

N° d'ordre : 497

THÈSE

Présentée à la Faculté des sciences et techniques de Marrakech pour obtenir le grade de :

Docteur

CED : Sciences et Techniques

Spécialité : Géosciences et Géomatériaux

**CARACTERISATION DES CERAMIQUES DES MONUMENTS
HISTORIQUES DE LA REGION DE MARRAKECH ET PROSPECTION
DES MATERIAUX DE RESTAURATION**

par :

Mouhssin El Halim

(Dernier diplôme : Master Sciences et Techniques, Spécialité : Eau et Environnement)

Soutenue le **29 Mai 2021**, devant la commission d'examen :

Présidente :	Mme Saadi Latifa	FST Marrakech
Examineurs :	Mr Bachaoui El Mostapha	FST Béni Mellal
	Mr Daoudi Lahcen	FST Marrakech
	Mme El Ouahabi Meriam	Univ. de Liège
	Mme Fagel Nathalie	Univ. de Liège
	Mr Rkha Chaham	FSSM Marrakech
	Mr Strivay David	Univ. de Liège

Fiche présentative de la thèse

Auteur	EL Halim Mouhssin						
Intitulé du travail	Caractérisation des céramiques des monuments historiques de la région de Marrakech (Maroc) et prospection des matériaux de restauration.						
Spécialité	Géosciences et Géomatériaux.						
Directeur	Pr. Lahcen Daoudi, Professeur d'Enseignement Supérieur, Laboratoire de Géorressources, Géo-Environnement et Génie civil (L3G), Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech, Université Cadi Ayyad.						
Co-directrice	Pr. Nathalie Fagel, Professeur, Laboratoire des Argiles, Géochimie et Environnements sédimentaires, Université de Liège, Belgique.						
Laboratoires où le travail a été réalisé	<p>L'essentiel du travail de thèse a été réalisé dans les deux laboratoires suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Laboratoire de Géorressources, Géo-Environnement et Génie civil (L3G), Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech, Université Cadi Ayyad. - Laboratoire des Argiles, Géochimie et Environnements sédimentaires (AGES), Université de Liège, Belgique. <p>Certaines analyses ont été réalisées dans les laboratoires suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Laboratoire Architecture, Géologie, Environnement et Construction (ArGenCo), Université de Liège, Belgique. - Laboratoire de restauration des objets d'art, école supérieure des arts (ESA) Saint Luc liège, Belgique. - Centre d'analyse et de caractérisation (CAC), Faculté des sciences Semlalia, Université Cadi Ayyad, Marrakech. - Laboratoire de génie des matériaux, département de chimie, Faculté des sciences et techniques, Marrakech. 						
Rapporteurs	<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 60%;">Mme Saadi Latifa</td> <td style="text-align: right;">FST Marrakech</td> </tr> <tr> <td>Mr Bachaoui El Mostapha</td> <td style="text-align: right;">FST Béni Mellal</td> </tr> <tr> <td>Mr Rkha Chaham</td> <td style="text-align: right;">FSSM Marrakech</td> </tr> </table>	Mme Saadi Latifa	FST Marrakech	Mr Bachaoui El Mostapha	FST Béni Mellal	Mr Rkha Chaham	FSSM Marrakech
Mme Saadi Latifa	FST Marrakech						
Mr Bachaoui El Mostapha	FST Béni Mellal						
Mr Rkha Chaham	FSSM Marrakech						
Cadres de coopération et soutien	<ul style="list-style-type: none"> - Projet CNRST dans les Domaines Prioritaires de la Recherche Scientifique et du Développement Technologique (Réf. PPR1/2015/63). - Projet de coopération bilatérale Maroc-Communauté Française de Belgique (WBI, Projet 2.7), entre la Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech et l'Université de Liège. - Bourse Erasmus+ For PhD Students, Université de Liège, Belgique. 						
Stages réalisés dans le cadre de cette thèse	<ul style="list-style-type: none"> - Laboratoire Argiles, Géochimie et Environnements sédimentaires (AGES), Université de Liège (Belgique) du 28/01/2016 au 24/03/2016. - Laboratoire Argiles, Géochimie et Environnements sédimentaires (AGES), Université de Liège (Belgique) du 03/06/2016 au 28/05/2017. - Centre National d'Etudes et de Recherches sur l'Eau et l'Energie, Faculté des Sciences et Techniques, Université Cadi Ayyad, Marrakech (Maroc) du 01/03/2018 au 01/04/2018. 						
Manifestations scientifiques	<ul style="list-style-type: none"> - Journées scientifiques lors de la COP22 organisée à Marrakech 2016 (Comité d'organisation) le 07/11/2016. - 15e Colloque du Groupe Français des Argiles, Marseille 2017 (Communication orale sous thème: Détermination de l'origine des argiles utilisées dans la fabrication des céramiques archéologiques des monuments historiques de la ville Marrakech, Maroc) du 22/05/2017 au 24/05/2017. - 16th ICC International Clay Conference Granada Spain 2017 (Poster) du 17/07/2017 au 21/07/2017. - International Symposium: Architectural Patrimony and Local Building Materials 'APLOBMA' Irrachidia 2017. (Communication orale sous thème: Saadian Mosaic (Zellige) from historical monuments of Marrakech, Morocco: 						

	<p>Degradation state and production technology) du 12/10/2017 au 14/10/2017.</p> <ul style="list-style-type: none"> - 3rd Colloquium of International Geoscience Programme (IGCP638) en Côte d'Ivoire 2018 (Communication orale: Chemical and mineralogical characterization of archeological ceramics from Aghmat site (VIIth Century) (southern Morocco) du 15/10/2018 au 16/10/2018. - Pan-African Archaeological Association PANAF Congress Rabat 2018 (Communication orale: Chemical and mineralogical characterization of archeological ceramics from Aghmat site (VIIth Century) (southern Morocco) du 10/09/2018 au 14/09/2018. - Geologica Belgica Meeting Liège 2018: (Communication orale: Historical glazes (14-16th century) characterization for the development of adapted restoration materials in Morocco) du 12/09/2018 au 14/09/2018. - International conference on clay science and technology, Euroclay Paris 2019 (Communication orale: Characterization and evolution over time of chemical composition of Moroccan architectural ceramics glazes: example of Saadian tombs) du 01/07/2019 au 05/07/2019.
<p>Publications scientifiques</p>	<ul style="list-style-type: none"> - El Halim M., Daoudi L., El Alaoui El Fels A., Rebbou L., El Ouahabi M., & Fagel N. (2020). Non-destructive portable X-ray Fluorescence (pXRF) method for the characterization of Islamic architectural ceramic: Example of Saadian tombs and El Badi palace ceramics (Marrakech, Morocco). <i>Journal of Archaeological Science: Reports</i>, 32. - El Ouahabi M., El Boudour El Idrissi H., Daoudi L., El Halim M., Fagel N. (2019). Moroccan clay deposits: Physico-chemical properties in view of provenance studies on ancient ceramics. <i>Applied Clay Science</i>. Vol. 172, p. 65-74. - EL Halim M., Daoudi L., El Ouahabi M., Rousseau V., Catherine C., Fagel N. (2018). Mineralogical and geochemical characterization of archaeological ceramic from El Badi palace (XVI Century), Morocco. <i>Clay Minerals</i>. Vol. 52, p. 1-12. - EL Halim M., Daoudi L., El Ouahabi M., Fagel N. (2018). Analytical study of ancient ceramics from the archaeological site of Aghmat, southern Morocco. <i>Materiopedia: Proceedings Series on Materials</i>, CAMBRIDGE International Academics. Vol. 1, p. 47-58. - EL Halim M., Daoudi L., El Ouahabi M., Amekrane J., Fagel N. (2018). Mineralogy and firing characteristics of clayey materials used for ceramic purposes from Sale region (Morocco). <i>Journal of Materials and Environmental Sciences</i>. Vol. 9, Issue 8, p. 2263-2273. - Daoudi L., El Halim M. (2018). Caractérisation physico-chimique des Zelliges Saadiens de Marrakech pour une bonne Conservation-Restauration. <i>Restauration des ornements du bâtiment traditionnel</i>. Académie des Arts Traditionnels, Vol. 1, p. 163-180. ISBN : 978-9954-589-41-0. - Amekrane J., EL Hammouti K., Azdimousa A., El Halim M., El Ouahabi M., Lamouri B., Fagel N. (2018). Mineralogical and physicochemical characterization of the Jbel Rhassoul clay deposit (Moulouya Plain, Morocco). <i>Journal of Materials and Environmental Sciences</i>. Vol. 9, Issue 9, p. 2549-2557.

Remerciement

Ce travail entre dans le cadre du Projet CNRST dans les Domaines Prioritaires de la Recherche Scientifique et du Développement Technologique (Réf. : PPR1/2015/63) et dans le cadre du projet de coopération bilatérale Maroc-Wallonie Bruxelles International-Maroc (Réf. Projet 2.7) entre la Faculté des Sciences et Techniques de Marrakech et l'Université de Liège. J'ai également bénéficié d'un soutien financier du programme Erasmus+ de l'Union européenne (UE) qui m'a octroyé une bourse de 12 mois sous forme de stage à l'Université de Liège en Belgique.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur le Professeur Lahcen Daoudi, mon Directeur de thèse et Directeur du Laboratoire de Géoressources, Géo-Environnement et Génie civil (L3G), Faculté des Sciences et Technique de Marrakech, de m'avoir accordé ce sujet de thèse. C'est grâce à ses qualités humaines et scientifiques que j'ai pu mener à bien ce travail. J'ai beaucoup apprécié ses précieux conseils, son soutien permanent, ses encouragements et surtout la pertinence des jugements et le bien fondé de ses suggestions, qu'il trouve ici le témoignage de ma sincère reconnaissance.

Mes sincères remerciements s'adressent aussi à Madame Nathalie Fagel, co-directrice de ce travail et chef du Laboratoire AGES à l'Université de Liège, pour ses innombrables conseils et aides scientifiques, qu'elle a bien voulu me prodiguer. Je la remercie de m'avoir soutenu dans les moments difficiles et d'avoir mis à ma disposition tout le matériel et équipements nécessaires lors de mon stage au Laboratoire AGES en Belgique, et pour son suivi et ses qualités humaines exemplaires dont j'essaie de m'imprégner.

Je ne cesserai de remercier et d'exprimer ma profonde pensée à Madame Meriam El Ouahabi de l'université de Liège pour son soutien moral, sa disponibilité et ses remarques pertinentes qui m'ont servi afin de mener à bien la réalisation de cette thèse.

Mes remerciements vont également aux professeurs Valérie Rousseau, Catherine Cools et Leila Rebbouh de l'Ecole Supérieure des arts ESA à Liège, pour leur soutien et gentillesse lors de mes stages à Liège.

Mes remerciements s'adressent aussi à Monsieur le professeur Frédéric Collin de m'avoir permis d'accéder au laboratoire « Architecture, Géologie, Environnement et Construction » (ArGEnCo, ULg) afin de réaliser les essais géotechniques.

Je ne peux oublier de remercier mes amis de laboratoire LGES (Abdelali, Khaoula, Azizi, Brahim, Youssef, Fatima Ezzahra, Hanane, Younes, Hicham, Taha ...), mes collègues au laboratoire AGES (Naoual, Jemma, François, Nicolas, Joelle, Safae, Nadia, Mariella, ...) et à tous les professeurs du Département de Géologie à l'Université Cadi Ayyad pour leur soutien moral et encouragements.

Je n'aurai pas suffisamment de mots pour qualifier la patience et le courage de mes parents et de ma famille, qui ont eu à supporter mes longues absences et d'être toujours à mes côtés pour le pire et le meilleur. Qu'ils trouvent tous ici l'expression de mes plus vifs remerciements.

Dédicace

**Je dédie ce travail à la
mémoire de ma grande mère, à la santé
de ma mère et de mon père, à tous ceux
qui œuvrent et combattent pour un avenir
meilleur, pacifique et prospère.**

AVANT-PROPOS

Cette thèse est le fruit de la collaboration entre l'Université Cadi Ayyad de Marrakech (Maroc) et l'Université de Liège (Belgique). Lorsque ce projet m'a été confié, je me suis interrogé sur ce que devrait être mon objectif en tant que chercheur dans le cadre d'une étude de ce type. Ma volonté initiale était de contribuer à la préservation du patrimoine historique marocain qui, pour moi, est une grande richesse qui doit être reconnue, protégée et valorisée dans toutes ces composantes.

C'est à partir de ce constat que j'ai accepté cette opportunité et ce défi qui allaient me permettre d'intégrer le domaine de la conservation-restauration des monuments historiques et de faire part d'une équipe de spécialistes et de chercheurs qui veillent sur la valorisation de la richesse nationale. Ensemble, nous avons pour objet d'unir nos compétences afin de mieux comprendre et appréhender les problématiques spécifiques liées aux dégradations des éléments en argile cuite ornant certains monuments emblématiques de Marrakech.

Après avoir fait une étude bibliographique approfondie sur le sujet, nous avons programmé des excursions aux sites historiques de la région de Marrakech pour mettre le point sur l'état de dégradation et les modalités de conservation adoptées par l'inspection des monuments historiques dans chaque bâtiment. Il s'est avéré que certains monuments sont sous l'autorité du ministère de la culture en collaboration avec l'inspection des monuments historiques et d'autres sont sous la responsabilité du ministère de Habous et des affaires islamiques, chose qui a compliqué l'obtention des autorisations pour échantillonner au sein de ces différents sites.

A partir de là, nous avons décidé de resserrer notre travail autour du palais El Badi, les tombeaux Saadiens et le site d'Aghmat, ce sont les trois sites où nous avons eu un accord d'échantillonnage sous la tutelle de l'inspection des monuments historiques de la région de Marrakech.

Cette expérience m'a permis d'apprendre énormément tant en termes de connaissances théoriques (notamment concernant la réglementation, histoire des civilisations marocaines, déontologie de restauration et de conservation des monuments historiques à l'échelle nationale et internationale) que sur le plan pratique. De nombreux volets ont été découverts et investis au fur et à mesure de ce travail, ce qui m'a permis d'élargir mes connaissances dans plusieurs domaines en rapport avec l'industrie céramique et les matériaux de construction, sans pour autant réorienter les axes principaux de mon travail de recherche qui concerne la conservation et la restauration des monuments historiques de Marrakech.

Table de matière

AVANT-PROPOS	- 6 -
RESUME	- 11 -
ABSTRACT	- 12 -
الملخص.....	- 13 -
INTRODUCTION.....	- 14 -
PARTIE I	DOCUMENTATION BIBLIOGRAPHIQUE
CHAPITRE 1 : HISTOIRE DE LA CERAMIQUE TRADITIONNELLE ET DE LA CONSERVATION-RESTAURATION DES MONUMENTS HISTORIQUES	- 20 -
1 LA CERAMIQUE TRADITIONNELLE ET LES ORIGINES DE L'ART ISLAMIQUE A TRAVERS LES DYNASTIES MAROCAINES	- 20 -
1.1 Origines et évolution de la céramique traditionnelle	- 20 -
1.2 L'art islamique marocain à travers les différentes dynasties	- 22 -
1.3 L'art du zellige à travers les différentes dynasties marocaines	- 28 -
1.4 Céramique traditionnelle des monuments historiques de Marrakech	- 29 -
2 CONSERVATION ET RESTAURATION DES MONUMENTS HISTORIQUES.....	- 32 -
2.1 Déontologie de la restauration.....	- 32 -
2.2 Evolution du concept de Conservation-Restauration à l'échelle mondiale.....	- 33 -
2.3 Historique et état de la restauration à l'échelle du Maroc.....	- 37 -
CHAPITRE 2 : DESCRIPTION DES MONUMENTS ET DES SITES ETUDIES	- 41 -
1 MONUMENTS HISTORIQUES ETUDIES DANS LA REGION DE MARRAKECH	- 41 -
1.1 Le site d'Aghmat.....	- 41 -
1.2 Le palais El Badi.....	- 44 -
1.3 Les tombeaux Saadiens	- 46 -
2 LES SITES POTIERS ET LES GISEMENTS D'ARGILE ETUDIES	- 48 -
2.1 Les argiles de Fès	- 48 -
2.1.1 Contexte géologique	- 49 -
2.1.2 Technique de fabrication de zellige Al Fassi	- 51 -
2.2 Les argiles de Marrakech.....	- 53 -
2.2.1 Contexte géologique	- 53 -
2.2.2 La poterie de Marrakech	- 55 -
CHAPITRE 3 : MATERIEL ET TECHNIQUES D'ETUDE	- 57 -
1 MATERIEL ETUDIE	- 57 -
1.1 Matériaux céramiques des sites historiques étudiés dans la région de Marrakech	- 57 -
1.1.1 Les céramiques du palais El Badi	- 57 -
1.1.2 Les céramiques des tombeaux Saadiens	- 59 -
1.1.3 Les céramiques du site d'Aghmat.....	- 61 -
1.2 Gisement d'argile de Fès étudié	- 63 -
2 TECHNIQUES D'ANALYSES	- 65 -
2.1 Observation in situ	- 65 -

2.2	<i>Observations microscopiques</i>	- 65 -
2.2.1	Microscopie optique	- 65 -
2.2.2	Analyse par Cathodoluminescence	- 66 -
2.3	<i>Diffraction des rayons X</i>	- 67 -
2.3.1	Minéralogie totale.....	- 67 -
2.3.2	La fraction argileuse	- 68 -
2.3.3	Evolution de la minéralogie au cours de la cuisson	- 69 -
2.4	<i>Spectrophotométrie</i>	- 69 -
2.5	<i>Fluorescence des Rayon X</i>	- 70 -
2.5.1	Fluorescence des rayons X de laboratoire.....	- 70 -
2.5.2	Fluorescence des rayons X portable.....	- 71 -
2.6	<i>Spectroscopie Infrarouge</i>	- 72 -
2.7	<i>Analyses granulométriques</i>	- 73 -
2.8	<i>Essai de bleu de méthylène</i>	- 73 -
2.9	<i>Limites d'Atterberg</i>	- 75 -
2.10	<i>Essais céramiques</i>	- 78 -
2.10.1	Confection des échantillons (Briquettes d'essai).....	- 78 -
2.10.2	Retrait à la cuisson.....	- 80 -
2.10.3	Absorption d'eau et porosité.....	- 80 -
2.10.4	Resistance mécanique à la flexion et à la compression.....	- 80 -

PARTIE II RESULTATS DES INVESTIGATIONS ET DES ANALYSES

CHAPITRE IV : CONSTAT D'ETAT : DIGNOSTIC ET ETAT DE DEGRADATION DES CERAMIQUES DES MONUMENTS ETUDIÉS - 83 -

1	DEGRADATION DES STRUCTURES PORTEUSES DES CERAMIQUES (MURS EN PISE)	- 83 -
2	DEGRADATION DU ZELLIGE DES MONUMENTS HISTORIQUES SAADIENS DE MARRAKECH.....	- 84 -
2.1	<i>Dégradation à l'interface glaçure tesson</i>	- 85 -
2.2	<i>Dégradations à l'interface zellige mortier</i>	- 87 -
2.3	<i>Dégradations à l'Interface mortier pisé</i>	- 88 -
3	FACTEURS RESPONSABLES DE LA DEGRADATION DES CERAMIQUES ARCHEOLOGIQUES DE MARRAKECH.....	- 89 -
3.1	<i>Facteurs d'origine naturelle</i>	- 90 -
3.1.1	Les remontés capillaires	- 90 -
3.1.2	L'acidité	- 90 -
3.1.3	Effet du gel	- 90 -
3.1.4	Les sels solubles et insolubles	- 90 -
3.1.5	La dégradation mécanique	- 90 -
3.1.6	Les organismes vivants.....	- 91 -
3.1.7	Effet de l'enfouissement	- 92 -
3.2	<i>Facteurs liés à l'intervention humaine</i>	- 92 -
3.2.1	Défauts liés à la restauration.....	- 92 -
3.2.2	Incompatibilité des matériaux.....	- 95 -
3.2.2.1	Le mortier	- 95 -
3.2.2.2	La glaçure.....	- 97 -
3.2.2.3	Le tesson.....	- 99 -
3.2.3	Agressions humaines.....	- 101 -

CHAPITRE V : RESULTATS DE CARACTERISATION DES ARGILES DE SITE BENLIKH A FES..... - 101 -

1	ETUDE DE LA SERIE SEDIMENTAIRE DE LA CARRIERE BENLIKH.....	- 102 -
---	--	---------

1.1	<i>Variation des propriétés chimique, minéralogiques et texturales des argiles de la série miocène du site Benjlikh</i>	- 102 -
1.1.1	Distribution granulométrique	- 102 -
1.1.2	Distribution minéralogique	- 104 -
2	CARACTERISATION DE LA MATIERE PREMIERE UTILISEE DANS LES SITES POTIERS DE FES	- 110 -
2.1	<i>Distribution granulométrique, limites d'Atterberg et valeur de VBS</i>	- 111 -
2.2	<i>Composition minéralogique</i>	- 113 -
2.3	<i>Composition chimique</i>	- 116 -
2.4	<i>Evolution de la minéralogie au cours de la cuisson</i>	- 117 -
2.5	<i>Potentiel d'utilisation des argiles de Fès dans l'industrie céramique</i>	- 118 -

CHAPITRE VI : RESULTATS DE CARACTERISATION DES CERAMIQUES ARCHEOLOGIQUES DES MONUMENTS

ETUDIÉS		- 121 -
1	LES CERAMIQUES DE DECORATION DES TOMBEAUX SAADIENS ET DU PALAIS EL BADI	- 122 -
1.1	<i>La glaçure</i>	- 122 -
1.1.1	Analyses chimique des glaçures du palais El Badi	- 122 -
1.1.2	Analyses des glaçures des tombeaux Saadiens	- 123 -
1.1.3	Analyse spectrophotométrique des glaçures	- 129 -
1.2	<i>Interface glaçure-tesson</i>	- 130 -
1.3	<i>Le tesson</i>	- 132 -
1.4	<i>Le mortier</i>	- 134 -
2	LES CERAMIQUES STRUCTURELLES ET UTILITAIRES	- 136 -
2.1	<i>Les briques et le canal d'irrigation du Palais El Badi</i>	- 136 -
2.2	<i>Les briques et la poterie du site d'Aghmat</i>	- 137 -
2.3	<i>Le canal d'irrigation et les tuiles d'Aghmat</i>	- 139 -

PARTIE III

DISCUSSION ET INTERPRETATIONS

CHAPITRE VII : ORIGINE DES MATIERS PREMIERES UTILISEES ET TECHNOLOGIES DE FABRICATION DES CERAMIQUES ADOPTEES DANS LES DIFFERENTS SITES

		- 142 -
1	LES CERAMIQUES DU PALAIS EL BADI ET DES TOMBEAUX SAADIENS	- 143 -
1.1	<i>Origine de la matière première argileuse</i>	- 143 -
1.2	<i>Détermination de la température de cuisson</i>	- 146 -
1.2.1	Comportement des matières argileuses au cours de la cuisson	- 147 -
1.2.2	Cas des céramiques du palais EL Badi et des tombeaux Saadiens	- 148 -
1.3	<i>Modalités d'application de la glaçure du zellige Saadien</i>	- 153 -
2	LES CERAMIQUES DU SITE D'AGHMAT	- 154 -
2.1	<i>Origine de la matière première</i>	- 154 -
2.2	<i>Détermination de la température de cuisson</i>	- 157 -
2.2.1	Échantillons de briques	- 157 -
2.2.2	Échantillons de poterie et de tuiles	- 158 -
3	EVOLUTION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET MINERALOGIQUE DES MATERIAUX UTILISES DANS LA RESTAURATION DES EDIFICES SAADIENS	- 160 -
3.1	<i>Evolution de la composition des zelliges utilisés dans les sites Saadiens de Marrakech</i>	- 160 -
3.1.1	Site des tombeaux Saadiens	- 160 -
3.1.2	Site du palais EL Badi	- 163 -
3.2	<i>Evolution de la glaçure du zellige des tombeaux Saadiens au cours du temps</i>	- 165 -
3.2.1	Le type de glaçure utilisée dans la restauration des murs	- 165 -
3.2.1.1	La glaçure blanche	- 165 -

3.2.1.2	La glaçure verte	- 166 -
3.2.1.3	La glaçure bleue	- 168 -
3.2.1.4	La glaçure noire	- 168 -
3.2.1.5	La glaçure jaune	- 169 -
3.2.2	Origine des minéraux utilisés dans la fabrication de la glaçure des zelliges de restauration actuelle ..	- 169 -
4	CONCLUSION.....	- 170 -

CHAPITRE VIII : PROCEDES EXPERIMENTAUX POUR AMLIORER LA QUALITE DES MATERIAUX UTILISES DANS LA RESTAURATION DES MONUMENTS ETUDIES - 173 -

1	ANALYSE DES DEFAUTS RENCONTRES APRES CUISSON.....	- 173 -
1.1	<i>Le problème du cœur noir</i>	- 173 -
1.2	<i>La coloration</i>	- 174 -
1.3	<i>Les fentes</i>	- 175 -
1.4	<i>La torsion</i>	- 176 -
2	ANALYSE DES PROPRIETES MECANIQUES.....	- 178 -
2.1	<i>Absorption d'eau et porosité</i>	- 178 -
2.2	<i>La résistance à la flexion</i>	- 179 -
2.3	<i>La résistance à la compression</i>	- 181 -
3	CONCLUSION.....	- 182 -

CONCLUSIONS GENERALES..... - 184 -

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... - 188 -

ANNEXES..... - 189 -

RÉSUMÉ

Les céramiques archéologiques des sites historiques Palais El Badi, Tombeaux Saadiens et Aghmat situés dans la région de Marrakech ont été analysées par une approche multi-analytique basée sur la diffraction et fluorescence des rayons X et l'observations microscopiques pour étudier leurs caractéristiques physico-chimiques et texturales. Des échantillons d'argiles ont été également collectés dans différentes carrières de la région de Marrakech et de Fès, puis analysés par les mêmes techniques. Le but est de déterminer la technologie de fabrication, les propriétés et l'origine des matières premières utilisées par les dynasties des Almoravides et des Saadiens dans la construction. Des essais de cuisson expérimentale sur supports céramiques ont également été effectués afin de déterminer les températures de cuisson utilisées dans les fours traditionnels durant ces époques. Selon les résultats obtenus, les Saadiens ont utilisés une argile carbonatée pour fabriquer le zellige, l'un des éléments clés de la céramique décorative, la matière première utilisée provient de la région de Fès. La température de cuisson estimée pour ces matériaux est comprise entre 700 et 800 °C pour le palais El Badi et entre 800 et 900 °C pour les tombeaux Saadiens en atmosphère oxydante. La glaçure de zellige est composée principalement de plomb et de la silice, les agents colorants sont classiques, le fer (Fe^{3+}) pour la glaçure jaune, le manganèse (Mn^{3+}) pour la glaçure noire, le cuivre (Cu^{2+}) et le phosphore (P) pour la glaçure bleue. L'examen de la texture de l'interface glaçure/terre cuite, en microscope optique et cathodoluminescence, montre que l'émail a été appliqué directement sur le support céramique sans engobe ce qui permet la pénétration de la glaçure au sein de tesson perméable. Les céramiques utilitaires (canaux d'irrigation) et structurelles (briques rouges) ont été fabriquées à partir d'une argile locale riche en fer de la région de Marrakech, la température de cuisson était d'environ 700 °C pour les canaux et 900 °C pour les briques.

Les céramiques archéologiques collectées dans le site d'Aghmat sont composées de fragments de tuiles, de briques, de canaux d'irrigation et de fragments de poterie. La céramique structurelle a été fabriquée à partir d'une argile locale non carbonatée riche en fer, cuite à une température supérieure à 900 °C, par contre les céramiques utilitaires proviennent d'une matière première carbonatée collectée dans les environs du village d'Aghmat, la température de cuisson estimée pour ces matériaux est comprise entre 700 et 900 °C.

Dans le but de définir des procédés expérimentaux pour améliorer la qualité des matériaux utilisés dans la restauration des monuments étudiés, nous avons également confectionné des briquettes expérimentales en faisant varier la composition et les paramètres de cuisson. Les résultats obtenus montrent que les argiles de site Benjlikh à Fès sont les plus appropriées à la restauration de ces édifices ; la température de cuisson convenable est de l'ordre de 850 à 950 °C, avec un cycle de cuisson lent et un palier d'au moins 4h. Ces paramètres permettent d'obtenir des matériaux de bonne qualité qui allient résistance, durabilité et aptitude à la découpe.

ABSTRACT

Archaeological ceramics from El Badi Palace, Saadian Tombs and Aghmat historical sites located in the region of Marrakech were analyzed by a multi-analytical approach based on X-ray diffraction, fluorescence and microscopic analyzes to study their physical, chemical and textural characteristics. Clay samples were also collected from different quarries in the Marrakesh and Fez region, and then analyzed using the same techniques. The aim is to determine the manufacturing technology, properties and origin of the raw materials used by the Almoravide and Saadian dynasties in construction. Experimental cooking tests on ceramic bodies were also carried out in order to determine the firing temperatures used in traditional ovens during these times. According to the results obtained, the Saadians used carbonated clay to make the zellige, one of the key elements of decorative ceramics; the raw material used comes from the region of Fez. The estimated firing temperature for these materials is between 700 and 800 °C for the El Badi palace and between 800 and 900 °C for the Saadian tombs in an oxidizing atmosphere. The glaze is mainly composed of lead and silica, the coloring agents are conventional, iron (Fe^{3+}) for the yellow glaze, manganese (Mn^{3+}) for the black glaze, copper (Cu^{2+}) and phosphorus (P) for the blue glaze. The texture of the glaze/shard interface was studied using optical microscope and cathodoluminescence; results show that the glaze was applied directly to the ceramic support without slip or intermediate layer. The utility ceramics (irrigation channels) and structural ceramics (red bricks) were made from a local clay rich in iron from the Marrakech region, the firing temperature was around 700 °C for the channels and 900 °C for bricks.

The archaeological ceramics collected at the Aghmat site are composed of fragments of tiles, bricks, irrigation channels and pottery. The structural ceramic was made from a local non-carbonated clay rich in iron, fired at a temperature above 900 °C, on the other hand the utility ceramics come from a carbonated raw material collected in the surroundings of the village of Aghmat, the estimated cooking temperature for these materials is between 700 °C and 900 °C.

In order to improve the quality of the materials used in the restoration of the studied monuments, we have also made experimental briquettes by varying composition of raw materials and the cooking parameters. The results obtained show that the Benjlikh site clays in Fez are the most suitable for the restoration of these buildings; the appropriate cooking temperature is around 850 °C to 950 °C, with a slow firing cycle and a bearing of at least 4 hours. These parameters provide good quality materials which combine strength, durability and cutting ability.

الملخص

تم تحليل التراث الأثري للمواقع التاريخية الأكثر زيارة في مراكش والتمثلة في قصر البديع ومقابر السعديين وأغامت من خلال دراسة شاملة معتمدة على تحليل مكونات المواد المستعملة في البناء والزخرفة والملاحظات المجهرية والتحليلات النظائرية لدراسة خصائصها الفيزيوكيميائية والبنوية. كما تم جمع عينات من المواد الأولية من محاجر مختلفة في مراكش وفاس، ومن ثم تحليلها باستخدام نفس التقنيات. الهدف هو تحديد طريقة التصنيع وخصائص وأصل المواد الخام المستخدمة من قبل السلالات المرابطية والسعديين في البناء. ووفقاً للنتائج التي تم الحصول عليها، استخدم السعديون طيناً كربونياً قادماً من مدينة فاس لصنع الزليج، أحد العناصر الرئيسية للسيراميك الزخرفي. وتتراوح درجة حرارة الطهي المقدره لهذه المواد بين 700 و 800 درجة مئوية لقصر الباديع وبين 800 و 900 درجة مئوية لمقابر السعديين في جو مؤكسد. بينما تم صنع قنوات الري و الطوب الأحمر من الطين المحلي الغني بالحديد من منطقة مراكش، وكانت درجة حرارة الحرق حوالي 700 درجة مئوية للقنوات و 900 درجة مئوية للطوب.

يتكون الخزف الأثري الذي تم جمعه في موقع أغامت من شظايا من البلاط والطوب وقنوات الري وأجزاء من الفخار. تم صنع خزف البناء من طين محلي غير كربوني و الغني بالحديد، يتم إطلاقه عند درجة حرارة أعلى من 900 درجة مئوية. من ناحية أخرى، تصنع قنوات المياه والأواني الخزفية من مادة خام كربونية تم جمعها في محيط قرية أغامت تتراوح درجة حرارة الطهي المقدره لهذه المواد بين 700 درجة مئوية و 900 درجة مئوية.

هذه المواقع الأثرية لها الفضل في تعريف العالم بأصول الثقافة المغربية الغنية لما تتميز به من تنوع الأشكال الهندسية المعمارية ومواد البناء والفسيفساء، وقد سعى جميع المسؤولين خاصة وزارة الثقافة ووزارة الأوقاف والشؤون الإسلامية والمفتشية الجهوية للآثار بالمنطقة على الحفاظ على هذا الموروث المادي وصيانتته. لكن بالرغم من كل هذه الجهود المبدولة لازالت بعض هذه المنشآت التاريخية تتعرض للتخريب والإهمال فتضل بذلك فريسة لعوامل التعرية المتعددة.

وقد جاءت هذه الأطروحة لتتقف عند بعض مكامن الخلل في كيفية التعامل مع هذه المنشآت خاصة في ما يتعلق بمواد البناء والزخرفة أو ما يصطلح عليه بالسيراميك، هذه المواد التي أصبحت تتآكل بفعل الزمن وتعوض بأخرى حديثة لا تتناسب مع الأصلية وتتضرر هي الأخرى بوثيرة سريعة مما يجعل الوضع صعباً في غياب سياسة صيانة مبنية على أسس علمية وعملية.

INTRODUCTION

Les monuments historiques sont des témoins tangibles de l'évolution des civilisations au fil du temps, en raison de leurs intérêts historique, artistique et architectural, la gestion du patrimoine historique est devenue une priorité dans les pays développés. De plus, l'existence des monuments anciens nous permet de mettre en évidence les changements dans les sociétés pour une meilleure compréhension des raisons qui conduisent au développement des villes et des sociétés et même des traditions au statut actuel. En effet, les bâtiments anciens sont le visage des villes, ils reflètent les changements qui se sont produits dans chaque endroit au fil du temps, ils reflètent les conflits, les guerres et la prospérité de la société, ainsi que la situation économique de la ville au fil du temps.

Depuis la fin de la seconde guerre mondiale, les efforts de préservation des sites du patrimoine national et culturel ont été une priorité pour des centaines de nations à travers le monde. Selon l'UNESCO, « le patrimoine culturel fait référence aux monuments, groupes de bâtiments et sites ayant une valeur historique, esthétique, archéologique, scientifique, ethnologique ou anthropologique. Le patrimoine naturel fait référence à des formations physiques, biologiques et géologiques exceptionnelles, à des habitats d'espèces animales et végétales menacées et à des zones ayant une valeur scientifique, de conservation ou esthétique ». Dans plusieurs pays, les services de conservation existent depuis une centaine d'années. Au cours de cette période, les principes de conservation-restauration ont évolué et de nouvelles techniques se sont développées. Aujourd'hui, la préservation du patrimoine culturel n'est pas qu'une simple suggestion, c'est une obligation que 126 pays du monde sont tenus de respecter par le biais d'accords internationaux.

Au Maroc, plusieurs villes sont réputées par de prestigieux sites historiques, les cultures berbères, arabes et andalouses se sont succédé pour enrichir l'ensemble du bâti historique marocain. Aujourd'hui, à l'échelle du Maroc, 8 sites situés dans les deux grandes villes impériales du royaume Fès et Marrakech, sont classés comme patrimoine mondial par l'UNESCO. Ces deux villes impériales ont fait office de capitale historique du Maroc pour près de 950 ans. Dans la région de Marrakech, parmi les sites historiques les plus fascinants, on trouve le palais El Badi, les tombeaux Saadiens et le site d'Aghmat. Chaque site raconte une histoire par l'intermédiaire de son architecture et de la nature de ces matériaux de construction, ces éléments reflètent tout le génie et le savoir faire de la population marocaine à travers les dynasties. Malheureusement, d'un point de vue structurel, suite aux épreuves du

temps, et en raison des différentes actions humaines, certains de ces monuments ont aujourd'hui atteint un état de dégradation très avancé. Plusieurs tentatives de restauration coordonnées par l'inspection des monuments historiques de Marrakech ont été entreprises. Cependant ces tentatives de restauration n'ont pas toujours été d'une grande réussite. Ceci s'explique en grande partie par la mauvaise qualité des matériaux utilisés dans la restauration et par la mauvaise compréhension du système de fonctionnement et de compatibilité de ces objets céramiques. Malgré les efforts déployés par le ministère de la culture et les inspections des monuments historiques implantées dans chaque ville pour la mise en valeur et la protection de cette richesse historique, le Maroc comme beaucoup d'autres pays en développement, a encore beaucoup de travail à faire en termes de la préservation et la valorisation de ce patrimoine.

Les recherches archéologiques sur les monuments historiques de l'ère islamique au Maroc ont commencé à la fin du XIX siècle soutenues par le ministère de la culture et le ministère des Habous et des affaires islamiques (pour les monuments d'ordre religieux). Des moyens importants et des chercheurs de renom ont été mobilisés, ceux-ci ont laissé des descriptions détaillées de plusieurs sites et monuments emblématiques du Maroc islamique comme Aghmat, Tinmal, Amergou, Dchira, Qasbat al-Nasrani etc. (Terasse, 1949 ; Ettahiri et *al.* 2007, 2012 ; Filli et *al.* 2014, 2016, 2019). Une série de publications sur les sites, les bâtiments, les sucreries et les objets céramiques qui ont marqué le passage des grandes dynasties islamiques sur le territoire marocain apparaissent depuis 1923.

Bien que de nombreux écrits aient été réalisés sur l'histoire monumentale des sites archéologiques de la région de Marrakech, la plupart de ces édifices n'ont connu d'interventions archéologiques qu'à la fin du XX siècle. Les remparts, les palais, les medersas et d'autres monuments de cette ville impériale ont été étudiés de point de vue historique, architecturale et artistique. Des études récentes se sont surtout focalisées sur des matériaux de construction traditionnelle utilisés pour bâtir ces édifices. Les murs qui ont été construits par la technique du pisé ont fait l'objet de plusieurs études récentes (Gamrani, 2014 ; Daoudi et *al.* 2018) qui ont dévoilé le mode de fonctionnement de ces structures en terre crue ainsi que leur état de dégradation, ce qui a mobilisé toutes les parties concernées pour intervenir par des stratégies de restauration et de préservation de cet élément du patrimoine historique. Cependant d'autres matériaux qui ont été utilisés pour orner ces bâtiments tels que les

céramiques utilitaires et de décoration sont peu étudiées malgré la dégradation continue que subissent ces pièces d'art au fil du temps.

Dans cette optique que s'inscrit ce projet de thèse, il s'appuie sur un diagnostic de l'état de dégradation des céramiques archéologiques des sites historiques Palais El Badi, Tombeaux Saadiens et Aghmat, en examinant des possibilités de restauration de ces édifices architecturaux. Comme perspectives, les résultats obtenus vont contribuer au développement d'une approche scientifique spécifique à la restauration, à l'entretien et à la valorisation des monuments historiques de la région de Marrakech, approche qui pourra être étendue à d'autres monuments des villes impériales du Maroc. Ce travail est basé sur l'étude et la caractérisation de plusieurs types de matériaux de construction des monuments cités à savoir les briques, les tuiles, les canaux d'irrigation, les mortiers, la poterie et le zellige. Les matériaux archéologiques récoltés sur les différents sites ont été analysés par une approche multi-analytique basée sur la diffraction et la fluorescence des rayons X, ainsi que les observations microscopiques pour étudier leurs caractéristiques physico-chimiques et texturales.

La matière première utilisée pour la restauration des zelliges des monuments historiques du Maroc en général et de Marrakech en particulier provient de la carrière de Benjlikh à Fès, ce site semble être le premier centre de fabrication de la céramique au Maroc, lorsque les musulmans émigrés de l'Andalous introduisirent cet artisanat à Fès au IX^{ème} siècle (Erzini, 1993 ; Hattstein & Deluis, 2000 ; Benamara et *al.* 2003). Ainsi, dans le cadre de cette étude, nous avons réalisé des excursions à la carrière de Benjlikh pour étudier les caractéristiques géologiques de cette matière première. Les échantillons d'argiles collectés sont étudiés par plusieurs techniques d'analyses à savoir la diffraction des rayons X, la fluorescence des rayons X, l'étude microscopique, les analyses granulométriques (par tamisage et granulolaser), la détermination des limites d'Atterberg, le bleu de méthylène et la spectroscopie infrarouge. Des essais de cuisson expérimentale et des essais mécaniques sur briquettes confectionnées à partir de ces différentes argiles ont également été effectués. L'approche méthodologique adoptée dans ce volet de thèse consiste à déterminer la nature et les propriétés des matériaux céramiques utilisés pour construire ou orner ces bâtiments historiques, de déterminer les températures de cuisson utilisées dans les fours traditionnels à chaque époque, mais également à étudier les propriétés des matériaux de substitution afin de

mettre à la disposition des artisans des matériaux de restauration plus adaptés, durables et de bonne qualité.

