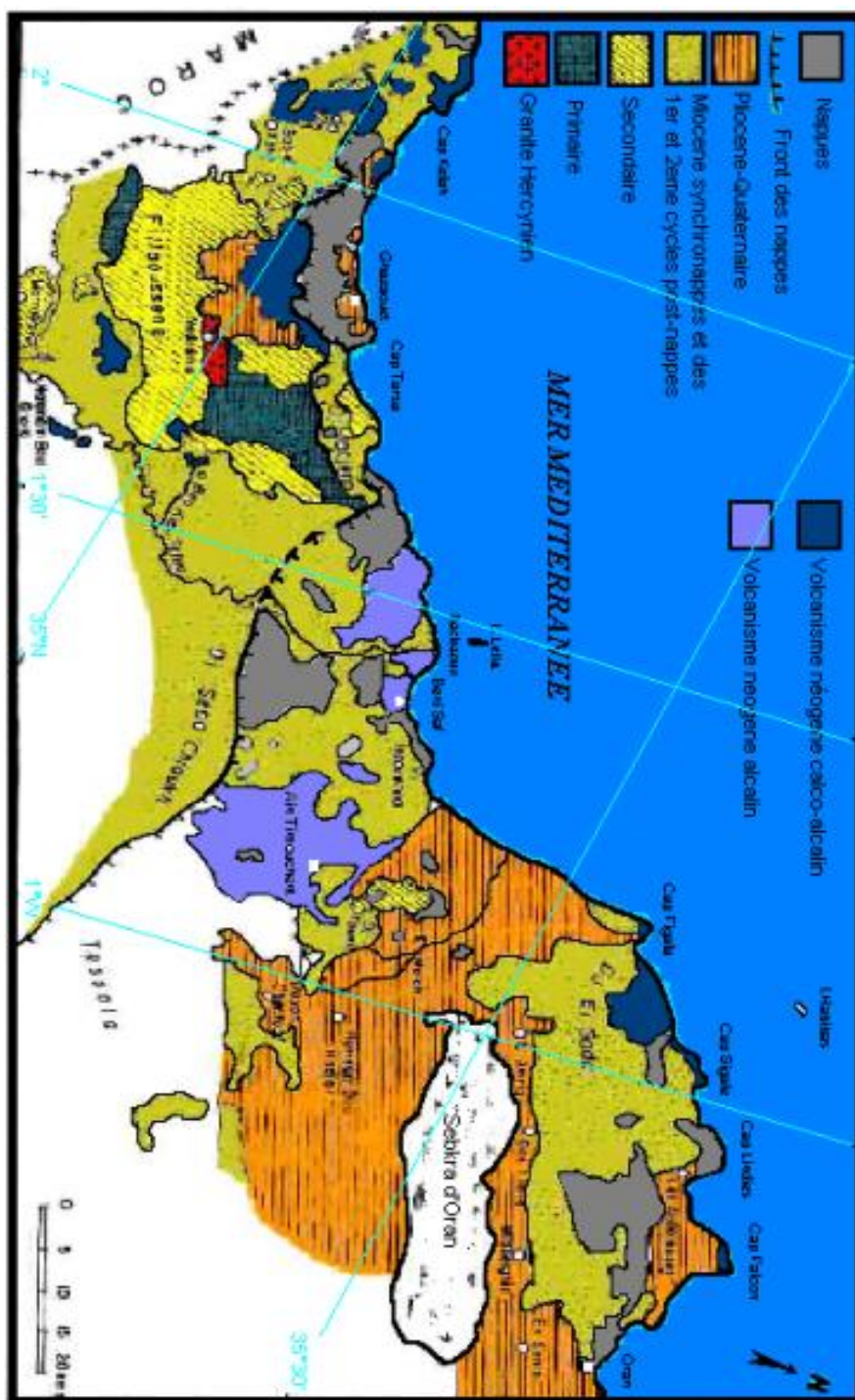


Fig.3.3 – Esquisse géologique de l'Algérie nord-occidentale (Oranie) [13].

3.4 Magmatisme

Le miocène est caractérisé par le début des manifestations volcaniques qui vont se poursuivre jusqu'au quaternaire et affecter toute la région Oranaise. La nature de ce volcanisme va dépendre de l'endroit et du moment (du temps) de sa manifestation. Les émissions du miocène supérieur se répartissent en trois centres importants qui sont d'Est en Ouest : Le centre du Sahel d'Oran, de la moyenne Tafna, et celui de M'sirda. Le volcanisme débute dans la moyenne Tafna (environ 15MA) par l'émission de rhyolite, il se poursuit dans le Sahel d'Oran entre 11,7 et 9 MA par l'émission d'andésites, de dacites et de rhyolites, et il se termine dans le M'sirda (7,5MA) par des émissions basaltiques et andésitiques. Ces émissions du miocène supérieur correspondent à une série calco-alcaline potassique. C'est la réponse au contexte tectonique compressif du miocène (l'orogénèse alpine proprement dite). [9][13]

Au Plio-Quaternaire c'est un volcanisme basaltique, qui s'est manifesté et qui se distingue des phases éruptives miocènes par son caractère essentiellement basique et alcalin, et par la grande étendue des surfaces couvertes. Les laves à caractères alcalins, s'installent dans les massifs de Ghazaout, et dans la basse et moyenne Tafna, à M'sirda et autour d'Ain Temouchent (voir fig 3.4). Les émissions basaltiques à caractère transitionnel sont mises en évidence dans la moyenne Tafna. [9][14]

Cette transition du volcanisme calco-alcalin au volcanisme alcalin s'est faite au tortonien. Cette transition est la réponse de la fin de l'orogénèse alpine proprement dite (l'abaissement du régime de l'orogénèse alpine). En effet ; bien que l'orogénèse alpine se poursuit jusqu'à présent, les données de la sismicité notamment celles de la paléo-sismicité de la région montrent clairement une activité tectonique beaucoup plus intense jusqu'au Tortonien. Il est donc tentant de rattacher ce changement dans la nature du volcanisme en Oranie à celui du changement du régime de l'orogénèse alpine. [14]

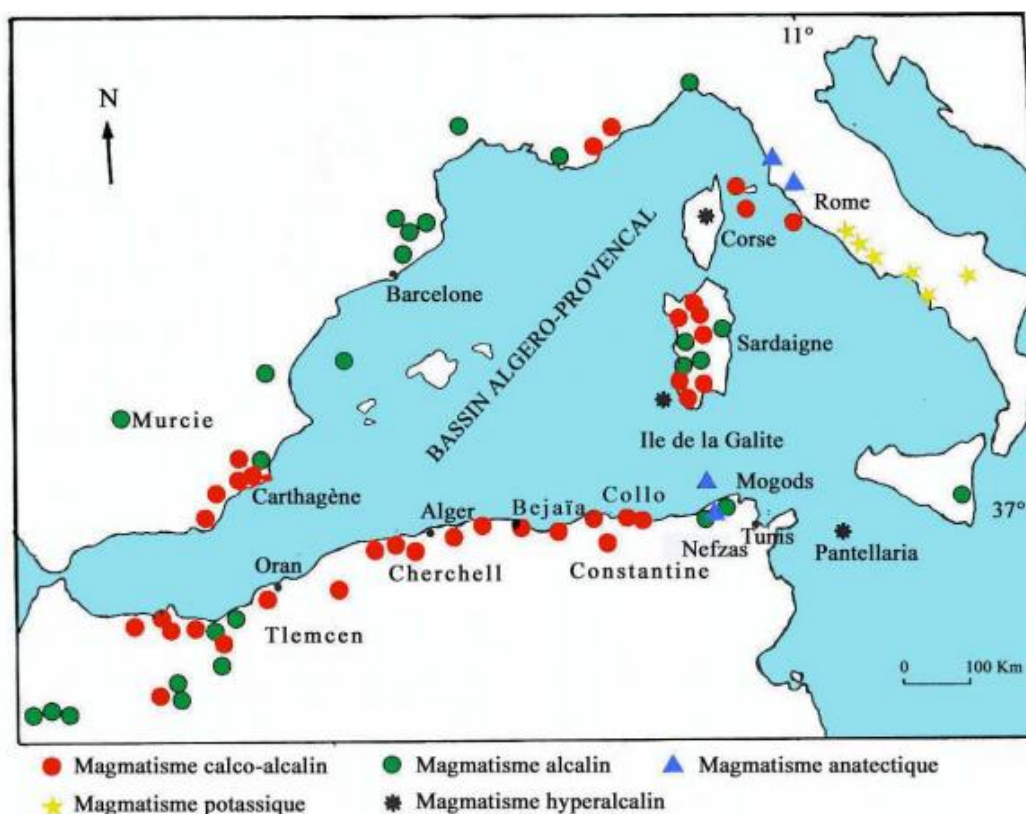


Fig.3.4 – Le magmatisme néogène du pourtour de la méditerranée occidentale (d'après N.Laridhi Ouzaâ 1994). [9]

3.5 Volcanisme

Les formations volcaniques de la région sont représentées par des Rhyolites et des Basaltes. On distingue dans cette région quatre pitons rhyolitiques indépendants qui coupent les sédiments du Miocène synchro-nappe. Ces pitons sont les suivants : Ain Torba, Hammam Boughrara, oued el Maleha, bled er Rekiza. Ils sont souvent associés à des argiles smectiques (dépôts pyroclastiques) et à des matériaux rhyolitiques remaniés. [15]

Parmi les 4 pitons cités par, les pitons de Ain Torba et de Hammam Boughrara sont les plus importants par leur taille. Ils affleurent sous forme de massifs érodés assez bien développés et bien visibles dans le paysage et sur les cartes géologiques. [15]

Le piton de Ain Torba est associé au gisement de Bentonite exploitée dans la région. Ce dernier dôme est également traversé par 2 petits filons basaltiques de faible extension (entre 2 et 6m d'épaisseur).

Enfin, une coulée basaltique de faible épaisseur (1 à 1.5 m) d'âge plio-quaternaire vient clôturer ce cycle volcanique.