En effet, parmi les sites potiers les plus réputés à l'échelle du Maroc (Fès, Tétouan, Safi et Marrakech), seul le site de Fès demeure jusqu'à maintenant peu étudié alors que plusieurs études récentes ont été consacrées aux argiles des sites de Marrakech (Daoudi et *al.* 2014 ; 2015 ; 2018 ; Hajjaji, 2014 ; Elboudour, 2017 ; Elboudour et *al.* 2016 ; 2018), au site de Tétouan (El Ouahabi, 2013 ; El Ouahabi et *al.* 2014 ; 2015) et aux sites de Safi (Hajjaji et *al.* 2003, Guerraoui et *al.* 2009). Nous estimons donc qu'en plus de l'objectif principal de cette étude qui est celui de contribuer à la préservation et la bonne restauration des monuments de Marrakech, ce travail de thèse est également l'occasion de caractériser les argiles de Fès, l'une des matières premières les plus utilisées dans l'industrie de céramique traditionnelle au Maroc.

Le présente mémoire se compose de 8 chapitres regroupés en trois parties.

La première partie est consacrée à la synthèse de la documentation bibliographique relative au thème de la thèse, elle est subdivisée en trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique sur la céramique traditionnelle du Maroc, de son origine et de son évolution à travers les différentes dynasties. La deuxième partie de ce chapitre concerne la politique de conservation et de restauration des monuments à l'échelle du monde et de son état à l'échelle du Maroc.

Le second chapitre est consacré à la description des monuments et des sites étudiés. Il comporte un premier volet sur la description des monuments étudiés dans la région de Marrakech et un second volet sur la description du site de prélèvement de matière première argileuse utilisée dans la restauration.

Le troisième chapitre porte sur le matériel étudié et les techniques d'analyses utilisées au cours de cette étude. Le premier volet de ce chapitre concerne la description, la localisation des matériaux céramiques collectés au sein des sites historiques étudiés ainsi que les échantillons d'argiles prélevés sur la carrière de Fès. Le second volet décrit en détail les techniques d'analyses adoptées pour l'étude et la caractérisation de chaque matériel.

La deuxième partie de la thèse est réservée aux résultats des analyses et des investigations, elle est subdivisée en trois chapitres :

Le quatrième chapitre qui porte sur le diagnostic et l'état de dégradation des céramiques des monuments historiques étudiés à travers des observations micro et macroscopiques, ce constat d'état a permis de relever les différentes pathologies qui affectent ces objets archéologiques ainsi que les facteurs internes et externes responsables de chaque dégradation.

Le cinquième chapitre est réservé aux résultats de la caractérisation physico-chimique et minéralogique de la matière première utilisée dans la fabrication des céramiques archéologiques de Marrakech et des matériaux de restauration, il s'agit des argiles importées du site de Benjlikh à Fès, premier site de fabrication des céramiques au Maroc et l'un des endroits les plus reconnus à l'échelle nationale et internationale en matière de la céramique et des objets d'art traditionnel.

Le sixième chapitre englobe les résultats des analyses faites sur les échantillons prélevés dans les sites archéologiques des palais El Badi, tombeaux Saadiens et Aghmat. Les échantillons analysés comportent le zellige avec toutes ses composantes (glaçure, tesson et mortier de fixation), les briques, les tuiles, les canaux d'irrigation et la poterie.

La troisième et la dernière partie de la thèse est réservée à la discussion et l'interprétation des résultats obtenus pour répondre aux questions liées à l'origine, la technologie de fabrication des objets céramiques étudiés et les matériaux de substitution, ceci à travers deux derniers chapitres :

Le septième chapitre est destiné à l'étude de la provenance des céramiques archéologiques du palais El Badi, tombeaux Saadiens et du site d'Aghmat dans son premier volet, et à l'évolution des modalités de fabrication de ces objets à travers les stades de restauration dans le deuxième.

Le huitième et dernier chapitre concerne les procédés expérimentaux pour améliorer la qualité des matériaux utilisés dans la restauration des monuments étudiés à travers plusieurs formulations à partir de l'argile de Fès et en contrôlant les paramètres de cuisson. L'objectif est de mettre à l'évidence le rôle de chaque facteur dans l'amélioration des produits céramiques obtenus à partir de cette argile.

PARTIE I :

DOCUMENTATION BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 1 : HISTOIRE DE LA CÉRAMIQUE TRADITIONNELLE ET DE LA CONSERVATION-RESTAURATION DES MONUMENTS HISTORIQUES

1 La céramique traditionnelle et les origines de l'Art Islamique à travers les dynasties marocaines

1.1 Origines et évolution de la céramique traditionnelle

Depuis qu'un morceau d'argile a été cuit par une heureuse coïncidence puis s'est transformé en une substance dure vers 19000 ans av. J.C., l'histoire de l'Homme préhistorique et de la poterie a commencé et cela a marqué un passage important au cours de son long chemin vers la civilisation. La découverte de ce phénomène est l'une des premières inventions essentielles de l'Homme car après de nombreux essais, le potier primitif a pu confectionner des récipients d'argile pour conserver et transporter de l'eau, se laver, faire cuire et garder la nourriture, fabriquer des armes de chasse et de défense, et enfin pour réaliser des objets à usage purement esthétique et cérémonial (Quintart, 2002).

Le mot céramique vient du mot grec « Keramos » qui est lui-même originaire d'un terme sanskrit désignant « Faire brûler ». La céramique fut le premier art du feu pratiqué par l'Homme, les pièces les plus anciennes remontent à la période paléolithique où les humains étaient des chasseurs-cueilleurs. La célèbre statuette de la Venus de Dolni-Vestonice est la plus vieille céramique connue, découverte en République tchèque en 1925 (Pamela et *al.* 1989).

Les anciens potiers utilisèrent deux propriétés des argiles, i.e., la plasticité à l'état humide et le durcissement sous l'effet de la chaleur. Les premiers essais réalisés sur les argiles furent sources de plusieurs problèmes pour le potier primitif. Premièrement atteindre une consistance optimale de l'argile pour sa manipulation et sa cuisson n'est pas aisé car l'argile mélangée à de l'eau est habituellement trop collante pour être manipulable. Ce problème fut surmonté par l'ajout de sable et de coquillages broyés. Le second problème est lié au phénomène de la rétraction de l'argile lorsqu'elle sèche ou durcit, ce qui provoque la fracturation des pots après séchage et cuisson. La rétraction doit être uniforme, en vitesse ou en quantité entre les particules, l'addition de charges de granulométrie élevée a permis de surmonter partiellement ce défi (Haussonne et *al.* 2005).

La phase de la cuisson posa un problème encore plus sérieux. La présence des bulles d'air ou gaz formés pendant le chauffage (vapeur d'eau ou CO₂) dans la pâte créent des vides qui entraînent la fracturation des pots. En plus la vitesse de cuisson doit être progressive pour permettre à ces inclusions de s'échapper lentement plutôt que d'exploser brutalement en nuisant à la qualité des pots. C'est pour cela que les premiers potiers pétrissaient l'argile par un travail, à la main ou aux pieds, avant le modelage afin d'éliminer l'air inclus à l'intérieur de la pâte argileuse. Le choix de la température de cuisson fut un paramètre très important pour obtenir des pièces plus dures et imperméables. Ainsi une simple cuisson sur la flamme à l'air libre ne permettant pas aux potiers primitifs d'atteindre des températures élevées, il fallut alors inventer des fours. Les plus anciens de ces fours utilisés dans la céramique furent en bois et pouvaient atteindre une température maximale de 900 °C. A cette température les pots obtenus restent encore poreux et ils ne servirent qu'à stocker la nourriture solide. Il fallut attendre jusqu'à 5500 av. J. C. pour remédier à ce problème en inventant une technique qui consiste à couvrir la surface des pots par une couche de matériau vitreux imperméable. Cela permis d'avoir des récipients dans lesquels on peut stocker et transporter des liquides (Fig. I.1). Petit à petit, l'industrie céramique s'est développée au fil du temps et des températures plus élevées purent être obtenues dans les fours, conduisant à des produits de haute qualité. La phase liquide solidifiant sous forme vitreuse au-delà de 1200 °C permet d'obtenir des pots imperméables, connus sous le nom de grès (Flambard-Héricher, 2000).

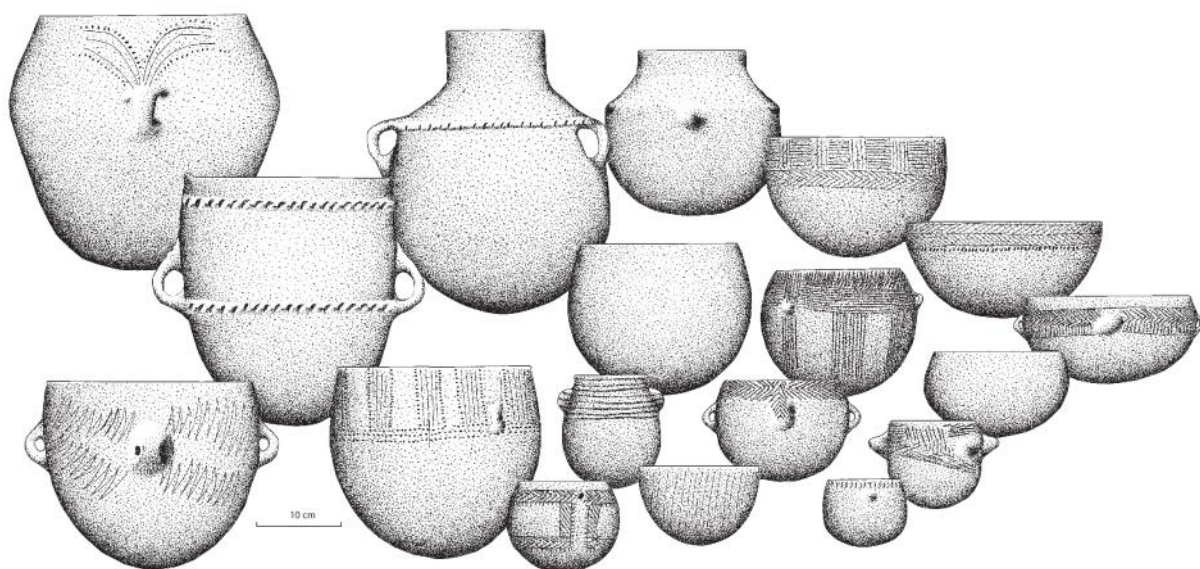


Fig. I.1. Les différentes formes de récipients céramiques de Néolithique ancien (Binder et al. 2007).

Les traces de la céramique apparaissent au nord de l'Afrique à l'époque Néolithique (6000 ans avant J.C.). La vaisselle en céramique découverte au cours des fouilles permet de reconnaître les circuits d'échanges qui reliaient dès les époques les plus hautes de l'Antiquité les rivages de la Méditerranée orientale aux côtes Atlantiques du Maroc (Debénath & El Hajraoui, 1999 ; Aouraghe, 2006). Vers le milieu du VII^{ème} siècle et durant le VI^{ème} siècle avant J.C. parviennent jusqu'à Mogador, à près de 700 km au sud du détroit, les grandes amphores ioniennes décorées de bandes peintes, les amphores attiques portant sur le col un décor en forme Σ et peintes à la brosse ou encore les amphores connues en Sicile et dans la zone d'extension du commerce Phocéén. Les mêmes niveaux archéologiques renferment des céramiques à engobe rouge brillant de tradition phénicienne, caractéristiques de l'occident méditerranéen. Plats et patères, lampes à deux becs, brûle-parfums ainsi que des vases venus de Chypre, coupelles, ampoules et assiettes ont été transportés par les navigateurs phéniciens de Gadès ou par les grecs eux-mêmes, les colonies phéniciennes de Sicile, de Sardaigne et d'Espagne servant de relais aux marchands orientaux sur la route du royaume de Tartessos (Debénath & El Hajraoui, 1999).

1.2 L'art islamique marocain à travers les différentes dynasties

La diffusion de l'islam en Afrique de l'ouest et au Maroc en particulier au VII^{ème} siècle est un événement de très grande portée sur l'histoire du pays. Les commerçants venus du moyen orient ont joué un rôle pacifique dans l'établissement des bases de l'islamisation chez les communautés berbères préexistantes. Petit à petit l'islam et la langue arabe s'imposèrent et prirent la place des religions et croyances antérieures. Cette période de l'histoire du Maroc correspond au début de l'époque médiévale en Europe avec le déclin de l'Empire romain d'occident (Fin de V^{ème} siècle), ceci marque le passage entre l'Antiquité et l'époque moderne dans l'histoire de l'Europe, d'où l'appellation de Maroc médiéval (Fig. I.2) et de la céramique médiévale (entre le VI^{ème} et XV^{ème} siècle) (Benhima, 2003).

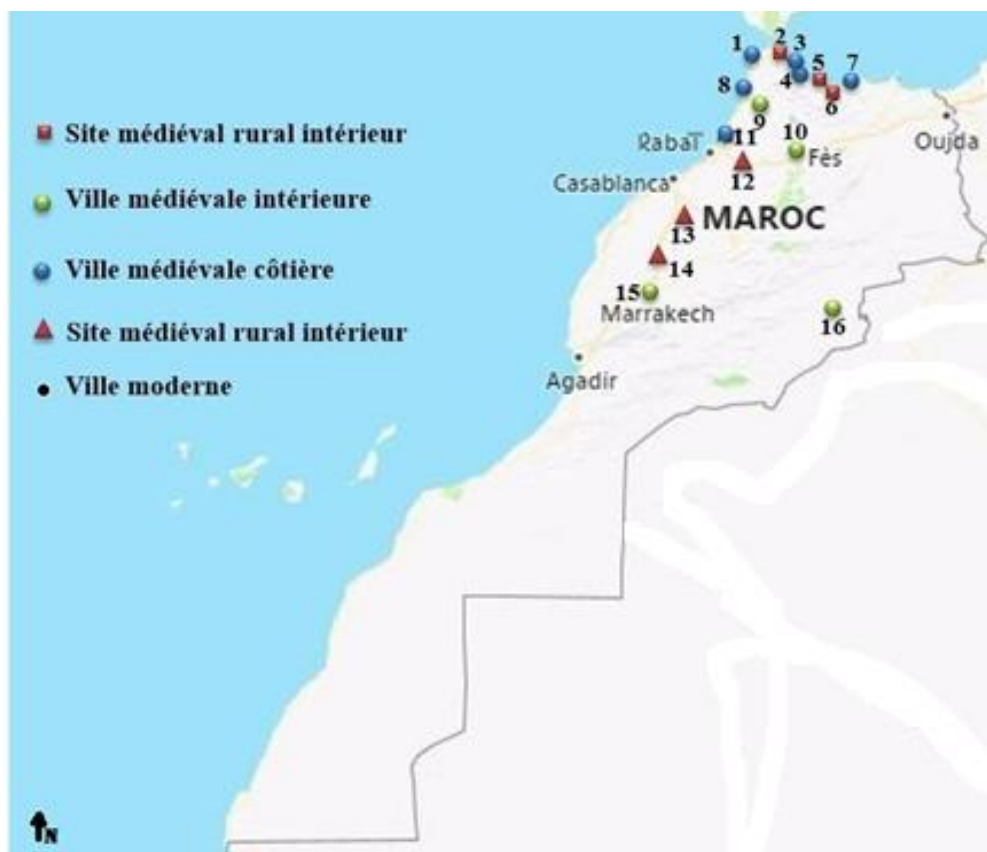


Fig. I.2. Carte de répartition géographique des villes médiévales du Maroc. (1 : Ksar-es-Seghir, 2 : Belyounech, 3 : Targha, 4 : Tagissa, 5 : Targa, 6 : Taghssa, 7 : Jebha, 8 : Lixus, 9 : Al-Basra, 10 : Fès, 11 : Salé, 12 : Dchira, 13 : Bahira, 14 : Sidi Bou Othman, 15 : Marrakech, 16 : Sijilmasa) (Debénath & El Hajraoui, 1999).

La Maroc a connu dans cette époque médiévale cinq puissantes dynasties qui ont offert à l'occident musulman les conditions propices à l'épanouissement de l'art et de l'architecture (Paccard, 1981 ; Hall, 2014).

Les Idrissides (789 – 985), les fondateurs de la prestigieuse ville de Fès grâce au souverain Idris 1^{er} à la fin du VIII^{ème} siècle. Il ne nous reste que très peu de monuments conservés de cette grande dynastie qui a régné sur une bonne partie du Maroc pendant environ deux siècles. La mosquée Al-Qarawiyyin est l'un des bijoux qui atteste la gloire de la dynastie Idrisside à Fès. Elle est devenue par la suite l'université la plus ancienne du Maroc et du monde arabe islamique. Elle est dotée d'une architecture qui, par ses techniques et ses formes, témoigne d'une unité remarquable qui n'a cessé d'évoluer jusqu'à nos jours. Le mur de la mosquée a été construit en un pisé (*Tabiya*) très pauvre en chaud et épais de 0.54 m, associé à un sol en terre battue. Le matériel céramique utilisé dans la construction de cette mosquée provient dans sa majorité d'une production locale de tradition urbaine ayant une texture fine à moyenne. Les objets de la céramique utilitaire (vaisselle de cuisine, objets de

décoration et à usages domestiques multiples) sont généralement façonnés à base d'une pâte à texture grossière avec un dégraissant végétal et recouverte d'une couche de glaçure de bonne qualité (El Baljani et *al.* 2018).

Les Almoravides (1040 – 1147) s'emparèrent de l'ensemble du Maroc et d'une grande partie de l'Algérie. Youssef Ben Tachfin, le premier sultan de la dynastie Almoravide et le fondateur de la ville de Marrakech (i.e., la nouvelle capitale du Maroc à cette époque), s'imprègne de la culture andalouse et adopte son mode de civilisation. Des architectes venus de la péninsule ibérique réalisèrent de remarquables monuments dans les villes de Kairouan, Marrakech, Fès et Tlemcen. Le pont de Tensift à l'entrée de Marrakech témoigne de l'art architectural des ingénieurs et des artistes Almoravides.

Les Almohades (1145 – 1248) sont issus d'un mouvement religieux rigoriste. Ce mouvement a été impulsé par le prédicateur religieux Mohammed Ibn Toumert. Soutenu par son premier lieutenant Abdel El Moumine, il établit une capitale en 1130 à Tinmel, au cœur de la vallée isolée du N'fis. Après des guerres avec les Almoravides, Ibn Toumert mourut en septembre 1130. Son ami Abd El Moumine lui succéda secrètement et privilégia une politique d'alliance avec les tribus de l'Atlas. Dès 1140, une intense campagne permet aux Almohades de s'attirer les faveurs des oasis du Sud. Taza et Tétouan sont les premières grandes villes à tomber, suivies de Melilla, Al Hoceima, Tlemcen, Oujda et Guercif, puis le long et éprouvant siège de Fès. Ensuite Abd El Moumine prendra Meknès, Salé et Sebta. La conquête du Maroc s'achèvera finalement en mars 1147 par la prise de Marrakech, capitale du désormais déchu Empire Almoravide.

Afin de gouverner un si grand territoire, les Almohades développèrent un système centralisé et s'entourèrent d'experts provenant d'Espagne qui connaissaient aussi bien la tradition Almoravide que celle des Omeyyades. Ce système permit la réalisation de projets ambitieux. Les retombées économiques furent investies dans le développement des villes et la construction de splendides monuments comme la Giralda de Séville, la Koutoubia de Marrakech et la mosquée de Tlemcen. L'art de la poterie a aussi évolué à l'époque des almohades avec l'évolution des fours et les espaces destinées à la fabrication de la céramique (Fig. I.3). L'apparition de four à barres d'enfournement, peu utilisé jusqu'à cette époque et caractérisé par la présence de barres d'argile fichées dans les parois internes du four jouant le rôle d'étagères pour placer les pièces à cuire, ce type de four diffère du type local de tradition romaine. Le four à sole de plan carré, davantage employé pendant la période omeyyade mais

toujours utilisé à la période almohade. Cette typologie est complétée par d'autres fours de petite taille destinés à des productions plus spécialisées (Salinas, 2014).

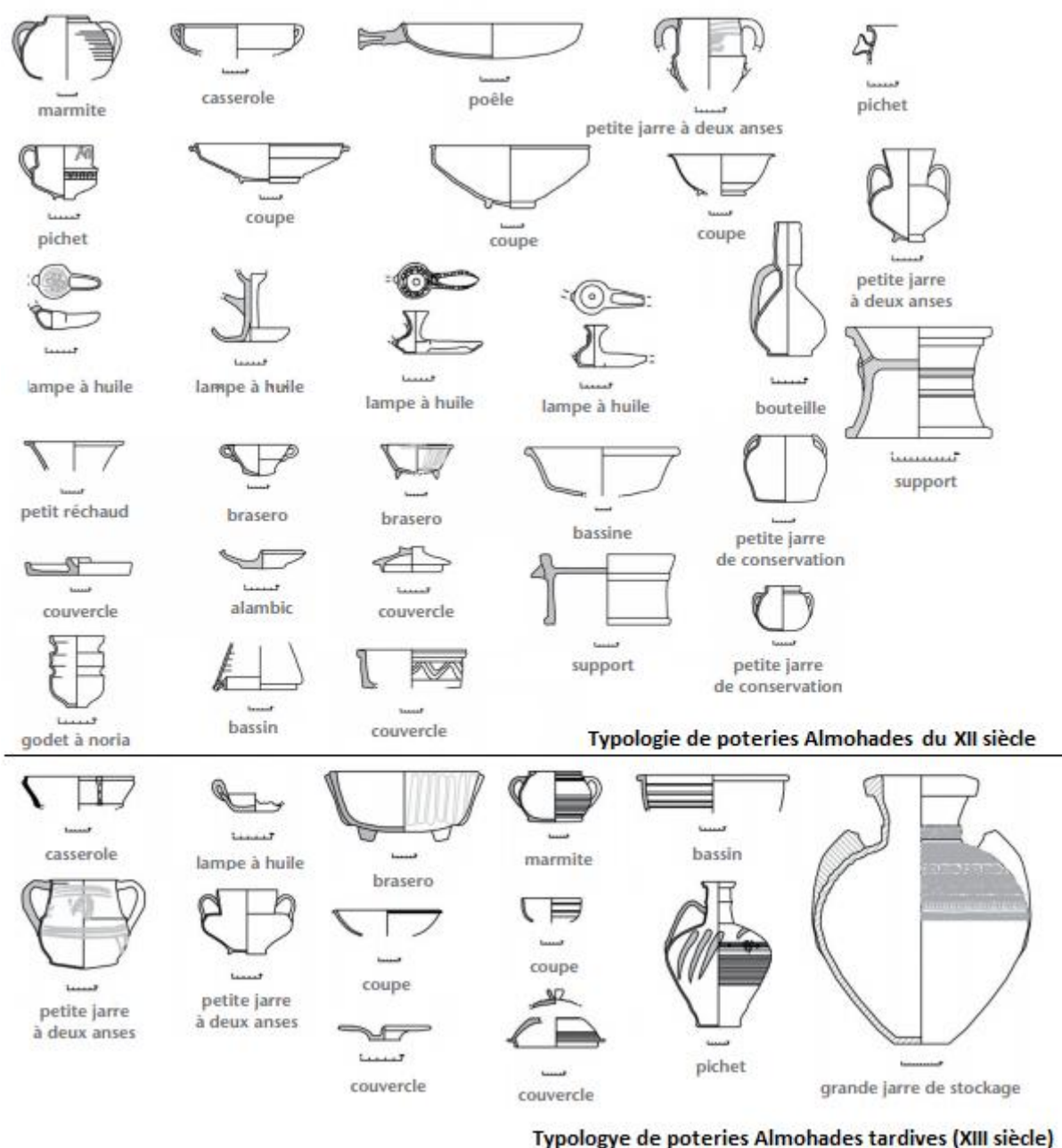


Fig. I.3. Typologie de poteries Almohades (Salinas, 2014).

Les Mérinides (1244 – 1456) sont issus d'une tribu berbère d'origine Zenâta qui se met d'abord au service des almohades puis se soulèvent à leur désagrégation. Leur chef Abdelhak Al-Marini établit son pouvoir dynastique, profitant de l'affaiblissement des Almohades, pour s'emparer de Meknès (1244), Fès (1248), Sijilmasa (1255) et enfin de Marrakech (1268) dont il fit la capitale du royaume. Les Almohades construisirent des courtines hautes en pisé à Rabat, Salé et à Fès. Les mérinides ont utilisés les mêmes techniques de construction pour

renforcer la ville de Fès Al Jdid, ils entourèrent la ville de deux remparts en pisé séparés entre eux d'une dizaine de mètres, couronnées d'un chemin de ronde et d'un parapet dont les merlons sont coiffés de pyramidions. Les deux murailles atteignent une hauteur de sept mètres, elles sont flanquées de tours barlongues ayant un commandement assez fort sur les courtines. En plus de la Medersa El Bou Inania à Fès, l'un des plus joyaux site des mérinides est la nécropole du Chellah à Rabat où les sultans mérinides sont presque tous enterrés (Filli, 2014).

Les Wattassides (1472 – 1554) apparentés aux Mérinides, sont aussi d'origine Zenâta. Ils ont pris le pouvoir après une période de restauration des Idrissides de 6 ans. L'histoire de la dynastie Wattassides est toujours traitée comme une continuité du règne des Mérinides. Cela explique pourquoi cette dynastie n'a pas suscité beaucoup d'intérêt pour les historiens et les chroniqueurs. L'impuissance de la dynastie Wattasside à rétablir la paix et l'unité et à mettre un terme à la conquête portugaise aggrava la décadence marocaine déjà amorcée sous les Mérinides. La vie économique et culturelle et la création artistique du pays en pâtirent gravement, ne pouvant s'épanouir dans un climat d'insécurité et d'instabilité totale. A l'arrivée du souverain Mohammed al-Cheikh au trône, le Maroc souffre d'un démembrement et de la dissociation territoriale. Au Nord, des régions toutes entières entrées en dissidence refusent l'autorité du sultan Wattasside alors qu'au Sud, la région de Marrakech prend son indépendance. Au même moment, les Portugais s'implantent de plus en plus largement sur le littoral atlantique.

Les Saadiens (1554 – 1649) étaient des chérifs issus de la région de Draa au sud-est du Maroc. Ils apparurent vers le milieu du XV^{ème} siècle dans la région de Taroudant. Les chérifs Saadiens décidèrent de recentrer les croyances et la politique afin de les tourner vers l'Afrique. Les Portugais notamment seront chassés d'Agadir et de Safi d'où ils arrivaient à contrôler le territoire de Marrakech. Tombouctou sera conquis ce qui procurera au Maroc un contrôle sur la route de l'or. Marrakech va redevenir la capitale économique et politique, mais également un centre culturel. Le savoir-faire des Saadiens se caractérise par une grande esthétique. Au niveau décoratif, la complexité des motifs de zelliges et des techniques employées en céramique sont à leurs apogées. Par leur architecture et leur décoration, le palais El Badi bâti par le roi Al Mansour ainsi que les tombeaux Saadiens sont des témoins tangibles de l'épanouissement artistique de la ville au cours de cette période (Fig. I.4). Les Saadiens ont aussi bâti une école coranique qui transmet l'islam à l'Afrique du sud (Triki &

Dovifat, 1999). La mort d'Al Mansour, en 1603, marqua la fin de l'apogée de la dynastie et en même temps la fin de la stabilité politique et culturelle. Le Maroc resta divisé quelques années sous un mouvement dilaïte, qui prit naissance à Fès jusqu'à 1661 (Brignon & Abdelaziz, 1966 ; Peyron, 1995).

Les Alaouites (1663 – présent) s'installent dès 1663 avec Moulay Rachid. Ce jeune prince Alaouite réussit la conquête du pays et fonda la dynastie des chérifs alaouites originaires de Tafilalt au sud-est du royaume. Toute l'organisation sera remise en cause par Moulay Ismaïl à partir de 1672 et ce durant près de cinquante ans. Marrakech se verra attribuer une nouvelle école, la Medersa Ben Salah. Les villes telles que Meknès, Fès, Marrakech, Tanger verront de nombreux changements et Meknès sera nommée la nouvelle capitale. Le roi bâtisseur entreprend la construction du grand palais de Meknès, de jardins, de portes monumentales, de plus de quarante kilomètres de murailles et de nombreuses mosquées. Le développement économique et culturel se poursuivit à travers les souverains alaouites. Sous le règne du sultan Mohamed III (1757-1790), Rabat devint une ville impériale avec un grand palais et une mosquée et sera nommée capitale du royaume en 1912 (Chapelle, 1931 ; André, 1966).



Fig. I.4. Chronologie historique des dynasties islamiques marocaines.

1.3 L'art du zellige à travers les différentes dynasties marocaines

Au cours de l'histoire du Maroc médiéval, le déclin d'une dynastie n'implique pas forcément un changement architectural ou artistique. Il n'est pas évident de mettre en valeur les éléments caractéristiques de chaque dynastie car certaines ont pris le savoir-faire de leurs précédents. Parmi les dynasties qui ont régné au Maroc, celles qui ont offert les conditions propices à l'épanouissement de l'art et l'architecture sont les Almoravides, les Almohades et les Mérinides. Les premières apparitions de la céramique non émaillée, faite de terre cuite généralement ocre ou rouge, remontent à l'époque des Almoravides. Cependant, la décoration à cette époque se fait principalement via des motifs sur des plaques de bronze, sur le bois et en stuc (Cambazard-Amahan, 1989).

Les carreaux de céramique émaillée appelés zellige apparurent à l'ère des Almohades pour donner aux murs et aux fondations un aspect authentique. Le zellige fut d'abord introduit dans les sites les plus importants des villes (i.e., mosquées, palais et médersas) avant d'être plus largement utilisé avec des formes et des combinaisons de plus en plus compliquées. Cet art du zellige a donné à partir de XII^{ème} siècles une architecture qui n'a cessé de se développer jusqu'à aujourd'hui.

Le zellige va prendre toute son importance avec les Mérinides. Des carreaux émaillés blancs, noirs, verts, jaunes, bruns et bleus vont apparaître et les motifs vont se styliser. La plus grande part de l'ensemble du décor des céramiques Mérinides suivent la technique du décor incisé, qui consiste en l'impression de motifs sur les parois à l'aide d'un instrument pointu. En référence à la nature de cet outil, on parle de deux types de décor : le premier est le décor incisé au peigne, réalisé après un séchage partiel des pièces à l'aide d'un peigne (*mashta*), les motifs sont soit des lignes parallèles horizontales, soit des méandres ou en entrelacs ; ces motifs sont réalisables par le potier soit en opérant un mouvement vertical du peigne soit en le stabilisant sur la paroi de l'objet. Ces trois motifs ne sont pas forcément séparés et se retrouvent souvent associés sur un même objet. Le deuxième type est le décor incisé au stylet qui consiste à dessiner sur les parois des motifs, allant du plus simple au plus complexe, après un séchage partiel. Les motifs simples apparaissent généralement sous forme de lignes horizontales ou obliques ; les plus complexes sont sous forme de motifs géométriques (zigzags, motifs réticulés, losanges, triangles en progression répétée ou renversée, dents de scie) ou floraux (fleurons stylisés incisions curvilignes) (Filli, 2014). D'autres techniques de décoration à savoir le décor en relief, le décor peint monochrome et le décor par application

de la glaçure ont été développées par les Mérinides avec l'emploi massif de zellige pour orner les murs et les toitures depuis la seconde moitié du XIV^{ème} siècle (Charpentier, 2014) (Fig. I.5).

D'autres motifs proposent des thèmes végétaux sous forme de fleurons stylisés et de rosettes à pétales. La plus grande richesse se manifeste dans la thématique géométrique, qui présente des motifs linéaires et curvilignes, allant du plus simple au plus complexe ; quant aux motifs zoomorphes et épigraphiques, ils sont très peu abondants (Filli, 2014).

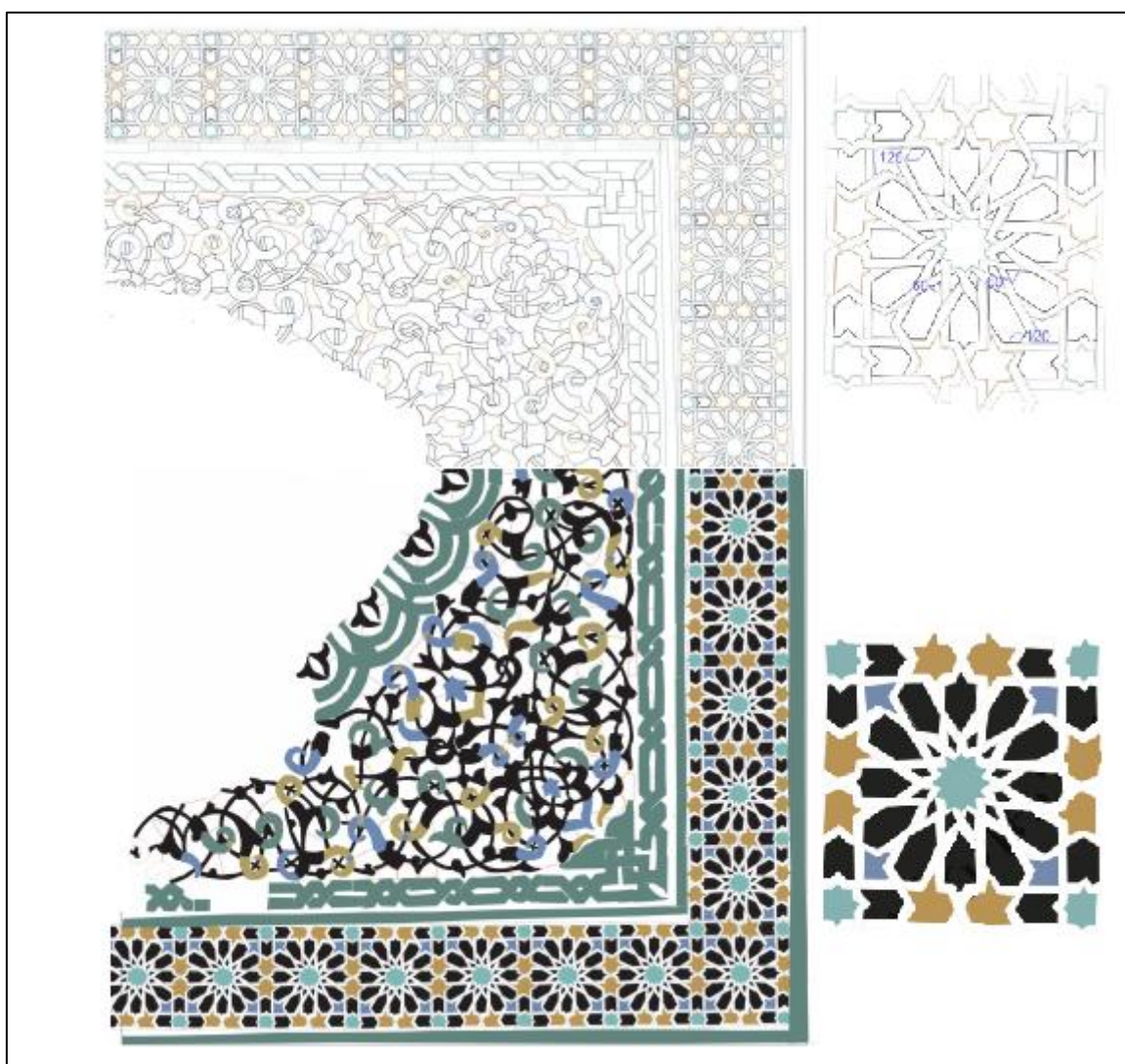


Fig. I.5. Dessin (en haut) montrant la position des pièces composant le décor de zellige chez les Mérinides avec restitution de la couleur (en bas) (Charpentier, 2014).

1.4 Céramique traditionnelle des monuments historiques de Marrakech

L'histoire de Marrakech débute avec sa fondation par Youssef Ben Tachfine en 1062. Le nom de la ville vient du Tamazight *Amur Wakouch* qui signifie « la terre du dieu ». Le site a

été choisi par le souverain Almoravide Abubaker Ibn Omar qui a pris la place de son frère Yahya Ibn Ibrahim tué lors une expédition militaire (Deverdun, 1957 ; Lugan, 2000 ; Abitbol, 2009). La conquête de la ville d'Aghmat en 1058, située à 30 km au sud de Marrakech, a ouvert la porte au Sultan pour construire le premier bâtiment sur le territoire de Marrakech. Il s'agit d'une mosquée située à proximité du palais Qsar Al Hajar, résidence de l'Emire (Buresi, 2013). En 1073, le Lieutenant Youssef Ben Tachfine devient le chef des Almoravides en détrônant son cousin. Youssef Ben Tachfine fut bâtir plusieurs mosquées et médersas ainsi qu'un centre commercial pour le Maghreb et l'Afrique noir. La ville est devenue la nouvelle capitale et a connu une succession de civilisations et de dynasties.

Avec l'arrivée des Almohades, la ville a connu la construction de la mosquée Al Koutoubia d'inspiration de l'art Andalous qui rappelle la mosquée de Giralda, puis la mosquée Ben Youssef ayant une richesse architecturale et décorative de style arabo-andalous. De nombreuses édifications et des jardins avec des bassins destinés à l'irrigation des vergers, la Ménara, rappellent la période du rayonnement de la ville de Marrakech à l'époque des Almohades.

En 1269, Marrakech fut conquise par les Mérinides aux dépend des Almohades. Elle tombe dans une certaine léthargie, et son déclin entraîna la perte de son statut de capitale au profit de sa grande rivale, Fès. La ville de Marrakech est en ruines jusqu'à l'arrivée des Saadiens en 1554. Marrakech redevient alors la capitale sous le règne du Sultan Mohammed El Cheikh, responsable de la régénération de la ville (Bernard, 2000). La ville atteint son apogée sous le règne du sixième sultan Saadien Ahmed Al Mansour Eddahbi (1578 - 1603). Après sa victoire sur l'armée portugaise dans la guerre des trois rois, il construit le palais El Badi à Marrakech, inspiré de l'architecture d'Alhambra de Grenade et de la décoration Mérinides. Symbole de puissance, ce palais reçut des ambassades étrangères de tous les pays ainsi que les audiences solennelles et les fêtes. L'architecture des édifices Saadiens de Marrakech sera influencée par l'arrivée des Maures. Cette renaissance fut favorisée par les richesses ramenées des pays du sud (i.e., Soudan, Gana et Empire Sonrai) (Miège, 1950).

L'architecture des bâtiments Saadiens à Marrakech repose sur l'usage du bois comme revêtement des plafonds, des portes, des fenêtres et parfois comme revêtement des parties supérieures des murs, le marbre pour les colonnes des salles, le zellige pour le revêtement des planchers et les parties inférieures des murs, les tuiles comme revêtement sur les terrasses et enfin le plâtre pour couvrir la partie supérieure des murs et les vitraux.

Pour la mosaïque de zellige la technique de décoration appelée *Tnachri Bal Mtaman Bal Ktib* est la plus souvent utilisée, il s'agit d'une rosace de douze branches avec des coins qui contiennent des rosaces de huit branches, tout le motif est entouré par des entrelacs, il peut atteindre jusqu'à 3 mètres de hauteur. La deuxième technique qu'on trouve surtout sur les murs et les toitures des entrées des salles s'appelle *Satachri Bal Mtamnan Bal Ktib*, il s'agit d'une rosace de seize branches intégrées dans un squelette des rosaces de huit branches, toutes les tesselles sont entourées par des entrelacs. On trouve aussi une rosace de seize branches entourées par des rosaces de huit branches, avec les tesselles entourées par des entrelacs colorés, cette technique géométrique s'appelle *Stachri Bal Mtaman* (Fig. I.6).

La mort d'Al Mansour en 1603 marqua la fin de l'apogée de la dynastie Saadienne. La ville de Marrakech va perdre son statut de capitale avec l'arrivée des Alaouites à la fin du XVII^{ème} siècle. Les pièces d'art seront déplacées successivement à Fès, Meknès puis Rabat. Il faudra attendre la fin du XIX^{ème} siècle pour que plusieurs édifices de la ville de Marrakech soient reconstruits ou restaurés. Grâce à sa richesse artistique et historique, plusieurs monuments de cette ville sont classés patrimoine mondial de l'UNESCO, Marrakech est aujourd'hui l'une des villes les plus visitées du monde.