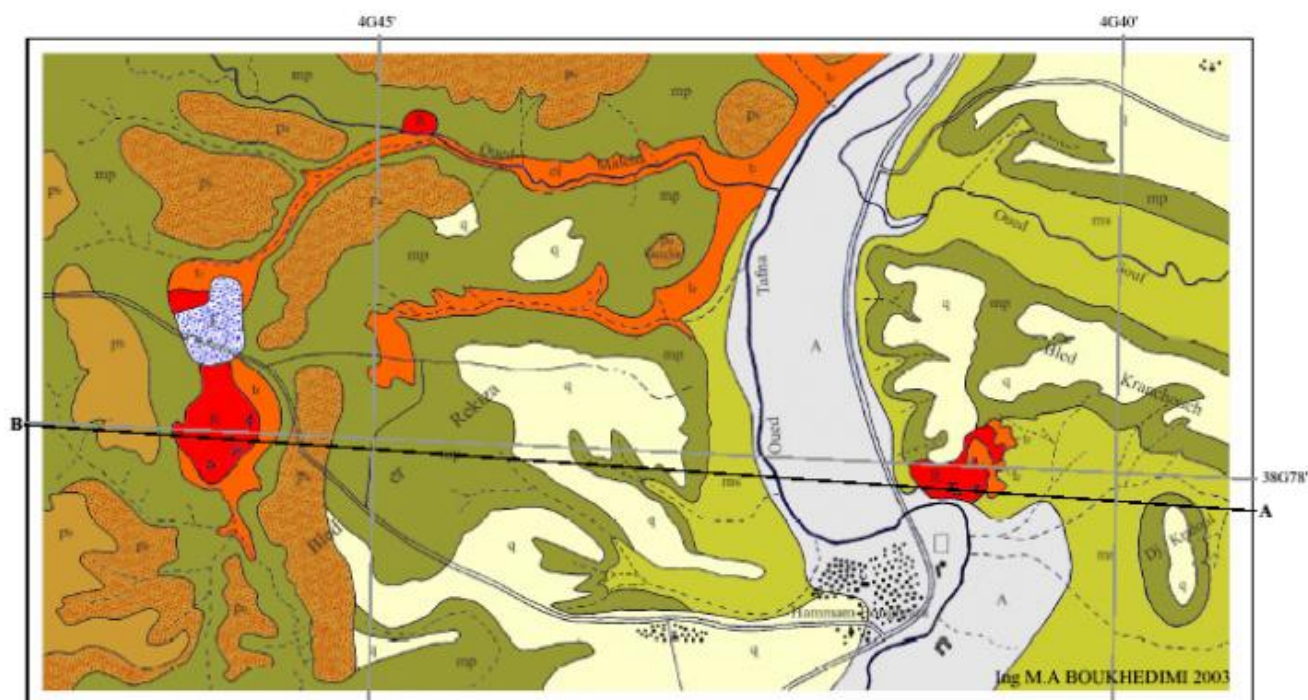


Fig. 3.5 – Carte géologique de Hammam Boughrara e= 1/24200.

(Cette carte a été réduite pour sa mise en page, la carte originelle est au 1/20000).

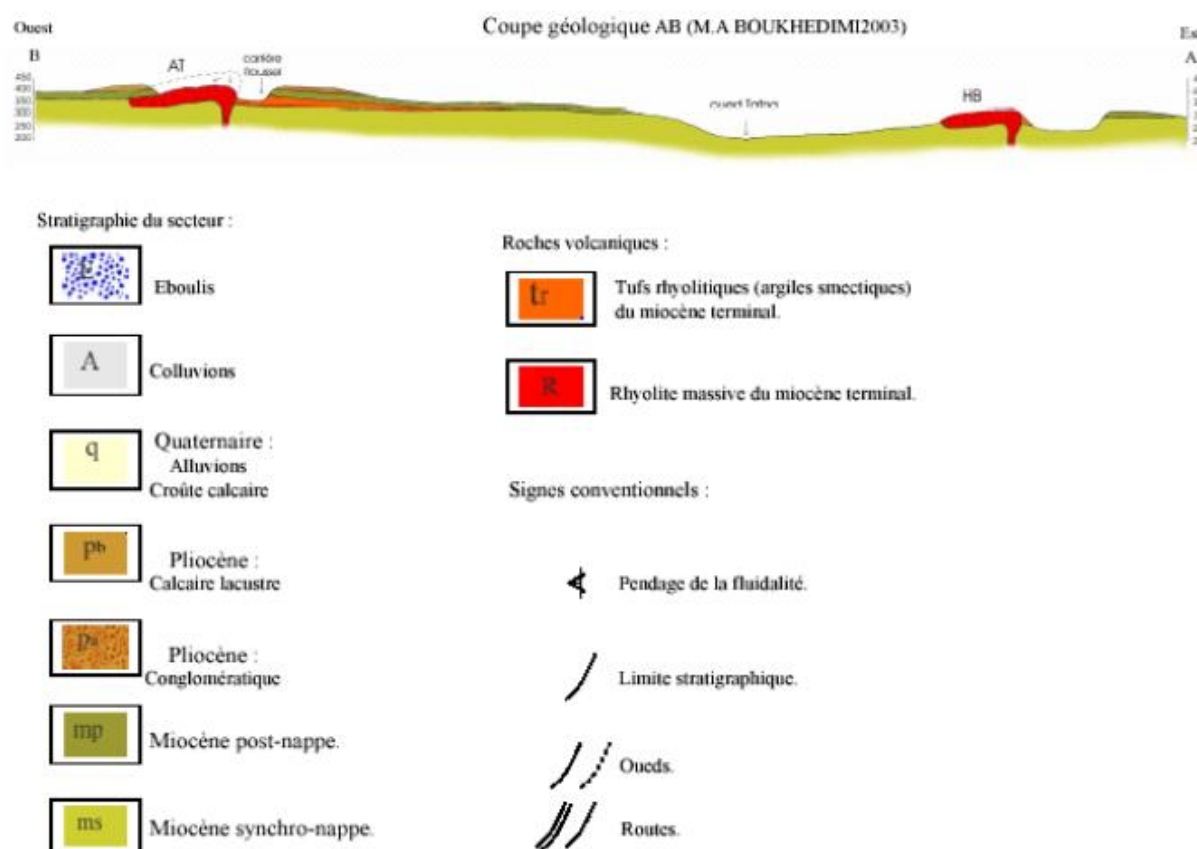


Fig.3.6 – Coupe géologique AB (d'après M.A.BOUKHEDIMI 2003). [9]

3.6 Tectonique

La région est affectée par une tectonique souple marquée par un pli synclinal et une tectonique cassante représentée essentiellement par les failles du type atlasique.

A Hammam Boughrara la bentonitisation des terrains volcanogènes rhyolitiques n'est pas générale mais très localisée. Parmi les hypothèses données à cette bentonitisation localisée. Celle qui l'explique par la probable présence de failles qui contrôlèrent directement l'emplacement des gisements. Une étude morphotectonique approfondie s'impose donc pour vérifier cette hypothèse. [16]

D'après les études réalisées, le volcanisme de la moyenne Tafna est remarquablement aligné dans la direction des accidents atlasiques NE-SW. L'étude morphotectonique basée sur l'interprétation des images satellites, des photographies aériennes et des modèles numériques de terrains a permis de mettre en évidence des linéaments pouvant correspondre à des accidents expliquant la répartition géographique de ce volcanisme.

Cette étude a permis aussi de faire une observation forte intéressante en ce qui concerne la bentonitisation à Hammam Boughrara. En effet ; les carrières d'argile bentonitique se localisent dans l'immédiat des linéaments (failles) relevés. [16]

Conclusion :

Le secteur de Hammam Boughrara est l'un des quatre pitons rhyolitiques de la région d'Oranie. Il est parmi les plus importants par leur taille. La bentonisation de ce dernier est très localisée. Parmi les hypothèses qui l'expliquent est celle de la probable présence de failles contrôlant directement l'emplacement de gisement. Il reste à vérifier cette hypothèse, par une étude morphotectonique plus approfondie.

Chapitre IV : Protocole des essais d'enrichissement

Introduction :

Dans le but d'améliorer les propriétés rhéologiques des bentonites du gisement de ***Hammam Boughrara***, des essais de dessablage seront réalisés sur les minerais des deux gisements actuellement en exploitation. Il s'agit des gisements de ***Dar M'barek*** et ***Roussel-1***.

Ces essais de dessablage ont pour objectif d'éliminer les sables présents dans le minerai tout venant afin d'améliorer les propriétés rhéologiques du produit fini notamment la viscosité, la contrainte seuil et la perte au filtrat.

A cet effet deux échantillons technologiques représentatifs des deux gisements ont été prélevés par les ingénieurs de BENTAL.

Les échantillons prélevés des deux gisements feront l'objet d'une étude d'amélioration des caractéristiques rhéologiques de cette bentonite de ***Hammam Boughrara*** par essai de dessablage et activation à aux carbonates de sodium selon le protocole schématisé par le flow sheet ci-dessous:

Chapitre IV : Protocole des essais d'enrichissement

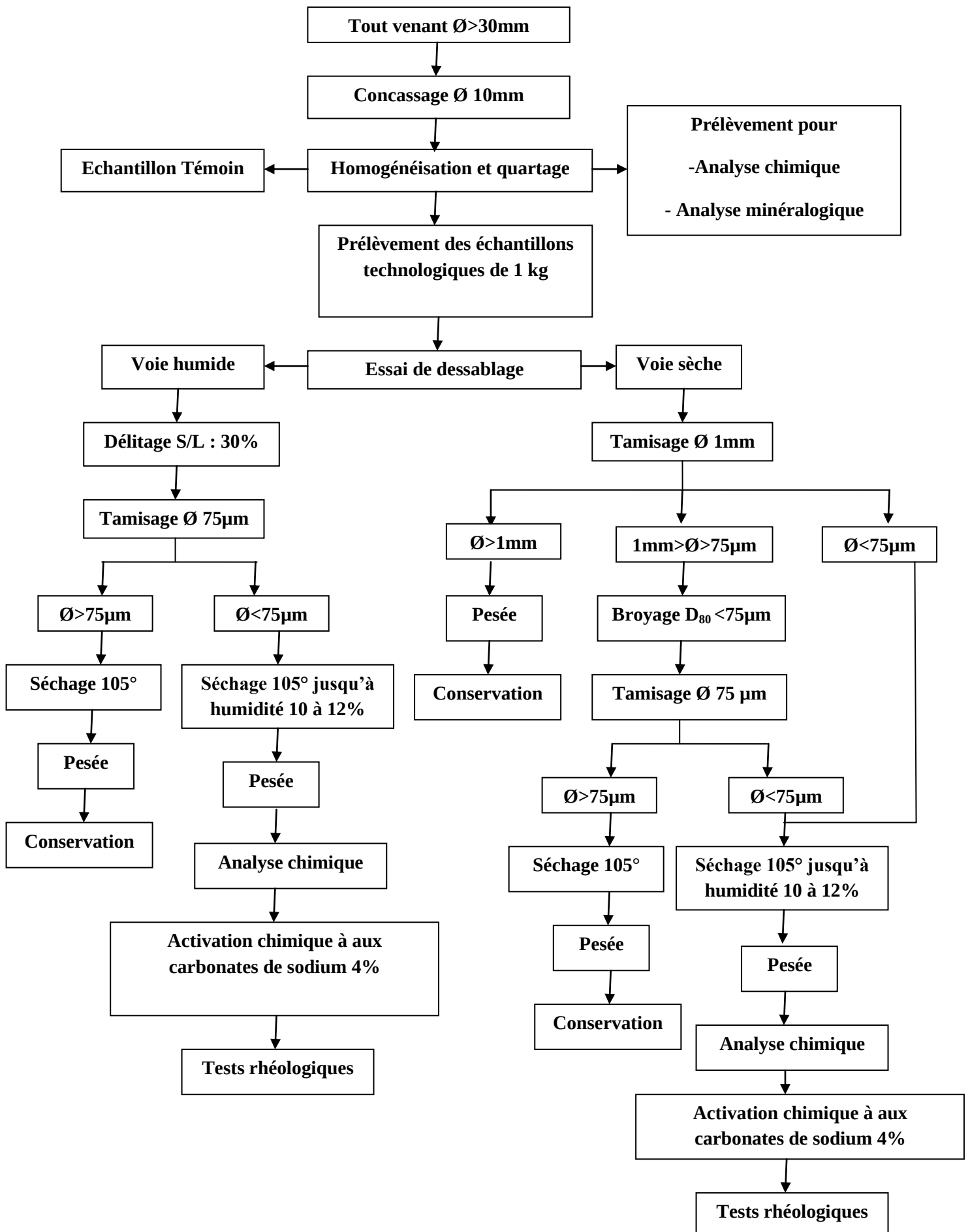


Fig. 4.1 – Flow sheet illustrant le protocole des essais d'enrichissement de la bentonite de *Hammam Bouhrara*