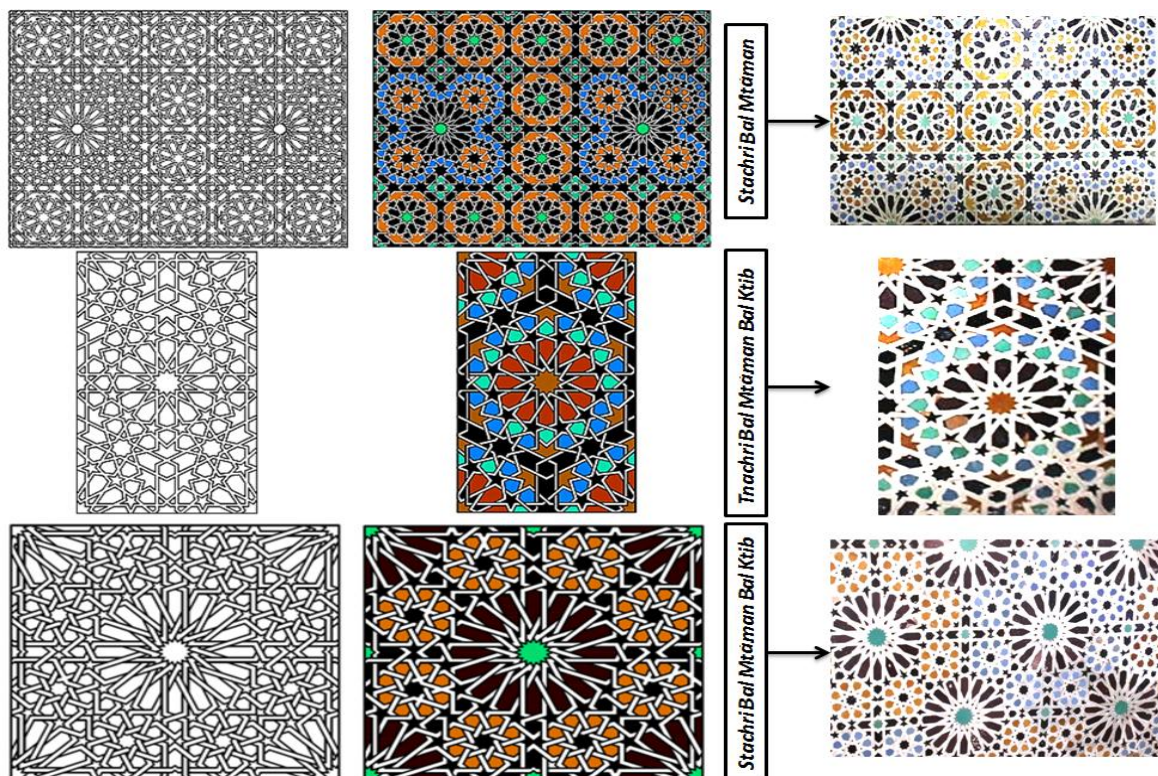


Fig. I.6. Dessins géométriques des principales mosaïques de zellige des bâtiments Saadiens à Marrakech (Abdellaoui & Bounadi, 2017).

2 Conservation et restauration des monuments historiques

2.1 Déontologie de la restauration

Conservation et restauration sont deux termes différents en étymologie et lexicographie, le premier désigne l'action de maintenir en bon état, de préserver de l'altération et de la destruction, et le deuxième signifie rebâtir, renouveler et refaire. Cependant, ces deux termes ont devenus deux notions indissociables dans la pratique contemporaine de la préservation du patrimoine culturel.

Le concept « patrimoine culturel » désigne l'ensemble des expressions matérielles ou immatérielles de l'activité d'un peuple et qui, caractérisant celui-ci, en perpétue la culture. L'expression figure pour la première fois dans la convention de la Haye de 1954 (Convention pour la protection des biens culturels en cas de conflit armé) (Bergeon & Brunel, 2014).

Le conseil internationale des musées (ICOM) adopte les termes suivants : « conservation préventive », « conservation curative » et « restauration » qui, ensemble, constituent la « conservation-restauration » du patrimoine culturel matériel. Ces termes se distinguent les uns des autres en fonction des objectifs des mesures et des actions qu'ils englobent :

Conservation-restauration – L'ensemble des mesures et actions ayant pour objectif la sauvegarde du patrimoine culturel matériel, tout en garantissant son accessibilité aux générations présentes et futures. La conservation-restauration comprend la conservation préventive, la conservation curative et la restauration. Toutes ces mesures et actions doivent respecter la signification et les propriétés physiques des biens culturels.

Conservation préventive – L'ensemble des mesures et actions ayant pour objectif d'éviter et de minimiser les détériorations ou pertes à venir. Elles s'inscrivent dans le contexte ou l'environnement d'un bien culturel, mais plus souvent dans ceux d'un ensemble de biens, quels que soient leur ancienneté et leurs états. Ces mesures et actions sont indirectes, elles n'interfèrent pas avec les matériaux et structures des biens. Elles ne modifient pas leur apparence.

Conservation curative – L'ensemble des actions directement entreprises sur un bien culturel ou un groupe de biens ayant pour objectif d'arrêter un processus actif de détérioration ou de les renforcer structurellement. Ces actions ne sont mises en œuvre que lorsque l'existence

même des biens est menacée, à relativement court terme, par leur extrême fragilité ou la vitesse de leur détérioration. Ces actions modifient parfois l'apparence des biens.

Restauration – L'ensemble des actions directement entreprises sur un bien culturel, singulier et en état stable, ayant pour objectif d'en améliorer l'appréciation, la compréhension, et l'usage. Ces actions ne sont mises en œuvre que lorsque le bien a perdu une part de sa signification ou de sa fonction du fait de détériorations ou de remaniements passés. Elles se fondent sur le respect des matériaux originaux. Le plus souvent, de telles actions modifient l'apparence du bien.

La conservation-restauration est complexe et exige la collaboration de professionnels qualifiés dans les divers domaines pertinents. En particulier, tout projet impliquant des actions directes sur le patrimoine culturel requiert un conservateur-restaurateur (Définition de la profession, ICOM-CC, Copenhague, 1984, et code de déontologie de l'ICOM).

Le Conservateur-restaurateur est un professionnel qui a la formation, la connaissance, les aptitudes, l'expérience et les facultés de compréhension pour agir dans le but de préserver les biens culturels pour le futur. Il contribue à la compréhension des biens culturels dans le respect de leur signification esthétique et historique et de leur intégrité physique. Le Conservateur-restaurateur a pour mission l'examen diagnostique, les traitements de conservation et de restauration du bien culturel et la documentation de ces interventions. L'examen diagnostique consiste à déterminer les matériaux constitutifs et l'état de conservation du bien culturel, à identifier ses altérations, leur nature et leur étendue, à évaluer les causes des dégradations, à déterminer le type et l'étendue de l'intervention nécessaire à sa préservation. Le Conservateur-restaurateur est notamment compétent pour développer des programmes et des études de conservation-restauration, apporter conseil et assistance technique pour la conservation-restauration des biens culturels, fournir des rapports techniques sur les biens culturels en excluant toute appréciation sur leur valeur marchande, conduire des recherches relatives à la conservation-restauration, contribuer aux programmes d'éducation et d'enseignement, diffuser des informations liées aux examens, aux traitements et aux recherches et promouvoir une meilleure connaissance de la conservation-restauration.

2.2 Evolution du concept de Conservation-Restauration à l'échelle mondiale

Les tendances mondiales de la conservation ont évolué depuis le V^{ème} siècle jusqu'à présent. Au début, l'accent principal ne concernait que l'échelle du bâtiment. Les méthodes et

les pratiques de restauration se sont développées et étendues dans différentes villes européennes tout au long du XVII^{ème} siècle, jusqu'à susciter le concept de restauration scientifique dans la première moitié du XIX^{ème} siècle, cela a commencé par la célèbre dialectique entre les deux importants conservateurs Eugène Viollet-le-Duc (1814-1879) en France et John Ruskin (1819-1900) en Angleterre, sur la façon de restaurer les bâtiments anciens et les moyens de les préserver (Tanguay, 2012).

La charte d'Athènes (1931) pour la restauration des monuments historiques, qui a été élaborée lors du premier congrès international des architectes et techniciens des monuments historiques, est la première charte qui vise la normalisation et la réglementation du travail de restauration telles qu'on les conçoit actuellement. A l'issue de cette charte, lorsqu'une restauration apparaît indispensable par suite de dégradations ou de destruction, il faut tout d'abord respecter l'œuvre historique et artistique du passé, sans proscrire le style d'aucune époque. Elle recommande aussi de maintenir l'occupation des monuments qui assure la continuité de leur vie en les consacrant toutefois à des affectations qui respectent leur caractère historique ou artistique.

En 1964, les architectes ont établie une autre charte lors d'une conférence à Venise pour compléter et affiner la charte précédente, ils ont recommandé le respecter, dans la construction des édifices, du caractère et de la physionomie des villes surtout dans le voisinage des monuments anciens dont l'entourage doit être l'objet de soins particuliers, ainsi que d'étudier les plantations et ornements végétales convenant à certains monuments ou ensembles de monuments pour leur conserver leur caractère ancien. Ils ont recommandé surtout la suppression de toute publicité, de toute présence abusive de poteaux ou fils télégraphiques, de toute industrie bruyante, même des hautes cheminées, dans le voisinage des monuments d'art ou d'histoire.

Concernant les matériaux de restauration, les experts ont entendu diverses communications relatives à l'emploi des matériaux modernes pour la consolidation des édifices anciens. Ils approuvent l'emploi judicieux de toutes les ressources de la technique moderne et plus spécialement du ciment armé. Ils spécifient que les matériaux de restauration doivent être dissimulés sauf impossibilité, afin de ne pas altérer l'aspect et le caractère général de l'édifice.

La dernière charte en application actuelle est celle de Cracovie de 2000. Cette charte reprend, en les approfondissant parfois, un certain nombre de points des deux précédentes.

Elle recommande la collaboration dans chaque pays des conservateurs de monuments et des architectes avec les représentants des sciences physiques, chimiques et naturelles, pour parvenir à des méthodes applicables aux cas différents. Ainsi qu'elle demande à l'Office international des Musées de se tenir au courant des travaux entrepris dans chaque pays sur ces matières et leur faire une place dans ses publications.

A la base de ces chartes, tout projet de restauration doit être basé sur un éventail d'options techniques adéquates et être préparé par un processus cognitif de recueil d'informations et de compréhension de l'immeuble ou du site.

En 1972, l'UNESCO a élaboré une convention intégrale qui réunit dans un même document les notions de protection de la nature et de préservation des biens culturels. La Convention reconnaît l'interaction entre l'être humain et la nature et le besoin fondamental de préserver l'équilibre entre les deux. Aux fins de cette convention sont considérés comme biens culturels les biens qui, à titre religieux ou profane, sont désignés par chaque État comme étant d'importance pour l'archéologie, la préhistoire, l'histoire, la littérature, l'art ou la science, et qui appartiennent aux catégories ci-après :

- Collections et spécimens rares de zoologie, de botanique, de minéralogie et d'anatomie (objets présentant un intérêt paléontologique).
- Les biens concernant l'histoire, y compris l'histoire des sciences et des techniques, l'histoire militaire et sociale ainsi que la vie des dirigeants, penseurs, savants et artistes nationaux, et les événements d'importance nationale.
- Le produit des fouilles archéologiques (régulières et clandestines) et des découvertes archéologiques.
- Les éléments provenant du démantèlement de monuments artistiques ou historiques et des sites archéologiques.
- Objets d'antiquité ayant plus de cent ans d'âge, tels qu'inscriptions, monnaies et sceaux gravés.
- Le matériel ethnologique.
- Les biens d'intérêt artistique.
- Manuscrits rares et incunables, livres, documents et publications anciens d'intérêt spécial (historique, artistique, scientifique, littéraire, etc.) isolés ou en collections.
- Timbre-poste, timbres fiscaux et analogues, isolés ou en collections.

- Archives, y compris les archives phonographiques, photographiques et cinématographiques.
- Objets d'ameublement ayant plus de cent ans d'âge et instruments de musique anciens.

Cent quatre vingt treize pays ont ratifié la convention du patrimoine mondial, chaque pays s'engage non seulement à assurer la bonne conservation des sites du patrimoine mondial qui se trouvent sur son territoire, mais aussi à protéger son patrimoine national. Les Etats parties sont encouragés à intégrer la protection du patrimoine culturel et naturel dans les programmes de planification régionaux, à mettre en place du personnel et des services sur leurs sites, à entreprendre des études scientifiques et techniques sur la conservation et à prendre des mesures pour conférer à ce patrimoine une fonction dans la vie quotidienne des citoyens. La convention explique aussi le mode d'utilisation et de gestion du fonds du patrimoine mondial et les conditions et modalités de l'assistance financière internationale.

Après la promulgation de la Convention de Venise et l'adoption de l'UNESCO, l'ICOMOS a été créé en tant qu'organisation non gouvernementale mondiale dédiée à la conservation des sites et monuments historiques du monde. Il sert également d'organe consultatif sur tous les aspects liés à la conservation du patrimoine, la restauration des bâtiments et la gestion des zones patrimoniales. Des comités spécialisés ont été créés pour servir les différents aspects de la conservation urbaine

L'approche utilisée actuellement dans la préservation du patrimoine historique à l'échelle internationale intègre progressivement les résultats des contributions de recherche multidisciplinaires pour soutenir la définition du projet de conservation (Gulotta & Toniolo, 2019). Cette approche repose sur trois phases principales: l'enquête sur l'état et la caractérisation des matériaux, l'évaluation des traitements de conservation et la mise à l'échelle du projet exécutif. Les activités principales sont concentrées dans les deux premières phases, tandis que la dernière représente le lien réel avec la conception et la gestion de l'intervention globale (Fig. I.7).

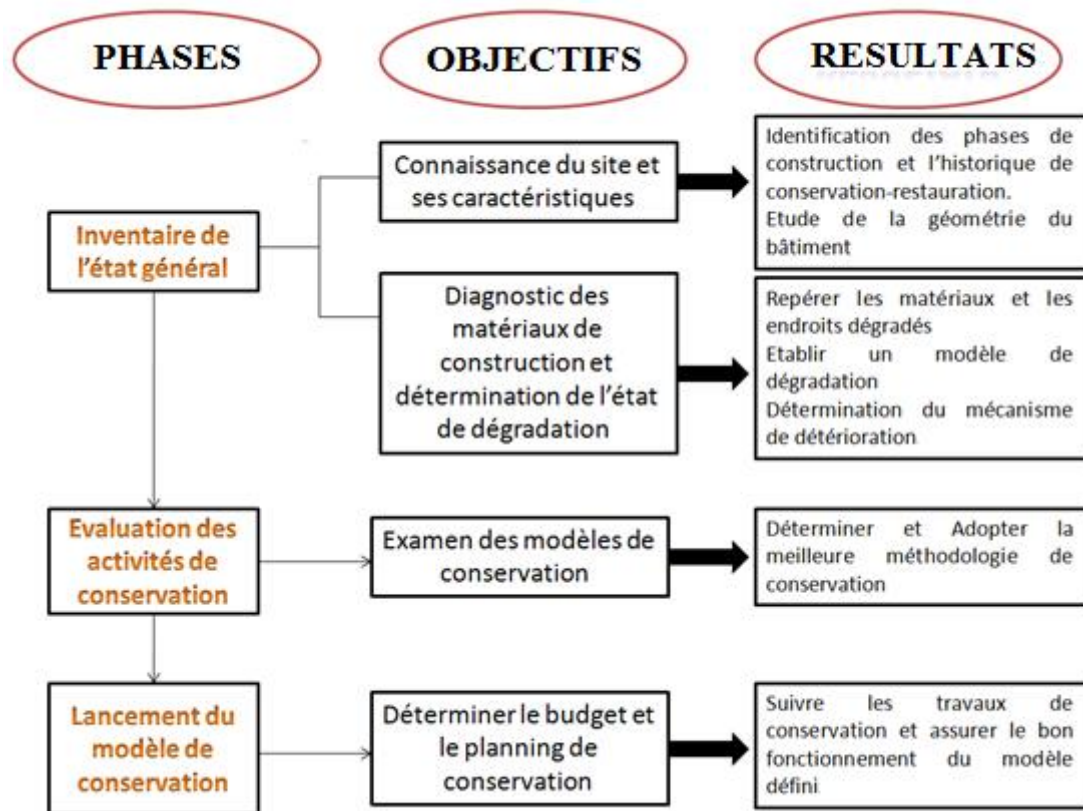


Fig. I.7. Stratégie de conservation des monuments historiques à l'échelle internationale (Gulotta & Toniolo, 2019).

2.3 Historique et état de la restauration à l'échelle du Maroc

Au Maroc, les premières tentatives de restauration et conservation du patrimoine architectural remontent à 1912 (instauration du protectorat) avec la création du service des Beaux-Arts, monuments historiques et antiquités. La direction du nouveau service est placée à Rabat et le pays est divisé en trois régions (Nord, Centre et Sud) dotées chacune d'un inspecteur régional (Théliol, 2011). Le directeur du service recueille les projets transmis par ses inspecteurs et considère la pertinence de leur exécution.

Depuis 1924, le service est chargé de l'inspection et de la conservation de l'ensemble des monuments historiques. Les inspecteurs doivent documenter ces monuments dans leur état avant modification, puis soumettre éventuellement les projets de restauration à la tutelle, et en suivre l'exécution. Ils doivent par ailleurs s'assurer que les travaux d'aménagement réalisés dans ou à proximité d'un monument historique classé ou situé en médina respectent bien l'identité de cet édifice et les caractéristiques de l'architecture locale.

L'exemple de la porte Bab Lamer à Fès restaurée en 1931 par Boris Maslow montre que la méthode et les choix de cet architecte en matière de restauration sont affirmés avant même

qu'il ne se rende à la conférence d'Athènes. Ils s'inscrivent dans une philosophie minimaliste qui refuse toute restitution hasardeuse ou illusionniste, ce qui le conduit à vouloir laisser clairement apparentes ses interventions, tout en préservant l'harmonie de l'ensemble (Délérey & Boussyguina, 2017).

À partir de 1935 le service des Beaux-arts et des monuments historiques est remplacé par l'inspection des monuments historiques, des médinas et des sites classés. La nouvelle direction donne une certaine inflexion à la politique de préservation du patrimoine ancien. De nouvelles méthodes de consolidation des bâtiments entrent en jeu, marquées par l'utilisation de matériaux modernes tel que le béton armé. Quant aux décors, on tend plus fréquemment à les restituer tels qu'ils devaient exister à l'origine.

La protection et la sauvegarde du patrimoine culturel immobilier et mobilier est soumise depuis 1912 à une législation qui a été révisée plusieurs fois (Dahir du 13 février 1914 et Dahir du 21 juillet 1945) dont la dernière date de 1980 (Dahir du 25 décembre 1980 complété par le Dahir du 15 juin 2006 promulguant la loi 19-05 relative au patrimoine mobilier). Ces différentes législations prévoient les procédures de classement et d'inscription des immeubles et meubles présentant un intérêt particulier pour l'art, l'histoire ou la civilisation marocaine. A ce titre, 399 biens immobiliers (sites, monuments, paysages...) ont été classés ou inscrits au titre de monuments historiques nationaux et 235 objets muséologiques inscrits sur la liste du patrimoine mobilier national.

La diversité et la richesse de l'héritage national ont conduit le Royaume à soumettre des biens à la reconnaissance internationale de l'UNESCO. L'organisation onusienne a ainsi eu à reconnaître neuf biens culturels qu'elle a inscrits sur la Liste du patrimoine mondial et quatre éléments qu'elle a intégrés à la Liste représentative du patrimoine culturel immatériel. En 1995, le Maroc est élu membre du comité du patrimoine mondial. En 1996, il devient membre du bureau du patrimoine mondial. De Marrakech à Fès et Meknès en passant par El Jadida et Rabat, neuf sites marocains sont inscrits définitivement au patrimoine mondial de l'UNESCO (Tab. I.1).

Site	Année d'inscription à l'UNESCO
Fès	1981
Marrakech	1985
Ksar d'Aït Ben Haddou	1987
Meknès	1996
Tétouan	1997
Site romain de Volubilis	1997
Essaouira	2001
El Jadida	2004
Rabat	2012

Tab. I.1. Villes marocaines inscrites à la liste du patrimoine mondiale par UNESCO.

La région de Marrakech abrite un nombre impressionnant de chefs-d'œuvre de l'architecture et de l'art (remparts et portes monumentales, mosquée de la Koutoubia, tombeaux Saadiens, ruines du palais El Badi, palais Bahia, bassin et pavillon de la Ménara) dont chacun pourrait justifier, à lui seul, une reconnaissance de la valeur universelle exceptionnelle. L'authenticité de la structure urbaine interne et des monuments est restée intacte. Les reconstructions et les réaménagements qui se font au sein des sites historiques respectent généralement la volumétrie et le style d'origine. L'emploi des matériaux traditionnels dans ces opérations de restauration a énormément réactivé les métiers de l'artisanat liés à la construction (zellige, enduit en Tadallakt, bois peint et sculpté, plâtrerie, ferronnerie, ébénisterie, etc.) en plus des métiers liés à l'ameublement et à la décoration (Filli, 2015).

Une nouvelle politique intersectorielle pour soutenir la stratégie de développement des villes impériales marocaines et de la ville de Marrakech en particulier est formulée de la manière suivante :

- Assurer la sauvegarde du patrimoine urbain de la médina, des monuments, bâtiments publics et religieux, du parc immobilier traditionnel, ainsi que l'intégration de la ville historique dans le contexte de l'agglomération urbaine d'appartenance ;
- Développer le potentiel économique de la ville, pour contribuer à la croissance locale et nationale à travers la promotion du tourisme durable, de l'artisanat, des activités culturelles, de la réceptivité et du commerce spécialisé ;

- Satisfaire les besoins de base de la population résidente, en termes d'amélioration des conditions d'habitat, d'accès aux infrastructures, aux services et équipements, et par la protection sociale des ménages les plus défavorisés.

Après la destruction du palais El Badi et des tombeaux Saadiens à l'arrivée des Alaouites, ces deux monuments ont été abandonnés et exposés aux facteurs de dégradation pendant des siècles jusqu'à la découverte des premières tombes Saadiennes en 1917 et les principaux pavillons du palais El Badi et sa structure générale en 1953. Les deux sites ont connus quelques opérations non archivées à l'époque coloniale en vue d'assurer leur préservation et réhabilitation (Paccard, 1986). D'après les archives de l'inspection des monuments historiques de la région de Marrakech, les véritables travaux de restauration ont commencé en 1986 (Tab. I.2), une année après l'inscription du palais El Badi à la liste du patrimoine mondiale par UNESCO.

Date de conservation-restauration	Travaux réalisés
1917 - 1956	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Restauration non archivée à l'époque coloniale.
1917	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Découverte des tombeaux Saadiens. ▪ Restauration des portes et création du chemin d'accès au site.
1953	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Découverte des principaux pavillons du palais El Badi et sa structure générale.
1986	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Première intervention de restauration par l'architecte Paccard au palais El Badi et tombeaux Saadiens. ▪ Réalisation du premier constat d'état.
1999-2002	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Lancement du projet de restauration et réhabilitation des monuments et des sites sur tous le pays y compris Marrakech. ▪ Restauration des Pavillons du palais El Badi.
2010	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Consolidation des arcades du palais El Badi. ▪ Restauration des tuiles des tombeaux Saadiens.
2012-2014	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Colmatage des fissures. ▪ Consolidation des dégradations avancées. ▪ Assainissement des eaux pluviales.
2015-2017	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Restauration du zellige des tombeaux Saadiens. ▪ Restauration du zellige des bassins et Réalisation d'un musée de zellige original au palais El Badi.

Tab. I.2. Chronologie de restauration des monuments Saadiens à Marrakech.

CHAPITRE 2 : DESCRIPTION DES MONUMENTS ET DES SITES ÉTUDIÉS

1 Monuments historiques étudiés dans la région de Marrakech

1.1 Le site d'Aghmat

Fondée par la tribu berbère des Maghraouas et capitale de leur émirat jusqu'à la moitié du IX^{ème} siècle, la ville d'Aghmat s'est développée grâce à sa position au cœur de l'Atlas comme étant un siège commercial qui relie Al Andalous au nord avec les caravanes sahariennes au sud et Ifriqiya à l'est. A l'arrivée des Idrissides, la se hisse au rang de la capitale à la fin du X^{ème} siècle puis devint un pôle politique et religieux sous le règne des Almoravides. Aghmat restera la capitale de cette dynastie pour une dizaine d'années avant la construction de la ville de Marrakech en 1062. Aghmat a été décrite dans les textes historiques (e.g., *Nuzhat al-Mushtaq fi Ikhtiraq al-afaq*) du géographe Al Sharif Al-Idrissi (1154 - 1157) comme étant une ville bien aménagée, dotée d'un système d'irrigation développé et d'un commerce caravanier (Filli, 2015).

Le site médiéval d'Aghmat est situé dans la commune rurale du Ghmat à 30 km au sud-est de Marrakech (Fig. I.8). Les estimations archéologiques montrent que la ville médiévale s'étendait sur une superficie d'environ 20 km², supérieure au village actuel. Ce site archéologique a été découvert de manière fortuite par des ouvriers. Une campagne de fouilles archéologiques menées par une équipe internationale en 2005 a permis la découverte d'autres excavations dans la région d'Aghmat. La première pièce retirée était une vasque en pierre noire de la salle d'ablution d'une ancienne mosquée. Disparue pendant 7 siècles, la première capitale de la dynastie Almoravide ressortit de terre.

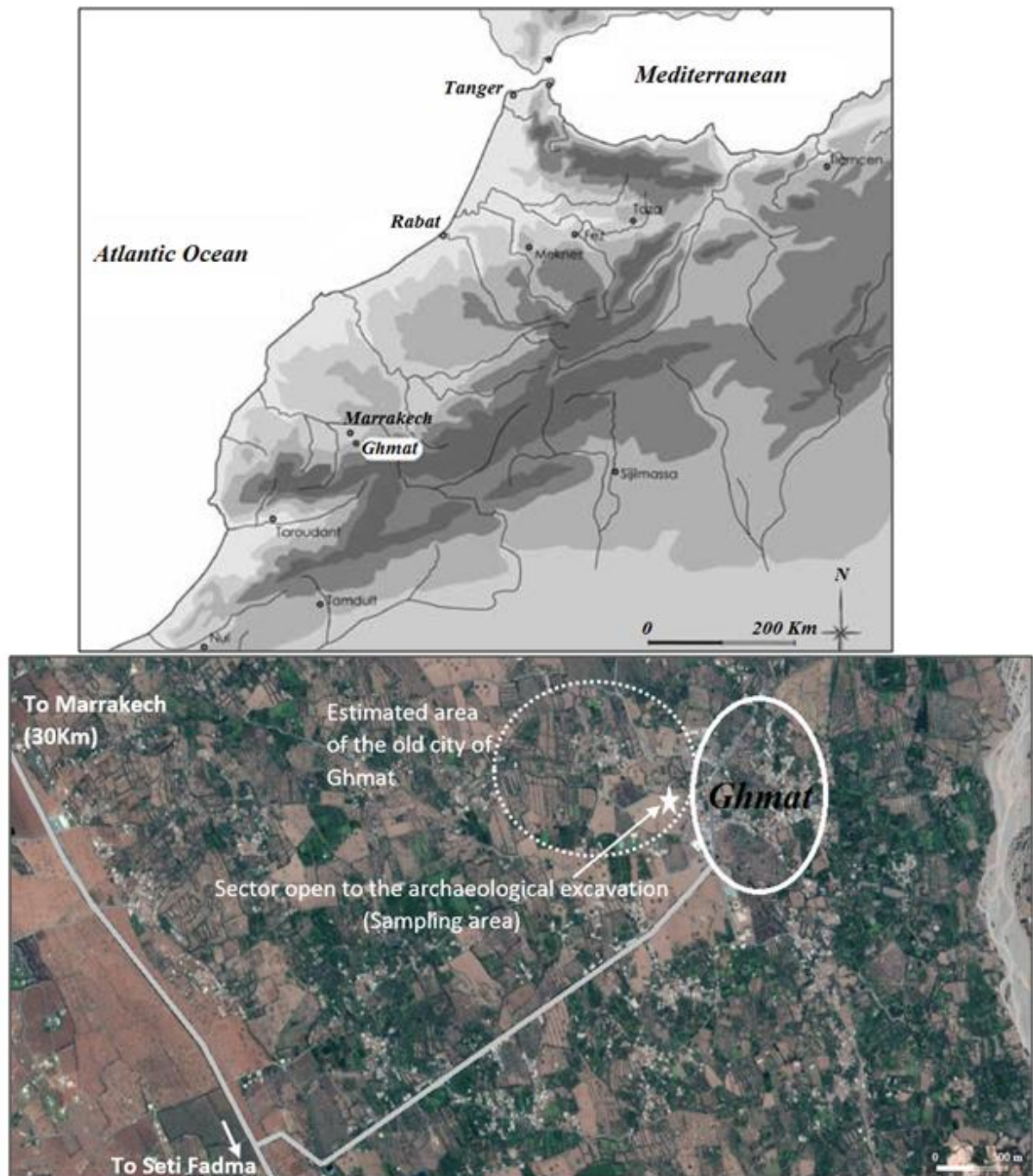


Fig. I.8. Situation géographique de la commune rurale de Ghmat et du site médiéval d'Aghmat dans la province du Haouz (Filli et *al.* 2014).

Les fouilles de 2005 dans le cadre d'un projet maroco-américain ont permis la découverte d'un hammam (Fig. I.9B) alimenté en eau par une séguia traversant la ville du sud au nord et composé d'une salle de chauffe, trois salles voutées et d'une salle de repos. La première construction de ce hammam remonte au X^{ème} siècle (Doutté, 1901 ; Filli et *al.* 2016), abandonné en XIV^{ème} siècle, il fut ensuite réutilisé comme un site d'inhumation au XV^{ème} siècle. Un siècle après, la présence de potiers est attestée par l'apparition des fragments de

poterie, céramiques, débris de briques et de pierres taillés. Un four de cet atelier a été repéré au sud de la salle de réception. Au XIX^{ème} siècle, une maison en pierre et en pisé, construite sur les voutes du hammam (Fig. I.9A), représente la dernière occupation de ce site avant son abandon.

D'autres édifices furent découverts par des fouilles extensives avec la mise au jour d'une Qubba, d'une mosquée fondée par *Wattas Ibn Kardusen* 859 selon les textes historiques puis reconstruite au XII^{ème} siècle (Fig. I.9C), un palais du XIII^{ème} siècle puis d'un espace d'habitat contemporain exploré en 2008 grâce à une prospection géophysique (Heritier-Salama et al. 2016). Une campagne en 2011 a permis de mettre au jour des niveaux plus anciens du palais qui remontent à l'époque des Almoravides. Le palais représente une architecture identique aux palais Andalous comme l'Alhambra. Ces monuments de grande valeur patrimoniale reflètent l'apogée de la ville d'Aghmat dans l'histoire médiévale de la région de Marrakech (Fig. I.9D).

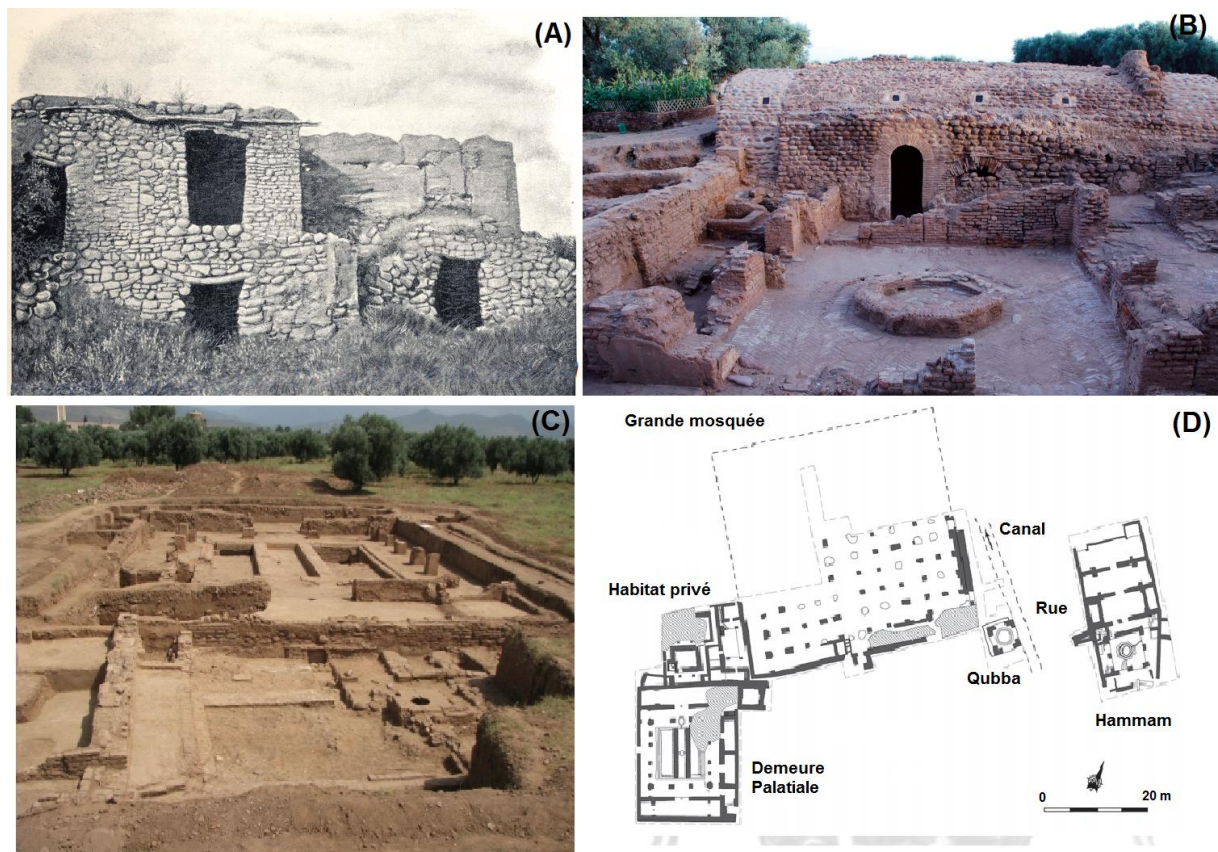


Fig. I.9. (A) Etat du Hammam d'Aghmat en 1901 (Doutté, 1914). (B) Etat actuel du Hammam, vue sur la salle de réception. (C) demeure de la mosquée d'Aghmat. (D) Plan des secteurs fouillés (Fili et al. 2014).

1.2 Le palais El Badi

Parmi les sites historiques les plus fascinants de Marrakech, le palais El Badi (Fig. I.10) reflète la gloire de la dynastie Saadienne. La construction du palais fut ordonnée par le monarque Ahmed Al-Mansour après la victoire des troupes Saadiennes sur l'armée portugaise à la fin du XVI^{ème} siècle (Touri, 1999). La disposition générale du palais et sa décoration témoignent de la perfection de l'architecture marocaine à cette époque. La mosaïque et la céramique utilisées pour décorer le bâtiment constituent l'un des éléments clés de cette architecture. Les travaux de construction du palais El Badi ont duré 16 ans. Son plan (Fig. I.11) est inspiré du palais de l'Alhambra à Grenade en Espagne (Deverdum, 1957). Un siècle après sa construction, ce palais a été démoli à l'époque de la dynastie Alaouite. Une grande partie de ses matériaux ont été envoyés à Meknès pour être réutilisés dans la construction de la ville royale de Moulay Ismail (Terrasse, 1949 ; Deverdum, 1957).

Pour bâtir le palais, le sultan choisit l'endroit Nord-est de la Kasbah Almohade. L'emplacement avait l'avantage de jouxter les appartements privés du sultan. Le palais était destiné aux fêtes et aux audiences solennelles où le faste du souverain pouvait se manifester à l'élite du royaume et aux ambassades étrangères.



Fig. I.10. Situation géographique du palais El Badi et des principaux monuments historiques de la ville de Marrakech.

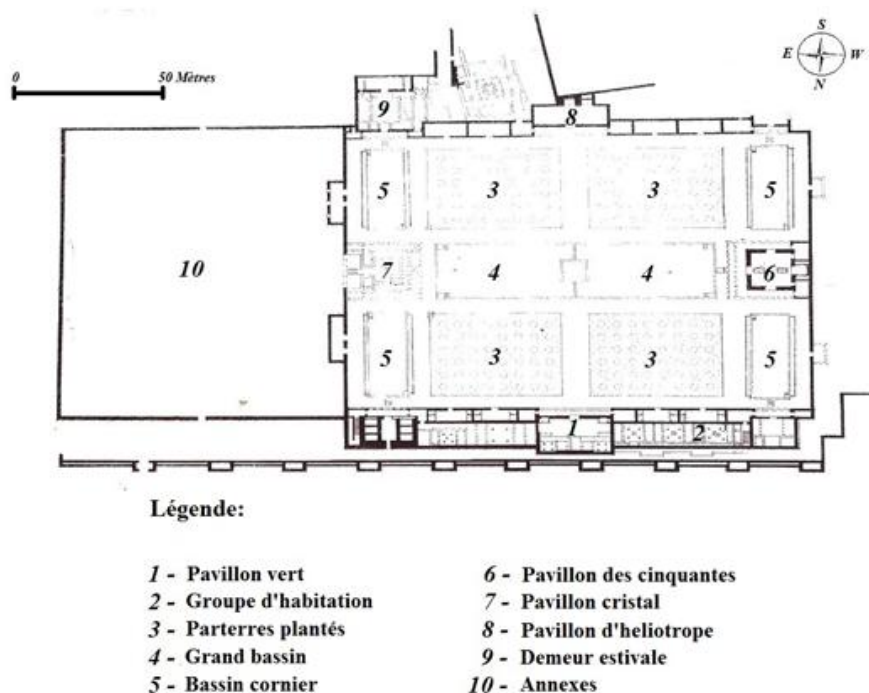


Fig. I.11. Plan du palais El Badi de Marrakech (source : Archive du palais El Badi).

Les murs du palais sont bâtis par la technique du pisé qui consiste à mélanger la terre avec de la chaux et de l'eau. Les éléments grossiers (cailloux, graviers et sables grossiers) sont cimentés par un mortier peu plastique avec une teneur en eau de l'ordre de 4 à 6 %. La teneur en CaO oscille entre 25 et 34 % (Gamrani, 2014). La technique du pisé est considérée comme étant l'une des premières techniques de construction, transmise de génération en génération, elle est la plus utilisée dans les monuments historiques de la région de Marrakech et dans ses remparts. Des enduits en carbonates de calcium hydraté sont appliqués aux murs pour les protéger et fournir une surface lisse pour la pose des zelliges.

En 1953, une campagne de fouilles a permis de mettre à jour des fragments de marbre blanc et noir, des stucs, des chapiteaux, de la faïence et des fontaines et bassins. Les premières restaurations cataloguées apportées au palais El Badi sont relativement récentes (fin des années quatre-vingt). Avant cette date, il n'y a pas de preuves écrites d'éventuels travaux d'entretiens apportés à ce monument. Un premier constat d'état a été réalisé par l'architecte Paccard en 1986. La restauration des pavillons a eu lieu entre 1999 et 2002, suivie par la consolidation des arcades en 2010, le colmatage des fissures et l'ajout d'un système d'assainissement des eaux pluviales en 2014. En 2019 un projet de restauration de grande envergure a été lancé par le ministère de la culture pour consolider les dégradations du palais.

1.3 Les tombeaux Saadiens

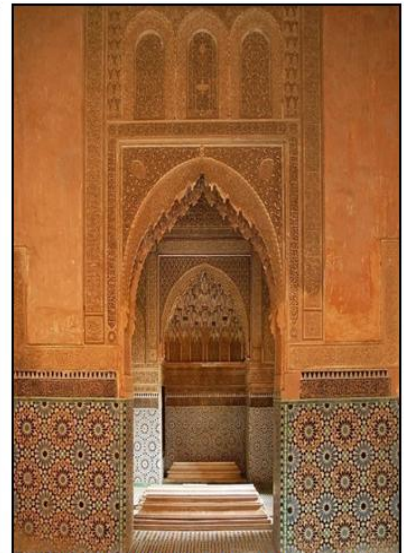
A quelques centaines de mètres du palais El Badi, les Saadiens ont construit un édifice réservé à l'enterrement de leurs califes et soldats (Fig. I.12), cet édifice a été découvert en 1917. Cette nécropole royale fut utilisée dès le début du XIV^{ème} siècle mais sa splendeur remonte au XVI^{ème} siècle avec l'inhumation du prince Mohamed Cheikh en 1557. Son fils Moulay Abdallah a construit la Koubba pour abriter la tombe de son père, puis le sultan Ahmed El Mansour, surnommé le « Doré », fit agrandir et embellir l'emplacement en donnant à la Koubba le nom de sa mère « Lalla Mesouada ». La nécropole abrite une soixantaine de tombeaux Saadiens dont celui du 5^{ème} sultan Ahmed El Mansour, de sa famille et ceux de ses successeurs.



La Koubba de Lalla Mesouada en 1917



L'intérieur de la Koubba en 1917



La Koubba de Lalla Mesouada en 2018

Fig. I.12. La Koubba de la nécropole Saadienne entre 1917 et 2018 abritant les tombes du sultan Moulay Abdallah, de son père Mohamed Cheikh et sa mère la princesse Lalla Mesouada (Source : Voir annexe 1).

Ahmed El Mansour fit également construire un mausolée, avec trois salles funéraires, destiné à recevoir sa dépouille (Fig. I.13). Le Sultan alaouite Moulay Ismaïl désirait détruire cette nécropole, trace de la magnificence de la dynastie Saadienne, mais il n'osa pas commettre ce sacrilège et se contenta de l'entourer d'une enceinte ne permettant d'y accéder que par la mosquée adjacente. En 1917, ces tombes sont redécouvertes sous le protectorat français par une prospection aérienne puis restaurées par le service des Beaux-arts et des Monuments Historiques qui décide de percer l'enceinte pour permettre au non musulmans d'admirer la nécropole.

Cet ensemble Saadiens est constitué d'un jardin cimetière avec de part et d'autre deux mausolées. Au centre, la Koubba est la plus ancienne. Le mausolée d'Ahmed El-Mansour, à gauche de l'entrée, comprend trois salles funéraires.

- La « Salle du Mihrab » sert de mosquée, elle possède un mihrab ou niche pour les prières, un oratoire divisé en trois nefs par quatre colonnes de marbre blanc. Cette salle abrite des tombes d'enfants et des tombes alaouites ajoutées à partir du XVIII^{ème} siècle.
- La « Salle des douze Colonnes » est la plus prestigieuse, elle contient la tombe du sultan El-Mansour. Son nom provient des douze colonnes de marbre de Carrare placées en un carré central où se trouvent les tombes les plus importantes.
- La « Salle des trois Niches » réunit les tombes des enfants, femmes et concubines des princes.



Fig. I.13. La salle des Douze colonnes qui abrite la tombe du sultan Ahmed El Mansour « le Doré » (photo prise aux tombeaux Saadiens en 2017).

On retrouve pour cet ensemble architectural une composition classique quant à l'agencement des matériaux. Des carreaux de terre cuite et marbre pour les sols et des compositions de zelliges pour les murs sur une hauteur d'un mètre à un mètre cinquante. Une frise de zelliges ciselés sépare la composition colorée et le stuc taillé en dentelle. Les plafonds sont recouverts de bois de cèdre polychrome ou de stucs de plâtre taillés (Fig. I.14).

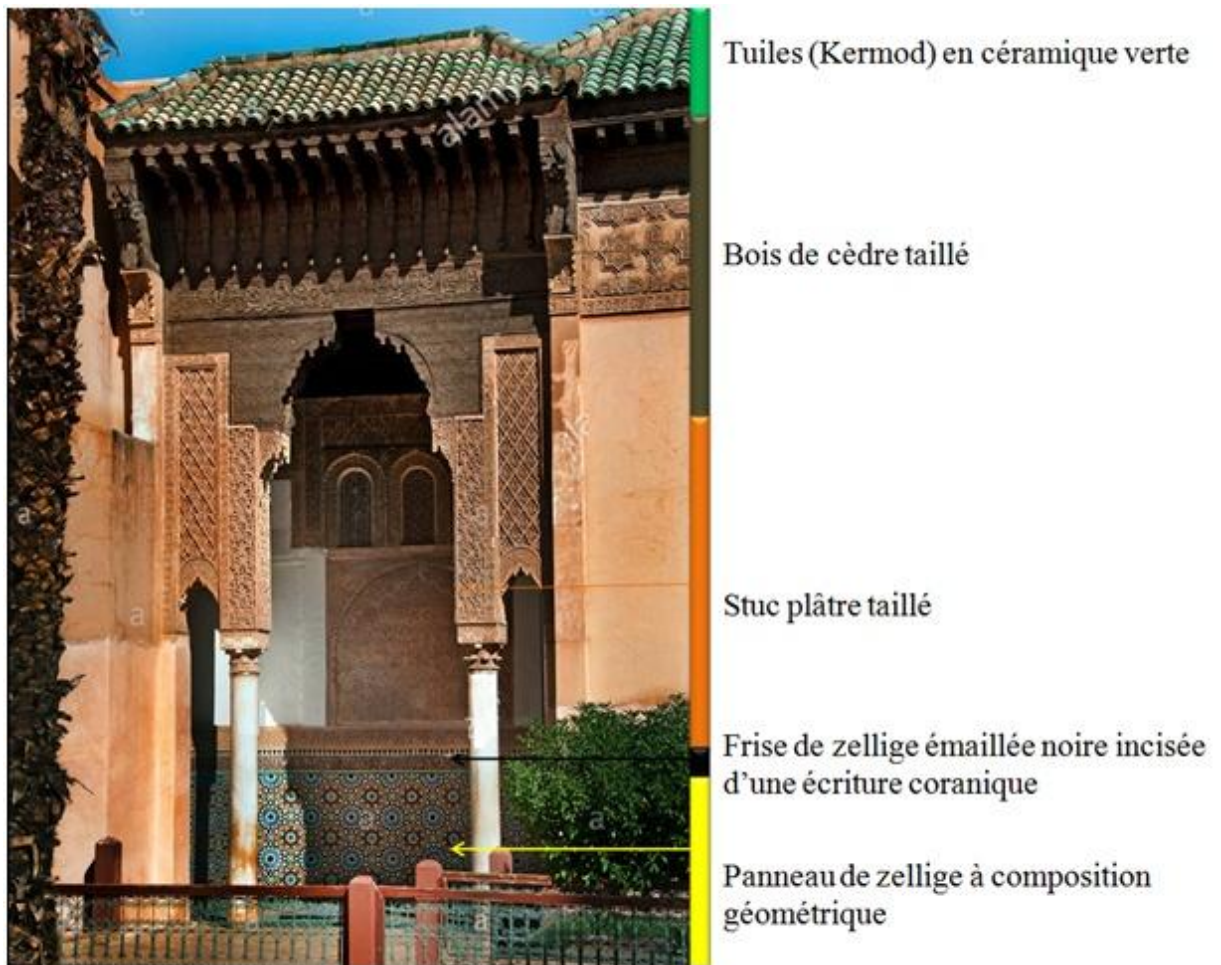


Fig. I.14. Composition architecturale de la Koubba Lalla Mesouada (Tombeaux Saadiens).

2 Les sites potiers et les gisements d'argile étudiés

2.1 Les argiles de Fès

De nombreuses études ont été publiées récemment sur la caractérisation et la valorisation des argiles dans l'industrie céramique marocaine, des différents sites de Tétouan, de Marrakech et de Safi (e.g., Hajjaji et *al.* 2011 ; El Ouahabi, 2013 ; Daoudi et *al.* 2014, 2015). Par contre, le site de Fès reste peu étudié que ça soit au niveau de gisement d'argile utilisé pour extraire la matière première, ou des techniques de fabrication des objets céramiques au niveau de ce site. Pourtant, du point de vue commercial, le zellige de Fès (zellige Al Fassi) est le premier sur le marché au niveau qualité. Il est utilisé à la fois dans la décoration des grands édifices et les constructions luxueuses contemporains des villes marocaines ainsi que dans la restauration des monuments historiques des villes impériales du Maroc et en particulier de la région de Marrakech. Pour cette raison nous allons développer dans ce qui suit les techniques de fabrication de ces matériaux.

2.1.1 Contexte géologique

La ville de Fès est située dans la partie orientale du bassin de Saïss, à 400 m d'altitude, dans la partie nord-est du Maroc. La zone est bordée par les montagnes du Rif au nord et celles du moyen Atlas au sud. Le gisement est situé dans la partie sud-est de la ville de Fès (Fig. I.15). D'un point de vue géologique, la zone de dépôt contient des roches sédimentaires d'âges Trias à Quaternaire, recouvrant un socle Paléozoïque composé principalement de schistes, marnes, quartzites et calcaires (Achiou et *al.* 2016). Les affleurements des carrières Benjlikh, source principale de la matière première utilisée dans la fabrication de la céramique de Fès, se localisent dans la partie orientale de la plaine du Saïss, avec des affleurements Mio-pliocènes et quaternaires (Fig. I.16).

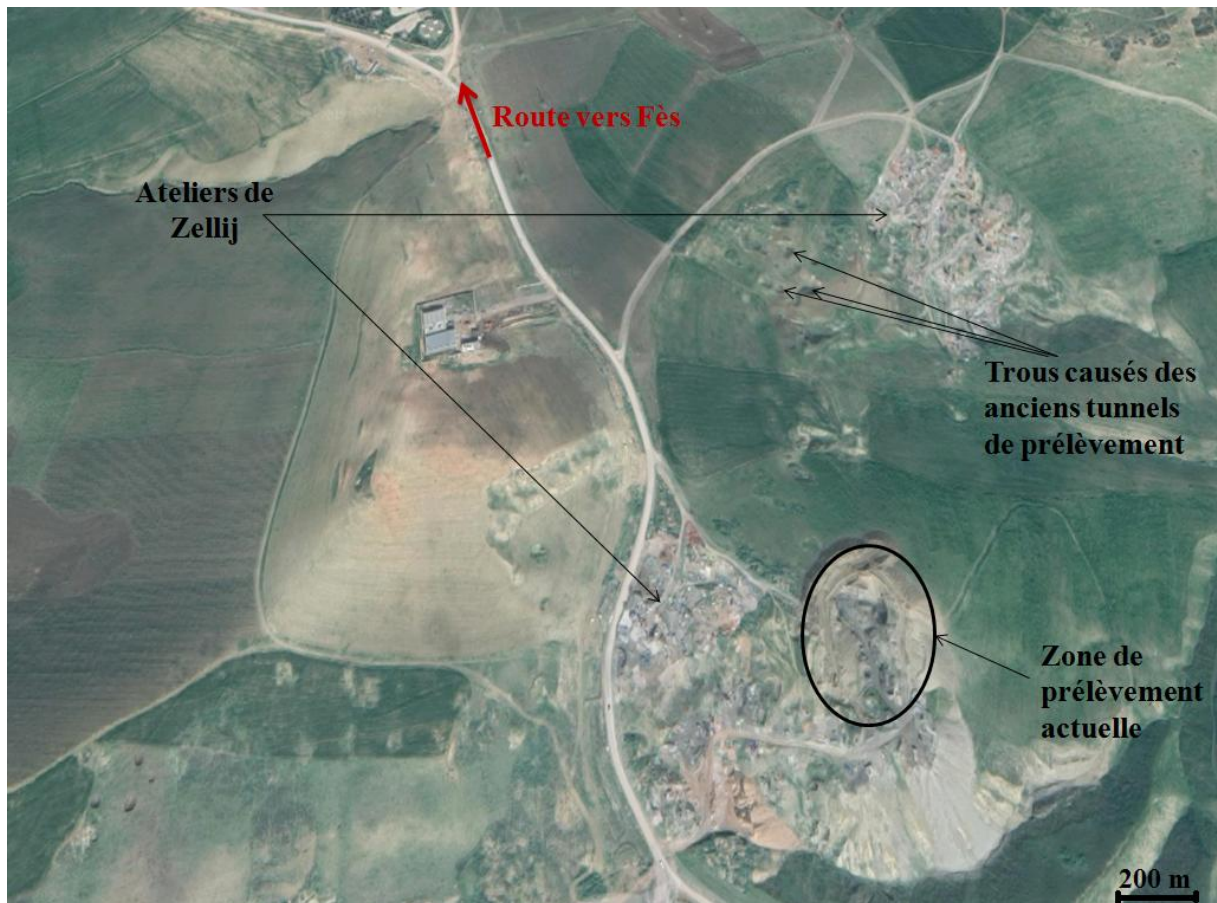


Fig. I.15. Vue panoramique du site potier Benjlikh (Fès, Maroc).

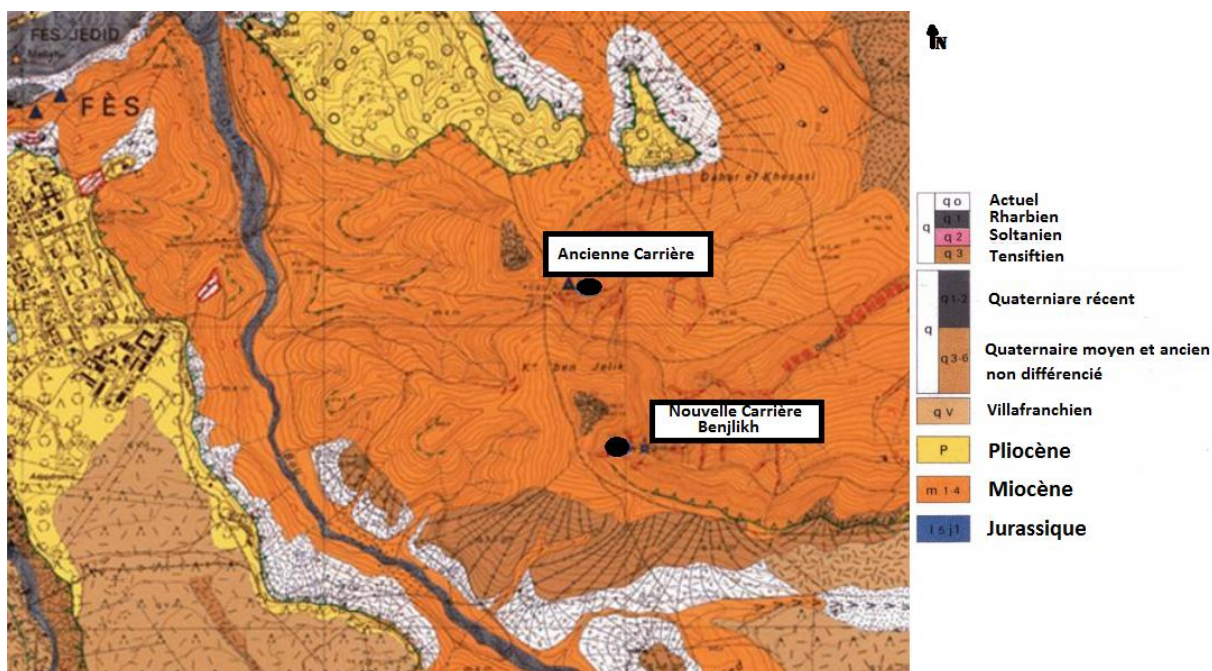


Fig. I.16. Situation géologique de la carrière Benjlikh (Extrait de la carte du Maroc au 1/20.000, feuille de Fès, service géologique du Maroc, 1967).

Les argiles sont extraites d'un gisement à faciès détritique daté du Miocène supérieur (Fig. I.17). Ce gisement est utilisé par la majorité des fabricants de céramique traditionnelle locale. Les potiers travaillent généralement avec un mélange de 1/3 d'argile dite lisse ou Lmless (qui marque la partie supérieure du gisement) et 2/3 d'argile dite rugueuses ou Lhrech (partie inférieure). L'argile de texture lisse seule donne des pièces dures après cuisson. Ces pièces sont difficiles à travailler pour obtenir les formes et les dimensions souhaitées, aussi bien pour les artisans du zellige que pour les artisans de la poterie. Quant aux pièces obtenues avec l'argile de texture rugueuse, elles s'effritent facilement au toucher. Le mélange des deux matériaux est donc indispensable pour la préparation de la matière première utilisée par les artisans dans ce site. Grâce à la qualité des argiles de ce gisement, les ateliers de Benjlikh produisent des pièces de zellige au stade du tesson (biscuit) qui sont revendues à travers le Maroc.

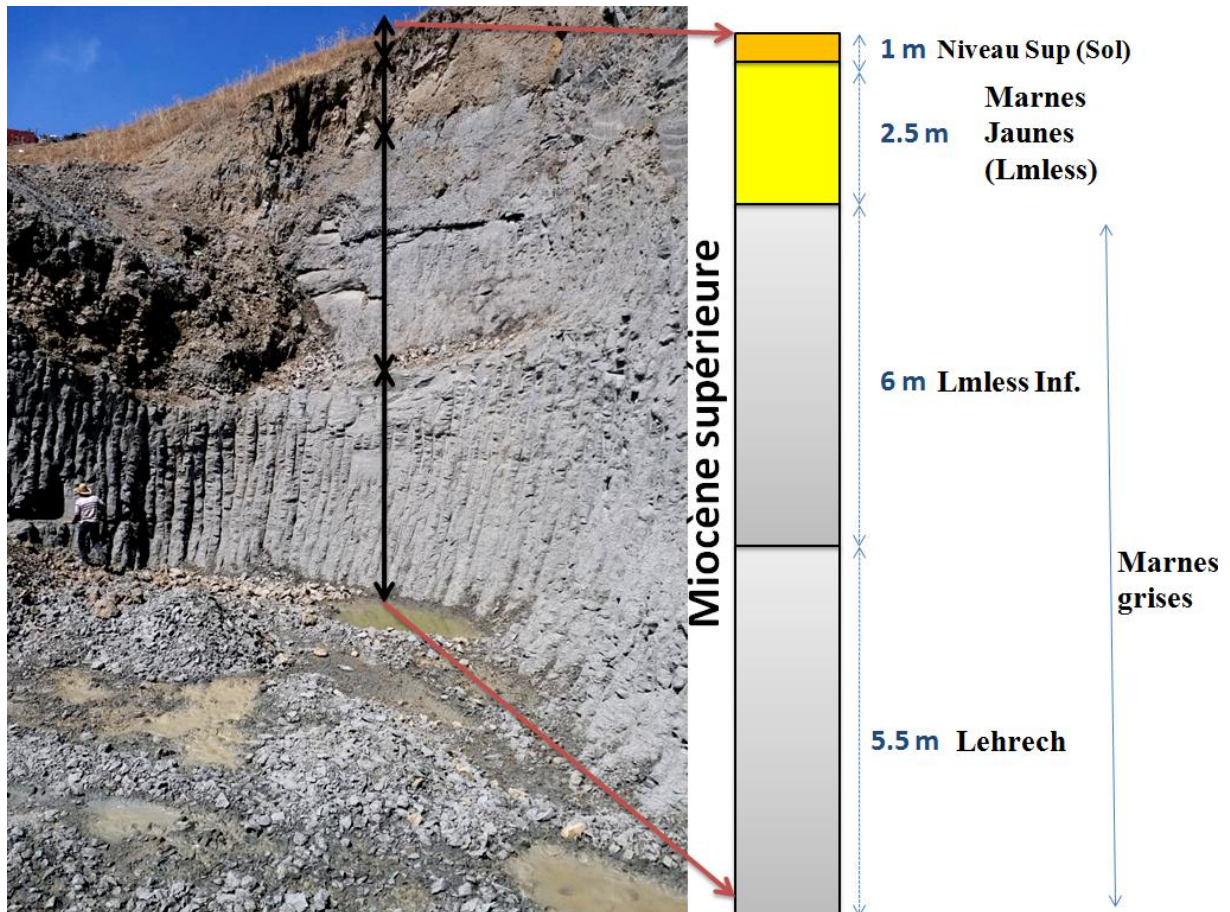


Fig. I.17. Gisement d'argile actuel dans la carrière de Benjlikh à Fès.

2.1.2 Technique de fabrication de zellige Al Fassi

L'argile calcaire est extraite de la carrière de Benjlikh puis placée dans des bassins de décantation pendant 24h afin de ramollir l'argile. Un artisan piétine la pâte et la malaxe avec les mains afin de retirer les impuretés de l'argile (e.g. végétaux, cailloux, bois). Lors de ce processus, l'argile acquiert une consistance adéquate et homogène. Elle sera ensuite extraite du bassin et déposée à l'air libre pour sécher pendant 24h selon le climat de la région. Les artisans réalisent ensuite des carreaux de 11,5 cm x 11,5 cm à l'aide d'un gabarit en bois de cèdre de 2 cm d'épaisseur. Ces carreaux sècheront au soleil pendant plusieurs jours. Lorsque les carreaux sont raffermis, qu'ils ne risquent plus d'être déformés lors de la manipulation, l'artisan les transportent à l'atelier pour la mise en œuvre.

Avant d'être découpés à nouveau en carreau de 10 cm x 10 cm, les carreaux sont triés, lissés et aplatis à l'aide d'un maillet en bois d'abricotier sur une planche en bois de cèdre. Les bords des carreaux sont affinés à l'aide d'un repère en bois et une lame métallique. Les carreaux sont déposés à nouveau au soleil afin de sécher complètement puis sont empilés dans un four traditionnel à bois pour une première cuisson à ~900 °C. La cuisson se déroule par

palier : la température augmente progressivement en plaçant des combustibles à combustion lente et fournissant peu de chaleur (du palmier nain de vert à moins en moins vert). Cette cuisson durera 4 à 7 h. La couleur de la céramique permet à l'ouvrier de déterminer si la cuisson est à terme ou non. Si la céramique rayonne rouge blanc, le feu est arrêté. Les céramiques sont retirées du four lorsque celui-ci est refroidi.

A la sortie du four, l'artisan procède à l'application de la glaçure, préparée préalablement par un mélange de plomb, sable et d'oxydes colorants dans un four séparé. La surface de chaque carreau est trempée dans un seau qui contient l'émail. Cette étape se fait délicatement car le revers du carreau ne doit pas contenir de l'émail au risque de coller sur les autres carreaux dans le four. Une fois les carreaux émaillés, comme pour la première cuisson, ceux-ci seront placés sur la tranche et positionnés dans le four pour une deuxième et dernière cuisson. En fonction des différents émaux, les carreaux blancs prendront places les premiers dans le four car ils demandent une chaleur importante pour la vitrification de l'émail, ensuite on placera les bleus. Pour les jaunes, les verts et les rouges, ils seront placés en dernier dans le four car ils demandent moins de chaleur pour la cuisson. Ces carreaux seront cuits à une température de 800 °C pendant 24 heures. La cuisson aura lieu en condition oxydante car le four ne se ferme pas complètement.

Après préparation des carreaux, ils sont transportés sur commande dans les sites à restaurer. Les artisans de ces ateliers procèdent à la découpe des carreaux en mosaïque de zellige selon les formes désirées.

Le Maroc possède une longue tradition artisanale de fabrication d'objets en céramique. Très tôt, le pays a développé la production traditionnelle de zellige sous forme des carreaux de faïence «coupée» et reconstitués pour décorer les murs et les sols. Les sites les plus réputés dans la fabrication des zelliges sont le site de Tétouan au nord et le site de Fès dans la plaine de Saïs. Cependant, la procédure de fabrication des zelliges diffère dans les deux sites ; la figure I.18 illustre les étapes de fabrication des zelliges dans ces deux sites.

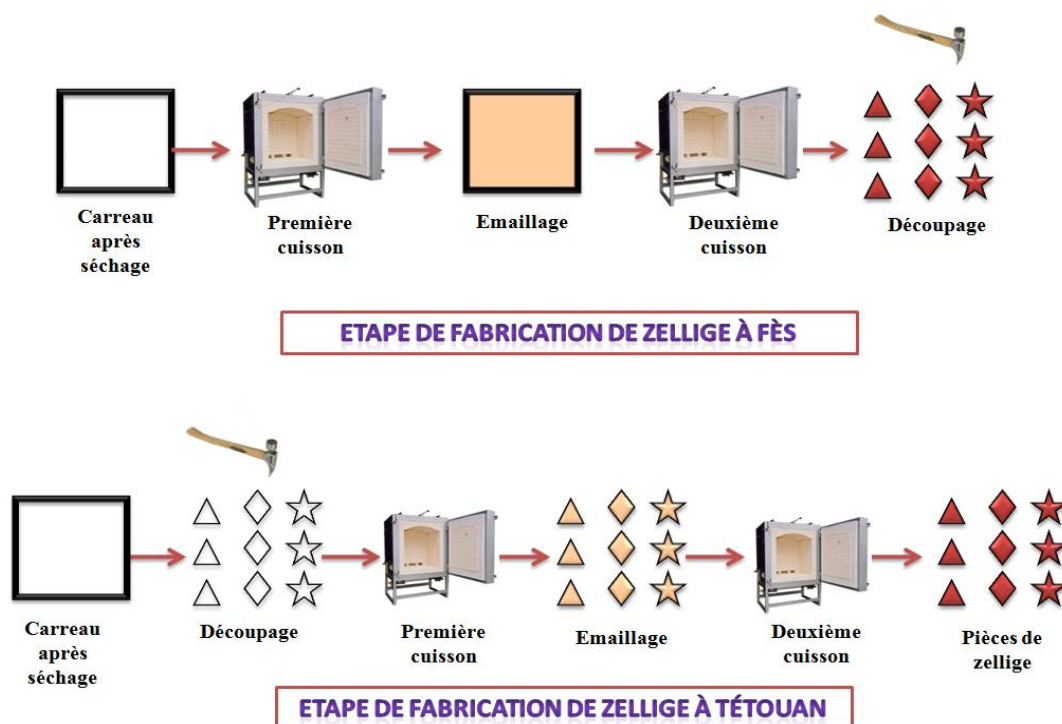


Fig. I.18. Schéma des différentes étapes de confection des zelliges à Fès (en haut) et à Tétouan (en bas).

2.2 Les argiles de Marrakech

Dans la région de Marrakech, une grande partie des matériaux argileux locaux sont destinés à la fabrication des objets de poterie. Les artisans qui produisent le zellige et de la céramique structurelle doivent importer leur matière première depuis d'autres gisements du Maroc et en particulier depuis le gisement de Benjlikh à Fès. Certains artisans importent plutôt les carreaux de zellige préalablement préparés à Fès puis ils procèdent à leur découpage en pièce de zellige pour réaliser des mosaïques.

2.2.1 Contexte géologique

Du point de vue géologique, le bassin du Haouz est marqué par la succession de plusieurs événements. Le socle paléozoïque, structuré par l'orogénèse hercynienne, est érodé pendant le Mésozoïque puis déformé par les premiers mouvements de l'orogénèse atlasique. Les mouvements tectoniques tertiaires ont provoqué un fossé entre les reliefs de l'Atlas et les massifs hercyniens des Jebilet suite à un jeu de fractures et de flexures (Cochet et *al.* 1936). Pendant la surrection de l'Atlas, à l'Oligo-Miocène et au Pliocène, les oueds ont accumulé les produits de démantèlement de la chaîne dans ce fossé (Fig. I.19).

- **Le Mio-pliocène** est formé par des dépôts continentaux détritiques présentant de grandes variations latérales de faciès et une épaisseur qui décroît vers le nord et l'ouest (Marzoqi et *al.* 1995 ; Chellai & Perriaux, 1996). On trouve ainsi un faciès argilo-gréseux au nord de la plaine (Dutour et *al.* 1985) qui devient essentiellement conglomératique à ciment gréseux et marneux au sud. A l'Est (entre Ait Ourir et Oued Tessaout), le faciès est constitué de grès et de conglomérat (Dutour et *al.* 1985 ; Sinnan, 1986). Le Mio-pliocène constitue le substratum de la nappe phréatique avec une puissance importante d'argiles et de marnes au Haouz oriental. Les plissements atlasiques et les remblaiements successifs se sont terminés au Pliocène supérieur. Il s'est produit ensuite une succession de cycles d'érosion fluviale. Les oueds atlasiques ont remanié les formations du Pliocène supérieur (Cochet et *al.* 1936).
- **Le villafranchien** affleure tout le long de Tessaout traversant ainsi le Haouz oriental entre les Jebilets au Nord et l'embouchure de l'oued au Sud, constitué par des conglomérats polygéniques, des calcaires conglomératiques, des limons à nodules et de calcaires noduleux ou compact, organisés sous formes de cônes de piémonts qui passent latéralement en chenaux temporaires (Freytet, 1984 ; Dutour et *al.* 1985).
- **Les dépôts quaternaires** sont issus de démantèlement de la chaîne atlasique par un réseau d'oueds descendant de l'Atlas et parcourant l'ensemble de la plaine du Haouz. Les sédiments quaternaires sont représentés par des limons rouges, des argiles et des graviers dans le Haouz oriental et central et par des conglomérats et des alluvions au niveau des rives des oueds. Dans le Haouz occidental, le Quaternaire est présenté par des dalles calcaires (Dutour et *al.* 1985 ; Abourida, 2007).
- **Le Quaternaire récent** est constitué de limons ocre du Soltanien, qui couvrent de grandes étendues du Haouz central et oriental. On trouve aussi les formations limoneuses grises et des galets déposés par les oueds atlasiques (Abourida, 2007).

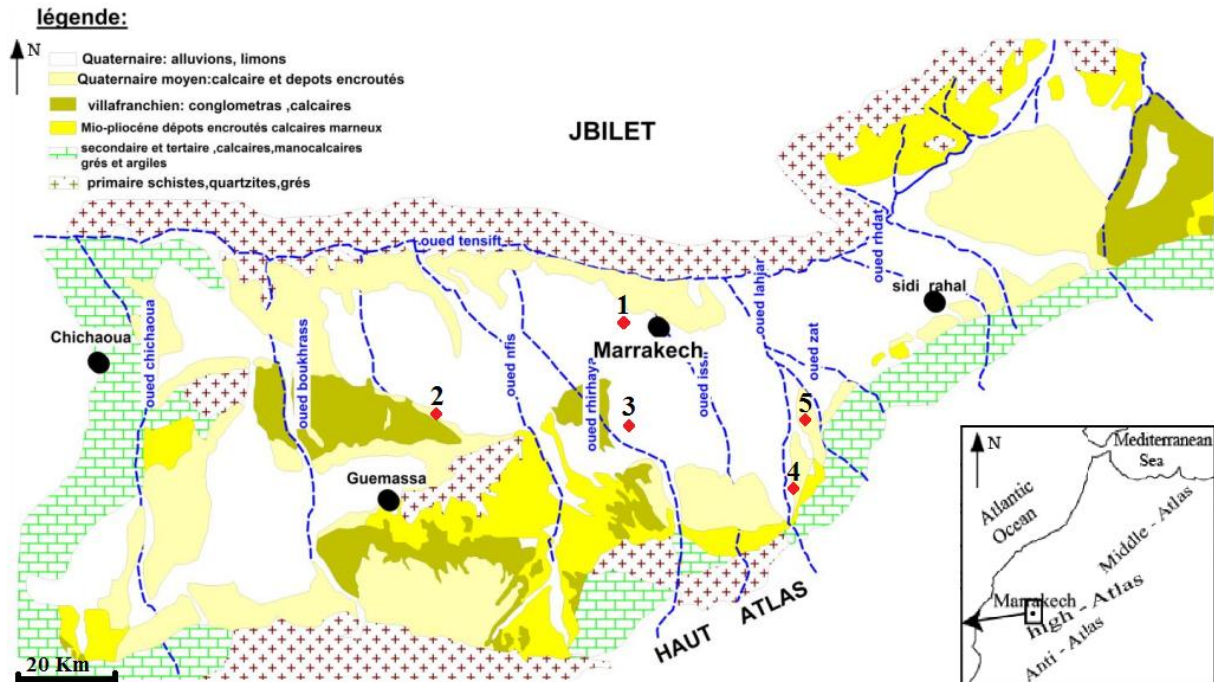


Fig. I.19. Localisation géologique des principaux sites potiers de la zone de Marrakech. (1 : Saada ; 2 : Agafay ; 3 : Tamslouht ; 4 : Ourika ; 5 : Tamazouzt). D'après la carte géologique de Marrakech 1/500.000, modifiée.

2.2.2 La poterie de Marrakech

L'étude des argiles de la région de Marrakech utilisés dans l'industrie céramique a été traité par plusieurs auteurs (e.g., Hajjaji *et al.* 2011 ; Daoudi *et al.* 2014 ; El Boudour *et al.* 2014, 2016 et 2017). Les résultats montrent que la matière première utilisée dans les sites potiers de Marrakech est caractérisée par une granulométrie fine, avec plus de 40 % de fraction argileuse pour la plupart des sites. La composition minéralogique est riche en quartz (25 à 35 %), plagioclases (5 à 15 %) et feldspath K (5 à 10 %), tandis que la teneur en carbonate ne dépasse pas 3 %, à l'exception des argiles de Tamslouht (calcite \leq 14 %). La fraction argileuse est caractérisée par l'abondance de l'illite (13 à 38 %) et la kaolinite (2 à 13 %), avec des traces du chlorite. En ce qui concerne la composition chimique, les éléments majeurs sont la SiO_2 , Al_2O_3 et F_2O_3 dont la teneur dépasse 5 % pour la plupart des échantillons.

Les argiles de cette région sont donc non carbonatées, faible à moyennement plastiques (limite de liquidité $<$ 50) avec un taux de retrait au séchage entre 5 % et 9 % et un retrait à la cuisson entre 1 et 3 %. Le faible indice de plasticité ne permet pas aux artisans de produire des pièces de décoration avec des formes compliquées nécessitant une aptitude au façonnage élevée. Cela peut aussi influencer la taille des pièces fabriquées car les matières premières à

faible limite de liquidité permettent de réaliser des objets céramiques de grande taille grâce à la faible teneur d'eau entre les grains qui assure la stabilité des pièces au cours de la préparation et la cuisson (El Boudour, 2017). Grâce à la teneur en oxyde de fer dans ces argiles, les produits obtenus présentent une coloration rouge à orange. En revanche, les caractéristiques chimiques et minéralogiques des argiles de Marrakech permettent un usage plus vaste dans l'industrie céramique, à savoir la fabrication de tuiles de toiture, briques, vases, pichets et autres produits de décoration (Fig. I.20).



Fig. I.20. Vues de quelques ateliers de poterie au site Saada à Marrakech (photos prises en 2017).

CHAPITRE 3 : MATÉRIEL ET TECHNIQUES D'ÉTUDE

1 Matériel étudié

1.1 Matériaux céramiques des sites historiques étudiés dans la région de Marrakech

1.1.1 Les céramiques du palais El Badi

La campagne d'échantillonnage au sein du palais El Badi a été réalisée sous la surveillance de l'inspection des monuments historique de Marrakech. Les matériaux étudiés dans ce site ont été prélevés soit dans des endroits en cours de restauration selon une technique d'échantillonnage qui prend en considération la préservation du patrimoine architectural du bâtiment historique, soit dans la réserve du palais sous l'autorisation du coordinateur de l'inspection des monuments historiques. Les échantillons prélevés appartiennent à trois catégories de céramique traditionnelle (Fig. I.21 et I.22) :

- des zelliges qui décorent les murs, colonnes ou sols sont agencés sur un lit de mortier pour former un motif de décoration ;
- des fragments de canaux d'irrigation en terre cuite emboîtés et scellés au mortier en suivant les pentes du terrain pour irriguer les bassins et les jardin du palais ;
- des briques intercalées au pisé pour assurer son étanchéité et des briques de soubassement dont le rôle est de maintenir la fondation et protéger le mur contre les remontées capillaires.

La stratégie de prélèvement adoptée prend en considération plusieurs points :

- La couleur : les échantillons de zellige original prélevés sont de couleurs variées : bleue, miel, verte, blanche ou noire, i.e. ce sont les couleurs les plus utilisées dans les sites de l'époque Saadienne au Maroc.
- L'époque : l'échantillonnage comprend des matériaux originaux qui datent de la construction du palais au XVI^{ème} siècle, des zelliges de la première restauration (fin XX^{ème} siècle) et le zellige de la restauration actuelle.
- La nature : des matériaux de diverses natures ont été étudiés (i.e., zellige, mortier, briques et canaux d'irrigation).

- L'endroit : la plupart des prélèvements ont été réalisés dans les zones les plus dégradées et à accès restreint pour les visiteurs, tout en évitant les endroits risquant de s'effondrer ou de s'abîmer.
- L'état de dégradation - Les matériaux ont été prélevés dans les zones à dégradation avancée.



Fig. I.21. Sites de prélèvement des échantillons au sein du palais El Badi.

Au total, 25 échantillons ont été prélevés sur ce site, soit : 4 échantillons de briques (2 briques intercalées au pisé PBI et 2 briques de soubassement PBS), 17 pièces de zellige (9 zelliges originaux PBZ1, 4 zelliges de première restauration PBZ2 et 4 zelliges de restauration récente PBZ3), 2 échantillons de mortiers (PBM) et 2 fragments de canaux d'irrigation (PBC).

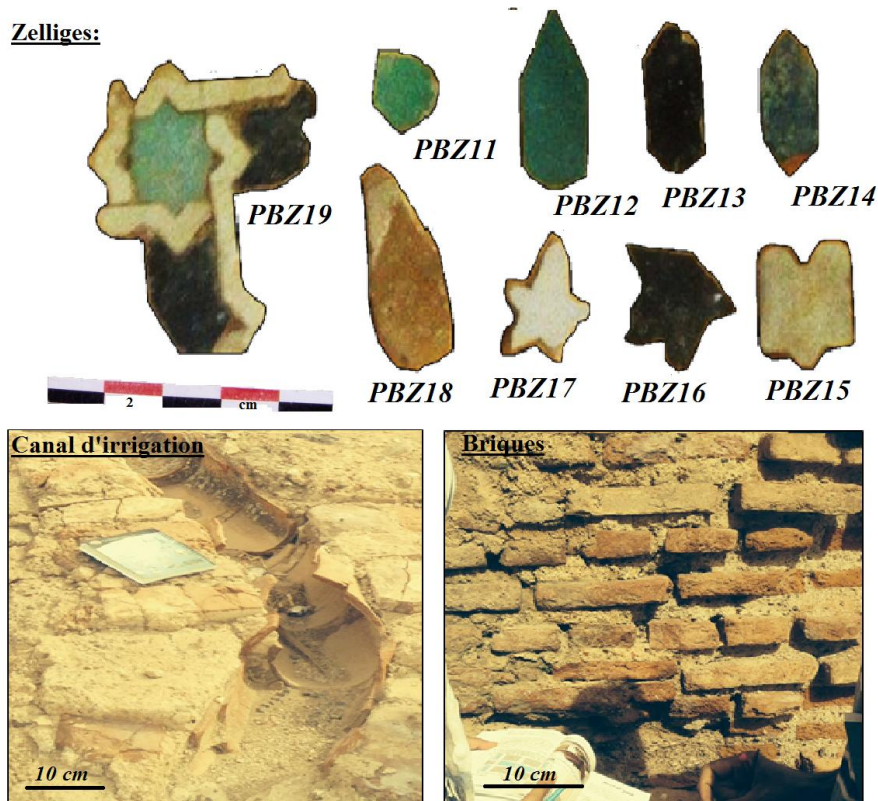


Fig. I.22. Echantillons de céramique traditionnelle originale étudiés du palais El Badi.

1.1.2 Les céramiques des tombeaux Saadiens

Les échantillons collectés et analysés dans ce site appartiennent à la céramique de décoration et à leur mortier (Fig. I.23). Il s'agit de zellige qui orne la partie extérieure de la Koubba Lalla Mesouada. Les pièces ont été prélevées dans les zones qui ont subi un effondrement de la mosaïque du zellige après gonflement du mur porteur à cause des remontées capillaires dans cette partie de la Koubba (Fig. I.24). Cette zone a été restaurée en 2016 grâce à un projet de restauration débuté en 2014, sous le patronage de l'inspection des monuments historiques de la ville Marrakech et le ministère de la culture. La zone de prélèvement contient aussi du matériel appartenant à la première tentative de restauration non archivée qui a eu lieu durant l'époque coloniale. Trois catégories de zellige et de mortier ont été échantillonnées dans ce site. Au total, 19 échantillons sont prélevés : 9 zelliges originaux (TSZ1), 4 zelliges de première restauration (TSZ2), 4 zelliges de restauration actuelle (TSZ3) et 3 mortiers de chaque période de restauration (TSM1, TSM2 et TSM3).



Fig. I.23. Echantillons de zellige original TSZ1 des tombeaux Saadiens prélevés à l'extérieur de la Koumba lors de la campagne de restauration.

Le zellige de l'intérieur de la Koumba a subi deux phases de restauration. Cependant la dernière restauration a eu lieu en 2014 et les zelliges retirés n'ont pas été conservés. Les analyses dans cette zone ont été faites *in situ* par des méthodes non destructives. Les motifs de zellige analysés consistent généralement en une étoile à huit branches appelée *Khatem* et une étoile à seize branches appelée *Sett-Acher*, entourée de plus de vingt motifs de couleurs et de formes (Fig. I.25), ce décor est inspiré de la mosaïque Mérinide *Stachri Bal Mtamen Bel Ktib*. Les couleurs utilisées pour orner la partie intérieure de ce bâtiment sont le vert, le bleu, le jaune, le blanc et le noir, c-à-d les mêmes couleurs utilisées pour la céramique décorative actuelle dans la plupart des palais et bâtiments de Marrakech. Au total, 122 échantillons d'émaux de zellige ont été analysés par fluorescence des rayons X portable : 38 échantillons de la glaçure originale, 53 échantillons de la glaçure des céramiques utilisées dans la première restauration (i.e., la plus largement distribuée sur le site) et 31 échantillons de la céramique de la deuxième restauration.