4.1 Homogénéisation et quartage de l'échantillon

L'échantillon de poids de 50 kg environ, a fait l'objet d'une homogénéisation. Il y a eu lieu de réduire manuellement les mottes d'argile de dimension supérieure à 30mm.

L'échantillon homogénéisé a subi un quartage à l'aide d'un diviseur à riffles pour obtenir deux échantillons identiques. Un échantillon a été destiné pour les essais de dessablage, l'autre a été sauvegardé comme duplicata.

4.2 Prélèvement des échantillons pour les essais de dessablage

L'échantillon destiné aux essais a fait l'objet d'une série de quartage à l'aide du diviseur à riffles jusqu'à obtention d'échantillons de 1 kg. Ces derniers ont été utilisés pour les essais de dessablage.

4.3 Analyse Minéralogique du produit tout venant

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse des solides basée sur la loi de Bragg.

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

Elle consiste en l'enregistrement où d_{hkl} est la distance entre 2 plans d'indice de Miller hkl ($\text{\AA}$), θ est l'angle de Bragg (rad) et λ est la longueur d'onde du faisceau de rayons X utilisé ($\text{\AA}$).

de l'intensité des rayons diffractés par un échantillon en fonction de l'angle entre les rayons incidents et l'échantillon sur le support.

Le fonctionnement en mode θ/θ du diffractomètre implique que la source des rayons X et le détecteur forment toujours des angles égaux avec le support. La position des pics de diffraction évolue en de la distance inter-réticulaire (d) (Fig. 4.2).

Chaque pic est associé fonction à un plan atomique imaginaire passant par les atomes, désigné par les indices de Miller (hkl).

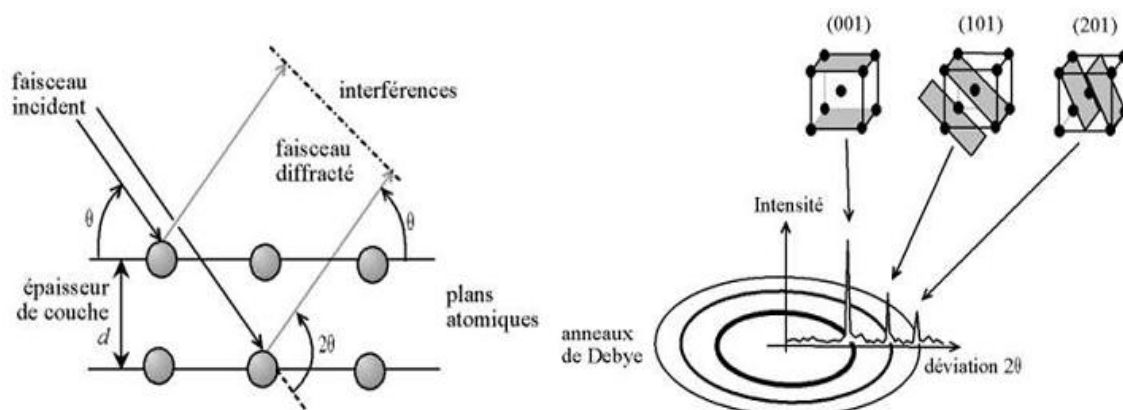


Fig.4.2 – Illustration de la loi de Bragg et de l'indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl).

Chapitre IV : Protocole des essais d'enrichissement

Les rapports d'intensité entre les pics caractéristiques d'un même minéral sont bien nus et permettent d'identifier les minéraux présents dans l'échantillon analysé. Les pics obtenus sont souvent composites, issus de la superposition de pics caractéristiques de plusieurs minéraux. La décomposition du signal à l'aide de la modélisation des pics permet d'affiner la détermination des minéraux.

La loi de Debye-Scherrer permet de relier directement les bandes d'absorptions à la taille moyenne des cristaux du solide et d'en avoir une estimation.

$$T = K\lambda/\omega \cos\theta$$

Où T est la taille moyenne des cristaux dans la direction hkl (Å), K est une constante égale à 0,91 et ω est la largeur à mi-hauteur (rad).

Le nombre moyen N de feuillets par domaine cohérent peut être déterminé à partir de l'équation de Scherrer :

$$N = T/d_{001}$$

Où d_{001} est la position du pic principal.

4.4 Analyse chimique du produit tout venant

L'analyse chimique a été effectuée par la spectrométrie de fluorescence des rayons X, qui est une méthode utilisant une propriété physique de la matière, la fluorescence de rayons X.

Le bombardement de la matière avec des rayons X fait que la matière réémet de l'énergie sous la forme entre autres de rayons X. Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon. En analysant ce spectre, il est possible d'en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments.

Pour effectuer l'analyse chimique de nos échantillons, un échantillon de 1 kg a été prélevé du lot des échantillons quartés précédemment. Ce dernier a été broyé finement (75 μ m). Une quantité de 200 gr a été prélevée à l'aide d'un diviseur à riffles sur laquelle les différentes analyses ont été effectuées.

Les éléments chimiques qui ont été déterminés sont les suivants : SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO, MnO, Na₂O, K₂O, TiO₂, P₂O₅, et PAF.

4.5 Les essais de dessablage

Les essais de dessablage ont pour but d'éliminer la fraction sableuse contenue dans le minerai de bentonite et cela par voie sèche et voie humide.

Essais de dessablage par voie humide

Les essais de dessablage par voie humide, même si industriellement ne seront pas mis en œuvre, pour la production de bentonite de forage, ils nous permettent d'une part de connaître

Chapitre IV : Protocole des essais d'enrichissement

la teneur en sable dans le produit tout venant et d'autre part d'évaluer le degré de dessablage par voie sèche.

Mode opératoire :

- Prendre un échantillon de 1 kg des lots préparés.
- Procéder au délitage du produit à une concentration solide /liquide de 30%. Le produit délité sera tamisé à l'aide d'un tamis à maille carrée de 75 microns.
- Les deux fractions obtenues ($< 75\mu\text{m}$ et $>75\mu\text{m}$) seront séchées dans une étuve à 105°C . Les produits séchés obtenus seront pesés. La fraction $< 75\mu\text{m}$ sera séchée jusqu'à une humidité de 10 -12%.
- Déterminer le rendement poids de chaque fraction.
- Déterminer la composition chimique complète. Les éléments chimiques à déterminer sont les suivants : SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , MnO , Na_2O , K_2O , TiO_2 , P_2O_5 , et PAF.
- Conserver le reliquat du produit de granulométrie inférieure à 75 microns pour les tests ultérieurs.

Essais de dessablage par voie sèche.

Mode opératoire :

- Prendre un échantillon de 1kg des lots préparés.
- Procéder à un tamisage à 1mm à l'aide d'un tamis à maille carrée.
- Eliminer manuellement les débris de rhyolites présents dans la fraction $> 1\text{mm}$.
- Déterminer le poids.
- Broyer la fraction de 1mm à une granulométrie $D_{80} < 75\mu\text{m}$.
- Eliminer la fraction $> 75\mu\text{m}$ à l'aide d'un tamis muni d'une toile à maille carrée dont l'ouverture est de $75\mu\text{m}$.
- Déterminer la masse de chaque fraction granulométrique. (ne pas omettre de prendre en considération la fraction $> 1\text{mm}$ dans la fraction $> 75\mu\text{m}$).
- Procéder à l'analyse chimique de chaque fraction granulométrique. Les éléments chimiques à déterminer sont les suivants : SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , MnO , Na_2O , K_2O , TiO_2 , P_2O_5 , et PAF.
- Lors du tamisage du produit broyé à un $D_{80} < 75\mu\text{m}$, si l'humidité du produit est élevée, sécher légèrement le produit avant tamisage.

4.6 Les tests rhéologiques

Les tests rhéologiques ont été réalisés selon la Norme API. Il s'agira de déterminer notamment : Viscosité L600 et L300 immédiat et après 16h.

- Perte au filtrat.
- Humidité.
- Refus sur tamis $75\mu\text{m}$.
- Ratio.

Chapitre IV : Protocole des essais d'enrichissement

Activation du produit dessablé par voie humide et par voie sèche

La fraction inférieure à 75 μ m obtenue lors des essais de dessablage par voie humide et par voie sèche sera utilisée pour les tests rhéologiques.

- Prendre la quantité de produit nécessaire pour réaliser les tests rhéologiques.
- Ajouter au minerai dessablé une quantité de carbonate de soude (Na_2CO_3) égale à 4% en poids. Pour 100g de produit, ajouter 4g de carbonate de sodium.
- Homogénéiser le mélange.
- Ajouter de l'eau jusqu'à obtention d'une pâte.
- Mettre sous forme de petites boulettes la pâte obtenue.
- Etuver à 105°C jusqu'à poids constant.
- Broyer les boulettes séchées à l'aide d'un mortier.
- Faire passer le produit broyé sur un tamis à maille carrée de 150 microns d'ouverture.
- Le produit est prêt à subir les tests rhéologiques.

Pour le produit dessablé par voie sèche, l'activation est réalisée avec le produit dessablé à partir du tout venant broyé à un D_{80} inférieur à 75 μ m, ainsi qu'avec le produit dessablé à partir du tout venant broyé à un D_{50} inférieur à 75 μ m.

Détermination des paramètres rhéologiques

Les tests rhéologiques sont effectués selon la norme API 13A sur une suspension préparée avec 22.5 g de bentonite dissoute dans 350 ml d'eau distillé sous agitation pendant 30 mn et vieillie 16 heures à température ambiante.

Les paramètres à contrôler sont les suivants :

- Lecture sur viscosimètre à 600 tr /min.
- μ_A , Viscosité apparente = (Lecture 600tr/min)/2.
- μ_p , Viscosité plastique = (Lecture 600tr/min) – (Lecture 300 tr/min).
- Y_p , Yield point = $(\mu_A - \mu_p) \cdot 2$
- Le volume du filtrat pendant 30min sous une pression de 7 bars.
- L'humidité.

Exigences de la norme API 13A

- Lecture 600tr/min ≥ 30 cP.
- $Y_p/\mu_p \leq 3$.
- Perte au filtrat ≤ 15 ml.
- Humidité $\leq 13\%$.

La détermination de ces paramètres rhéologiques se fait selon les procédures expérimentales suivantes :

Chapitre IV : Protocole des essais d'enrichissement

➤ Lecture 600 tr/min sur viscosimètre

Equipement :

- Balance de précision à 0.01 g.
- Mélangeur 11000 ± 300 rpm en charge avec une seule couronne d'un diamètre d'environ 1 pouce.
- Container 7 pouces de profondeur (180mm), diamètre de sommet (97mm) et diamètre de base (70mm).
- Viscosimètre.
- Eprouvette graduée de $500 \pm 5\text{cm}^3$
- Bros de 500 cm^3 environ.
- Minuterie mécanique à 0.1 min de précision.

Procédure :

- Préparer une suspension de 22.5 ± 0.1 g de bentonite préparée dans $350 \pm 5\text{cm}^3$ d'eau distillée. Après agitation de 5 ± 0.5 min, enlever le container de l'agitateur et gratter les grains de bentonite adhérente à la paroi du container.
- Remettre en agitation et répéter la même opération que précédemment après 5 et après 10 min d'agitation, le temps total est de 20 ± 1 min.
- Laisser la suspension de la bentonite en repos dans un bros pendant 16 heures à température ambiante.
- Après vieillissement de 16 heures, versez la suspension dans le container de l'agitateur et agiter pendant 5 ± 0.5 min.
- Verser la suspension dans le bros du viscosimètre.
- Noter les lectures à 600tr/min et 300 tr/min et ce quant l'aiguille se stabilise sur le cadran.

➤ Perte au filtrat

Procédure :

- Reprendre la suspension précédente et agiter pendant 1 ± 0.5 min.
- Verser la suspension dans la cellule de filtre presse. Avant la filtration vérifier l'étanchéité des pièces et s'assurer que celle-ci est bien sèche.
- Régler le premier timer à 7.5 ± 0.1 min et le second à 30 ± 0.1 min, ouvrir la vanne de pression à 100 psi (7 bars), et placer une éprouvette sous l'orifice de la cellule. Toutes ces opérations doivent être effectuées simultanément dans moins de 15 secondes.
- Après 7.5 min, le premier timer sonne, enlever l'éprouvette et la rechanger par une autre ou bien noter le volume du filtrat.
- Quand le second timer sonne (30min) enlever l'éprouvette.

Chapitre IV : Protocole des essais d'enrichissement

➤ **Humidité**

Equipement :

- Balance de précision à 0.01 g.
- Creuset.
- Etuve (120°C).

Procédure :

- Peser exactement 100 g d'échantillon, mettre dans une étuve à 120°C jusqu'à siccité complète du produit, puis laisser refroidir et peser.

Calcul :

Humidité = $A \cdot 100/P$ où A : Perte de poids et P : Prise d'essais.

Conclusion :

Les deux échantillons de bentonite **Roussel -1-** et **Dar M'barek** feront l'objet d'un enrichissement afin d'améliorer leurs caractéristiques rhéologiques ; et ceci en se référant au protocole des essais tel schématisé dans le flow sheet présenté dans la figure 4-1. Les caractéristiques rhéologiques devront répondre aux exigences de la norme API 13 A, afin que cette bentonite soit utilisée dans la boue de forage.

Introduction :

L'étude expérimentale de la bentonite de **Hammam Boughrara**, commence par l'identification de ce minéral. Cette dernière se fait par une série d'analyses minéralogique et chimique. Une fois le minéral identifié, on passera à son enrichissement par essai de dessablage. Les essais de dessablage sont suivis par des essais d'activation chimique à aux carbonates de sodium. Les échantillons dessablés et activés chimiquement font l'objet des tests rhéologiques afin de déterminer les paramètres de viscosité et la perte au filtrat.

5.1 Identification du minéral tout venant

➤ Analyse chimique du tout venant

Dans le but d'identifier le minéral tout venant de bentonite une analyse chimique a été effectuée sur ce dernier par fluorescence X, les résultats sont illustrés dans le tableau suivant :

Echantillon	Teneur des éléments majeurs en %										
	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	PAF
Dar M'barek	56.41	0.84	3.59	14.11	3.42	<0.05	0.06	0.25	1.08	1.33	19.33
Roussel 1	55.88	0.47	3.24	15.82	3.11	<0.05	<0.05	0.16	1.16	1.20	18.55

Tableau 5.1 : Résultat des analyses chimiques du Tout-venant (**Roussel-1, Dar M'barek**).

L'analyse chimique du tout venant montre que les deux échantillons de bentonite **Dar M'barek** et **Roussel -1-** ont presque la même composition chimique. On constate bien que le taux de silice est de 56.41% pour **Dar M'barek** et de 55.88% pour **Roussel -1-**. La perte au feu est de l'ordre de 19.33% et 18.55% respectivement. Il est évident que la teneur en SiO₂ est très importante.

➤ Analyse minéralogique par diffraction des rayons-X

Les deux échantillons tout venant reçus **Dar M'barek** et **Roussel -1-** ont été séchés et broyés à 75µm. Une pastille de chaque échantillon a été préparée et mise sur le plateau de l'équipement afin de subir un bombardement aux rayons X. Suite à cela on a obtenu un diffractogramme pour chaque échantillon analysé qui contient tout les pics des minéraux détectés dans chaque échantillon. Les résultats sont illustrés dans ce qui suit :

Dar M'barek TV

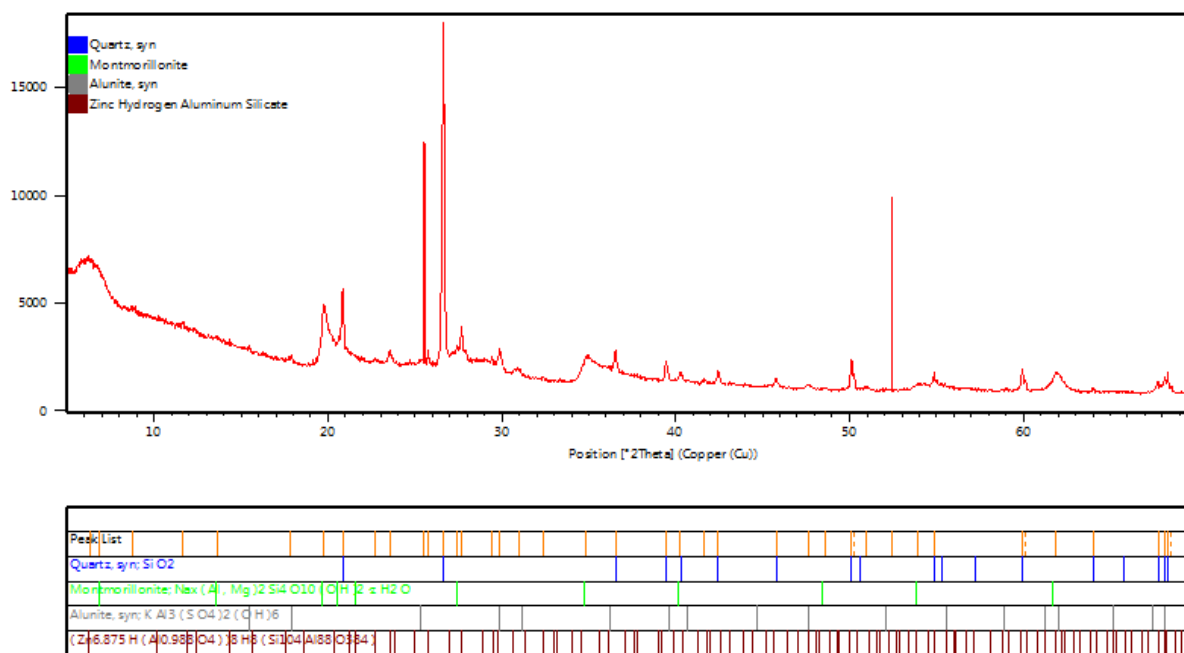


Fig. 5.1 – Diffractogramme de l'échantillon tout venant de bentonite **Dar M'barek**.

L'analyse de diffraction des rayons X de cet échantillon a détecté la présence des minéraux suivants : Quartz, montmorillonite, alunite, zinc aluminium silicate. Avec une dominance du quartz.

- **Quartz** : espèce minérale du groupe des silicates, sous groupes des tectosilicates, composé de dioxyde de silicium de formule SiO₂ (silice). Sa dureté est de 7 sur l'échelle de Mohs. Il est soit incolore, soit blanc (le plus souvent) ou gris, jaune, violet, brun, rose, vert, rouge. Il a un éclat vitreux. Sa densité est de l'ordre de 2.65. il n'est soluble que dans l'acide fluorhydrique.
- **Montmorillonite** : c'est un minéral composé de silicate, de formule (Na, Ca)_{0.3}(Al, Mg)₂Si₄O₁₀(OH)₂·nH₂O ; et appartenant au groupe de la smectite, de la famille des phyllosilicates. Sa dureté est de 1.5 à 2 sur l'échelle de Mohs. Sa densité est de 2 à 2.7.
- **Alunite** : c'est un sel double d'aluminium et de potassium de sulfate hydraté de formule KAl(SO₄)₂(OH)₆ avec des traces de sodium et de fer. Ces cristaux pouvant atteindre 1cm. Il est de couleur blanche, grisâtre, jaunâtre, rougeâtre, brunâtre. Sa dureté est de 3.5 à 4 sur l'échelle de Mohs. Sa densité est de l'ordre de 2.6 à 2.9. il est soluble dans l'acide sulfurique.
- **Zinc Aluminium Silicate** : c'est un minéral microporeux de la famille des zéolithes, appartenant au groupe de silicates, sous groupe des tectosilicates dans lequel il forme une famille comprenant des aluminosilicates hydratés de métaux des groupes IA et IIA du tableau périodique, tel le calcium,

magnésium, et le potassium. La formule générale peut être exprimée de la manière suivante : $AmXpO_{2p}.nH_2O$ où $X = Si, Al$.