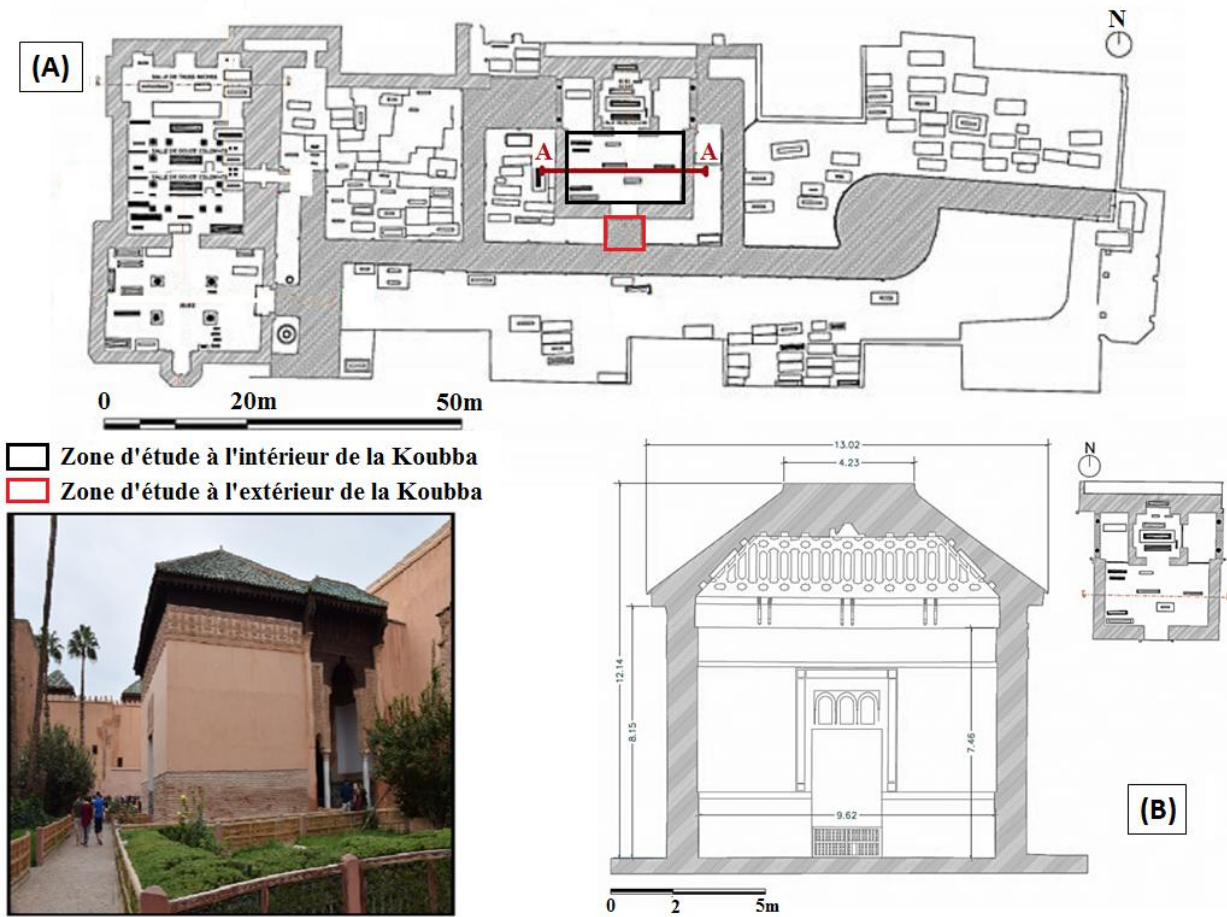


Fig. I.24. Plan des tombeaux Saadiens (A), Coupe transversale AA de la Koubba Lalla Mesouada (B) (Abdellaoui & Bounadi, 2017).

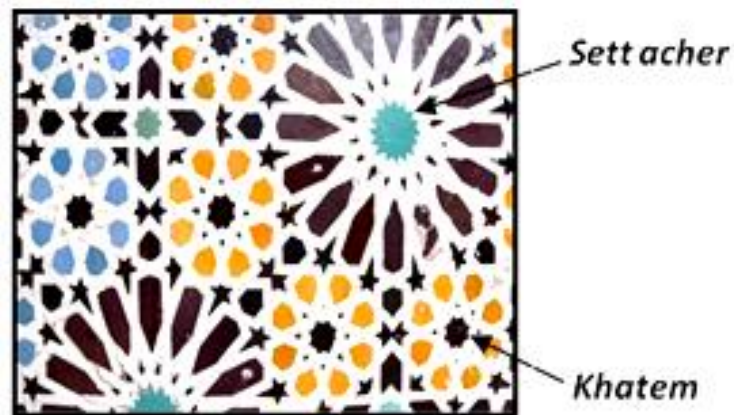


Fig. I.25. Couleurs et Motifs de zellige du Koubba au sein des tombeaux Saadiens (Paccard, 1986).

1.1.3 Les céramiques du site d'Aghmat

Dans le site d'Aghmat, trois catégories d'échantillons de céramique ont été identifiées et analysées (Fig. I.26) :

- La céramique structurelle, qui comporte les briques utilisées dans la construction des murs du Hammam (GHB).
- La céramique à usage domestique (pots, récipients, jarres, etc.) représentée par les débris de poterie découverts à l'intérieure et aux alentours du Hammam et qui correspond à l'ancien site des potiers d'Aghmat au XVI^{ème} siècle (GHP).
- La céramique utilitaire représentée par les tuiles ayant le rôle de couverture des murs et des toitures du Palais et du Hammam (GHT). Elles sont toutes en terre cuite avec une forme conique et sont déposées sur des pentes relativement faibles (~15°d'inclinaison). Un autre exemple de la céramique technique fut découvert dans la mosquée d'Aghmat, il s'agit des canaux d'irrigation en terre cuite qui relient la salle d'ablution avec les sources d'eau (GHC).

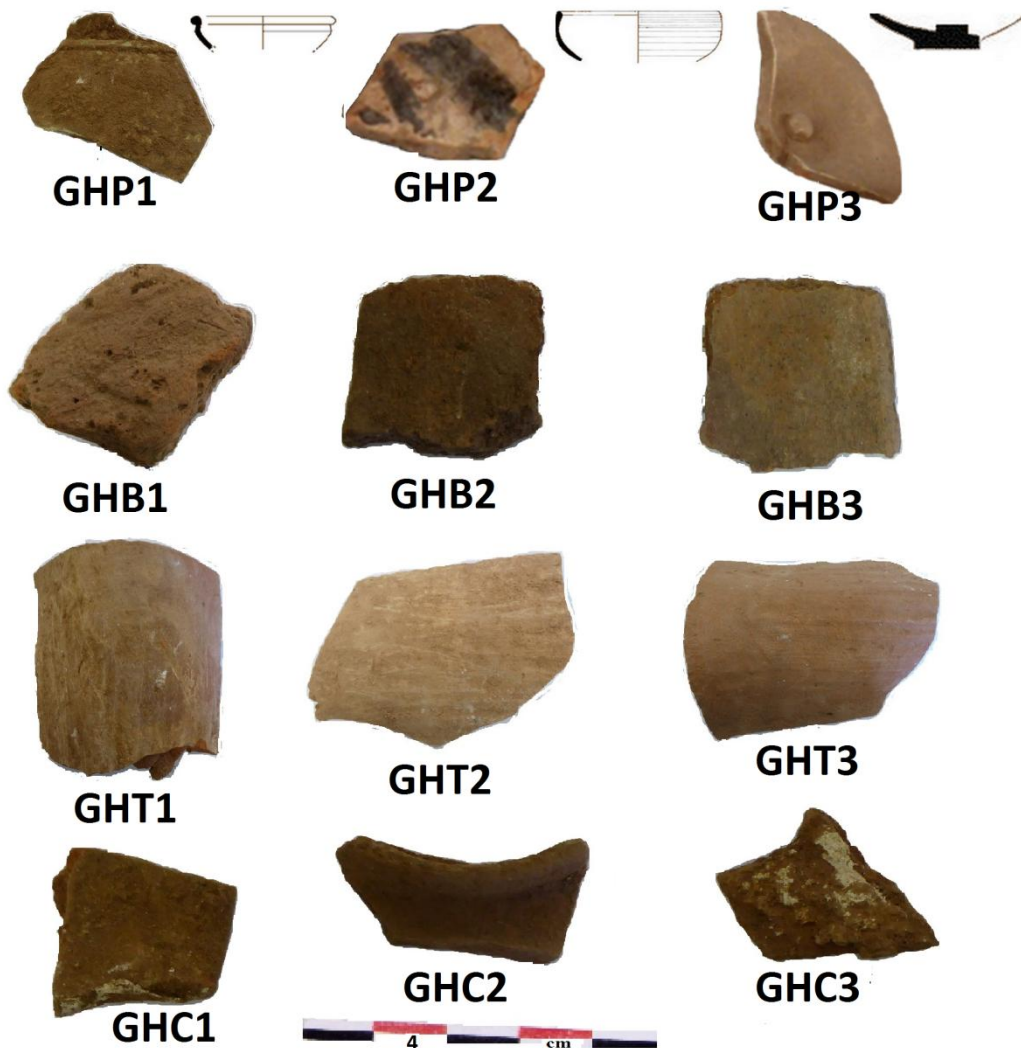


Fig. I.26. Echantillons collectés et analysés dans le site médiéval d'Aghmat.

Au total, 12 échantillons de céramique traditionnelle ont été prélevés dans différents endroits du site (Fig. I.27). Les débris de matériaux céramiques originaux sont démêlés à l'intérieur des bâtiments. Il faut noter que l'accès au site est restreint à cause des travaux d'exploration en cours, pour cela nous n'avons pas pu accéder aux différents endroits du site.

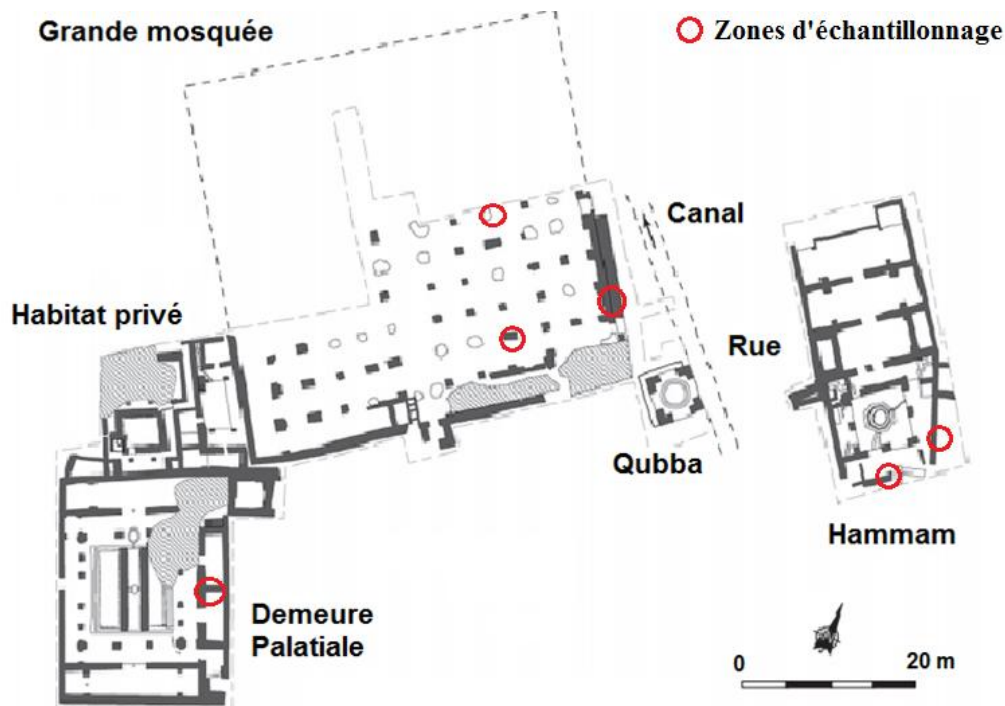


Fig. I.27. Zones de prélèvement des échantillons de céramique traditionnelle au sein du site archéologique d'Aghmat (Filli *et al.* 2014).

1.2 Gisement d'argile de Fès étudié

Les artisans du site de Fès-Benjlikh utilisent un mélange de deux matières argileuses pour atteindre la consistance désirée de la matière première utilisée dans la fabrication de la céramique traditionnelle. Il s'agit d'un mélange de 25% de marnes grises supérieures dites Lisses (ARFL) et 75% de marnes grises inférieures dites rugueuses (ARFR). Ces deux argiles ont été prélevées dans les deux niveaux marneux au sein de la carrière de Benjlikh (Fig. I.28). Un échantillon de mélange ARFM a aussi été ramené des ateliers du village des potiers situé à quelques dizaines de mètres de la carrière. Pour comprendre la variation verticale de la composition granulométrique et minéralogique des argiles dans cette carrière, nous avons procédé un échantillonnage vertical depuis la base de la série marneux jusqu'au sol, quatre échantillons ont été prélevés de chaque niveau, un échantillon à la limite entre les niveaux Lmless et Lhrech et un échantillon dans la tranche supérieure qui correspond au sol.

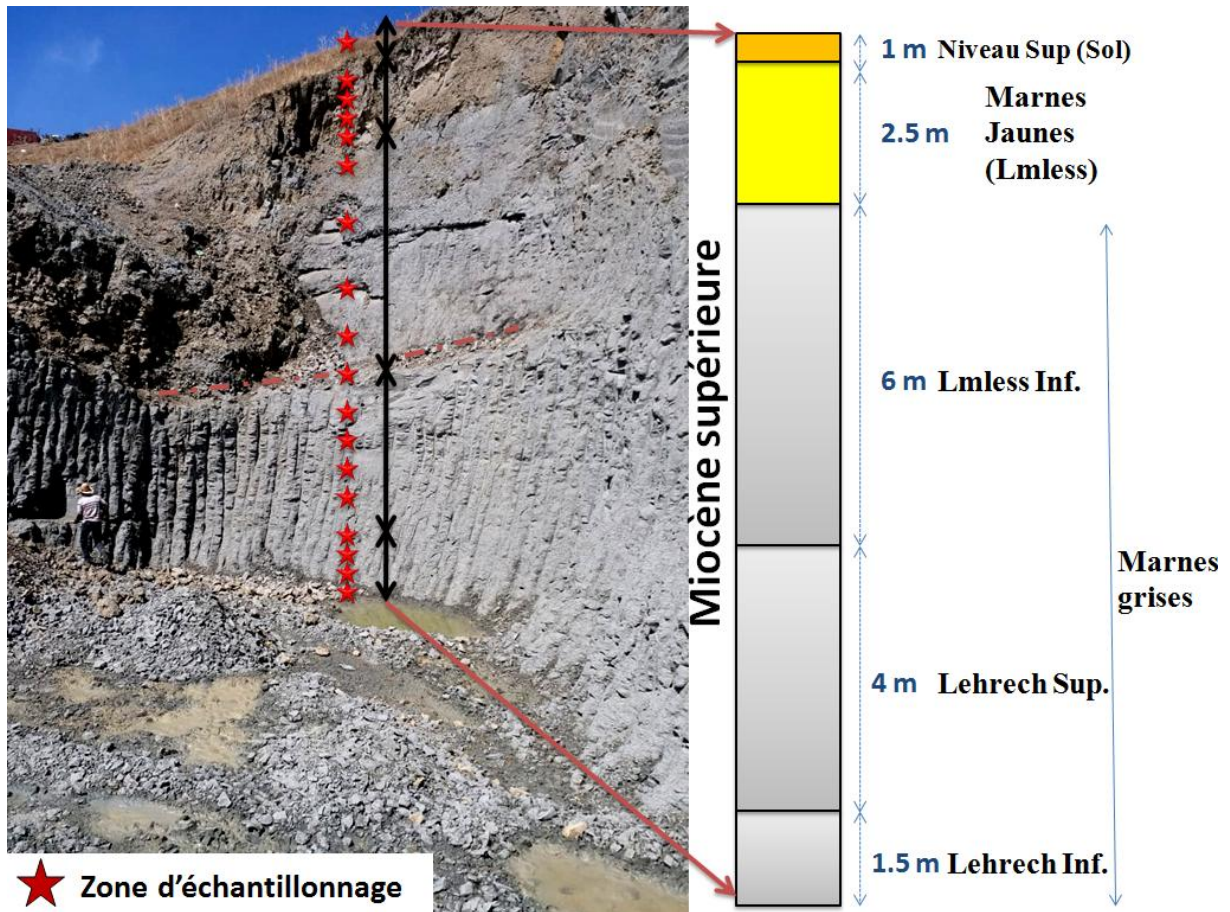


Fig. I.28. Zone de prélèvement des marnes grises dans la carrière de Fès.

Le mélange de ces deux matériaux passe par plusieurs étapes avant d'entamer la phase de confection des objets céramiques.

- Le concassage à la hache ou au bâton consiste à fragmenter les mottes en graviers, sable et grains fins.
- Le tamisage à sec de la fraction supérieure à 2 mm et humide pour les mailles inférieures à 2 mm. Le but est de réduire la granulométrie de la matière première pour certains types de produits tels que les pièces de décoration et les tajines.
- La matière première est ensuite déposée à l'air libre pour la sécher et par conséquent assurer une bonne pénétration de l'eau à travers les grains.
- Le mélange avec l'eau se fait dans des bassins de décantation pendant quelques heures (Fig. I.29), puis un malaxage de la pâte à l'aide des pieds est effectué afin d'éliminer les bulles d'air emprisonnées. La pâte est extraite des bassins et laissée reposer pendant 24 heures à l'air libre.



Fig. I.29. Pétrissage de la pâte argileuse dans le bassin de décantation à Benjlikh (photo prise à Fès en 2017).

2 Techniques d'analyses

2.1 Observation *in situ*

L'analyse des céramiques archéologiques commence par une étude de terrain qui consiste à faire des observations *in situ* des différentes pathologies et défauts qui affectent ces matériaux. Cela permet d'établir un constat d'état préliminaire, d'identifier les zones à risque d'effondrement, de déterminer le niveau de dégradation de chaque élément, d'établir le lien entre la nature des matériaux et le type de dégradation et enfin de repérer les zones appropriées à l'échantillonnage et aux analyses *in situ*. C'est une étape primordiale qui repose sur l'observation des caractéristiques morphologiques et iconographiques d'un objet. Son état de surface renseigne sur l'état de conservation et le niveau d'altération donne une idée sur l'intensité de dégradation. Les modalités de restauration peuvent aussi être repérées. Ces campagnes d'observation. Ces observations ont été réalisées plusieurs fois entre le matin et à midi avant de commencer l'échantillonnage au sein de chaque site.

2.2 Observations microscopiques

2.2.1 Microscopie optique

Les observations microscopiques de la texture et de l'état de surface, réalisées sur lame épaisse prélevée par sciage perpendiculaire à la surface des échantillons de zellige et les fragments de poterie, ont permis de mieux appréhender l'état structurel et superficiel de ces matériaux en se basent sur des critères tels que les dimensions, la description du tessou, des

glaçures et des inclusions. Les éléments des tessons et des glaçures ont été décrits selon les facteurs suivants : la couleur, la forme, la taille et la fréquence. Le microscope optique utilisé est de type CETI, Gx1500 ; du Département de Géologie, Université de Liège.

2.2.2 Analyse par Cathodoluminescence

La cathodoluminescence (CL) est une technique basée sur le bombardement de la surface d'un minéral par un faisceau d'électron. L'excitation de ce dernier par des impuretés chimiques dites activateurs au sein de la structure cristalline et son retour à l'état fondamental produit une lumière visible selon la nature physique de ces activateurs et leurs interactions (Sieber, 2012). L'observation d'une interface par CL peut être influencée par les conditions d'appareillage (fabricant, tension d'accélération, intensité de faisceau, vide, gaz ambiant, etc.). Le chauffage de l'échantillon par le faisceau d'électron peut aussi diminuer la luminescence ou changer sa couleur (Semo, 1974). Par conséquent, la description de la couleur par CL en pétrographie est subjective et l'appareil doit être couplé à un enregistreur de la longueur d'onde et d'intensité relative à la luminescence. En revanche, les observations en CL sont de plus en plus utilisées dans plusieurs domaines de la géologie pour déterminer la texture, la source de sédiments, le degré de compaction, les minéraux diagénétiques et détritiques. La CL d'un échantillon révèle des informations sur la composition, la texture et la structure.

L'échantillon, placé dans une chambre de type Nuclide sous vide (0.05 mbar), est bombardé par un faisceau d'électrons accélérés par une différence de potentiel électrique de 10 kV. Une fenêtre de verre au plomb de 5 cm de diamètre permet l'observation directe de la luminescence de l'échantillon. L'enregistrement des émissions se fait à l'aide d'une caméra haute définition 3CCD (Sony DXC-930P), couplée à un microscope optique (Leitz SM-LUX-POL). L'analyse a été réalisée avec un appareil de type Technosyn 8200 Mk3 cold au laboratoire de Pétrographie au Département de Géologie à l'Université de Liège.

En microscopie optique et cathodoluminescence, la lumière visible réagit avec le système cristallin du minéral et les photons réfléchis sont détectés et analysés par des capteurs ou à l'œil nu. En Microscopie Electronique à Balayage (MEB), les photons réémis sont remplacés par un spectre de particules ou de rayonnement apportant des informations sur la matière dont l'échantillon est constitué et qui sont convertis en imagerie texturale et chimique. Cela permet de visualiser les surfaces et de mettre en évidence la microstructure et les espaces inter et intra granulaires (jusqu'à 1µm).

Les analyses ont été réalisées à l'aide un appareil de marque Philips XL-30 équipé d'un spectromètre en dispersion d'énergie (EDS) au sein du Laboratoire de Chimie Inorganique et Structurale de l'Université de Liège. Une aliquote de 2 à 4 mm de diamètre de chaque échantillon est revêtue de carbone avant analyse. Les échantillons ont été analysés à différentes échelles d'observation (5 μ à 20 μ).

2.3 Diffraction des rayons X

2.3.1 Minéralogie totale

La Diffraction des rayons X (DRX) est la technique d'analyse la plus utilisée dans la détermination des phases minéralogiques micro et poly-cristallines. Son principe repose sur l'excitation de l'échantillon avec des rayons X issus d'une anode métallique sous forme d'un faisceau subparallèle. Ce dernier bombarde l'échantillon selon un angle θ (thêta) puis il se diffracte suivant la loi de Bragg, exprimée par la relation $n\lambda=2d\sin\theta$ (Holtzapffel, 1985).

Où

λ est la longueur d'onde du faisceau de rayon X,

θ : l'angle d'incidence,

d : l'espace inter-réticulaire entre deux plans cristallographiques

n : un nombre entier qui exprime l'ordre de diffraction.

Pour ce qui est du mode préparatoire, les échantillons sont séchés à l'étuve à 40 °C, puis broyés dans un mortier à agate avant d'être tamisés à 250 microns. Une aliquote est prélevée à partir des passants de ce tamis et placée dans un support plastique inerte en PVC. Les échantillons de poudre sont ensuite légèrement compactés afin d'éviter toute orientation préférentielle des particules minérales (Thiry et *al.* 2013). Ils sont enfin passés au diffractomètre pendant 20 min pour la détermination de la composition minéralogique totale.

Le diffractomètre de poudre utilisé est de type Bruker D8 Advance à anticathode de cuivre $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5418\text{\AA}$), liée à un générateur de haute tension (40 kV, 30 mA, 1200 W) et couplé à un logiciel de type EVA développé par la firme Bruker. Le goniomètre fait un pas de $0,02^\circ/2\theta$, avec une vitesse de mesure de 0,6 sec/pas et une vitesse de rotation de 2° par $2\theta/\text{min}$ selon le protocole du laboratoire AGES, à l'Université de Liège.

Le dépouillement des spectres se fait en se référant à la base de données du logiciel DIFFRAC^{plus}EVA, par comparaison avec les données des fiches de référence A.S.T.M. (Société américaine pour les tests et les matériaux) et à l'aide d'autres bases de données disponibles en ligne (crystallography.net/cod, webmineral.com, rruff.info, mindat.org).

L'analyse semi-quantitative des minéraux identifiés est faite à l'aide du logiciel TOPAS (Bruker) et vérifiée par la technique basée sur la multiplication des intensités mesurées de chaque minéral par un facteur multiplicatif (Tab. I.3).

Minéraux	2 Θ (CuK α)	d (Å $^\circ$)	F. correctif	Références
Quartz	26.45-26.95	3.37-3.31	1.00	1
Hématite	33.00-33.40	2.51-2.69	3.33	1
Calcite	29.25-29.60	3.04-3.01	1.65	1
Plagioclases	27.80-28.15	3.21-3.16	2.80	1
Feldspath-K	27.35-27.79	3.26-3.21	4.30	1
Gypse	11.30-11.80	7.83-7.50	0.40	1
Dolomite	30.80-31.15	2.90-2.87	1.53	1
Micas	8.70-9.10	10.20-9.72	6	1
Cristobalite	21.50-22.05	4.13-4.05	9	1
Argile total	22.90-23.75	4.40	20	2
Illite	8.95-8.99	10	1	3
Kaolinite	12.20-12.60	7.25-7.02	0.70	3
Chlorite	18.50-19.10	14	0.40	3
Smectite	4.70-5.20	17 (Ethylène glycol)	0.25	3
Vermiculite	18.64-18.95	14	0.34	3
Argiles fibreuses	7.00-7.40	11.90	2	3
Interstratifiés	Variable	Variable	0.40	3

Tab. I.3. Facteurs correctifs des principaux minéraux identifiés par diffraction des rayons X. (¹Cook et al. 1975 ; ²Boski et al. 1998 ; ³Fagel et al. 2003).

2.3.2 La fraction argileuse

Si tous les minéraux argileux possédaient des espaces inter-réticulaires différents, un seul passage de lame aux rayons X serait suffisant pour déterminer de la fraction argileuse d'un échantillon. Cependant, plusieurs espèces minérales présentent des feuillets d'épaisseurs et d'écartements voisins voir identiques. Dans ce cas des traitements spécifiques qui modifient

l'espacement interfoliaire permettent l'identification de ces minéraux. Deux traitements sont appliqués successivement sur la lame normale déjà analysée à savoir la saturation par l'éthylène glycol (EG) pendant 24h et le chauffage à 500 °C pendant 4h. La superposition des trois spectres (N, EG et C) obtenus permet d'identifier les minéraux argileux selon la position des pics sur le plan cristallographique (001) et leurs combinaisons (Tab. I.4).

Minéraux	Spectres		
	N	EG	C
Kaolinite	7	7	-
Illite	10	10	10
Chlorite	14	14	14
Vermiculite	14	14	10
Smectite	14	17	10
Palygorskite	10,4	10,4	-
Sépiolite	12	12	-

Tab. I.4. Positions des raies (001) des principaux minéraux argileux (Thorez, 1976).

2.3.3 Evolution de la minéralogie au cours de la cuisson

La composition minéralogique des argiles brutes et des échantillons de céramique est un facteur qui varie en fonction de la température de cuisson. Des phases minérales disparaissent au dépend d'autres phases néoformées plus stables dans les nouvelles conditions. L'étude de cette évolution permet de comprendre le comportement minéralogique de chaque échantillon, d'identifier les minéraux primaires et secondaires, détecter les phases dites à hautes températures et d'estimer la température de cuisson des échantillons déjà cuits.

Une partie de l'échantillon est broyée puis tamisée à 250 µm. Elle est ensuite mise dans des creusets en porcelaine et cuite dans un four programmable selon des conditions de cuisson les plus proches que possible que celles adoptées dans les fours de poterie au Maroc : vitesse de chauffe de 4 °C/min, un palier de 4h et un intervalle de température allant de 500 à 1000 °C. Après cuisson, les pâtes obtenues sont broyées et tamisées afin d'être passées au diffractomètre des rayons X.

2.4 Spectrophotométrie

Un spectrophotomètre portable type CM 700d de Konica Minolta est utilisé en mode réflexion spéculaire incluse (SCI) et exclue (SCE) pour comparer entre la couleur et

l'apparence des échantillons, au laboratoire des études des pigments et de peinture à l'Ecole Supérieure des Arts (ESA, Saint-Luc) à Liège. Une radiation monochromatique émise par le dispositif traverse la longueur de la cuve du spectrophotomètre (longueur d'onde λ), une partie de ce spectre de rayonnement est absorbée par la glaçure de l'échantillon, elle correspond à l'absorbance. Cette grandeur physique est convertie en termes de données chromatiques caractéristiques de chaque couleur (Bouzidi, 2012). Elle est utilisée pour l'étude de la glaçure de zellige des monuments afin de déterminer l'écart chromatique entre les couleurs de ces matériaux en fonction du temps (i.e., la période où ils ont été fabriqués) et du site (i.e., lieu où ils ont été prélevés).

Les données chromatiques mesurées sont représentées dans l'espace de couleur Y_{xy} (Espace CIE, 1931). Une autre représentation a été effectuée sur l'espace chromatique L^*a^*b pour mieux visualiser les écarts entre les couleurs (Kowaliski, 1990). Les données obtenues ont été traitées par le logiciel SpectraMagic TM NX Pro.

2.5 Fluorescence des Rayon X

La fluorescence des rayons X est utilisée afin de déterminer la composition chimique des matériaux analysés. Cette technique a été utilisée à deux échelle ; à l'échelle du Laboratoire et *in situ* (XRF portable).

2.5.1 Fluorescence des rayons X de laboratoire

La technique de fluorescence X de laboratoire (XRF) a été utilisée afin de déterminer l'abondance des éléments chimiques présents dans les échantillons de céramique traditionnelle prélevés sur les sites et dans les argiles. La XRF a été réalisée sur des perles de verre préparées en mélangeant du tétraborate ou métaborate de lithium avec l'échantillon finement broyé ($\leq 250 \mu\text{m}$). Le mélange est compacté sous forme de pastilles puis passé à l'appareil XRF pour mesurer sa composition chimique majeure (SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 , Fe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O et P_2O_5). La perte au feu est préalablement déterminée par l'écart de masse avant et après calcination à $950 \text{ }^\circ\text{C}$.

L'appareil XRF de type ARL PERFORM-X 4200 est celui au Laboratoire Geopetro de l'Université de Liège. Il est équipé d'un tube Rh et fonctionne avec un mélange de gaz argon-méthane. Le programme de traitement des données est IQ+.

La composition élémentaire des émaux a été déterminée par une mesure non destructive en utilisant le même appareil de fluorescence X. Une zone de $108 \mu\text{m} \times 88 \mu\text{m}$ de la surface de

chaque glaçure, nettoyée à l'eau distillée, est mise directement sous le dispositif en ajustant l'émetteur du rayonnement de sorte qu'il mesure seulement les éléments chimiques de la glaçure sans qu'elle la traverse vers le tesson. Une analyse quantitative a été réalisée en utilisant les normes d'Oxford Instruments (Fremont, USA) de métaux, de composés synthétiques et de minéraux naturels. Le contenu représente la moyenne de trois à cinq mesures.

2.5.2 Fluorescence des rayons X portable

Les appareils de fluorescence des rayons X portables (pXRF) représente un outil efficace pour une analyse élémentaire non destructive *in situ* (Schackley, 2011; Frahm & Doonam, 2013; Shugar & Mass, 2014 ; Ceccarelli, 2016). Les spectres pXRF ont été collectés à l'aide d'un instrument analyseur portatif Bruker AXS disponible au Centre d'Analyse et de Caractérisation CAC de l'Université Cadi Ayyad de Marrakech. L'analyse a été réalisée à 50 kV et 20 μ A pour une excitation optimale. Les mesures ont été effectuées directement sur les mosaïques de zellige des monuments historiques afin de déterminer la composition chimique de la glaçure sans porter atteinte au matériel archéologique du site (Fig. I.30). Pour une question de reproductibilité, les résultats obtenus représentent la moyenne de trois à cinq mesures.

L'instrument fournit le mode universel, réunissant les avantages des étalonnages empiriques et FP, la détection automatique de méthode et l'excitation à double énergie. Dans la première seconde d'une mesure, l'analyseur détermine la meilleure tension d'excitation, le courant d'anode et le filtre de faisceau en fonction principalement de l'élément matriciel (Ti, Al ou Cu) et passe automatiquement à celui-ci. Dans les cinq secondes qui suivent, l'algorithme détermine si la mesure bénéficierait d'une seconde analyse à une énergie inférieure (Dual Mode). En règle générale, à la fin d'un test de 10 à 15 secondes, l'étalonnage approprié est choisi (empirique ou FP) et les résultats s'affichent.

L'analyse statistique et la visualisation des résultats sont servies à l'aide des fonctions fournies par les deux packages FactoMineR et Factoextra sous le logiciel R. Les méthodes statistiques utilisées sont l'analyse en composantes principales (ACP) et la classification hiérarchique des composants principaux (HCMC) (Husson *et al.* 2010).



Fig. I.30. Analyse XRF portable *in situ* sur le zellige des tombeaux Saadiens.

2.6 Spectroscopie Infrarouge

La spectroscopie Infrarouge est une technique de caractérisation de la composition chimique et minéralogique, complémentaire à la diffraction et à la fluorescence des rayons X. Cette technique est plus efficace pour la détection des minéraux hydratés, des hydroxyles internes et externes et pour les radicaux silicatés $(Si_{\alpha}O_{\lambda})_n$ (Konan et *al.* 2010 ; Aarfane et *al.* 2014). Comme pour la diffraction des rayons X, le spectre infrarouge dépend des caractéristiques de la phase cristalline de l'échantillon. Les bandes d'absorption infrarouge sont dues aux vibrations des atomes autour de leur position d'équilibre. La masse des atomes, les forces de liaison et d'arrangement dans la molécule ou dans le cristal déterminent la fréquence de vibration. Par conséquent, chaque substance chimique possède un spectre d'infrarouge caractéristique (Maglione et *al.* 1975).

Les spectres infrarouges (FTIR) ont été réalisés à l'aide d'un spectrophotomètre à transformée de Fourier NICOLET NEXUS dans la gamme de longueurs d'onde de 400 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} et avec une résolution spectrale est de $\sim 1 cm^{-1}$. Les échantillons ont été dilués dans une matrice de KBr dans des proportions de 1 à 2 mg de matériel argileux pour 150 mg de KBr. Les analyses ont été effectuées sous air sec de manière à éviter toute contamination atmosphérique.

2.7 Analyses granulométriques

Le principe est basé sur la séparation des grains d'un échantillon meuble en fractions de gravier, sable, silt et argile. La classification adoptée est celle qui correspond à la norme française NF P18-560 définie comme suit : argile < 2 μm , 2 < silt < 63 μm , 63 μm < sable < 2 mm, 2 mm < gravier < 20 mm. La technique granulométrique utilisée dans ce travail comprend le tamisage sec complété par la diffraction laser. Les analyses ont été réalisées au laboratoire de Géosciences, Géoressources et Génie civil (L3G) de l'Université Cadi Ayyad.

La granulométrie par tamisage consiste à faire passer successivement à travers des tamis de mailles carrées de plus en plus petite l'échantillon, ce dernier est préalablement séché dans l'étuve à 40 °C pendant 24h. Le refus du tamis > 2 mm correspond à la fraction graveleuse de l'échantillon, et le passant vers le tamis suivant correspond aux fractions sableuse (2 mm - 63 μm), silteuse (2 - 63 μm) et argileuse (< 2 μm). Ces trois fractions ont été analysées par granulométrie laser.

La granulométrie laser permet de mesurer la distribution granulométrique des particules de 2 μm à 2 mm de diamètre. L'appareil utilisé pour cette analyse est de marque Horiba L600. Il possède une diode laser à 650 nm couplée à des détecteurs frontaux, latéraux et arrières avec un système de circulation qui comprend une pompe centrifugeuse et une cuve à ultrasons pour une dispersion optimale des particules. Une aliquote de l'échantillon brut (~1g) est séchée dans l'étuve à 40 °C puis mise en suspension dans un bécher en utilisant de l'eau minéralisée. Les béchers sont déposés sur une plaque agitatrice en ajoutant un barreau aimanté 5 à 10 min jusqu'à ce que l'échantillon soit délité et homogène. L'échantillon est introduit dans la cellule de mesure jusqu'à ce que le taux d'obscurité du faisceau soit compris entre 10 à 20%. Les échantillons contenant de la matière organique doivent être traités par H₂O₂ (10%) sous hôte puis rincés avec de l'eau déminéralisée avant de commencer l'analyse. L'affichage des courbes granulométriques obtenues et le calcul des paramètres de distribution des particules a été fait via le logiciel Mastersizer 2000.

2.8 Essai de bleu de méthylène

L'Essai au bleu de méthylène (VBS) est une analyse de caractérisation géotechnique pour calculer la teneur en argile d'un échantillon. La mesure correspond à la quantité de bleu de méthylène pouvant être absorbée sur les surfaces externes et internes des particules argileuses. Les minéraux gonflants de type montmorillonites absorbent beaucoup plus le bleu de méthylène que les autres minéraux argileux tels que la kaolinite et l'illite. La valeur de VBS,

correspond à la quantité en grammes de bleu de méthylène adsorbée par 100 g de fraction 0/50 mm d'un sol (NF P 94-068 ; NF EN 933-9 ; NF P 18-592).

L'essai consiste à injecter successivement 5 à 10 cm³ de solution de bleu de méthylène sur l'échantillon mis en suspension et maintenu en agitation à 400 tr/min. une goutte de la suspension est déposée sur un papier chromatographique jusqu'à avoir une auréole sphérique bleue claire et de largeur millimétrique dans la zone humide de la tache (Fig. I.31). A ce stade, des taches sont réalisées de minutes en minutes, sans ajout de solution. Si l'auréole apparaît toujours à la cinquième tache, l'essai est positif. Si ce n'est pas le cas, on réinjecte la solution de bleu avec un pas de 2 à 5 cm³. La valeur de VBS est exprimée par la formule suivante :

$$\text{VBS} = (\text{B}/\text{m}_0) * 100$$

où

B est la masse de bleu de méthylène introduite après le test positif (solution à 10 g/l),

m₀ est la masse sèche de la prise d'essai.

Pour les matériaux dont le diamètre de particules est supérieur à 5 mm, on multiplie cette valeur de VBS par un facteur C qui exprime la proportion de la fraction 0-5 mm dans la fraction 0-50 mm du matériau sec.

Fraction	Valeur de VBS
Sols sableux	0 – 0.2
Sols limoneux	0.2 - 2.5
Sols limoneux-argileux	2.5 – 6
Sols argileux	6 – 8
Sols très argileux	> 8

Tab. 5. Nature du sol correspondant à la valeur de VBS obtenue selon NF P 94-068.



Fig. I.31. Equipements utilisés dans l'essai du VBS. (1 : Papier filtre ; 2 : Bleu de méthylène ; 3 : Bêcher rempli d'eau distillée ; 4 : Burette ; 5 : agitateur à ailettes ; 6 : Tige en verre) (Laboratoire ArGenco, Liège).

2.9 Limites d'Atterberg

L'essai des limites d'Atterberg est réalisé avec un appareil de Casagrande (Fig. I.32) sur des matériaux passés au tamis à 450 μm afin d'éliminer les particules de sable grossier. Il s'effectue en deux phases (NF P 94-051).

- Recherche de la teneur en eau pour laquelle une rainure pratiquée dans un échantillon placé dans une coupelle de caractéristique imposée se ferme lorsque la coupelle et son contenu sont soumis à des chocs répétés. On parle de la limite liquidité (LL).
- Recherche de la teneur en eau pour laquelle un rouleau de cet échantillon de dimension fixée et confectionné manuellement se fissure. On parle de limite de plasticité (LP).



Fig. I.32. Equipements utilisés pour l'essai des limites d'Atterberg. (1 : Dessiccateur ; 2 et 3 : Truelles ; 4 : Spatule ; 5 : outil à rainurer ; 6 : Appareil de Casagrande) (Laboratoire ArGenco, Liège).

Pour déterminer la limite de liquidité, une masse de pâte homogène d'environ 70 g est étalée avec une spatule dans la coupelle de l'appareil Casagrande (Fig. I.33). Elle est ensuite partagée en deux à l'aide d'outil de rainure en le tenant perpendiculairement à la surface de la coupelle fixée à un support métallique. La pâte est soumise à une série de chocs à la cadence de 2 coups par seconde jusqu'à que les lèvres de la rainure se rejoignent sur une longueur d'environ 1 cm. On note N le nombre de chocs nécessaire à la fermeture de la rainure. Si N est inférieur à 15, le processus est recommencé avec un matériau plus sec et homogénéisé à nouveau. Si N est supérieur à 35, l'opération est renouvelée sur un prélèvement de pâte auquel a été ajouté un peu d'eau distillée. L'essai se poursuit tant que N est compris entre 15 et 35. Environ de 5 g de pâte est prélevé dans la coupelle de chaque côté des lèvres de la rainure à l'aide d'une spatule. Le prélèvement est placé dans une boîte de pétri de masse connue et pesé avant d'être séché à l'étuve puis pesé à nouveau à sec. L'opération est faite au moins quatre fois sur la même pâte, mais avec différentes teneurs en eau.