Roussel -1-

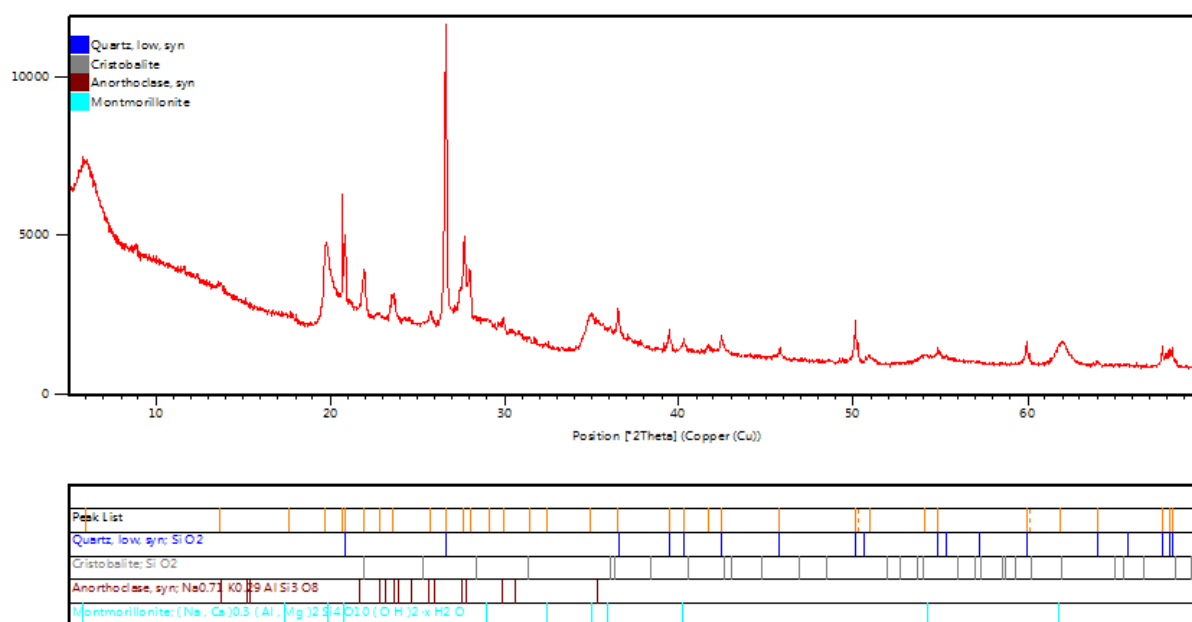


Fig. 5.2 – Diffractogramme de l'échantillon tout venant de bentonite **Roussel-1-**.

L'analyse de diffraction des rayons X de cet échantillon a détecté la présence des minéraux suivants : Quartz, montmorillonite, orthoclase, cristobalite, avec une dominance du quartz.

- **Quartz** : espèce minérale du groupe des silicates, sous groupes des tectosilicates, composé de dioxyde de silicium de formule SiO_2 (silice). Sa dureté est de 7 sur l'échelle de Mohs. Il est soit incolore, soit blanc (le plus souvent) ou gris, jaune, violet, brun, rose, vert, rouge. Il a un éclat vitreux. Sa densité est de l'ordre de 2.65. il n'est soluble que dans l'acide fluorhydrique.
- **Montmorillonite** : c'est un minéral composé de silicate, de formule $(Na, Ca)_{0.3}(Al, Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2.nH_2O$; et appartenant au groupe de la smectite, de la famille des phyllosilicates. Sa dureté est de 1.5 à 2 sur l'échelle de Mohs. Sa densité est de 2 à 2.7.
- **Orthoclase (Anorthoclase)** : espèce minérale du groupe des silicates, sous groupe des tectosilicates, famille des feldspaths, sous famille des feldspaths potassiques. Sa composition chimique est $KAlSi_3O_8$ avec des traces de Na, Fe, Ba, Rb, Ca. Ce minéral peut être blanc, jaune, gris, rouge, rose, vert. Sa dureté sur l'échelle de Mohs est de 6 à 6.5. Sa densité est de l'ordre de 2.55 à 2.63. il est soluble dans les bases alcalines et lentement corrodé par l'acide fluorhydrique.

- **Cristobalite** : c'est un minéral composé de dioxyde de silicium de formule SiO_2 avec des traces Fe, Ca, Al, K, Na, Ti, Mn, Mg, P. La cristobalite est stable seulement au dessus de 1470°C , mais elle peut cristalliser et persister dans un état métastable à des températures plus basses. La persistance de la cristobalite en dehors de sa stabilité thermodynamique est rendue possible par les barrières cinétiques qui s'opposent à une transformation de phase reconstructive à travers une réorganisation atomique. Le minéral peut être incolore, blanc, bleu, gris, et brun. Sa dureté est 6 à 7 sur l'échelle de Mohs. La densité est de 2.32 à 2.36.
- **Activation chimique à aux carbonates de sodium du tout venant**

Classe granulométrique (μm)	Gisement			
	<i>Dar M'barek</i>		<i>Roussel-1-</i>	
	Rendement en %	%Humidité en %	Rendement en	Humidité en %
+150	58.8	/	75.5	/
-150	41.2	7.5	24.5	9

Tableau 5.2: Essai d'activation du Tout-venant (*Roussel-1, Dar M'barek*).

L'activation chimique à aux carbonates de sodium à 4% a donné des résultats presque similaires pour les deux échantillons. L'échantillon de *Dar M'barek* présente un rendement pondéral maximal de 41.2% pour la classe (-150 μm), et ceci avec un taux d'humidité de 7.5%. Pour ce qui concerne l'échantillon de *Roussel-1-*, le rendement pondéral est de 24.5% ; avec un taux d'humidité de 9%. Il est remarquable que la fraction granulométrique (-150 μm) qui fera l'objet des tests rhéologiques ; a un rendement pondéral plus faible par rapport à la fraction (+150 μm).

- **Analyse chimique du tout venant après son activation chimique à aux carbonates de sodium**

Après les essais d'activation chimique à aux carbonates de sodium, deux fractions granulométriques ont été dégagées (+150 μm) et (-150 μm); un prélèvement sur ces deux classes a été effectué afin de les analyser chimiquement. Les résultats sont illustrés dans les tableaux suivants :

Ech	Classe (µm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
<i>Dar M'barek</i>	+150	<0.05	0.76	4.81	18.22	3.61	51.04	0.06	0.27	5.32	1.35	13.74
	-150	<0.05	0.71	3.75	16.27	3.15	50.12	0.06	0.24	4.61	1.81	18.02

Tableau 5.3 : Résultat des analyses chimiques du Tout-venant *Dar M'barek* activé à aux carbonates de sodium.

Ech	Classe (μm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
Roussel 1	+150	<0.05	0.54	2.02	12.54	2.12	62.29	<0.05	0.13	3.38	2.45	14.98
	-150	<0.05	0.69	3.63	13.79	3.42	53.09	<0.05	0.07	3.96	1.52	19.13

Tableau 5.4: Résultat des analyses chimiques du Tout-venant **Roussel -1-** activé à aux carbonates de sodium.

Les résultats des analyses chimiques montrent que la classe granulométrique (-150 μm) activée à aux carbonates de sodium de l'échantillon **Dar M'barek** a une teneur en silice moyenne assez importante de l'ordre de 50.12% par rapport à 56.41% en tout venant. La perte au feu est de 18.02%.

Pour ce qui concerne la fraction granulométrique (-150 μm) activée à aux carbonates de sodium de l'échantillon **Roussel-1-** ; la teneur en silice est de 53.09% par rapport à 55.88% en tout venant. La perte au feu est de l'ordre de 19.13%.

➤ **Tests rhéologiques sur les échantillons tout venants activés à aux carbonates de sodium**

Paramètres	Echantillon Bentonite	
	Dar M'barek	Roussel-1-
Lecture à 600 tr/min	27.00	16.00
μ_A (cP)	13.50	08.00
μ_p (cP)	03.00	04.00
Yp(Ib./100ft²)	21.00	08.00
Yp/μ_p	07.00	02.00
Filtrat (ml)	24.00	30.75

Tableau 5.5 : Résultats des tests rhéologiques sur les échantillons Tout-venant activés (**Dar M'barek** et **Roussel-1-**).

D'après les résultats des tests rhéologiques, la lecture L600 sur le viscosimètre est de 27 tr/min pour l'échantillon tout venant **Dar M'barek** et de l'ordre de 16 tr/min pour l'échantillon tout venant **Roussel -1-**. Sachant que la norme API 13A exige que $L600 \geq 30\text{cP}$; il est évident que la bentonite de **Hammam Boughrara** brute est loin de répondre aux exigences de la norme API 13A. La viscosité apparente μ_A est de 13.50 cP pour l'échantillon **Dar M'barek** et de 8.00 cP pour l'échantillon de **Roussel-1-**. Par contre la viscosité plastique μ_p est de l'ordre de 3.00 cP pour l'échantillon de **Dar M'barek** et 4.00 cP pour l'échantillon de **Roussel-1-**.

La contrainte seuil ou ce qu'on appelle le Yield point **Yp** est de l'ordre de 21.00 Ib./100ft² pour l'échantillon **Dar M'barek** et de 8.00 Ib./100ft² pour l'échantillon **Roussel-1-**.

Le ratio **Yp/ μ_p** est de l'ordre de 7.00 pour l'échantillon **Dar M'barek** et de 2.00 pour l'échantillon **Roussel -1-**, alors que la norme API 13A exige un ratio ≤ 3 .

Chapitre V: Etude comparative de bentonite de Roussel-1- et Dar M'barek

La perte au filtrat étant de l'ordre de 24.00 ml pour l'échantillon **Dar M'barek** et de 30.75 ml pour l'échantillon **Roussel-1-**. Pour ce paramètre, la norme API 13A exige une valeur inférieure ou égale à 15ml ; ce qui n'est pas le cas pour les deux échantillons de **Hammam Bouhrara**.

D'après ces résultats, on peut conclure que les échantillons tout venant de bentonite de **Hammam Bouhrara** ne répondent pas aux exigences de la norme API 13A même après leur activation chimique à aux carbonates de sodium (Na_2CO_3) d'où la nécessité de faire des essais de dessablage afin d'améliorer les caractéristiques rhéologiques de cette bentonite.

5.2 Essai de dessablage du tout venant par voie humide

Classe granulométrique (μm)	Gisement			
	<i>Dar M'barek</i>		<i>Roussel 1</i>	
	Rendement en %	Humidité en %	Rendement en %	Humidité en %
+75	54.85	/	67.13	/
-75	45.15	10	32.87	11

Tableau 5.6: Essai de dessablage humide (*Dar M'barek, Roussel-1-*).

Après le délitage de l'échantillon de bentonite de poids égal à 1 kg. L'échantillon a été tamisé sur un tamis de 75 μm . Les deux fractions (-75 μm) et (+75 μm) ont été pesées. La fraction (-75 μm) a été séchée jusqu'à obtention d'un taux d'humidité compris entre 10 et 12%. Cette dernière fera l'objet d'une activation chimique à aux carbonates de sodium Na_2CO_3 à 4%, ainsi que des tests rhéologiques.

D'après les résultats illustrés dans le tableau ci-dessus, le rendement pondéral de la fraction (-75 μm) est moins important que celui de la fraction (+75 μm). Il n'atteint pas les 50%. Ce qui dit qu'il s'agit plutôt d'une bentonite assez sableuse. Ceci peut être pas si intéressant du point de vue économique.

➤ Analyse chimique des produits dessablés par voie humide.

Les produits issus de l'essai de dessablage humide ont été analysés chimiquement par fluorescence-X afin de déterminer les teneurs des éléments qui les constituent. Les résultats obtenus sont illustrés dans les tableaux suivants :

Ech	Classe (μm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P_2O_5	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	SiO_2	MnO	TiO_2	Na_2O	K_2O	P.A.F
Dar M'barek	+75	0.31	1.18	3.04	13.92	3.25	56.04	0.08	0.26	0.78	2.2	19.29
	-75	0.06	0.82	4.58	17.2	3.94	52.64	0.05	0.25	0.75	0.98	19.44

Tableau 5.7 : Résultat des analyses chimiques de dessablage humide **Dar M'barek**.

Ech	Classe (μm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P_2O_5	CaO	MgO	Al_2O_3	Fe_2O_3	SiO_2	MnO	TiO_2	Na_2O	K_2O	P.A.F
Roussel -1-	+75	<0.05	0.68	3.28	14.26	3.78	59.4	<0.05	0.13	0.84	0.86	16.58
	-75	0.15	0.84	3.1	14.3	3.18	49.6	<0.05	0.18	1.32	2	25.50

Tableau 5.8 : Résultat des analyses chimiques de dessablage humide **Roussel-1-**.

5.3 Essai d'activation chimique à aux carbonates de sodium de la fraction (-75µm) issue du dessablage par voie humide.

Classe granulométrique (µm)	Gisement			
	<i>Dar M'barek</i>		<i>Roussel 1</i>	
	Rendement en %	Humidité en %	Rendement en %	Humidité en %
+150	21.74	/	77.66	/
-150	78.26	11	22.34	10

Tableau 5.9: Essai d'activation à (Na₂CO₃) de la classe (-75µm) du dessablage humide.

L'essai d'activation a donné des résultats presque similaires. L'échantillon de **Dar M'barek** présente un rendement pondéral de l'ordre de 78.26% pour la classe (-150µm), et ceci avec un taux d'humidité 11%. Pour ce qui concerne l'échantillon de **Roussel-1-**, le rendement pondéral est de 22.34% ; avec un taux d'humidité de 10%. On constate bien que le rendement pondéral de l'échantillon de **Dar M'barek** a augmenté après l'essai de dessablage par voie humide ce qui n'est pas le cas pour l'échantillon de **Roussel-1-**.

➤ Analyse chimique des produits dessablés par voie humide et activés à aux carbonates de sodium.

Ech	Classe (µm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
Dar M'barek	+150	0.12	0.92	3.27	13.69	3.64	56.7	0.06	0.24	3.21	1.33	17.15
	-150	0.06	0.85	3.52	16.68	3.92	48.98	0.06	0.24	3.58	1.31	21.56

Tableau 5.10 : Résultat des analyses chimiques après activation de l'échantillon **Dar M'barek** dessablé par voie humide.

Ech	Classe (µm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
Roussel -1-	+150	<0.05	0.61	3.62	14.61	3.69	56.48	<0.05	0.14	3.32	0.86	17.62
	-150	<0.05	0.59	3.13	14.95	3.65	48.07	<0.05	0.14	2.75	0.83	26.34

Tableau 5.11 : Résultat des analyses chimiques d'activation de l'échantillon **Roussel -1-** dessablé par voie humide.

Les résultats des analyses chimiques montrent que la classe granulométrique (-150µm) activée à aux carbonates de sodium de l'échantillon **Dar M'barek** dessablé par voie humide, a une teneur en silice de l'ordre de 48.98% par rapport à 56.41% en tout venant. La perte au feu est de 21.56% par rapport à 19.33% en tout venant. La teneur en silice a baissé de 7.43% suite à ce dessablage par voie humide.

Pour ce qui concerne la fraction granulométrique (-150µm) activée à aux carbonates de sodium de l'échantillon **Roussel-1-** dessablé par voie humide; la teneur en silice est de 48.07% par rapport à 55.88%. La perte au feu est de l'ordre de 26.34% par rapport à 18.55%. La teneur en silice a baissé de 7.81% suite à ce dessablage par voie humide.

Le dessablage par voie humide a diminué un peu la teneur en silice, il reste à vérifier si les caractéristiques rhéologiques de ce minéral se sont améliorées ou pas.

5.4 Essai de dessablage du tout venant par voie sèche

Classe granulométrique (mm)	Gisement			
	Dar M'barek		Roussel-1-	
	Rendement en %	Humidité en %	Rendement en %	Humidité en %
+1 mm	15.65	/	25.26	/
-1+0.075 mm	28.06	/	21.01	/
-0.075 mm	56.29	12	53.73	10

Tableau 5.12: Essai de dessablage sec (*Dar M'barek, Roussel-1*).

Suite au procédé de dessablage par voie sèche, trois classes granulométriques ont été dégagées : (+1mm), (-1+0.075mm) et (-0.075mm). Ces dernières ont été pesées afin de calculer le rendement pondéral de chacune d'elle. La fraction (-75µm) ou (-0.075mm) a été séchée jusqu'à obtention d'un taux d'humidité compris entre 10 et 12%. Cette fraction subira une activation chimique à aux carbonates de sodium Na_2CO_3 à 4%, ainsi que des tests rhéologiques pour déterminer les paramètres exigés par la norme API 13A.

Le rendement pondéral de la classe (-75µm) est de l'ordre de 56.29% pour l'échantillon *Dar M'barek* et de 53.73% pour l'échantillon *Roussel-1-*. Il s'agit d'un rendement considérable.

➤ Analyse chimique des produits dessablés par voie sèche.

Les produits issus des essais de dessablage sec ont été analysés chimiquement par fluorescence-X afin de déterminer les teneurs des éléments qui les constituent. Les résultats obtenus sont illustrés dans les tableaux suivants :

Ech	Classe en mm	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
<i>Dar M'barek</i>	+1	<0.05	0.7	3.71	13.38	3.74	58.73	0.05	0.28	1.35	2.05	16.75
	-1+0.075	<0.05	0.73	3.71	15.95	3.29	58.31	0.07	0.23	1.52	1.85	15.03
	-0.075	<0.05	0.71	4.48	16.99	3.77	51.28	0.06	0.26	1.37	1.43	19.65

Tableau 5.13: Résultat des analyses chimiques de l'échantillon *Dar M'barek* après dessablage sec.

Ech	Classe en mm	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
<i>Roussel-1-</i>	+1	<0.05	0.66	3.2	11.08	3.81	62.4	<0.05	0.19	1.59	2.08	15.05
	-1+0.075	<0.05	0.64	3.38	13.96	2.59	58.58	<0.05	0.15	1.04	1.83	17.83
	-0.075	<0.05	0.65	3.5	15.73	3.69	51.05	<0.05	0.17	0.9	1.41	22.65

Tableau 5.14 : Résultat des analyses chimiques de l'échantillon *Roussel-1-* après dessablage à sec.

5.5 Essai d'activation chimique à aux carbonates de sodium de la fraction (-75µm) issue du dessablage par voie sèche.

Classe granulométrique (µm)	Gisement			
	<i>Dar M'barek</i>		<i>Roussel-1-</i>	
	Rendement en %	Humidité en %	Rendement en %	Humidité en %
+150	22.22	/	22.58	/
-150	77.78	12	77.42	10

Tableau 5.15: Essai d'activation à (Na₂CO₃) de la fraction (-75µm) du dessablage sec.

L'activation chimique à aux carbonates de sodium des deux échantillons de bentonite a donné des résultats identiques presque. L'échantillon de **Dar M'barek** présente un rendement pondéral de l'ordre de 77.78% pour la classe (-150µm), et ceci avec un taux d'humidité de 12%. Pour ce qui concerne l'échantillon de **Roussel-1-**, le rendement pondéral est de 77.42% ; avec un taux d'humidité de 10%.

➤ Analyse chimique des produits dessablés par voie sèche et activés à aux carbonates de sodium.

Ech	Classe (µm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
Dar M'barek	+150	<0.05	0.77	4.01	15.94	3.87	55.79	0.05	0.24	2.45	0.96	16.25
	-150	0.06	0.73	4.57	15.24	3.91	50.86	0.05	0.25	3.03	0.97	20.83

Tableau 5.16 : Résultat des analyses chimiques d'activation de l'échantillon **Dar M'barek** après dessablage sec.

Ech	Classe (µm)	Teneur des éléments majeurs en %										
		P ₂ O ₅	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	P.A.F
Roussel -1-	+150	<0.05	0.66	3.37	15.00	3.59	55.23	<0.05	0.16	4.15	1.49	15.93
	-150	<0.05	0.68	3.07	14.42	3.49	52.65	<0.05	0.16	3.78	1.51	20.19

Tableau 5.17 : Résultat des analyses chimiques d'activation de l'échantillon **Roussel -1-** après dessablage sec.

Les résultats des analyses chimiques montrent que la classe granulométrique (-150µm) activée à aux carbonates de sodium de l'échantillon **Dar M'barek** dessablé par voie sèche, a une teneur en silice de l'ordre de 50.86% par rapport à 56.41% en tout venant. La perte au feu étant de 20.83% par rapport à 19.33% en tout venant. La teneur en silice a baissé de 5.55% suite à ce dessablage par voie sèche.

Pour ce qui concerne la fraction granulométrique (-150µm) activée à aux carbonates de sodium de l'échantillon **Roussel-1-** dessablé par voie sèche; Sa teneur en silice est de 52.65%

par rapport à 55.88%. La perte au feu est de l'ordre de 20.19% par rapport à 18.55% en tout venant. La teneur en silice a baissé de 3.23 % suite à ce dessablage par voie sèche.

Le dessablage par voie sèche a diminué un peu la teneur en silice, il reste à vérifier si les caractéristiques rhéologiques de ce minerai se sont améliorées ou pas.

5.6 Tests rhéologiques des produits issus de l'activation chimique à aux carbonates de sodium.

- L'échantillon de **Dar M'barek**.