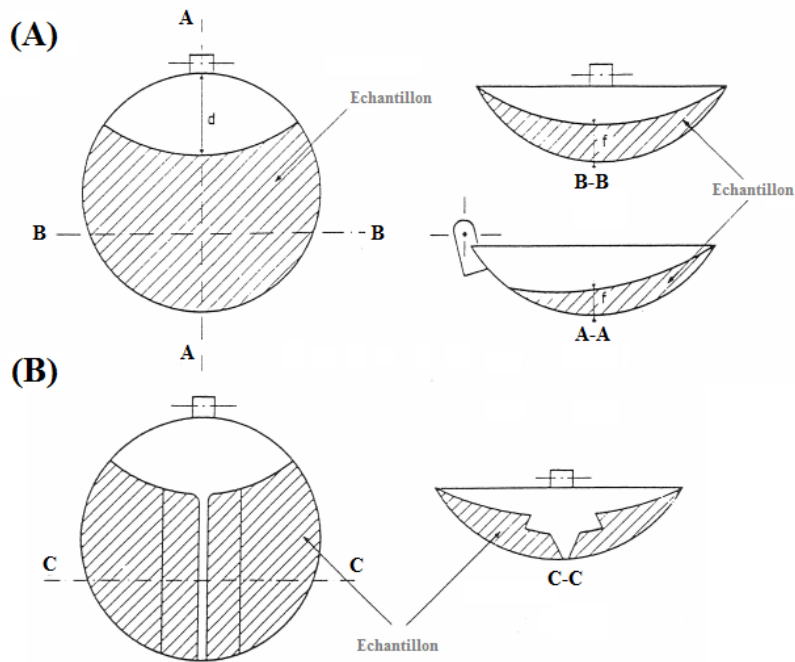


Fig. I.33. Détermination de la limite de liquidité, (A) Remplissage de la coupelle de la Casagrande, (B) Réalisation de la rainure (NF P 94-051).

La limite de liquidité W_L est la teneur en eau du matériau qui correspond conventionnellement à une fermeture sur 1 cm des lèvres de rainure après 25 chocs. Elle est calculée à partir de l'équation de la droite moyenne ajustée sur les valeurs expérimentales.

Pour détermination la limite de plasticité, une boulette de la pâte est roulée à la main sur une plaque lisse jusqu'à atteindre un rouleau de 3 mm de diamètre et 10 cm de longueur. La limite de plasticité est obtenue lorsque le rouleau se fissure et que son diamètre atteint 3 mm \pm 0.5 mm. Si aucune fissure n'apparaît, le rouleau est réintégré à la boulette et la pâte est malaxée à nouveau sous un flux d'air chaud à une température inférieure à 50 °C. A la fin de cette étape, le rouleau est placé dans une boîte de pétri de masse connue puis pesé et introduit à l'étuve. La limite de plasticité W_P est la teneur en eau conventionnelle d'un rouleau qui se fissure au moment où son diamètre atteint 3 mm \pm 0.5 mm. W_P est la moyenne arithmétique de trois teneurs en eau obtenues sur trois essais.

L'indice de plasticité I_P est la différence entre les valeurs de limites de liquidité et de plasticité : $I_P = W_L - W_P$, exprimé en pourcentage. Le tableau I.6 donne une classification des matériaux en fonction de la limite de plasticité.

Indice de plasticité	Degré de plasticité	Exemple
$0 < I_p < 12$	Matériau non plastique	Sable limoneux ou argileux, Sable
$12 < I_p < 25$	Matériau moyennement plastique	Limon sableux, Limon
$25 < I_p < 40$	Matériau plastique	Limon argileux
$I_p > 40$	Matériau très plastique	Argile

Tab. I.6. Classification des matériaux en fonction de la limite de plasticité selon NF P 11-300.

2.10 Essais céramiques

2.10.1 Confection des échantillons (Briquettes d'essai)

Les essais céramiques ont été effectués sur des briquettes de dimension 2 x 2 x 10 cm réalisées à partir des argiles de Fès. Plusieurs formulations ont été testées afin d'obtenir des matériaux de substitution de bonne qualité pour les restaurations (Tab. I.7). Les paramètres principaux considérés dans la fabrication de ces briquettes sont le taux de mélange des deux argiles, la vitesse de cuisson, le palier et la température maximale. Les différentes combinaisons de ces quatre paramètres ont permis d'obtenir un total de 30 échantillons de briquettes. Chaque briquette a fait l'objet d'analyse pour déterminer le retrait à la cuisson, la porosité, la composition minéralogique, la nature des défauts et la résistance mécanique.

Echantillon	Formulations	T° de cuisson	Durée du palier	Vitesse de chauffe	Justification de la combinaison des paramètres
T1M1 T1M2 T1M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	950°	0h	2°/min	Cycle utilisé actuellement dans les fours à gaz par les artisans
T2M1 T2M2 T2M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	950°	2h	3°/min	Cycle utilisé actuellement dans les fours traditionnels à bois
T3M1 T3M2 T3M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	950°	4h	2°/min	Possibilité de détection des phases dites de haute température (mullite, cristobalite, spinelle)
T4M1 T4M2 T4M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	850°	0h	2°/min	Changement de la T° de cuisson.
T5M1 T5M2 T5M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	850°	2h	2°/min	
T6M1 T6M2 T6M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	850°	4h	2°/min	
T7M1 T7M2 T7M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	850°	0h	4°/min	Changement de la T° et la Vitesse de cuisson.
T8M1 T8M2 T8M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	950°	0h	4°/min	Changement de vitesse de cuisson (Diminuer la durée de cuisson).
T9M1 T9M2 T9M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	950°	0h	6°/min	
T10M1 T10M2 T10M3	25% L/75% R 50% L/50% R 75% L/25% R	950°	0h	8°/min	

Tab. I.7. Différentes briquettes obtenus sur les argiles de Fès, suite à la variation des paramètres de formulation et de cuisson.

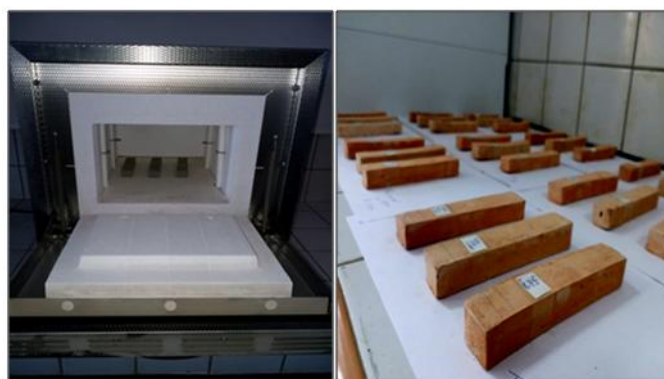


Fig. I.34. Four utilisé pour la cuisson des différentes briquettes (Laboratoire des Géosciences, Géorressources et Génie civil, Marrakech).

2.10.2 Retrait à la cuisson

Au cours de la cuisson, les matières premières argileuses se rétrécissent ou se dilatent selon les changements chimiques et minéralogiques au sein de la structure cristalline. Cet essai consiste à évaluer les changements dimensionnels de la briquette après cuisson. La longueur est mesurée en diagonale avant et après cuisson et le taux de retrait est estimé par la relation :

$$R_c (\%) = (L_s - L_c) * 100 / L_s,$$

où R_c est le retrait à la cuisson à une température donnée, L_s est la longueur en diagonale avant cuisson et L_c après la cuisson.

2.10.3 Absorption d'eau et porosité

L'absorption d'eau consiste à mesurer le volume d'eau qui pénètre à travers la porosité ouverte d'un échantillon. Le poids sec est mesuré avant d'immerger la briquette dans un bac rempli d'eau déminéralisée durant un minimum de 48h jusqu'à masse humide constante. A la sortie de l'eau, la briquette est essuyée puis repesée. La masse est considérée constante lorsque deux pesées successives à 24h d'intervalle ne donnent pas une différence supérieure à 0.1 %. L'absorption d'eau est calculée par l'équation suivante :

$$A (\%) = (P_h - P_s) * 100 / P_s,$$

où P est la porosité apparente, P_h est le poids humide et P_s le poids sec de la briquette. La porosité n (%) est obtenue par la formule :

$$n (\%) = (A * P_s) / 100.$$

2.10.4 Resistance mécanique à la flexion et à la compression

L'étude du comportement mécanique d'un matériau céramique a pour but de connaître sa réponse à une contrainte donnée. Le terme résistance mécanique désigne le point limite avant la rupture en flexion ou en compression, et elle est calculée à partir des formules suivantes.

$$(1) R_f = f * L / (d^2 * d')$$

où

R_f est la résistance à la flexion exprimée en MPa,

f est la charge maximale en Newton,

L est la distance entre les cylindres d'appui,

d et d' sont les dimensions latéraux de la briquette en mm.

$$(2) R_c = f / A$$

où

R_c est la résistance à la compression exprimée en Mpa,

f est la charge maximale en Newton,

A est l'aire de section de la briquette exprimée en mm^2 .

Ces essais sont réalisés grâce à un appareil de type *Instron universal testing machine* équipée d'un dynamomètre de 300 kN (Fig. I.35), du laboratoire de Génie des Matériaux, du département de Chimie à la Faculté des Sciences et Techniques, Marrakech.



Fig. I.35. Equipement utilisés dans les analyses mécaniques pour déterminer la qualité des briquettes en fonction du cycle de cuisson.

PARTIE II :
RESULTATS DES INVESTIGATIONS ET DES
ANALYSES

CHAPITRE IV : CONSTAT D'ETAT : DIAGNOSTIC ET ETAT DE DEGRADATION DES CERAMIQUES DES MONUMENTS ETUDIES

Selon le constat d'état que nous avons réalisé sur les monuments étudiés, les dégradations concernent toutes les structures et tous les matériaux utilisés dans l'édification de ces monuments. Dans les murs de soutènement principalement construits par la technique du pisé, les aspects de dégradations et les facteurs qui ont abouti à l'altération des murs des édifices architecturaux Saadiens sont largement décrits par Gamrani (2014) et Daoudi et *al.* (2018). Dans ce chapitre nous mettons l'accent surtout sur la dégradation des céramiques archéologiques et sur le zellige en particulier. Les dégradations, qui sont à l'origine de la destruction des céramiques archéologiques au palais El Badi et dans les tombeaux Saadiens, sont nombreuses et diversifiées. Certaines sont dans un état très avancé qui nécessite une intervention urgente, d'autres sont d'une ampleur modérée. Certaines sont communes pour toutes les structures alors que d'autres sont spécifiques aux zelliges.

1 Dégradation des structures porteuses des céramiques (Murs en pisé)

La technique du pisé utilisée par les Saadiens pour construire les murs extérieurs de leurs édifices offre plusieurs avantages à savoir le faible coût de réalisation, la rapidité de construction, économie de bois, résistance au feu et une bonne isolation thermique (Gamrani, 2014). Cependant, le pisé est sensible à l'eau et aux écarts thermiques dans les zones à climat aride et semi-aride. La dégradation d'un mur va avoir des répercussions sur toutes ses structures (i.e., céramique structurelle, zellige, revêtements, plâtre).

Le constat d'état qui a été réalisé sur le pisé des monuments historiques de la région de Marrakech (Gamrani, 2014 ; Daoudi et *al.* 2018) a dévoilé plusieurs défauts de construction et de restauration (Fig. II.1) :

- l'absence de soubassement favorise l'érosion de la partie basale du pisé en créant une structure en dents de scie ;
- l'absence d'enduit qui protège le mur et qui assure son étanchéité ;
- des remontés capillaires ;
- des fissures et les fractures le long des murs.
- la dégradation biologique qui détruit le pisé soit par voie mécanique (griffes, creusage, etc..) ou par action chimique (excréments chargés en solutions acides qui décomposent

les carbonates de calcium de l'enduit et les éléments qui entrent dans la construction du mur).

- Absence de restauration des briques intercalés au pisé.



Fig. II.1. Aspects de dégradation des murs des monuments historiques Saadiens dans la région de Marrakech (photos prises au palais El Badi et tombeaux Saadiens en 2016).

2 Dégradation du zellige des monuments historiques Saadiens de Marrakech

Le constat d'état nécessite une mise à jour continue à travers une inspection périodique pour suivre l'évolution des dégradations et prendre les précautions nécessaires pour en limiter les conséquences. Après nombreuses observations, nous avons constaté que les pathologies sont semblables d'un site à l'autre, et que les matériaux céramiques font partie d'un ensemble architectural où chaque matériel est susceptible de se dégrader et d'altérer les autres constituants. Le diagnostic du zellige au sein de ces structures archéologiques implique une étude approfondie de toutes ses composantes. Par conséquent, cette partie du travail a été réalisée en collaboration avec une équipe de spécialistes de l'école supérieure des arts de Liège (Valérie Rousseau, Catherine Cools et Leila Rebouh), pour permettre d'évaluer le degré

de durabilité ou d'altération de chaque zellige dans le but de déterminer, entre autres, les mesures nécessaires à leur préservation (Scaff, 2017).

Les dégradations que nous avons constatées peuvent être hiérarchisées en trois catégories : celles situées au niveau du contact entre l'émail et le support céramique (i.e., interface glaçure- tesson); celles localisées entre la mosaïque de zellige et le mortier et enfin celles qui affectent l'interface entre le mortier et le mur porteur de zellige.

2.1 Dégradation à l'interface glaçure tesson

Les problèmes qui se manifestent dans cette interface sont groupés par ordre d'importance dans le tableau II.1 :

Type de dégradation	Description	Remarques
Fissures	Discontinuité brutale dans un matériau sous l'effet de contraintes internes ou externes ; la matière se désolidarise de son support sur une certaine surface. Tant que les forces de contraintes ne sont pas libérées, elle entraîne une grande concentration de contrainte à son fond (Fig. II.2).	On distingue les microfissures et les macrofissures qui traversent toute la structure. Elles peuvent se manifester dans toutes les directions, parfois ils suivent les contours de la glaçure et parfois ils passent à travers. C'est la dégradation qui affecte le plus le zellige.
Fracture et bris	Ce phénomène résulte de l'existence d'une matière inappropriée dans l'argile des tesselles, comme par exemple les grains de chaux qui réagissent au cours du temps avec l'humidité de l'air, se gonflent et entraînent des fissures locales aux pièces.	Les fractures sont fréquentes, les zelliges se fissurent mais ne se cassent pas, à moins d'un choc important. Cela peut produire une disparition de la glaçure ou un éclatement de la pièce dans un stade avancé.
Desquamation de l'émail	Se caractérise par une perte de l'émail qui va laisser la pâte à nu. Il s'agit de dégâts irréversibles qui ne concernent que le revêtement.	Il est répandu sur l'entièreté des panneaux de zelliges. Ce phénomène débute par les bords et les coins puis affecte le centre jusqu'à la disparition totale de l'émail.
Dévitricification	Il s'agit d'une altération qui concerne le revêtement vitreux lié à un phénomène de cristallisation.	Cette altération a été surtout observée sur les émaux de couleur noir et vert. Le tesson aura un rendu mat, crouteux ou irisé.

Eclats	Il ne concerne pas seulement le revêtement mais également le tesson. L'altération est plus profonde, le zellige se trouve à nu et est plus vulnérable aux autres facteurs d'altérations tels que l'encrassement superficiel ou imprégné.	Il affecte beaucoup plus les zelliges récents comparés aux zelliges anciens qui sont moins touchés par ce type de dégradation.
Encrassement de surface	Il comprend la poussière, la pollution, des particules organiques comme de la terre ou encore du sable. Tous ces éléments sont véhiculés par le vent, l'eau ou le mouvement humain.	Il est omniprésent sur tous les sites, il s'agit du premier facteur rencontré lors des différents constats d'états. Celui-ci est plus conséquent dans les zones extérieures.
Usures, abrasions et rayures	Il s'agit de zones d'effacement, affectant la glaçure ou la pâte. Cette usure est provoquée par le frottement. Elle peut entraîner la disparition totale ou partielle des glaçures.	C'est une desquamation de l'émail à grande échelle, plus fréquente à l'entrée des monuments où les zelliges sont exposés aux piétinements des visiteurs.
Picots	Il s'agit de petits orifices présents à la surface de la glaçure, dus à des bulles d'air piégées à l'interface glaçure-tesson.	On en observe généralement moins d'une dizaine par glaçure mais ce phénomène crée des zones de faiblesse qui peuvent aboutir à la perte du revêtement.
Coque d'œuf	Cela correspond à un défaut du revêtement qui apparaît lors de la cuisson et provoque un aspect coquille d'œuf ou peau d'orange.	Ce phénomène est beaucoup répandu sur les nouveaux zelliges.
Matité glaçure	C'est un phénomène lié à la cuisson de la glaçure qui devient mate sous l'effet de la chaleur.	Il n'est pas toujours évident de différencier la matité, la dévitrification et l'usure du revêtement vitreux car les trois tendent à rendre le zellige mat. On observe ce phénomène sur les zelliges de couleur foncé noir, brun ou vert.
Craquelures	Ils proviennent d'un phénomène de dilatation et de contraction du revêtement vitreux de manière non proportionnelle à la pâte du zellige.	Cette dégradation offre un point d'entrée à l'encrassement. L'altération peut-être plus ou moins importante.

Tab. II.1. Les différentes pathologies observées dans l'interface glaçure tesson.

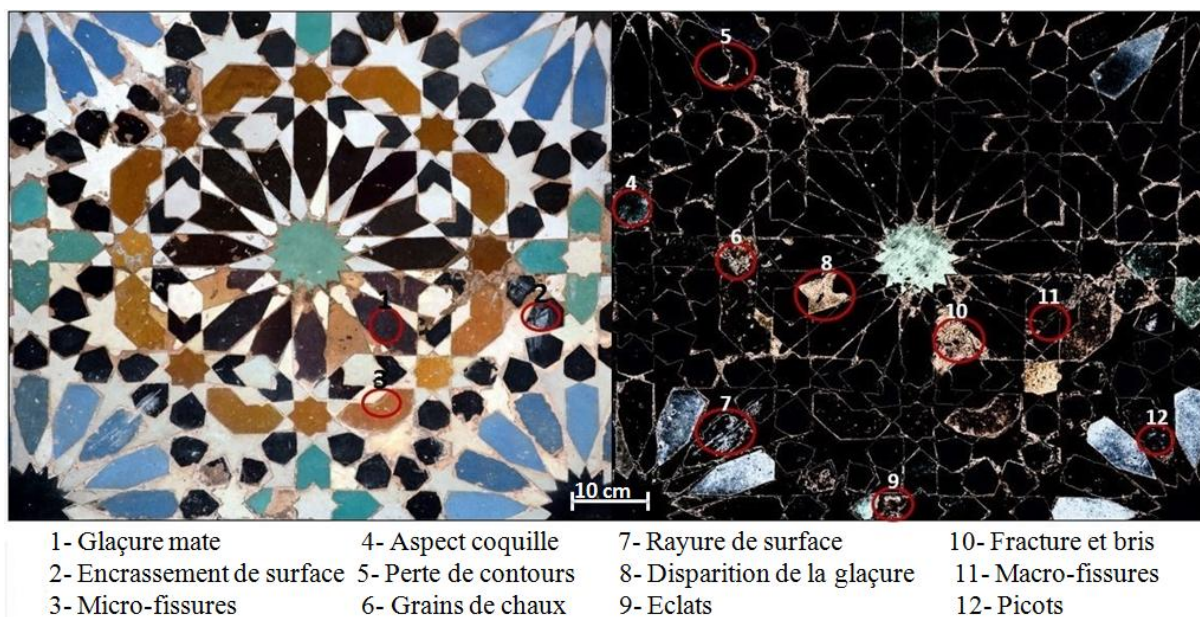


Fig. II.2. Exemples de défauts et altérations de la glaçure du zellige dans le site des Tombeaux Saadiens. Image en lumière naturelle à gauche et en mode panchromatique à droite.

2.2 Dégradations à l'interface zellige mortier

Le mortier est à la base de tous les travaux de maçonnerie, son rôle est de sceller les éléments de maçonnerie de telle sorte qu'ils forment un seul bloc soudé pour renforcer les propriétés structurales des éléments et empêcher la pénétration de l'eau à l'intérieur de la structure. Le mortier peut être de différentes natures et compositions, est fabriqué à partir d'un mélange de liant (chaux, ciment ou autres agents synthétiques) avec du sable ou d'autre granulats pour accroître la compacité du mortier et de l'eau.

Dans les monuments étudiés, le mortier est utilisé pour adhérer les zelliges au support mural. Le contact entre le support céramique du zellige et le mortier peut être le siège de certaines pathologies qui entraînent une destruction des pièces céramiques (Fig. II.3B). Quatre types de pathologies sont particulièrement fréquents.

- Les grains de chaux, présents dans le tessou ou dans le mortier, forment des zones de faiblesse qui ne supportent pas les écarts thermiques et le contact avec l'eau. Ces grains de chaux qui ne sont pas forcément visibles avant éclatement, peuvent entraîner la rupture de la pièce, des effondrements ou des fissures structurales.
- Des lacunes, interviennent généralement après un mouvement ou une fracture. Elles fragilisent les points d'accroche des tessous par rapport au mortier, les morceaux de

zellige pouvant alors se détacher des panneaux. La qualité du mortier est un facteur important dans l'apparition des lacunes.

- Des salpêtres, apparaissent dans les zones proches d'un point d'eau (fontaine, bassin) ou dans la partie basale des murs. Elles peuvent se développer à l'interface entre le zellige et le mortier mais aussi entre l'émail et le tesson ou à la surface de l'émail à travers le réseau de craquelures. Les sels s'infiltrent dans le mortier vers le zellige et vont se cristalliser à la surface par capillarité. Ce sel provoque un début d'altération avec apparition de phénomène de dilatation de la pâte ou de soulèvement de l'émail. Les sels peuvent provenir de la céramique, du mortier riche en chaux, carbonate et sulfate de calcium ou du mur. L'apparition des sels se caractérise par un dépôt blanc sur l'ensemble des panneaux.
- Des Fractures, peuvent affecter les deux matériaux, lorsque le mortier est bien adhérent au zellige c'est juste la glaçure qui disparaît, le tesson porteur de la fracturation reste soutenu par le mortier, mais si ce dernier est inapproprié on risque de perdre une partie du tesson ou toute la pièce de zellige.

2.3 Dégradations à l'Interface mortier pisé

La pose des panneaux de céramique au mur est maintenue par un lait de mortier. Le détachement du mortier et des zelliges associés est un problème rencontré à l'intérieur des salles et dans les couloirs du palais El Badi. Ce phénomène est souvent précédé par un gonflement du mortier ce qui conduit à la perte totale ou partielle de la structure céramique (Fig. II.3A). Cette pathologie crée des espaces nus et vulnérables à la fissuration et aux effondrements.

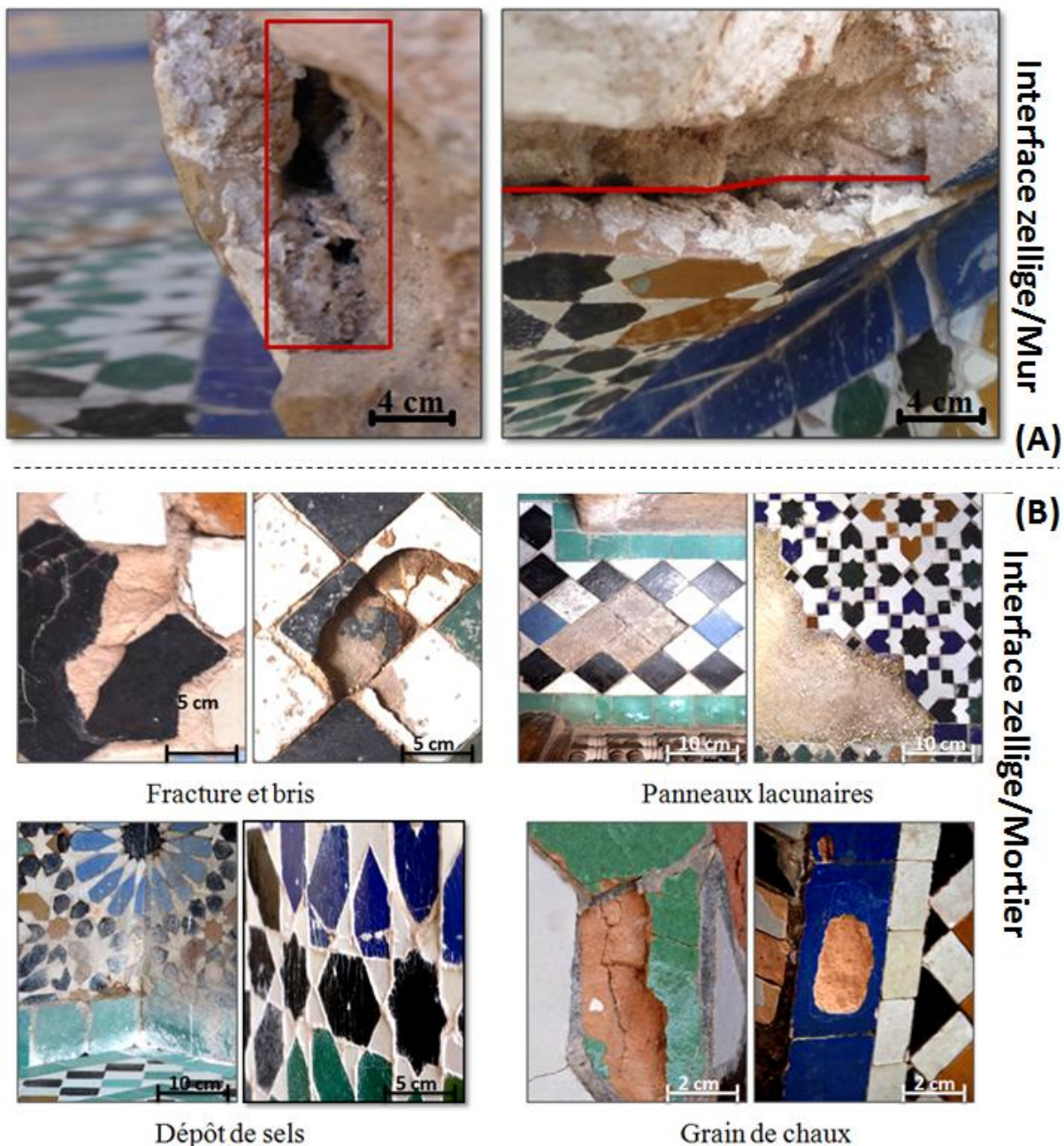


Fig. II.3. Exemples de dégradations rencontrées au niveau de l'interface zellige mur (A) et zellige mortier (B) dans le palais El Badi.

3 Facteurs responsables de la dégradation des céramiques archéologiques de Marrakech

Plusieurs facteurs peuvent être responsables des pathologies observées sur les zelliges des différents monuments et de leurs mortiers. Ces facteurs peuvent être regroupés en deux catégories; les facteurs naturels qui sont dus aux agents climatiques et biologiques dont les conséquences n'apparaissent généralement qu'à long terme, et ceux qui sont en relation avec les interventions humaines dont l'impacte est immédiat et en relation directe avec les différentes activités de l'Homme.

3.1 Facteurs d'origine naturelle

3.1.1 Les remontés capillaires

A long terme, l'eau qui s'infiltré dans la structure de la céramique provoque une dilatation des tessons et leur dégradation (Fig. II.4A). Cette infiltration est favorisée par l'absence de soubassement rocheux ou pierreux. La réalisation de dalles en béton de ciment pour éviter les remontés capillaires aggrave la situation car la vapeur d'eau se condense sous cette couche imperméable puis migre vers la structure en terre à travers les microfissures. Il faut créer un sous-bassement étanche aux pieds des murs qui bloque les circulations du sol et aussi éliminer l'eau aux pieds des murs par un soubassement respirant qui laissera l'eau s'évaporer dans la partie basale du mur.

3.1.2 L'acidité

L'acidité du sol et de l'eau, formée par la transformation du dioxyde de soufre (SO_2) et les oxydes d'azotes (NO_x) gazeux en aérosol d'acides nitriques (HNO_3) et sulfuriques (H_2SO_4), s'infiltré à travers le mur. En présence des inclusions calcaires, cette acidité a un impact direct sur la structure céramique.

3.1.3 Effet du gel

Dans la région de Marrakech, les fluctuations thermiques journalières et l'écart de température en hiver provoque une augmentation du volume de l'eau contenue dans les pores, en appliquant alors une pression dans la structure interne des céramiques. Les cycles gel-dégel fragilisent et risquent de faire éclater ces matériaux (Fig. II.4F).

3.1.4 Les sels solubles et insolubles

Les sels présents dans le sol migrent avec l'eau dans les pores des matériaux ; ces sels ne posent pas de problèmes majeurs tant qu'ils sont maintenus en solution. En été, dès que la céramique sèche, les sels affleurent en surface avec l'évaporation de l'eau et cristallisent. Ils se développent également à l'intérieur des pores provoquant alors une pression interne. Les sels insolubles s'agglomèrent à la surface de la céramique et en jointures (Fig. II.4D). Les cycles de cristallisation et solubilisation, causés par des fluctuations du degré de saturation en eau, peuvent provoquer l'effritement des tessons (Berduocu, 1991).

3.1.5 La dégradation mécanique

La dégradation mécanique peut être due à l'action du vent (action érosif liée à leur charge en particule), aux rayonnements solaires, à la biodégradation (micro-organismes) et à l'effet

splash de pluie (effet de rejaillissement) (Fig. II.4E). Elle est plus rapide sur les surfaces et les bordures d'une céramique tendre et exposée à l'air libre. Lorsque les céramiques sont en mauvais état de conservation, il n'est souvent plus possible de détecter la présence d'un engobe ou d'un revêtement.

3.1.6 Les organismes vivants

Les insectes, les bactéries, les animaux et les racines des végétaux contribuent à la fragilisation des céramiques. En plus de la dégradation mécanique faite par leurs becs et griffes, les oiseaux qui nichent au sommet des remparts des monuments historiques de Marrakech, causent une dégradation chimique par leurs excréments chargés d'ammonium (NH_4^+) qui décomposent les carbonates de calcium (Fig. II.4B et C).

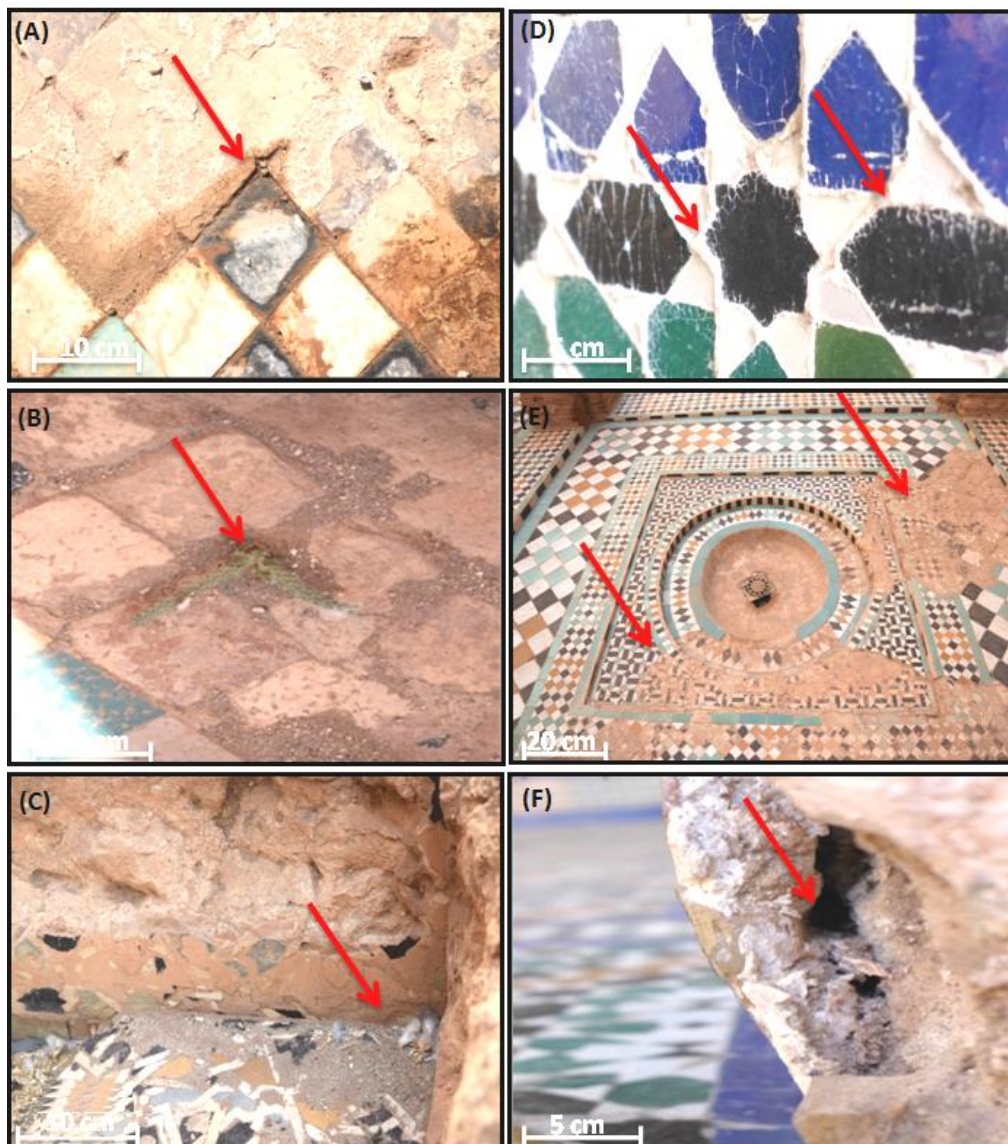


Fig. II.4. Différents aspects de la dégradation naturelle des zelliges des monuments historiques de Marrakech (photos prises en 2017 au palais El Badi de Marrakech).

3.1.7 Effet de l'enfouissement

Un objet archéologique abandonné pendant des siècles subit un enterrement long sous une charge solide apportée par l'eau et le vent. , Malgré que la terre qui s'accumule progressivement au dessus des ces objets joue un rôle dans la préservation et la protection de ces matériaux face aux facteurs d'érosion, l'enfouissement mécanique, l'activité bactériologique et l'acidité du sol contribuent à la dégradation des structures des monuments en général et pièces de céramique en particulier (Bourgeois, 1987 ; Bergeron et *al.* 2007). L'effet de l'enfouissement est particulièrement évident sur le matériel archéologique de site d'Aghmat en cours d'exploration (Fig. II.5).

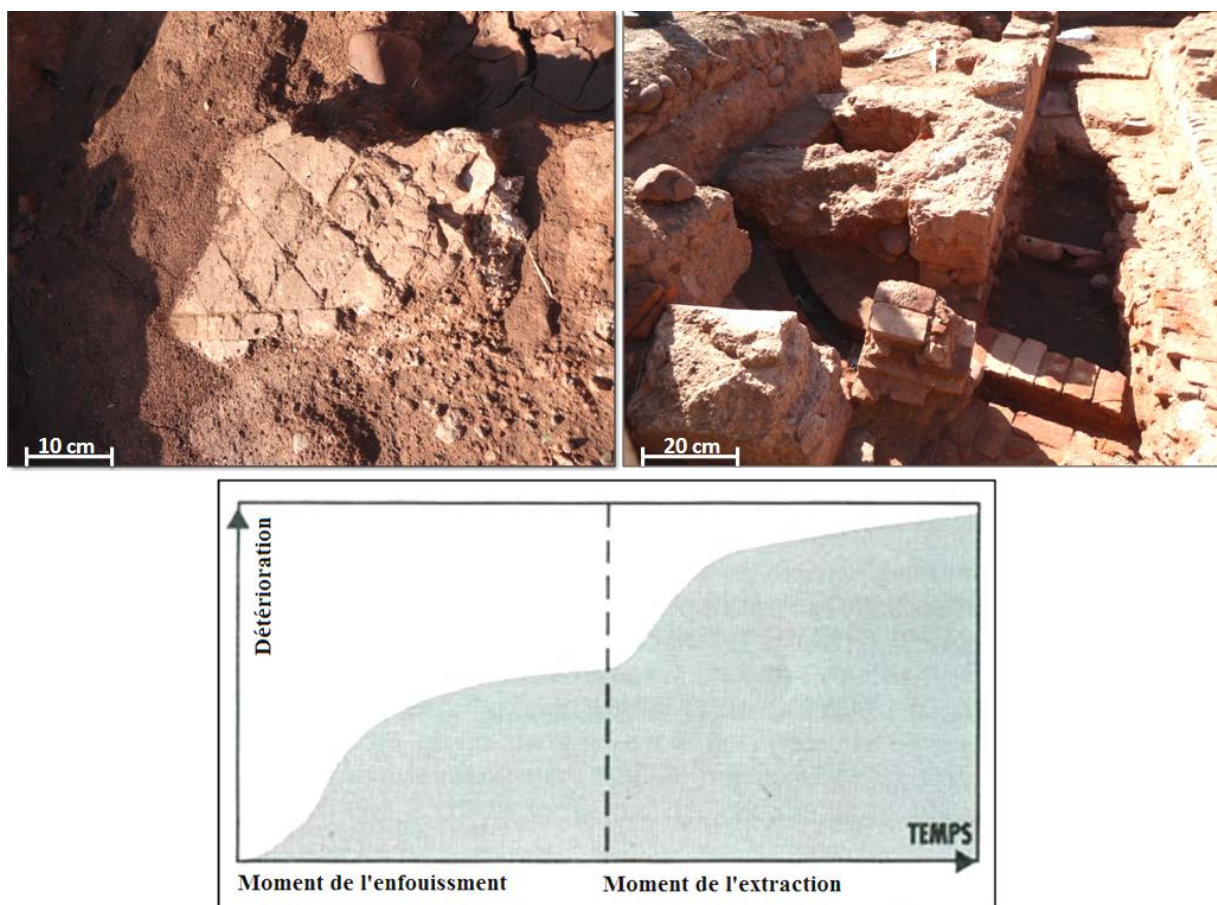


Fig. II.5. Evolution de l'altération dans la vie des céramiques archéologiques d'Aghmat (Andrey, 2010).

3.2 Facteurs liés à l'intervention humaine

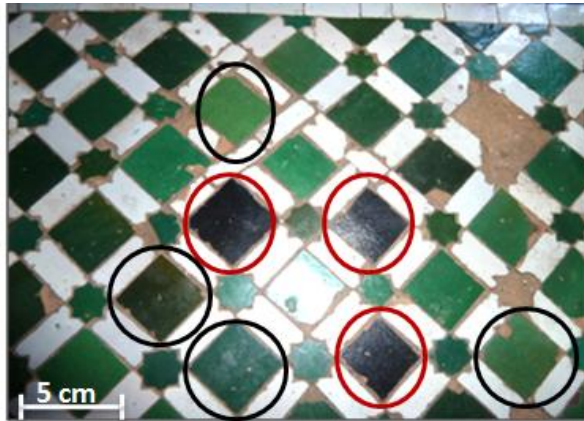
3.2.1 Défauts liés à la restauration

Après la destruction du Palais El Badi et des Tombeaux Saadiens à l'arrivée de la dynastie Alaouite, ces deux monuments ont été abandonnés et exposés aux facteurs de dégradation pendant plusieurs années. Au vingtième siècle, l'état a déployé ses efforts pour remettre à

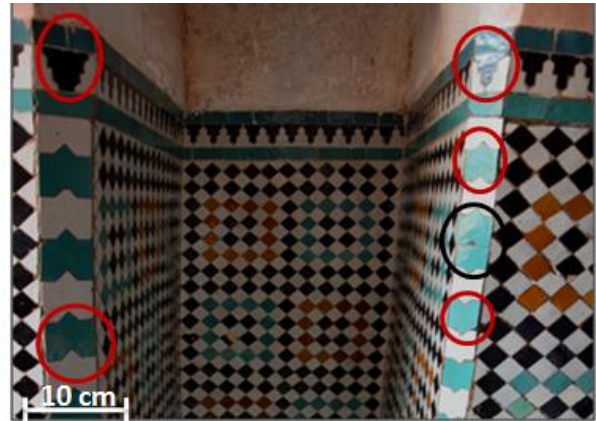
niveau ces édifices architecturaux selon une politique internationale de préservation des biens historiques. Cependant, ces interventions n'ont pas toujours été effectuées en respect des normes de restauration et de réhabilitation (Déléry & Boussyguina, 2017). En effet, des défauts de nature et d'origine diverses peuvent être observés sur les céramiques de restaurations (Fig. II.6), ces défauts peuvent être dus à ;

- Non respect des couleurs : Les pièces restaurées présentent parfois une nuance de couleur différente par rapport au zellige original et celui des restaurations antérieures, dans certains endroits le zellige d'une couleur donnée peut être remplacé carrément par une autre couleur qui ne respecte pas l'arrangement des couleurs du motif.
- Non respect de la matière : Dans certains cas, des pièces de zellige sont remplacées tout simplement par le mortier, par le zellige non émaillé ou par d'autres matières juste pour combler le vide laissé entre les motifs.
- Non respect des motifs : Dans plusieurs endroits restaurés, on assiste à une discontinuité des motifs engendrés par l'utilisation des pièces ayant des formes différentes qui ne respecte pas la cohérence des motifs au sein d'un panneau de zellige.
- Non respect des contours : Une série de motifs doit suivre une ligne horizontale sans décalage pour garder l'aspect esthétique global des panneaux, chose qui n'est pas toujours respectée dans les zones restaurées.
- Non respect du zellige original : La restauration se pratique sans préservation du zellige original, des endroits qui contiennent des pièces qui date du XVI siècle et qui ne sont pas altérées ont été abimés et démolis sans raison. Dans d'autres endroits on n'arrive plus à distinguer entre le zellige restauré et l'original.
- Non uniformité de la taille des pièces de zellige : Défaut souvent rencontré à l'extrémité du panneau ou dans la zone où le zellige devra être en contact avec d'autres matériaux tels que le bois et le plâtre, des pièces ayant des tailles plus petites que l'ensemble du zellige utilisé sont introduites dans le motif.
- Motifs non terminés : Les motifs non terminés, non-continus ainsi que l'absence des parties de la calligraphie sont des défauts fréquents dans certains panneaux de zellige restaurés.
- Chantiers non nettoyés : Une fois la restauration terminée, aucune finition ni aucun suivi ne sont assurés ; des traces de marqueur, des débordements du mortier et de peinture et des traces des bandes adhésives restent encore visibles.