Paramètres	Echantillon Bentonite Gisement <i>Dar M'barek</i>	
	Dessablage humide	Dessablage sec
Lecture à 600 tr/min	29.00	36.00
μ_A (cP)	14.50	18.00
μ_p (cP)	05.00	08.00
Y_p (lb./100ft ²)	19.00	20.00
Y_p/μ_p	03.80	02.50
Filtrat (ml)	16.00	16.00

Tableau 5.18 : Résultats des tests rhéologiques sur l'échantillon **Dar M'barek** dessablé et activé à aux carbonates de sodium.

- L'échantillon de **Roussel-1-**.

Paramètres	Echantillon Bentonite Gisement <i>Roussel -1-</i>	
	Dessablage humide	Dessablage sec
Lecture à 600 tr/min	23.00	18.00
μ_A (cP)	11.50	09.00
μ_p (cP)	05.00	04.00
Y_p (lb./100ft ²)	13.00	10.00
Y_p/μ_p	02.60	02.50
Filtrat (ml)	23.00	24.00

Tableau 5.19 : Résultats des tests rhéologiques sur l'échantillon **Roussel-1-** dessablé et activé à aux carbonates de sodium.

Les produits issus des essais de dessablage humide et sec ont fait l'objet d'une activation chimique à aux carbonates de sodium Na_2CO_3 à 4% et d'une série de tests rhéologiques afin de dégager les paramètres exigés par la norme API 13A qui sont (la lecture L600, le ratio Y_p/μ_p et la perte au filtrat).

Selon les résultats illustrés dans les tableaux ci-dessus:

- ❖ L'échantillon de **Dar M'barek** a donné une lecture **L600** de l'ordre de **29.00 tr/min** après un dessablage humide et **36.00 tr/min** après un dessablage sec ; tout en sachant qu'en tout venant **L600** était à **27 tr/min**.

Le ratio **Yp/μp** est de **03.80** après un dessablage humide et **02.50** après un dessablage sec, par rapport à **07.00** en tout venant.

La perte au filtrat est égale à **16.00 ml** après les deux dessablages humide et sec ; alors qu'elle était à **24 ml** en tout venant.

En comparant ces résultats aux exigences de la norme API 13A ($L600 \geq 30$ cP, $Yp/\mu p \leq 3$, la perte au filtrat ≤ 15 ml), on constate que le dessablage par voie humide n'a amélioré aucun des paramètres rhéologiques. Tandis que le dessablage sec a amélioré les paramètres rhéologiques de cet échantillon de bentonite mis à part la perte au filtrat. Ce qui mène à dire que l'enrichissement de cet échantillon de bentonite n'a pas dégagé des résultats répondant à la norme API.

- ❖ L'échantillon de **Roussel-1-** a donné une lecture **L600** de l'ordre de **23.00 tr/min** après un dessablage humide et **18.00 tr/min** après un dessablage sec ; tout en sachant qu'en tout venant **L600** était à **16.00 tr/min**.

Le ratio **Yp/μp** est de **02.60** après un dessablage humide et **02.10** après un dessablage sec, par rapport à **02.00** en tout venant.

La perte au filtrat est égale à **23.00 ml** après un dessablage humide et **24.00 ml** après un dessablage sec ; alors qu'elle était à **30.75 ml** en tout venant.

En comparant ces résultats aux exigences de la norme API 13A ($L600 \geq 30$ cP, $Yp/\mu p \leq 3$, la perte au filtrat ≤ 15 ml), on constate que les deux essais de dessablage réalisés sur cet échantillon de bentonite par voie humide et par voie sèche n'ont dégagé aucun paramètres rhéologiques répondant à la norme API.

Conclusion :

Les deux échantillons de bentonite Dar M'barek et Roussel -1- ont fait l'objet d'une étude d'enrichissement par dessablage humide et sec. Cet enrichissement a été suivi d'un essai d'activation chimique à aux carbonates de sodium Na_2CO_3 à 4%. Après ces essais, les échantillons ont été destinés aux tests rhéologiques pour détermination des paramètres de viscosité et de la perte au filtrat.

Après comparaison des paramètres rhéologiques déterminés exigences de la norme API 13A, il est concluant que ce minerai de bentonite de **Hammam Boughrara** ne trouve pas son application dans le domaine pétrolier.

Conclusion Générale

Cette étude, nous a permis d'étudier deux échantillons d'argile bentonitique de **Hamam Boughrara** qui sont **Dar M'barek** et **Roussel-1-** et cela en déterminant leurs caractéristiques physico-chimiques.

Les résultats obtenus, illustrés dans le tableau suivant, montrent que les deux échantillons bentonitiques étudiés sont quasi-similaires.

Paramètres	Dar M'barek			Roussel -1-		
	Tout venant	Dessablage humide	Dessablage sec	Tout venant	Dessablage humide	Dessablage sec
Lecture à 600 tr/min	27.00	29.00	36.00	16.00	23.00	18.00
μ_A (cP)	13.50	14.50	18.00	08.00	11.50	09.00
μ_P (cP)	03.00	05.00	08.00	04.00	05.00	04.00
Yp(Ib./100ft ²)	21.00	19.00	20.00	08.00	13.00	10.00
Yp/ μ_P	07.00	03.80	02.50	02.00	02.60	02.50
Filtrat (ml)	24.00	16.00	16.00	30.75	23.00	24.00

Il est important de connaître les caractéristiques minéralogiques et physico-chimiques des matériaux argileux, avant son utilisation et application dans les différents domines.

L'identification du minerai de bentonite de **Hamam Boughrara** par analyse chimique et minéralogique a montré que les deux échantillons **Dar M'barek** et **Roussel -1-** contiennent de la silice cristalline sous forme de quartz et cristobalite. Pour les deux échantillons, la teneur en silice dépasse les 50%.

Les deux essais de dessablage humide et sec n'ont pas pu diminuer considérablement la teneur en silice. Ce qui mène à dire que cette bentonite reste assez sableuse malgré son dessablage.

Les produits de dessablage ont fait l'objet d'une activation chimique à la soude Na₂CO₃ à 4% et aussi de tests rhéologiques afin de déterminer la lecture L600 sur le viscosimètre, la viscosité apparente et la viscosité plastique, la contrainte seuil, le ratio (contrainte seuil par viscosité plastique) et enfin la perte au filtrat.

Comme il est illustré dans le tableau ci-dessus, les paramètres rhéologiques du tout venant de l'échantillon de **Dar M'barek** sont plus élevés que ceux de l'échantillon de **Roussel -1-**, mais ne répondent pas aux exigences de la norme API 13 A.

L'essai de dessablage humide suivi par l'activation chimique à la soude n'a pas amélioré les paramètres rhéologiques de la bentonite. L'essai de dessablage sec suivi de l'activation chimique n'a pas donné de meilleurs paramètres rhéologiques.

Donc l'ajout de la soude à 4% à la bentonite dessablée n'a pas amélioré les caractéristiques rhéologiques de cette dernière. Afin d'obtenir les paramètres rhéologiques exigés par la norme API 13 A, il est nécessaire d'effectuer d'autres essais avec d'autres ajouts chimiques comme certains polymères

Conclusion Générale

En conclusion, la bentonite de ***Hammam Boughrara*** est très sableuse et ne répond pas aux exigences de la norme API 13 A malgré son enrichissement par dessablage et son activation à la soude.

Bibliographie

- [1] **PAUMIER, S (2008)**; « FACTEURS DETERMINANT L'ORGANISATION ET LA RHEOLOGIE DU SYSTEME ARGILE-EAU POUR DES SUSPENSIONS DE SMECTITES ». THSE DE DOCTORAT. ECOLE SUPERIEURE D'INGENEIRUS DE POITIERS. FRANCE. 250P.
- [2] **BOURAS, O (2003)**; PROPRIETES ADSORBANTES D'ARGILES PONTEES ORGANOPHILES : SYNTHESE ET CARACTERISATION. THESE DE DOCTORAT. UNIVERSITE DE LIMOGES. FRANCE. 162P.
- [3] **BEN AZOUZ, K (2012)**; RELATION ENTRE PROPRIETES RHEOLOGIQUES ET STRUCTURE MICROSCOPIQUE DE DISPERSIONS DE PARTICULES D'ARGILE DANS DES DISPERSIONS DE POLYMERES. THESE DE DOCTORAT. UNIVERSITE DE HAUTE ALSACE.FRANCE.194P.
- [4] **DE MARCOS, A (2014)**; INFLUENCE DU PROCEDE DE COULAGE-CONGELATION SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES DE MATERIAUX. THESE DE DOCTORAT. UNIVERSITE DE LIMOGES. FRANCE. 139P.
- [5] **BENDEDDOUCHE, CH.K (2012)**; NOUVELLES APPROCHES SYNTHETIQUES UTILISANT L'ARGILE DE MAGHNIA ET L'ACTIVATION MICRO-ONDES : APPLICATION A L'OBTENTION DE CYCLOPROPANES D'OXAZOLES ET DE FURANES. THESE DE DOCTORAT.UNIVERSITE D'ORAN. ALGERIE. 199P.
- [6] **KOULOUGHLI, S (2007)**; ETUDE EXPERIMENTALE DES MELANGES SABLE BENTONITE LEURS PERFORMANCES COMME BARRIERES DE CONFINEMENT DANS LES CET. THESE DE DOCTORAT. UNIVERSITE MENTOURI CONSTANTINE. 201P.
- [7] **BENCHABANE, A (2006)**; ETUDE DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DE MELANGES ARGILES - POLYMERES. EFFETS DE L'AJOUT DE POLYMERES. THESE DE DOCTORAT. UNIVERSITE LOUIS PASTEUR STRASBOURG I.FRANCE.228P.
- [8] **YOUSH, M, GABOR, M (1991-1993)**: RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE REEVALUATION DES BENTONITES DE SITE DAR M'BAREK DU GISEMENT DE HAMMAM BOUGHRARA (TLEMCEN) TOME II, ORGM 75P.
- [9] **BOUKHEDIMI M, A (2009)** ; ORIGINE DE PROCESSUS DE BENTONISATION DES TERRAINS VOLCANOGENES RHYOLITIQUES DE HAMMAM BOUGHRARA (MAGHNIA, ALGERIE NORD OCCIDENTALE). MEMOIRE DE MAGISTER. UNIVERSITE D'ORAN. ALGERIE.102P.
- [10] **ZAREIAN, Z (1975)**: RAPPORT SUR LES RESULTATS DES TRAVAUX DE RECHERCHES DE PROSPECTIONS GEOLOGIQUES EXECUTES SUR LE GISEMENT D'ARGILES BENTONITIQUES DE HAMMAM BOUGHRARA EN 1971, ORGM, 99P.