- Absence de panneaux de signalisation et d'information.



- Différente nuances du vert
- Zellige noir au lieu du vert



- Motif dans le sens contraire de la mosaïque
- Zellige de taille différente



- Motif non terminé
- Partie remplie de mortier



- Différente nuances du miel
- Zellige mal introduit

Fig. II.6. Exemples de défauts liés à la restauration (photos prises au site des tombeaux Saadiens en 2018).

Les restaurations mal exécutées présentent des risques pour le matériel archéologique des bâtiments à préserver. Les exemples les plus courants de ces pratiques qui endommagent de manière permanente les céramiques sont :

- la restauration d'un élément de maçonnerie qui peut avoir des impacts sur les autres éléments. La figure II.7A illustre clairement cet aspect, la restauration du pisé s'est pratiquée sur le zellige de l'un des bassins d'irrigation au sein du palais El Badi. Les engins utilisés dans les travaux et les matériaux de restauration ont été disposés directement sur les carreaux de zellige ce qui a conduit à une perte totale ou partielle de la glaçure et même des pièces de zellige dans cet endroit.
- la restauration qui se pratique de façon traditionnelle en absence d'une approche scientifique basée sur la compréhension de la nature des matériaux utilisés, des

techniques de construction anciennes et des mécanismes de détérioration dans leurs globalités pour appréhender les modes d'interventions adéquats.

- l'absence de plan de préservation et d'entretien après la restauration, ce qui conduit à une dégradation du matériel restauré. La figure II.7B montre un endroit où la mosaïque de zellige a été restaurée en 2016, et une année après cette restauration la moitié des glaçures a complètement disparu.



Fig. II.7. (A) Zellige des bassins d'irrigation après la restauration en septembre 2016. (B) Travaux de restauration du mur du palais El Badi en septembre 2017. (C) Disparition de la glaçure du zellige des bassins après les travaux de restauration.

3.2.2 Incompatibilité des matériaux

3.2.2.1 Le mortier

Les mortiers utilisés dans les différents stades de restauration des sites Saadiens à Marrakech ne sont pas de même nature ni de même qualité que les mortiers originaux. Cela

engendre une incompatibilité entre les matériaux et un rejet mutuel des pièces dans les zones restaurées (Fig. II.8). Nous avons pu identifier et étudier le mortier original du palais El Badi ainsi que trois types de mortier au sein des Tombeaux Saadiens : le mortier original, le mortier de première restauration et le mortier récent.

Les analyses chimiques et minéralogiques réalisées par fluorescence et diffraction des rayons X sur ces quatre mortiers montrent qu'ils ont des compositions différentes et donc des propriétés d'adhésion différentes. Les premiers mortiers utilisés semblent plus résistants et durables. Par contre, le mortier de la première restauration semble plus sensible aux remontées capillaires : l'eau qui s'infiltré dans le mortier se charge en bicarbonates de calcium ce qui conduit à la lésion des grains à cause de la solubilité de la calcite. La composition minéralogique et chimique du mortier constitue donc un facteur très important responsable de la résistance de la mosaïque de zellige. En fin, le mortier utilisé actuellement dans la restauration répond aux normes et plus proche de point de vue chimique et minéralogique au mortier original. Les résultats obtenus de ces trois mortiers sont représentés dans la partie réservés aux résultats et discussions.

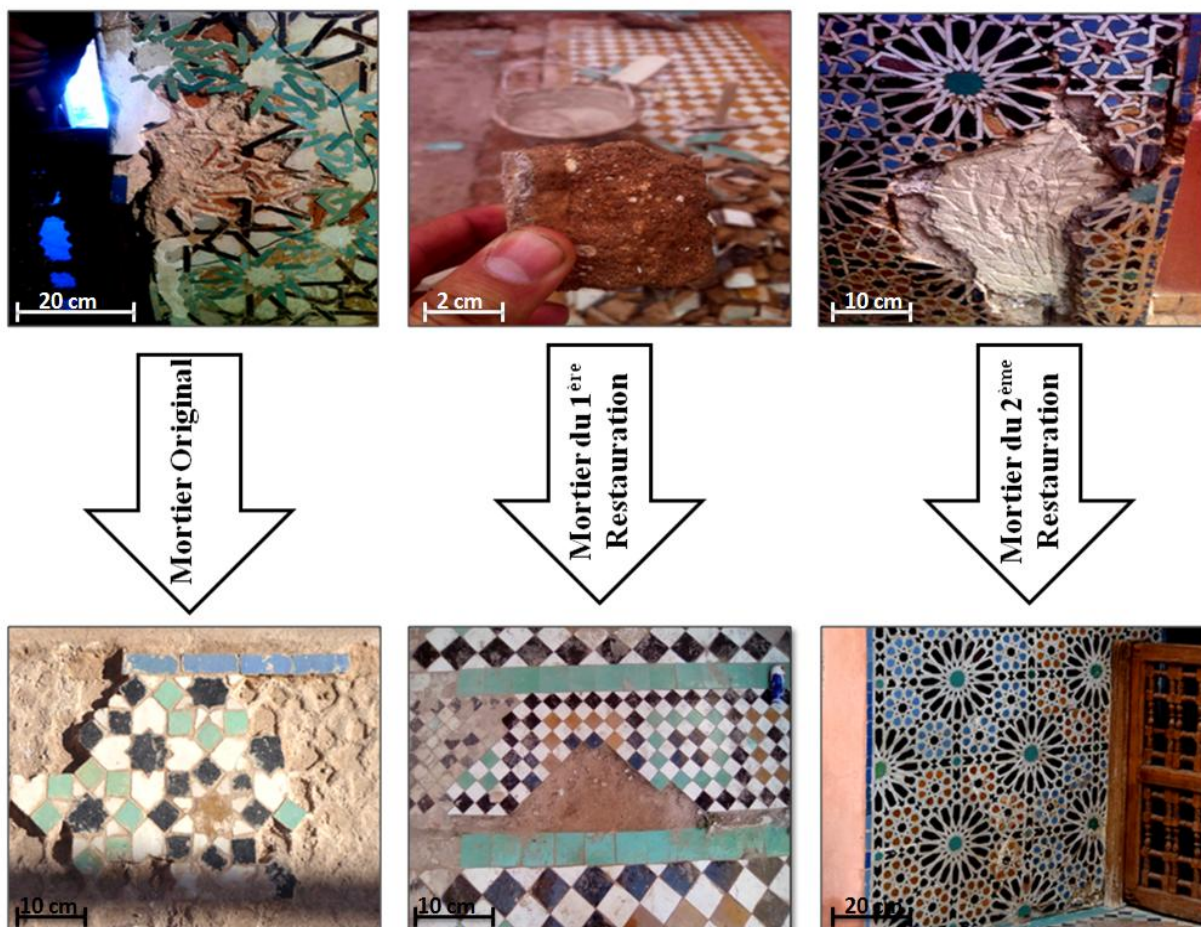


Fig. II.8. Qualité des mortiers utilisés pour la fixation des panneaux de zellige au sein des tombeaux Saadien.

3.2.2.2 La glaçure

La fabrication des glaçures est un défi pour les artisans depuis l'Antiquité. En effet, pour produire un émail durable, il faut tenir compte de la composition chimique du mélange glaçant, de la température de cuisson et de la nature du support céramique. Une glaçure trop alcaline par exemple a l'avantage d'abaisser la température de cuisson mais cela augmente le coefficient de dilatation de l'émail par rapport au tesson ce qui la rend sensible au craquelage (Al Saad, 2002). Ce phénomène se produit lorsque la glaçure se contracte plus que le corps céramique et développe un réseau de fissures en surface. En revanche, l'ajout d'oxydes d'alumine contrôle la viscosité de la suspension de la glaçure et la renforce au cours de la cuisson (Ray & Evans, 1976 ; Molera *et al.* 1997 ; Tite *et al.* 1998). Une glaçure plombifère, ce qui est le cas pour la plupart des glaçures étudiées, est facilement applicable sur un support céramique à base d'argile par rapport à glaçures alcalines. Les glaçures au plomb ont un coefficient de dilatation superficielle plus faible (Bansal & Doremus, 1986), ce qui signifie une meilleure propriété au mouillage et donc un risque de craquelage plus faible. Ils ont aussi

prouvé une bonne capacité d'adaptation au corps au support céramique à base d'argile (Tite et al. 1998).

Le tableau II.2 résume les principaux problèmes auxquels sont confrontés les artisans lors de la réalisation des émaux.

Problèmes	Description	Causes	Solutions
Glaçure trop épaisse	La glaçure ne s'étale pas bien à la surface du tesson.	<ul style="list-style-type: none"> - Teneur en eau insuffisante. - La cuisson du tesson absorbe l'eau. 	Ajouter de l'eau au mélange glaçant.
Décomposition de la glaçure	Chute des ingrédients au fond du récipient.	<ul style="list-style-type: none"> - Poids des ingrédients. - Glaçure trop longtemps utilisée. - Glaçure conservée dans un récipient métallique. 	<ul style="list-style-type: none"> - Ajouter 1 % de bentonite ou un flocculant aux ingrédients avant de mélanger la glaçure. - Conserver la glaçure uniquement dans un récipient plastique ou en bois.
Application irrégulière de la glaçure.	Glaçure plus épaisse et plus brillante à certains endroits, très fine à d'autres.	<ul style="list-style-type: none"> - Méthode d'application. - Porosité irrégulière du tesson (problème apparaissant à la cuisson). - Cuisson inégale. 	<ul style="list-style-type: none"> - Utiliser un tesson plus adapté. - Assurer l'égalité de la cuisson des pièces dans le four. - Eviter les glaçures transparentes.
Mauvaise adhésion de la glaçure au tesson.	La glaçure ne s'adhère pas bien au tesson.	<ul style="list-style-type: none"> - Température de cuisson trop élevée. - Parois de la pièce trop fines. 	<ul style="list-style-type: none"> - Réduire la température de cuisson. - Ajouter du flocculant (chlorure de calcium ou sulfate de magnésium) à la glaçure.
Craquelure des bords de la glaçure.	Retrait de la glaçure.	<ul style="list-style-type: none"> - Composition chimique de glaçure. 	<ul style="list-style-type: none"> - Utiliser une glaçure plus liquide qui fondra facilement. - Abaisser le coefficient de dilatation de l'émail.

Affaissement de la surface de la pièce après émaillage	la pièce ou certains de ses éléments s'effondre juste après application de la glaçure et avant cuisson.	<ul style="list-style-type: none"> - Argile engorgée. - Glaçure pas appliquée au bon moment. - Mauvaise glaçure (trop liquide). - Pièce trop manipulée. 	<ul style="list-style-type: none"> - Commencer à appliquer la glaçure à l'intérieur, la laisser séchée avant de l'appliquer à l'extérieur. - La glaçure doit contenir au moins 25 % d'argile.
Glaçure non homogène et apparition de l'argile par endroit	La glaçure s'est rétractée formant des grosseurs par endroit.	<ul style="list-style-type: none"> - Zones poussières ou grasses sur le tesson. - Cuisson trop rapide. - Dépôt des sels solubles dans l'argile. 	<ul style="list-style-type: none"> - Vérifier l'absence de poussières lors de l'application de la glaçure. - Ralentir la cuisson. - Ajouter du carbonate du baryum à l'argile.
Glaçure « peau d'orange »	Surface criblée de petits trous, comme une peau d'orange.	<ul style="list-style-type: none"> - Température de cuisson du tesson trop basse. - Ingrédients de la glaçure. - Cuisson trop rapide. 	<ul style="list-style-type: none"> - Effectuer la cuisson à une température plus élevée. - Réduire l'alumine et l'argile dans la glaçure. - Ralentir la cuisson et allonger le palier.
Ecaillage	Fissures aux bores de la glaçure.	<ul style="list-style-type: none"> - Mauvais accord de dilatation entre l'émail et le tesson. 	<ul style="list-style-type: none"> - Augmenter le coefficient de dilatation de la glaçure.

Tab. II.2. Les principaux problèmes d'application de la glaçure (Tite et *al.* 1998 ; Rhodes, 1999 ; Atkin, 2015).

3.2.2.3 Le tesson

Pour réaliser une céramique décorée il faut passer par plusieurs étapes qui commencent dès la recherche de la matière première argileuse jusqu'à la cuisson de l'objet. La matière première utilisée doit avoir certaines propriétés à savoir la plasticité, la résistance à la cuisson et la coloration. En général, plus la terre contient de l'argile plus elle est résistante à la cuisson, mais elle se rétractera plus en séchant. La coloration de l'argile après cuisson dépend essentiellement de sa composition chimique (teneur en oxyde de Fer et de Titane). La plasticité dépend de la granulométrie (Holtz & Kovacs, 1981), la composition minéralogique (Hajjaji et *al.* 2010 ; Daoudi et *al.* 2015), le degré de diagenèse des minéraux argileux

(Daoudi et *al.* 2015) et la présence de la matière amorphe inorganique (Wan et *al.* 2002) ou organique (Holtz & Kovacs, 1981).

Lorsque l'argile est préparée on parle alors de la pâte à façonner, des minéraux comme les feldspaths, l'alumine, la silice et les carbonates, peuvent y être ajoutés pour offrir à cette pâte les caractéristiques et la consistance souhaitées par l'artisan. Les défauts qui peuvent apparaître au cours du processus de fabrication sont :

- argile trop humide ou trop sèche: L'argile devient très difficile à travailler, trop d'humidité peut être diminuée en exposant la pâte à l'air, au soleil ou au séchoir. Par contre, l'augmentation de l'humidité se fait par l'ajout de l'eau.
- bulles d'air : Ce problème est résolu par un pétrissage excessif de la pâte.
- fissures aux jointures : Elles sont dues essentiellement à un séchage trop rapide et inégal. il faut sécher les pièces lentement à l'abri des courants d'air et des températures trop élevées.
- déformation : Distorsion de la pièce après séchage ou après cuisson à cause d'une mauvaise technique de façonnage, l'irrégularité de l'épaisseur des parois, mauvais choix d'argile, séchage irrégulier et trop rapide et exposition aux courants d'air.
- craquelures : De minuscules craquelures peuvent apparaître en surface suite à un mauvais choix de l'argile.
- éclatements : Surface éclatée par endroit après la cuisson à cause de la contamination de l'argile par la chaux, les pyrites de fer, etc. il faut tester l'argile à la cuisson pour trouver la source de la contamination.
- trous d'aiguille : Trous à la surface après cuisson par des contaminants prisonniers à la surface, brûlures en cours de la cuisson des matériaux contaminants présents dans l'argile, présence d'air dans l'argile et par une cuisson trop rapide.
- gros éclatements : Grandes zones éclatées en surface, ceci est dû à une cuisson avant séchage complet, à une cuisson trop rapide sur les 250 premiers degrés ou à un refroidissement rapide.

Après avoir préparé la glaçure, le tesson et le mortier, il faut tenir en compte de la stabilité chimique entre les trois matériaux lors de la décoration et/ou de la restauration des monuments historiques. Un équilibre se produit entre chaque matériel et l'atmosphère pour assurer la compatibilité et la durabilité de ces objets et réduire les problèmes liés aux facteurs d'origine naturelle.

3.2.3 Agressions humaines

L'augmentation de la densité d'habitation autour du palais El Badi et les tombeaux Saadiens a un impact négatif sur ces deux édifices. Les conduites d'eaux d'assainissement et d'alimentation en eau potable qui passent près des monuments constituent une source d'humidité permanente causant des remontés capillaires.

La dégradation humaine soit par transport et dépôt des engins et des équipements, soit par l'empiétement posent un problème majeur aux structures architecturales (Fig. II.9).

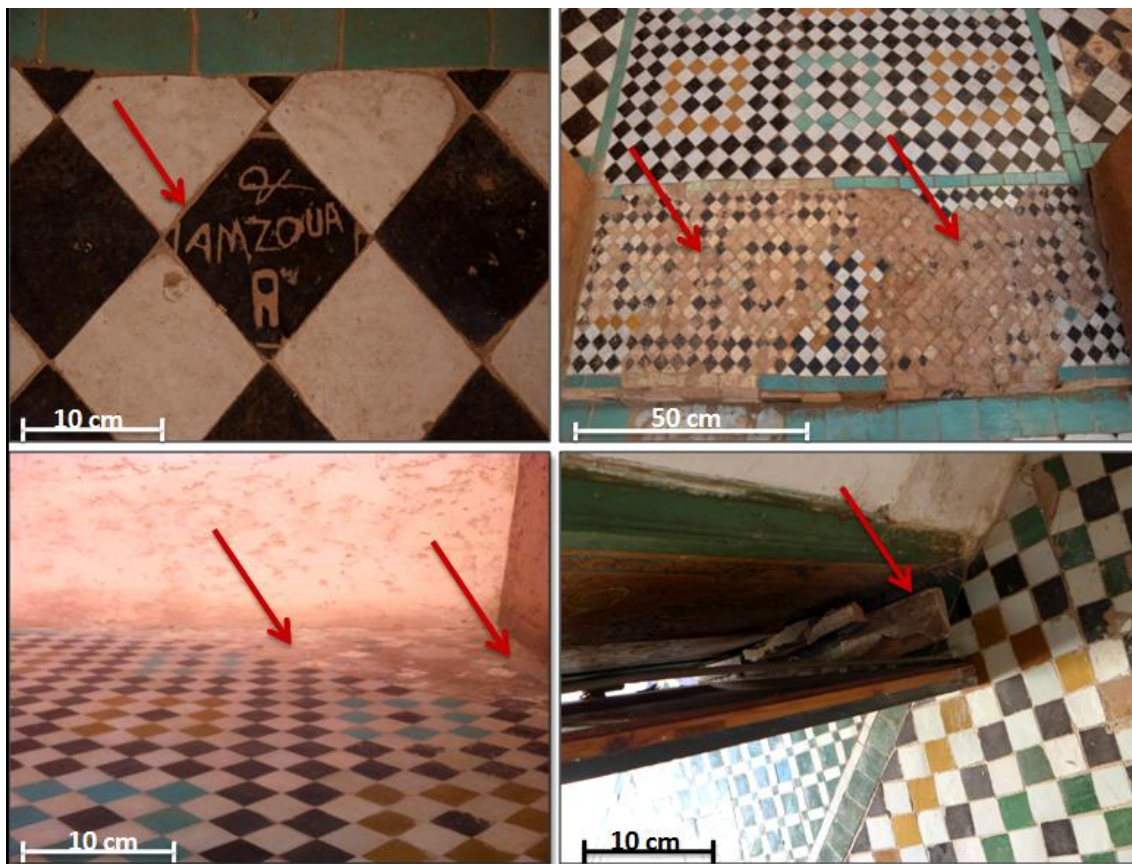


Fig. II.9. Exemples de dégradations causées par l'Homme au sein du palais El Badi.

CHAPITRE V : RESULTATS DE CARACTERISATION DES ARGILES DE SITE BENJLIKH A FES

Les affleurements du site de Benjlikh sont localisés dans un bassin miocène du couloir Sud-Rifain. On distingue deux grandes carrières, l'ancienne qui est caractérisée par une épaisseur exploitable moyenne d'environ 50 m. Les dimensions des réserves de ce secteur tiendraient dans un polygone de 1500 m sur 500 m de côté; soit une superficie de l'ordre de 750000 m², avec des réserves de l'ordre de 37.500.000 m³. La nouvelle carrière de Benjlikh se situe à 1 Km environ de la première, c'est autour d'elle que les réserves sont les plus

intéressantes et propices à l'exploitation. Les dimensions des réserves de ce secteur tiendraient dans un rectangle de 2300 m de long sur 800 m (en moyenne) de large et une épaisseur exploitable moyenne d'au moins 50 m. Les réserves probables seraient de l'ordre de 92.000.000 m³.

L'ancienne carrière est actuellement fermée à cause de son emplacement près du secteur résidentiel et des édifices stratégiques notamment le tunnel de l'ONCF, par contre la localisation de la nouvelle carrière est satisfaisante quant à l'éloignement de la ville et des infrastructures et à la proximité du village moderne des potiers utilisateurs des marnes. Plusieurs auteurs ont essayé de caractériser d'un point de vue granulométrique, minéralogique et chimique les argiles du site de Benjlikh, les résultats de caractérisation diffèrent d'une étude à une autre. Cette différence peut résulter soit des variations de la qualité des argiles d'un niveau à un autre, soit des techniques de caractérisation et d'analyse de ces résultats. Dans le but d'élucider l'origine de ces variations, nous avons effectué un échantillonnage systématique des différents niveaux de la série exploitée. Les échantillons collectés ont été caractérisés dans le but de comprendre la variation verticale des faciès marneux dans le bassin miocène au sein de la nouvelle carrière de Benjlikh, déterminer les niveaux qui peuvent être exploités et en fin la valorisation industrielle de la matière première argileuse extraite de cette carrière et utilisée dans l'industrie céramique au Maroc.

1 Etude de la série sédimentaire de la carrière Benjlikh

1.1 Variation des propriétés chimique, minéralogiques et texturales des argiles de la série miocène du site Benjlikh

1.1.1 Distribution granulométrique

Les résultats granulométriques sont illustrés dans la figure II.10, la première lecture des résultats montre que le pourcentage en fractions argileuse, silteuse et sableuse varie progressivement d'un niveau marneux à l'autre.

Le niveau inférieur de marnes rugueuses (Lhrech Inf) est caractérisé par une teneur moyenne en argile d'environ 39 %, la fraction silteuse est de l'ordre de 56.2 % tandis que la fraction sableuse est de 5 %. Cette dernière fraction se développe bien dans le niveau rugueux adjacent (Lhrech Sup) où elle peut atteindre 21 %. La teneur en silt dans les marnes rugueuses

supérieures augmente jusqu'à 59.4 % en moyenne au dépend des argiles dont la teneur ne dépasse pas 29.2 % dans cette partie de la coupe.

Dans les niveaux de marnes lisses, la teneur en fraction sableuse est négligeable (< 1.8 %), les teneurs en argiles et en silts sont de l'ordre de 36.5 % et 60.8 % respectivement, dans les marnes grises inférieures (Lmless Inf) et de 51.1 % et 47.8 % respectivement dans les marnes grises supérieure (Lmless Sup).

Enfin, un sol argileux marneux de couleur jaunâtre, d'un mètre d'épaisseur coiffe l'ensemble, il est composé de 56.7 % d'argile, 40.8 % de silt et de 2.5 % de sable..

Cette analyse montre clairement que d'un point de vue granulométrique, la série de marnes de Benjlikh exploitée par les artisans peut être subdivisée en deux niveaux clairement distincts : le niveau de marnes lisses dépourvu de sables (< 2 %) et composé en moyenne de 35 % d'argiles et de 63 % de silts et le niveau de marnes rugueuses composé de 15 à 20 % de sables, de 55 % de silts et de 25 % d'argiles.

La teneur en CaCO_3 dans les argiles de Benjlikh oscille entre 16 et 20 % (Fig. II.10), cette teneur reflète le pourcentage en minéraux carbonatés contenus dans les marnes Miocène. La partie supérieure est relativement riche en ces minéraux ce qui confère au sol et aux marnes jaunes des caractéristiques spécifiques en terme de comportement physique et chimique et influe sur leur activité biologique.

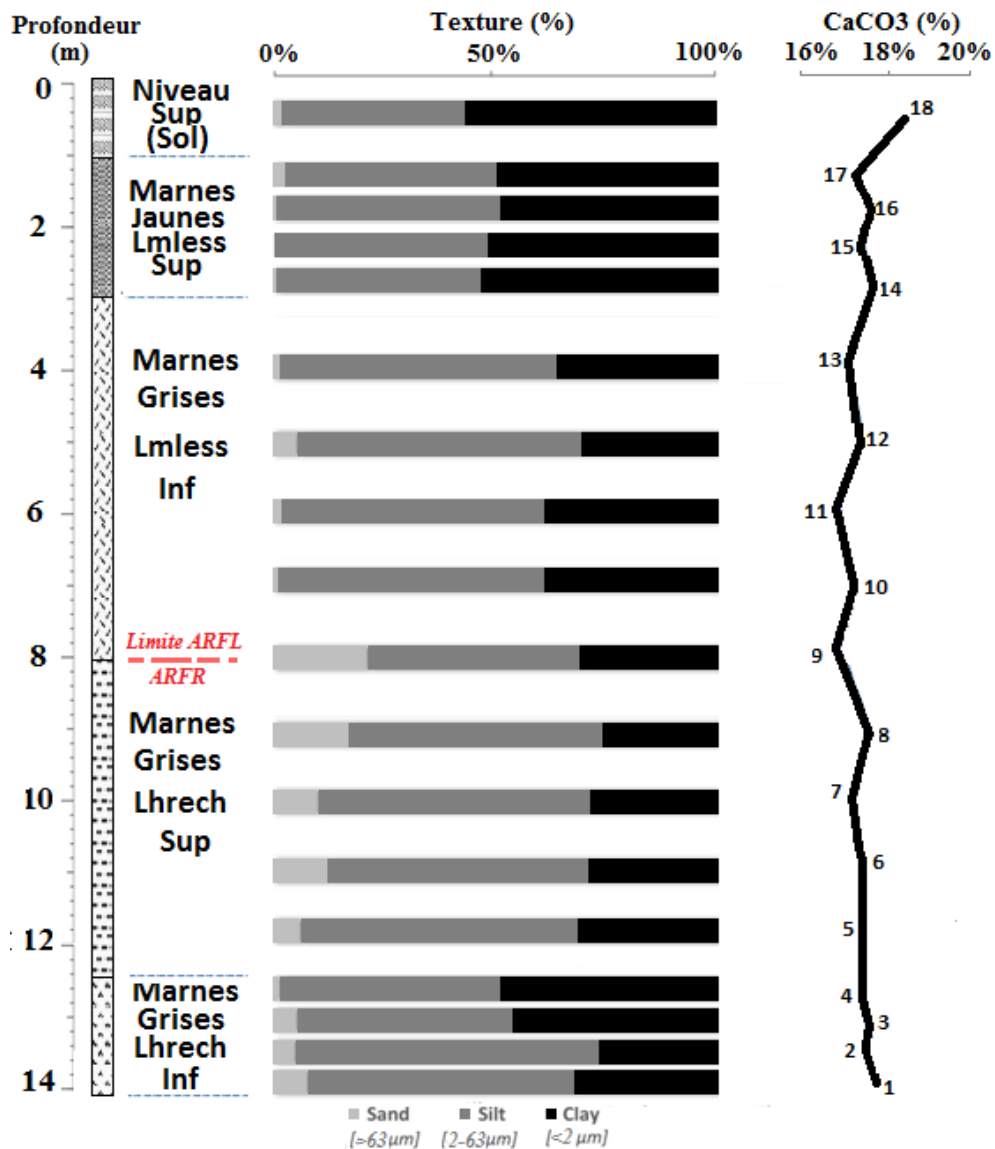


Fig. II.10. Distribution de la granulométrie et le pourcentage en CaCO₃ au fonction de la profondeur dans les marnes de la série Miocène supérieure de Benjlikh.

1.1.2. Distribution minéralogique

La composition minéralogique de la roche totale est plus homogène tout au long de la série des marnes miocène dans ce site. Les minéraux les plus répandus sont le quartz, la calcite, et la muscovite, avec des teneurs plus faibles en hématite, dolomite, gypse et plagioclases. (Fig. II.11).

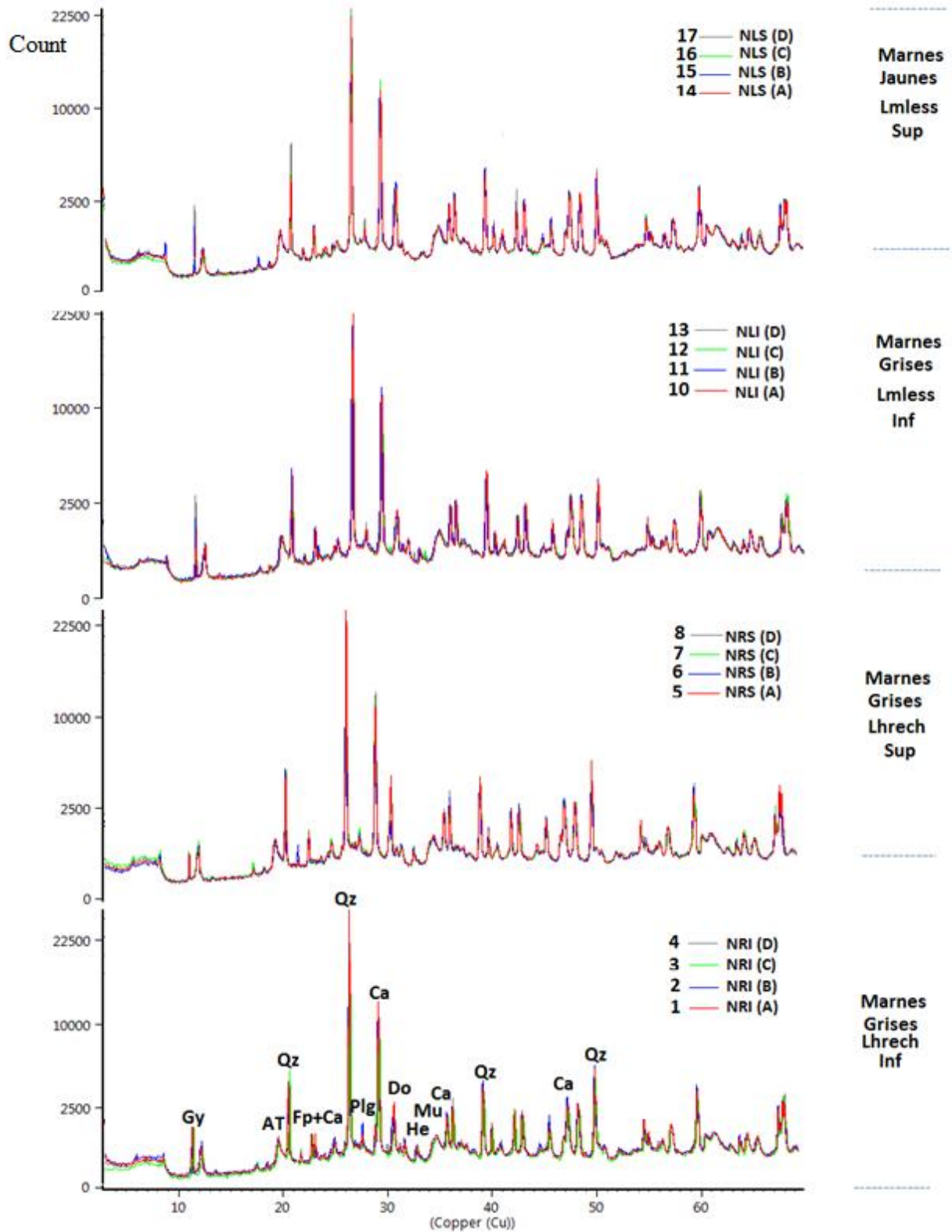


Fig. II.11. Minéralogie de la roche totale des marnes miocène de Benjlikh. (Qz: Quartz, Fp: Feldspaths, Ca: Calcite, Plg : Plagioclases, Cd: Dolomite, Mu: Muscovite, He: Hématite, Gy : Gypse, TC: Argile totale).

La limite entre le faciès des marnes rugueuses et lisses est caractérisée par un dépôt de gypse qui a été mis en évidence par les analyses de diffraction des rayons X (Fig. II.12). Cette limite est très riche en ce minéral qui atteste d'un arrêt de dépôt dans un milieu lagunaire marin pendant une période d'évaporation (Auvray et *al.* 2004) (Fig. II.13). Le pic du quartz diminue de moitié dans cette partie de la coupe avant qu'il reprend son évolution dans les dépôts marneux lisses, ceci justifie le changement du faciès des marnes dites rugueuses relativement riche en quartz et pauvre en gypse par rapport aux marnes lisses. La proportion en dolomite a aussi évolué au dépend de la calcite dans cette limite, par contre les teneurs en ces deux minéraux carbonatés sont identiques dans les autres niveaux de la coupe.

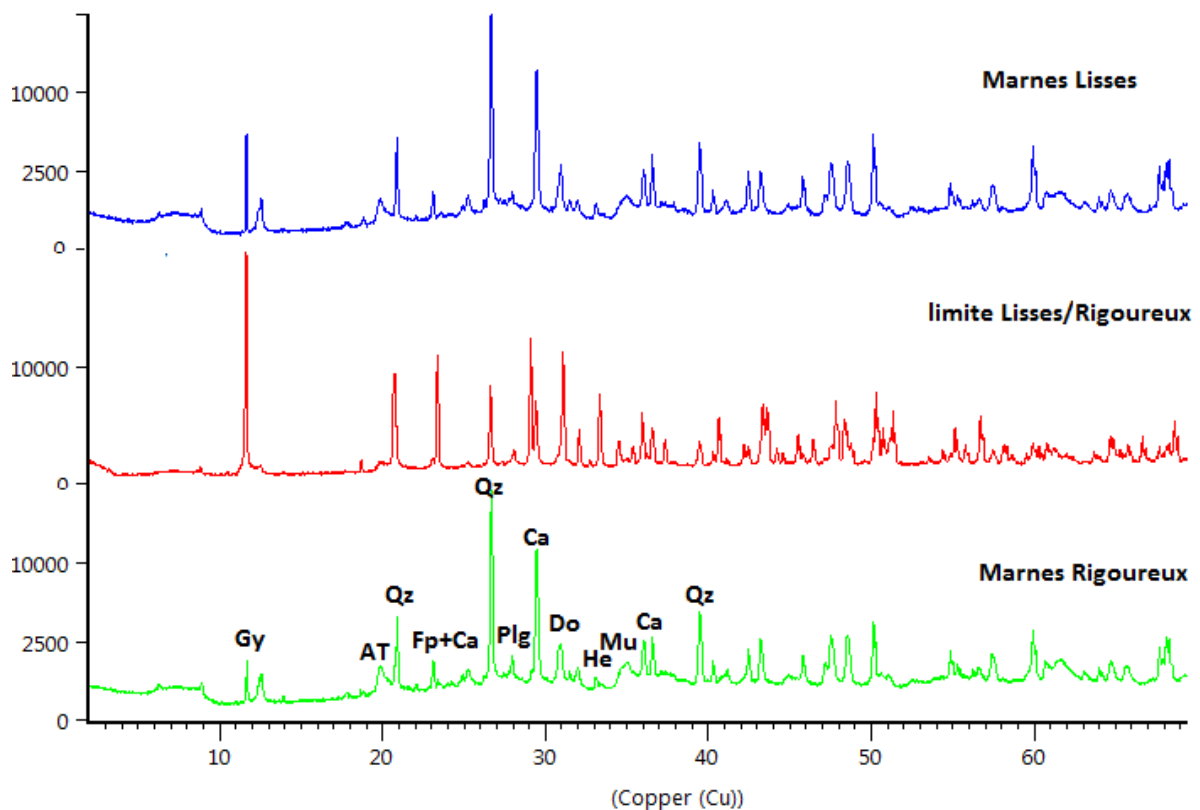


Fig. II.12. Résultats DRX qui montrent de la roche totale du passage des marnes grises rugueuses aux marnes lisses dans la carrière de Benjlkh. (Qz: Quartz, Fp: Feldspaths, Ca: Calcite, Plg : Plagioclases, Cd: Dolomite, Mu: Muscovite, He: Hématite, Gy : Gypsum, TC: Argile totale).



Fig. II.13. Dépôt de gypse à la limite des marnes lisses et rugueuses.

Les résultats de l'analyse DRX de la fraction argileuse montrent que les minéraux les plus abondants dans la série sont l'illite, la kaolinite et la smectite avec des traces de chlorite et d'interstratifiés 10-14 (Fig. II.14). L'évolution verticale permet de distinguer deux niveaux : 1) le niveau inférieur composé de marnes rugueuses, caractérisés par des teneurs relativement élevées en smectite (12 % à 16 %) et faibles en kaolinite (5 % à 7 %) et en illite (11 % à 13 %); 2) le niveau supérieur composé de marnes lisses caractérisé par une teneur en smectite beaucoup plus faible (6 % à 10 %) et des teneurs en illite et en kaolinite plus élevées (9 à 14 % et 12 à 16 % respectivement). Les teneurs en chlorite et en interstratifiés dans les deux niveaux sont faibles.

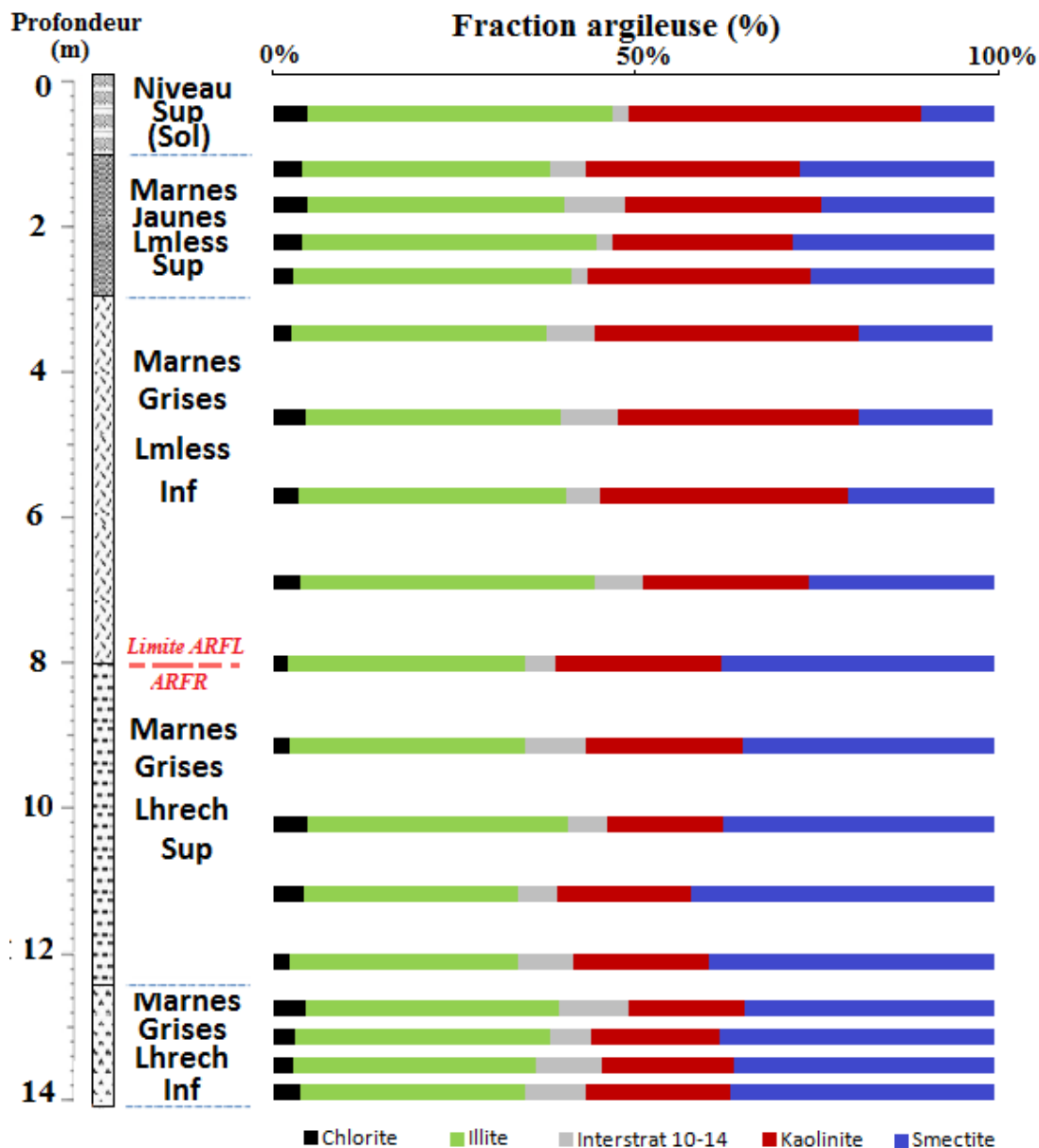


Fig. II.14. Distribution verticale de la fraction argileuse dans la carrière de Benjlikh.

Dans la couche supérieure jaunâtre altérée (couche du sol), la smectite ne représente que 4 % de la fraction argileuse avec des teneurs en kaolinite et illite de l'ordre de 16 à 17 %.