Bibliographie

- [11] **GUARDIA, P (1975)**; GEODYNAMIQUE DE LA MARGE ALPINE DU CONTINENT AFRICAÏN D'APRES L'ETUDE DE L'ORANIE NORD-OCCIDENTALE. THESE DE DOCTORAT EN GEOLOGIE. UNIVERSITE DE NICE- FRANCE 289P.
- [12] **Graine, K (2000)**; LES ARGILES BENTONITIQUES DE LA REGION DE HAMMAM BOUGHRARA PRESENTE AU 5EME J.S.T IST/USTHB.PP.40-41.
- [13] **MEGARTSI, M (1985)**: LE VOLCANISME MIO-PLIO QUATERNAIRE DE L'ORANIE NORD OCCIDENTALE (GEOLOGIE, PETROLOGIE GEODYNAMIQUE). THESE DE DOCTORAT (PETROLOGIE STRUCTUROLOGIE) IST/USTHB 295P.
- [14] **LOUNI HACINI, A (2002)**; LA TRANSITION DU MAGMATISME CALCO-ALCALIN AU MAGMATISME ALCALIN DANS L'ORANIE (ALGERIE NORD OCCIDENTALE). THESE DE DOCTORAT (PETROLOGIE STRUCTUROLOGIE) IST/USTHB 198P.
- [15] **SADRAN, G (1985)**: LES FORMATIONS VOLCANIQUES TERTIARES ET QUATERNAIRES DU TELLE ORANAIS. PUBLICATIONS DU SERVICE DE LA CARTE GEOLOGIQUE DE L'ALGERIE BULLETIN N°18.533P.
- [16] **GENTIL, L (1903)**: ETUDE GEOLOGIQUE DU BASSIN DE LA TEFNA. PUBLICATION DU SERVICE CARTE GEOLOGIQUE.

**Specification for Drilling-Fluid
Materials**

**API Specification 13A
Sixteenth Edition, February 2004**

**ISO 13500:1998 (Modified), Petroleum and
natural gas industries—Drilling fluid
materials—Specifications and tests**

EFFECTIVE DATE: JULY 2004

ANSI/API 13A/ISO 13500



**American
Petroleum
Institute**

**Helping You
Get The Job
Done Right.™**

Special Notes

API publications necessarily address problems of a general nature. With respect to particular circumstances, local, state, and federal laws and regulations should be reviewed.

API is not undertaking to meet the duties of employers, manufacturers, or suppliers to warn and properly train and equip their employees, and others exposed, concerning health and safety risks and precautions, nor undertaking their obligations under local, state, or federal laws.

Information concerning safety and health risks and proper precautions with respect to particular materials and conditions should be obtained from the employer, the manufacturer or supplier of that material, or the material safety data sheet.

Nothing contained in any API publication is to be construed as granting any right, by implication or otherwise, for the manufacture, sale, or use of any method, apparatus, or product covered by letters patent. Neither should anything contained in the publication be construed as insuring anyone against liability for infringement of letters patent.

Generally, API standards are reviewed and revised, reaffirmed, or withdrawn at least every five years. Sometimes a one-time extension of up to two years will be added to this review cycle. This publication will no longer be in effect five years after its publication date as an operative API standard or, where an extension has been granted, upon republication. Status of the publication can be ascertained from the API Standards department telephone (202) 682-8000. A catalog of API publications, programs and services is published annually and updated biannually by API, and available through Global Engineering Documents, 15 Inverness Way East, M/S C303B, Englewood, CO 80112-5776.

This document was produced under API standardization procedures that ensure appropriate notification and participation in the developmental process and is designated as an API standard. Questions concerning the interpretation of the content of this standard or comments and questions concerning the procedures under which this standard was developed should be directed in writing to the Director of the Standards department, American Petroleum Institute, 1220 L Street, N.W., Washington, D.C. 20005. Requests for permission to reproduce or translate all or any part of the material published herein should be addressed to the Director, Business Services.

API standards are published to facilitate the broad availability of proven, sound engineering and operating practices. These standards are not intended to obviate the need for applying sound engineering judgment regarding when and where these standards should be utilized. The formulation and publication of API standards is not intended in any way to inhibit anyone from using any other practices.

Any manufacturer marking equipment or materials in conformance with the marking requirements of an API standard is solely responsible for complying with all the applicable requirements of that standard. API does not represent, warrant, or guarantee that such products do in fact conform to the applicable API standard.

All rights reserved. No part of this work may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording, or otherwise, without prior written permission from the publisher. Contact the Publisher, API Publishing Services, 1220 L Street, N.W., Washington, D.C. 20005.

Copyright © 2004 American Petroleum Institute

API Specification 13A / ISO 13500:1998

Table 11 — Sample constant (K_s) for 80,0 g sample mass

Sample density	Sample constant, K_s
5,00	1,5625
5,01	1,5617
5,02	1,5609
5,03	1,5602
5,04	1,5594
5,05	1,5586
5,06	1,5579
5,07	1,5571
5,08	1,5564
5,09	1,5556
5,10	1,5549
5,11	1,5541
5,12	1,5534
5,13	1,5527
5,14	1,5519
5,15	1,5512
5,16	1,5505
5,17	1,5498
5,18	1,5490
5,19	1,5483
5,20	1,5476
5,21	1,5469
5,22	1,5462
5,23	1,5455
5,24	1,5448
5,25	1,5441
5,26	1,5434
5,27	1,5427
5,28	1,5421
5,29	1,5414
5,30	1,5407

API Specification 13A / ISO 13500:1998

9 Bentonite

9.1 Description

9.1.1 Drilling grade bentonite is a naturally occurring clay containing the clay mineral smectite. It may also contain accessory minerals such as quartz, mica, feldspar and calcite.

9.1.2 Drilling grade bentonite shall be deemed to meet the requirements of this International Standard if a composite sample representing no more than one day's production conforms to the physical requirements of Table 12, represents the product produced, and is controlled by the manufacturer.

Table 12 — Bentonite physical requirements

Requirement	Standard
Suspension properties	
Viscometer dial reading at 600 r/min	minimum 30
Yield point/plastic viscosity ratio	maximum 3
Filtrate volume	maximum 15,0 cm ³
Residue of diameter greater than 75 µm	maximum mass fraction 4,0 %

9.2 Suspension properties — Apparatus

→ 9.2.1 **Thermometer**, including the range 0 °C ± 0,5 °C to 105 °C ± 0,5 °C.

9.2.2 **Balance**, with an accuracy of 0,01 g.

9.2.3 **Mixer** (e.g. Multimixer® Model 9B with 9B29X impellers or equivalent), having spindle fitted with a single sine-wave impeller approximately 25 mm in diameter mounted flash side up.

9.2.4 **Container**, of approximate dimensions 180 mm deep, 97 mm i.d. top, 70 mm i.d. bottom (e.g. Hamilton® Beach mixer cup No. M110-D, or equivalent).

9.2.5 **Spatula**.

9.2.6 **Motor-driven direct-indicating viscometer**, as referenced in API RP 13B-1, subclause 4.3.

9.2.7 **Filter press**, as referenced in API RP 13B-1, subclause 5.2.1.

9.2.8 **Graduated cylinders (TC)**, of capacities 500 cm³ ± 5 cm³ and 10 cm³ ± 0,1 cm³.

9.2.9 **Deionized or distilled water**.

9.2.10 **Container, with lid**, of capacity about 500 cm³.

9.2.11 **Timers**, two, mechanical or electrical, with an accuracy of 0,1 min over the test interval.

9.3 Suspension properties — Procedure for rheology

9.3.1 Prepare a suspension of the bentonite. Add 22,5 g ± 0,01 g of clay (as-received) to 350 cm³ ± 5 cm³ of deionized water while stirring on the mixer.

9.3.2 After stirring 5 min ± 0,5 min, remove the container from mixer and scrape its sides with the spatula to dislodge any bentonite adhering to container walls. Be sure all bentonite clinging to the spatula is incorporated into the suspension.

API Specification 13A / ISO 13500:1998

9.3.3 Replace the container on the mixer and continue to stir. The container may need to be removed from the mixer and the sides scraped to dislodge any clay clinging to container walls after another 5 min and after 10 min. Total stirring time shall equal 20 min $\pm$ 1 min.

→ 9.3.4 Age the bentonite suspension up to 16 h in a sealed or covered container at room temperature. Record storage temperature and storage duration.

9.3.5 After ageing bentonite suspension, shake well and then pour the suspension into the mixer container. Stir the suspension on the mixer for 5 min $\pm$ 0,5 min.

9.3.6 Pour the suspension into the viscometer cup provided with the direct indicating viscometer. The dial readings at 600 r/min and 300 r/min rotor speed settings of the viscometer shall be recorded when a constant value for each r/min is reached. Readings shall be taken at a suspension test temperature of 25 °C $\pm$ 1 °C.

9.4 Suspension properties — Procedure for rheology calculations

$$\text{Plastic viscosity} = [600 \text{ r/min reading}] - [300 \text{ r/min reading}] \quad (15)$$

$$\text{Yield point} = [300 \text{ r/min reading}] - [\text{plastic viscosity}] \quad (16)$$

$$\text{Yield point/plastic viscosity ratio} = [\text{yield point (equation 16)}] / [\text{plastic viscosity (equation 15)}] \quad (17)$$

Record calculated values for plastic viscosity, yield point, and yield point/plastic viscosity ratio.

9.5 Suspension properties — Procedure for filtrate volume

9.5.1 Recombine all of the suspension as prepared and tested in 9.3 and stir in container for 1 min $\pm$ 0,5 min on the mixer. Adjust suspension temperature to 25 °C $\pm$ 1 °C.

9.5.2 Pour the suspension into the filter press cell. Before adding the suspension, be sure each part of the filter cell is dry and that all gaskets are not distorted or worn. Pour the mud to within about 13 mm of the top of the cell. Complete assembly of the filter press cell. Place filter cell in frame and close relief valve. Place a container under the drain tube.

9.5.3 Set one timer for 7,5 min $\pm$ 0,1 min and the second timer for 30 min $\pm$ 0,1 min. Start both timers and adjust pressure on cell to 690 kPa $\pm$ 35 kPa. Both of these steps shall be completed in less than 15 s. Pressure shall be supplied by compressed air, nitrogen or helium.

9.5.4 At 7,5 min $\pm$ 0,1 min on the first timer, remove the container and any adhering liquid on the drain tube and discard. Place the dry 10 cm³ graduated cylinder under the drain tube and continue collecting filtrate until the end of the second timer set at 30 min. Remove the graduated cylinder and record the volume of filtrate collected.

9.6 Suspension properties — Calculation of filtrate volume

Calculate the filtrate volume of the clay suspension as:

$$\text{Filtrate volume, cm}^3 = 2 \times V_c \quad (18)$$

where V_c is the filtrate volume collected between 7,5 min and 30 min.

Record calculated filtrate volume.

9.7 Residue of diameter greater than 75 μm — Reagent and apparatus

9.7.1 Sodium hexametaphosphate (CAS No. 10124-56-8).

9.7.2 Oven, regulated to 105 °C $\pm$ 3 °C.