Pour conclure, la figure II.15 récapitule l'ensemble des caractéristiques granulométriques et minéralogiques de la série miocène de Benjlikh. L'analyse des données montre qu'au sein de chaque niveau, les caractéristiques minéralogiques et granulométriques sont identiques. Cependant, le passage du niveau rugueux au niveau lisse présente une nette différence aussi bien du point de vue granulométrique que minéralogique. La différence granulométrique s'exprime par des teneurs relativement faibles en fraction argileuse et silteuse dans les marnes rugueuses avec des proportions considérable en fraction sableuse, cette dernière diminue

clairement dans les marnes lisses au dépend des silts. En revanche, la différence minéralogique s'exprime par une légère variation des teneurs en smectite et kaolinite entre les deux niveaux, en plus du quartz qui est relativement abondant dans les marnes rugueuses par rapport aux lisses.

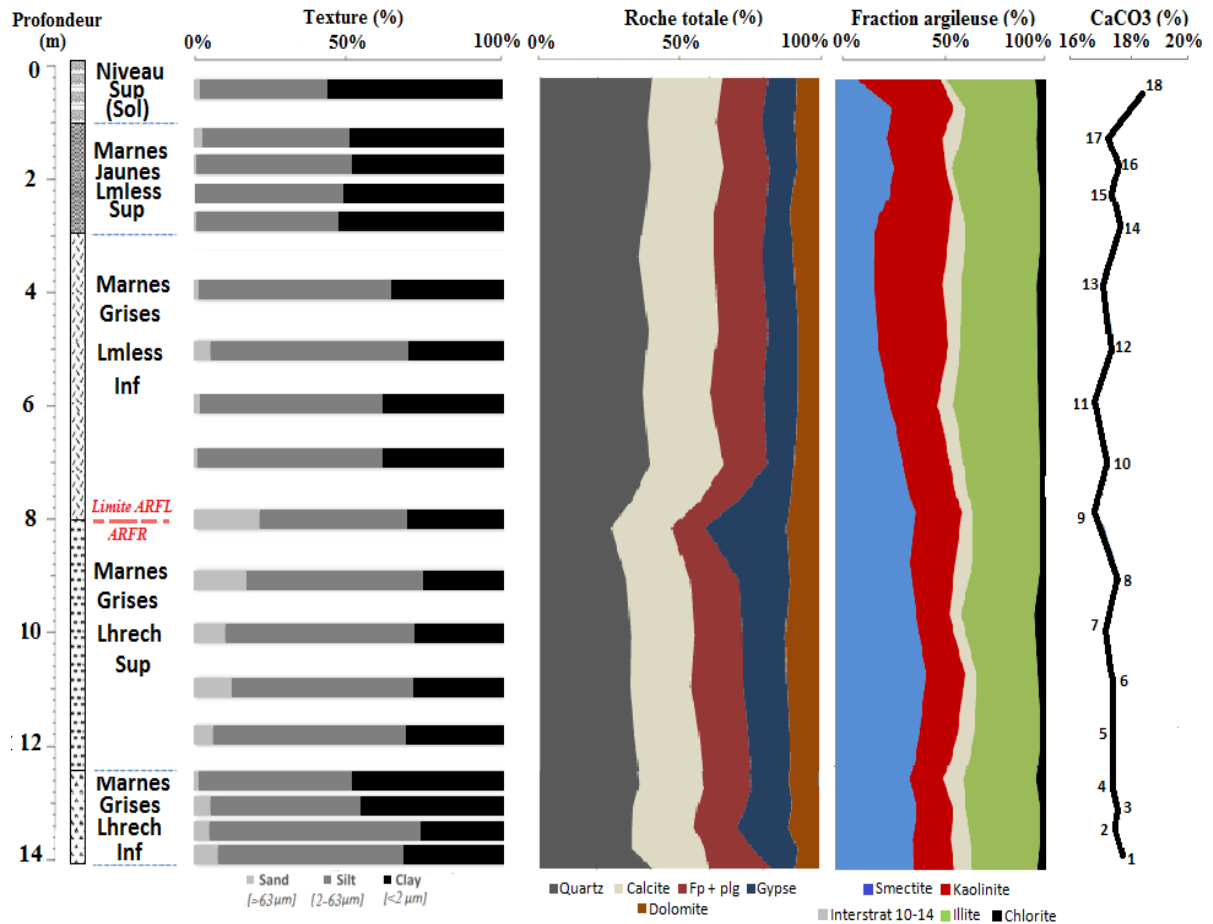


Fig. II.15. Variation des caractéristiques minéralogiques et granulométriques des marnes Miocène dans la carrière Benjlikh.

A la suite de cette analyse, nous pouvons considérer que dans la littérature, les différences de caractérisation des argiles de Benjlikh d'une étude à une autre sont liées soit au niveau de prélèvement (lisse ou rugueux) soit aux modalités de caractérisation.

D'un autre côté, le choix de la matière première utilisée dans l'industrie céramique de Fès et dans la restauration des monuments historiques se fait à partir d'un mélange entre l'argile lisse prélevée dans la couche des marnes grises dite « Lmless » inférieure et l'argile rigoureuse de la couche dite « Lhrech » supérieure (Fig. II.16). L'argile de texture lisse seule donne des pièces dures après cuisson. Ces pièces sont difficiles à travailler pour obtenir les formes et les dimensions souhaitées, aussi bien pour les artisans du zellige que pour les artisans de la poterie. Quand aux pièces obtenues avec l'argile de texture rugueuse, elles

s'effritent facilement au toucher. Pour remédier à ces problèmes les artisans procèdent à un mélange de ces deux matériaux (1/3 ARFL et 2/3 ARFR) pour améliorer la qualité des produits céramiques dans le site de Benjlikh.

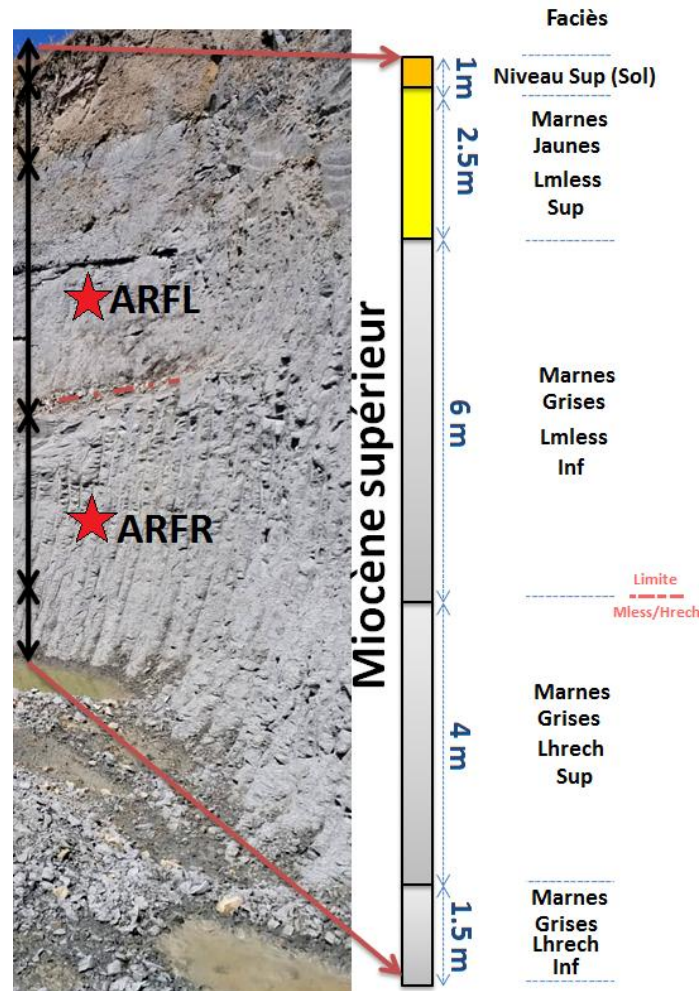


Fig. II.16. Zone de prélèvement de la matière première (ARFR et ARFL) utilisée dans l'industrie céramique à Fès.

2 Caractérisation de la matière première utilisée dans les sites potiers de Fès

Dans ce qui suit, notre étude sera focalisée sur la matière première utilisée dans le village des potiers à Fès. Trois échantillons représentatifs ont été prélevés cette fois directement chez les artisans, un échantillon d'argile lisse ARFL, un échantillon d'argile rugueuse ARFR et un échantillon de mélange ARFM. Le but est d'étudier les caractéristiques de chaque matériel et d'examiner l'efficacité de mélange ARFM à travers les analyses de diffraction des rayons X, la fluorescence des rayons X, les limites d'Atterberg, le comportement thermique au cours de la cuisson et les essais mécaniques.

2.1 Distribution granulométrique, limites d'Atterberg et valeur de VBS

Les résultats granulométriques et du bleu de méthylène sont illustrés dans le tableau II.3 et la figure II.17A. La première lecture des résultats montre que la fraction argileuse de ARFR est de l'ordre de 20 % associée à 21 % de sable et à 57 % de limon avec une teneur en VBS d'ordre de 5, tandis que ARFL présente une fraction plus importante en limon (67 %) associé à 31 % d'argile et à 1 % de sable ce qui permet d'avoir une valeur de VBS relativement importante pour ce type d'argile (VBS = 8).

Propriétés physiques	ARFL	ARFR	ARFM
Distribution granulométrique (%)			
Argile (<2 µm)	31	20	26
Silt (2–60 µm)	67	58	58
Sable (>60 µm)	1	22	16
Limites de consistance (%)			
Limite de liquidité	64	56	53
Limite de plasticité	30	26	25
Indice de plasticité	34	30	28
Bleu de methylene VBS	8	5	8

Tab. II.3. Distribution granulométrique, limites d'Atterberg et VBS des argiles de Fès.

Dans le diagramme ternaire de McManus (Fig. II.17B), l'échantillon ARFL pauvre en sable se localise dans la partie à faible porosité et perméabilité, ARFR dans la gamme des matériaux à porosité et perméabilité modérément élevées tandis que l'échantillon de mélange ARFM apparait dans la zone de transition.

L'analyse de la plasticité montre que l'échantillon riche en fraction argileuse ARFL se situe dans la zone très plastique (Fig. II.18), tandis que les deux autres échantillons sont placés à la limite de la zone modérément plastique à très plastique. En effet, la teneur élevée en sable dans ARFR et ARFM est responsable de la plasticité plus faible de ces échantillons et les situent dans la région à plasticité modérée. Il convient de noter que d'autres facteurs affectent les propriétés de plasticité, tels que l'origine de la formation géologique, les minéraux non argileux et les matières organiques (Oliveira *et al.* 2008).

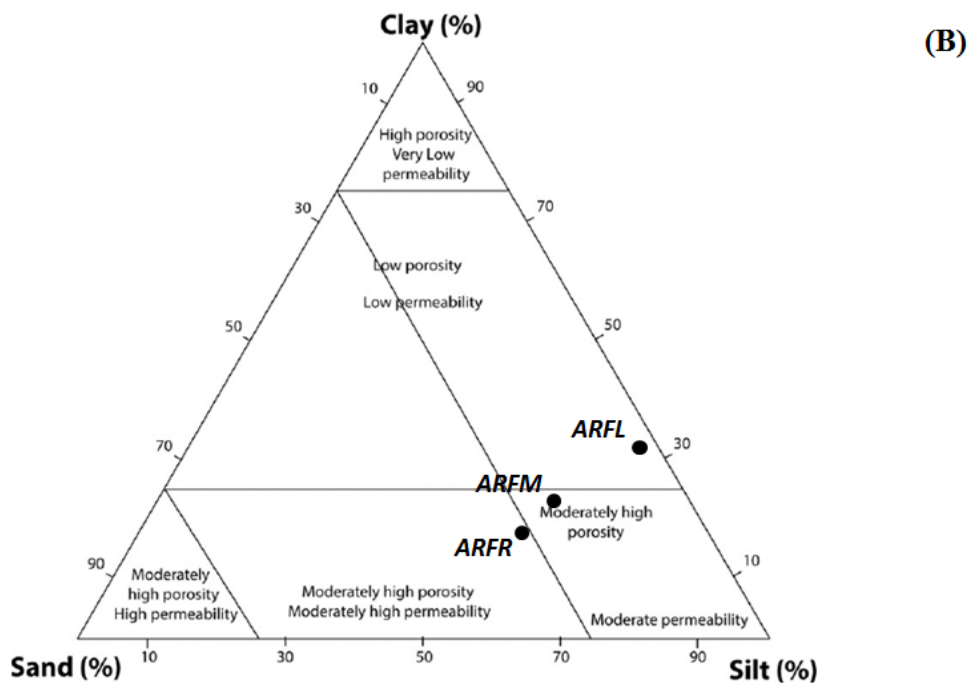
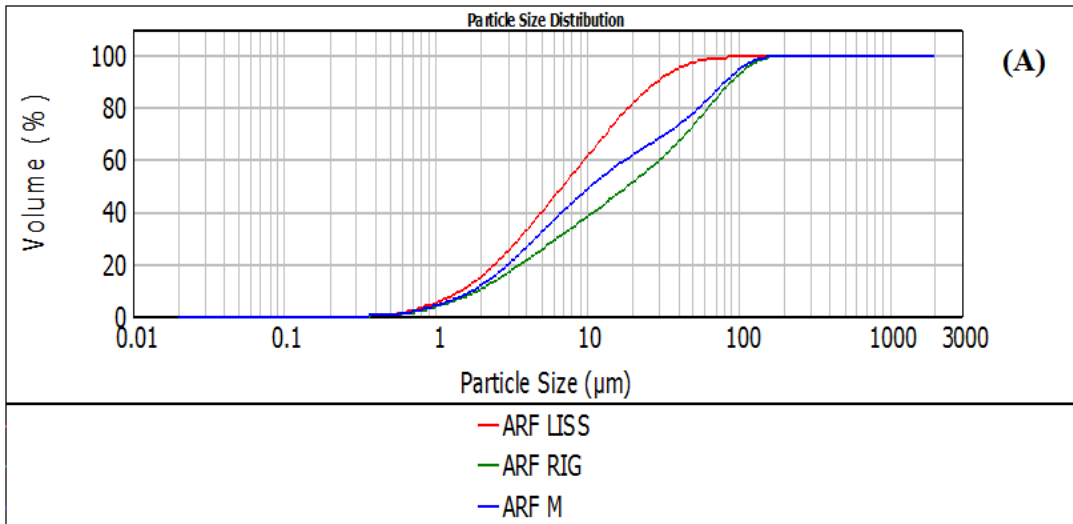


Fig. II.17. (A) Courbes de distribution granulométrique, (B) Diagramme ternaire CSS des argiles de Benjlikh.

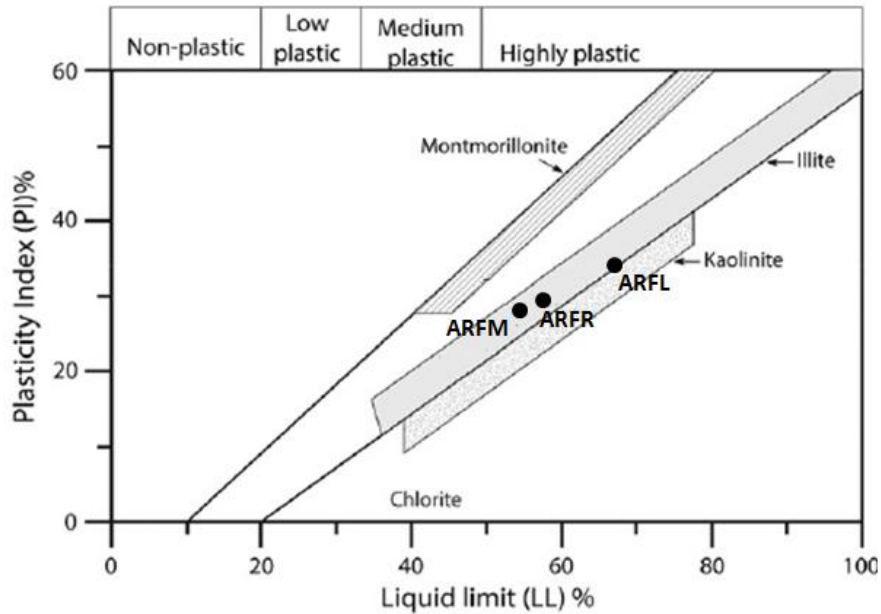


Fig. II.18. Présentation des argiles utilisées dans les sites potiers de Fès sur le diagramme de Holtz & Kovacs, 1981.

2.2 Composition minéralogique

La matière première utilisée pour la fabrication de la céramique traditionnelle de Fès, montre une composition minéralogique homogène entre les différents échantillons analysés.

Les diffractogrammes de la roche totale (Fig. II.19) montrent que les minéraux argileux constituent la phase la plus abondante. Les autres minéraux sont le quartz (23 %), la calcite (20 %) et la dolomite (8 %). Parmi les minéraux accessoires, on trouve également le feldspath K, les plagioclases, la muscovite, l'hématite et le gypse.

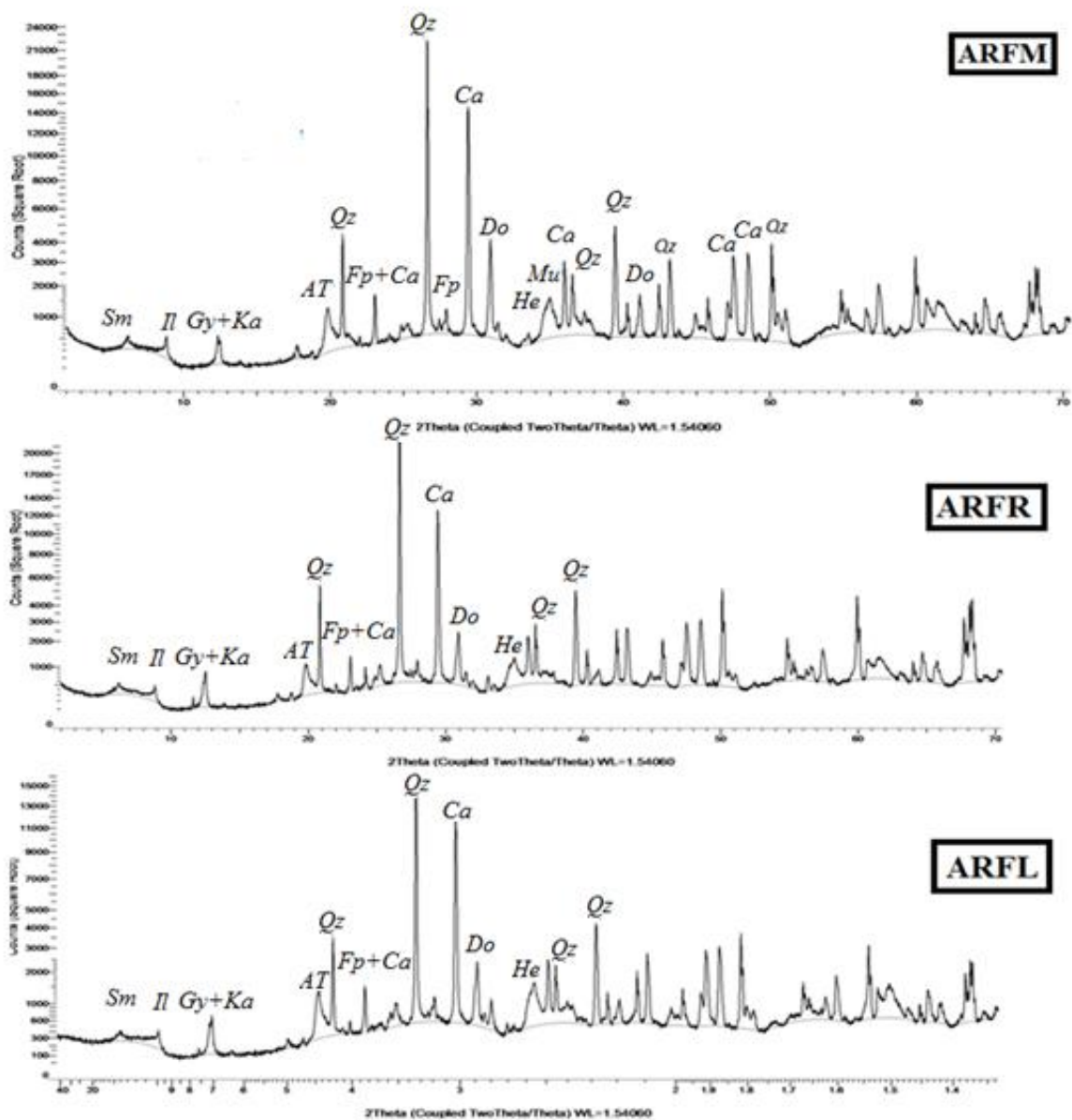


Fig. II.19. Minéralogie de la roche totale, ARFL : Argile Mless ; ARFR : Argile Lhrech ; ARFM : Mélange 1/3 Mless et 2/3 Lhrech. Qz: Quartz, Fp: Feldspaths, Ca: Calcite, Cd: Dolomite, Mu: Muscovite, He: Hématite, TC: Argile totale, Kaolinite, Sm: Smectite, Cl: Chlorite, Gy: Gypse.

L'analyse par diffraction des rayons X de la fraction argileuse montre ces argiles contiennent de l'illite, kaolinite, chlorite et la smectite en proportions variables entre les deux niveaux. Les argiles inférieures (ARFR) sont plus riches en smectite (15 %) par rapport ARFL (7 %) (Fig. II.20). La présence de ce minéral confère à des matériaux des propriétés de dilatation et de gonflement sous l'action de l'eau. La fraction argileuse est dominée par l'illite et la kaolinite dans les échantillons de Fès avec des petites quantités de chlorite, identifiée par la persistance de la réflexion (001) à 14 Å sur les spectres N, EG et H.

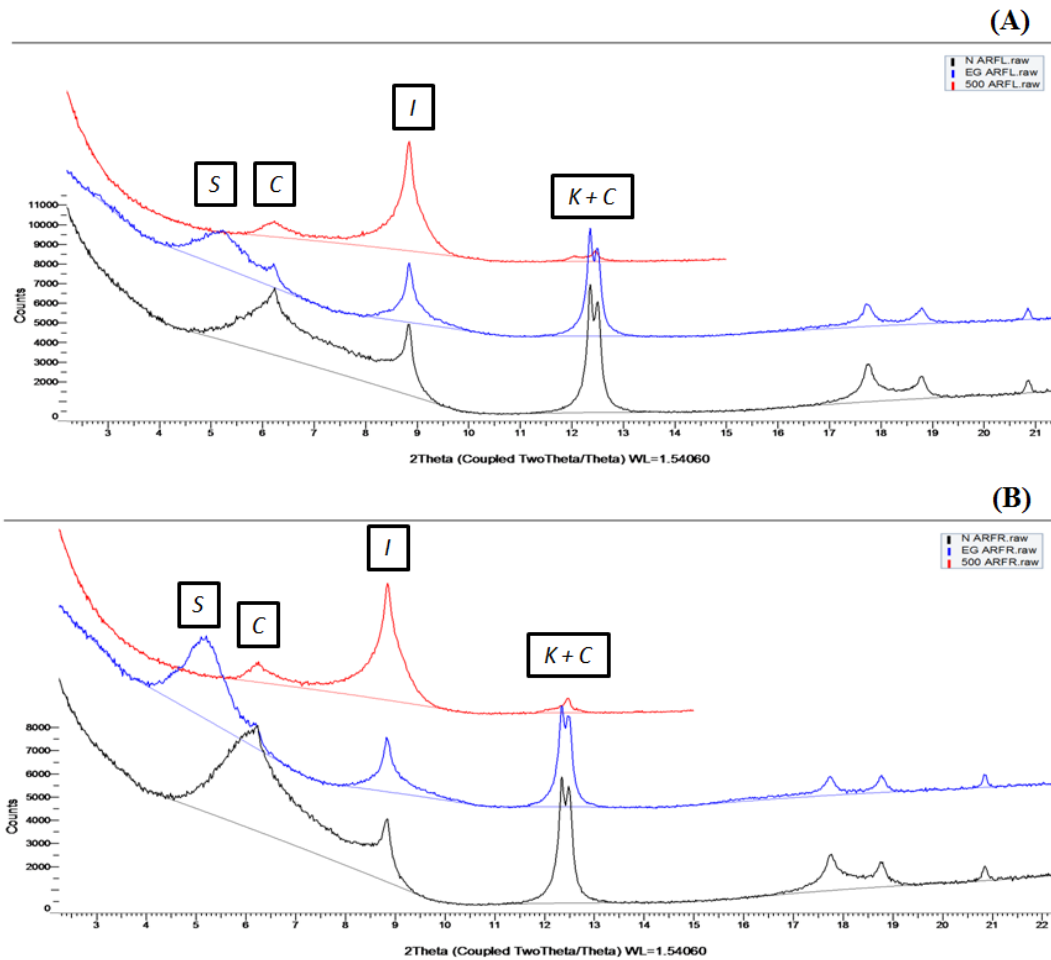


Fig. II.20. Diffractogrammes des lames d'argiles orientées (lame normale (N), Ethylène glycol (EG) et lame chauffée à 500 °C) des échantillons d'ARFL (A) et d'ARFR (B). Kln: Kaolinite, Ill: Illite, Chl: Chlorite et Sm: Smectite.

Le spectre FTIR obtenu pour l'échantillon de mélange ARFM (Fig. II.21) montre la présence des groupes de liaison Si-O-Al situés à 1354 cm^{-1} et les carbonates du calcium à 873 cm^{-1} , ceci confirme les résultats obtenus par la diffraction des rayons X.

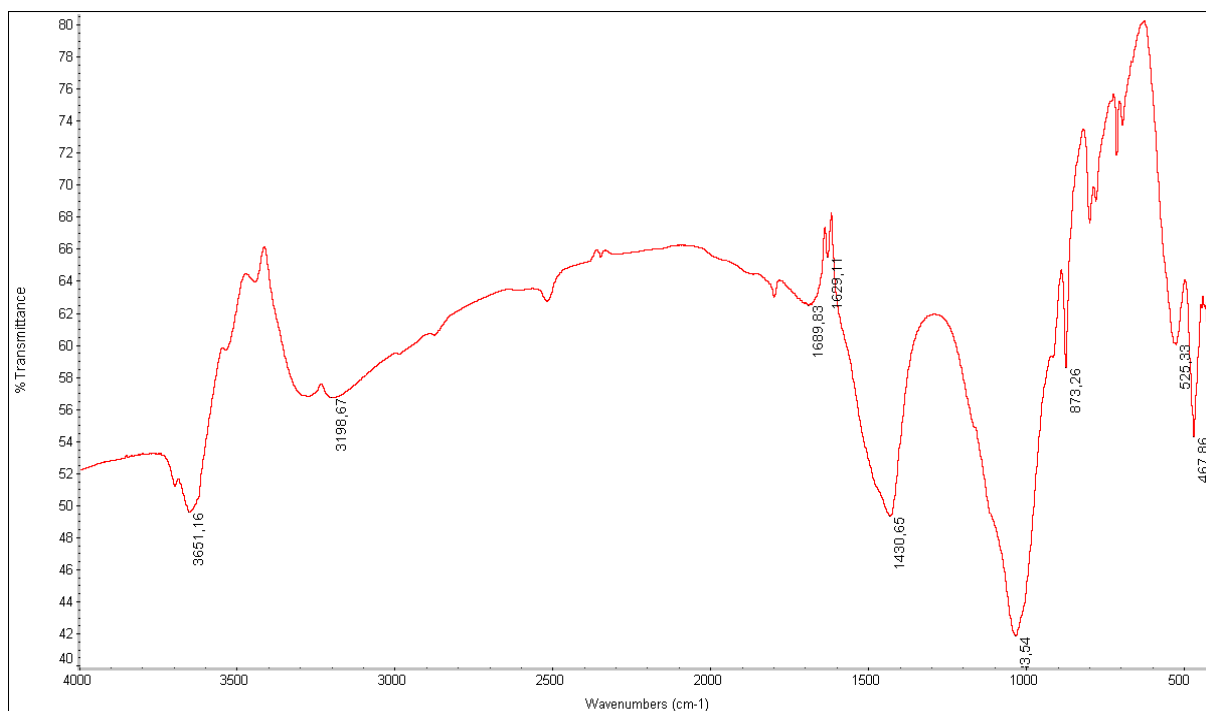


Fig. 21. Spectre infrarouge à transformée de Fourier FTIR de l'échantillon ARFM.

2.3 Composition chimique

Les compositions chimiques et les pertes au feu des échantillons ARFL, ARFR et ARFM sont regroupées dans le tableau II.4. L'analyse montre que les oxydes les plus abondants dans les trois échantillons sont SiO_2 , Al_2O_3 , CaO et Fe_2O_3 . Les quantités élevées de CaO pour les trois échantillons (12-14 %) sont attribuées à la calcite et la dolomite. Les oxydes prédominants (SiO_2 et Al_2O_3) sont principalement associés à l'illite, à la smectite et à la kaolinite. La teneur en SiO_2 est aussi attribuée à la présence de grains de quartz, avec une valeur maximale dans l'échantillon ARFR en accord avec les analyses de minéralogie. Les teneurs en oxyde de fer sont similaires pour les trois échantillons (4 – 5 % en poids). C'est le colorant principal des matériaux argileux et un composant sensible de l'aspect textural des argiles cuites (Bun Kim et *al.* 2011). Ce contenu confère à ce type de matériau argileux une couleur plus claire après la cuisson.

La valeur de la perte à feu est liée à la deshydroxylation des minéraux argileux, à l'oxydation de la matière organique et à la décomposition des carbonates et des hydroxydes (Baccour et *al.* 2008).

	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	LOI
ARFL	40	1	12	5	0	3	12	0	2	0	24
ARFR	47	1	10	5	0	2.5	14	0	1.5	0	17
ARFM	44	1	10	5	0	2.5	14	0.5	1.5	0	22

Tab. II.4. Composition chimique en oxyde des argiles de Fès par fluorescence des rayons X.

2.4 Evolution de la minéralogie au cours de la cuisson

Les essais de cuisson à des températures allant de 500 à 1000 °C dans des conditions oxydantes ont été réalisés sur les trois échantillons pour déterminer les phases minéralogiques qui se développent à haute température (Fig. II.22). Ces argiles calcaires donnent naissance à des silicates de calcium, à savoir diopside (CaMgSi₂O₆) et gehlenite (Ca₂Al₂SiO₇) à partir de 800 °C, avec la disparition progressive de la calcite et de la fraction argileuse. A 900 °C, le pic du quartz persiste et une nouvelle phase de feldspath se développe. Ces phases néoformées sont responsables de la qualité des produits après cuisson (El Ouahabi, 2013).

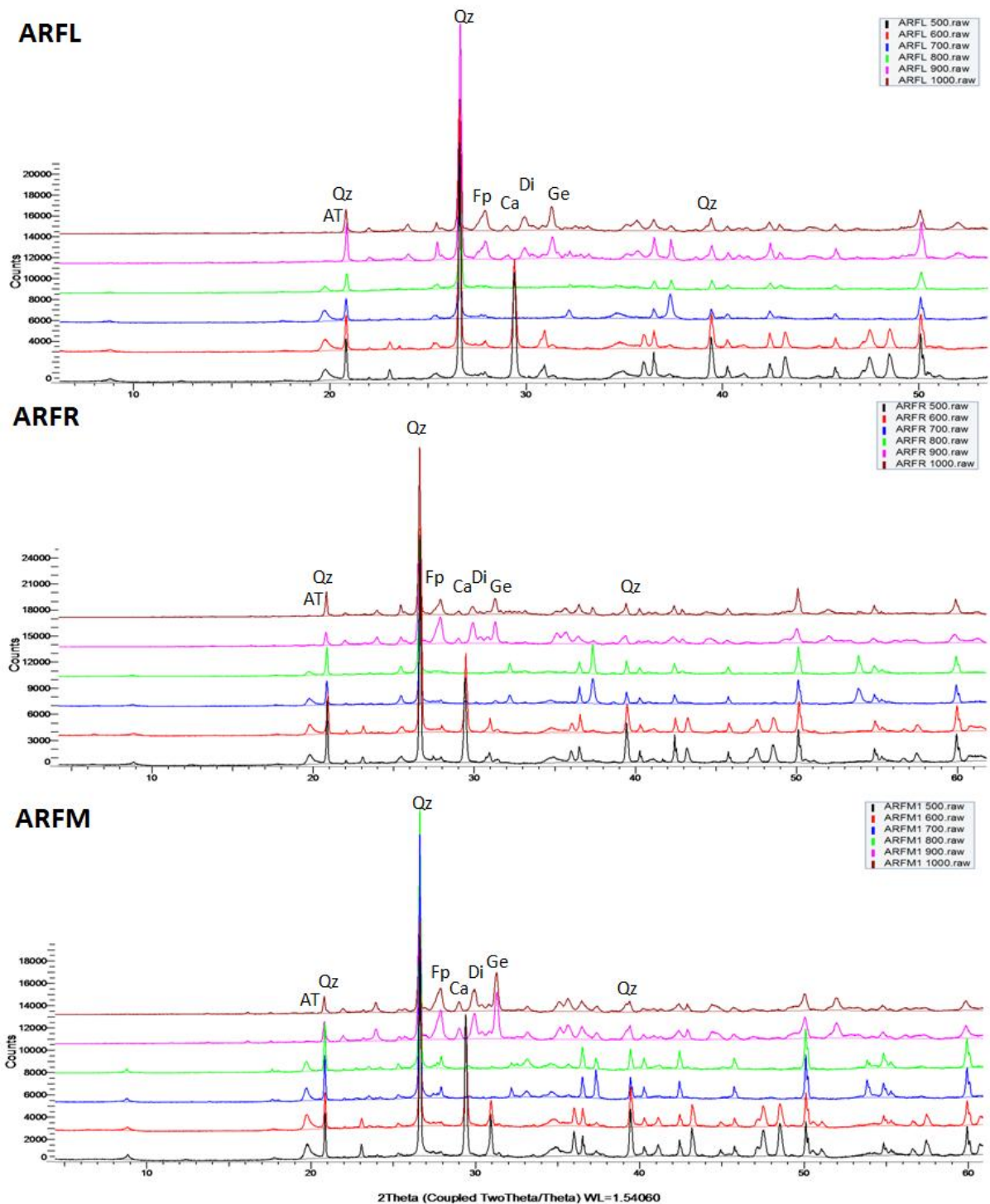


Fig. II.22. Suivi de l'évolution minéralogique par DRX à température croissante des argiles de Fès. AT : Argile total, Qz : Quartz, Fp : Feldspath K, Ca : Calcite, Di : Diopside, Ge : Gehlenite.

2.5 Potentiel d'utilisation des argiles de Fès dans l'industrie céramique

La poterie produite par les artisans potiers de Fès concerne principalement la céramique utilitaire (e.g., vaisselles, vases, pots) et la céramique de décoration (i.e., zellige). Aucune des

deux matières premières ARFR et ARFL n'est utilisée seule. La céramique utilitaire nécessite une matière première plastique et ayant une composition minéralogique qui limite le retrait après cuisson et réduit les fissures. En revanche, la céramique de décoration doit avoir une certaine compacité qui doit permettre aux artisans de couper les carreaux de zellige par percussion à l'aide d'outils métalliques tranchants selon les formes désirées avant l'assemblage du produit final. Les argiles de Fès conviennent à la poterie et à plusieurs domaines de la céramique traditionnelle en raison de leur teneur modérée en minéraux plastiques, en particulier en smectite.

Sur la figure II.23, le diagramme ternaire (Fiori et *al.* 1989) des matériaux argileux de Fès montre que les échantillons ARFR, ARFL et ARFM sont composés d'un mélange équilibré de quartz, carbonates et d'argiles. Sur la base des critères de Fiori et *al.* (1989), ces échantillons conviennent le mieux aux céramiques structurelles à base d'argile, sans recourir à des additifs.

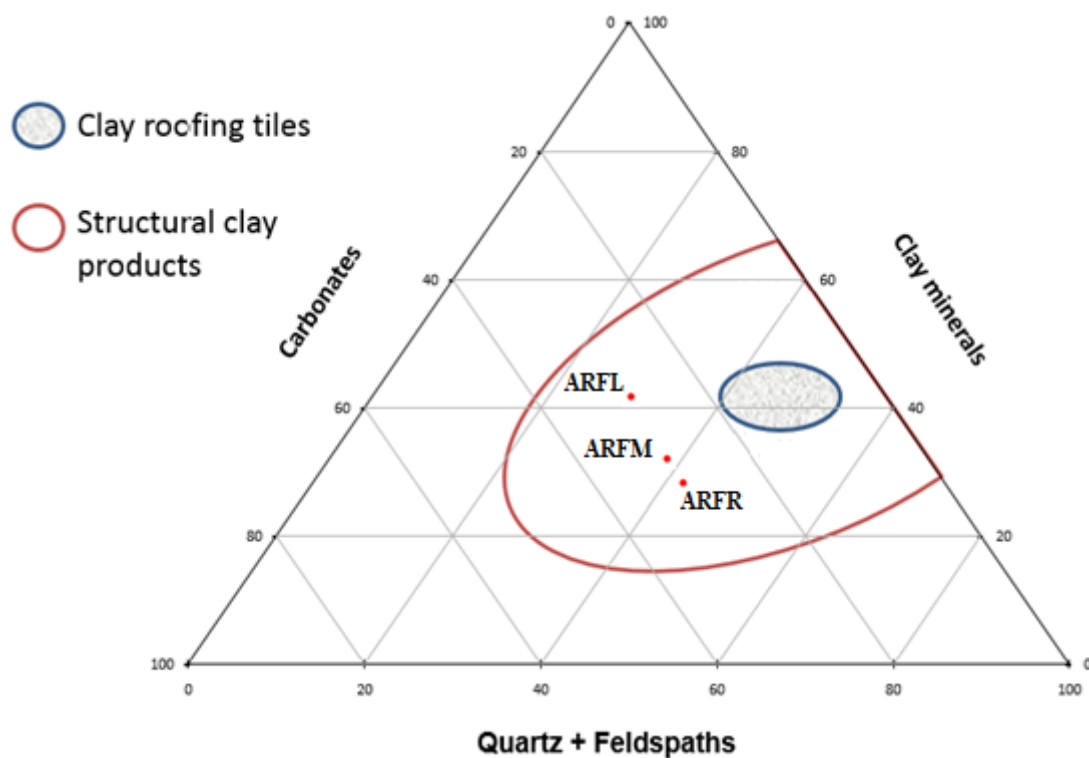


Fig. II.23. Diagramme ternaire type carbonates / quartz + feldspath / minéraux argileux des échantillons de Fès (Fiori et *al.* 1989).

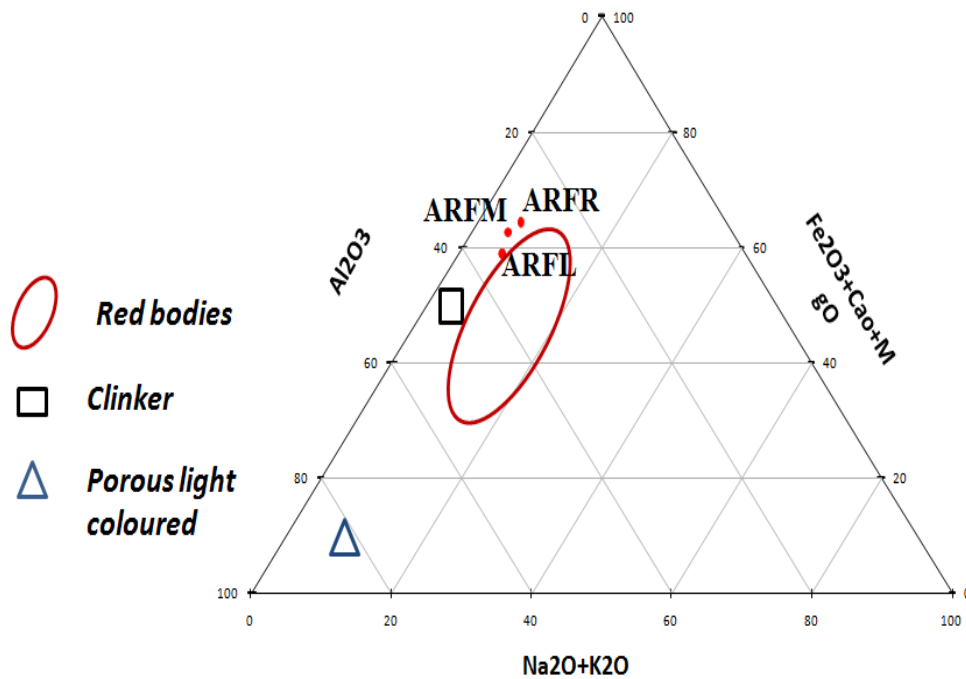


Fig. II.24. Diagramme ternaire type $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} / \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{CaO} + \text{MgO}$ (Fiori et al. 1989).

De plus, pour les attentes de la poterie, l'attitude à l'extrusion est possible (Fig. II.25). L'indice de plasticité est associé à la marge entre la consistance du plastique et celle des boues. Pour des raisons pratiques, cet indice doit être supérieur à 10 %. Les matériaux argileux présentant des valeurs d'IP < 10 %, ne conviennent pas à la production de céramique de construction en raison de problèmes lors du processus d'extrusion. Le résultat révèle que seul l'échantillon ARFL est situé à la limite de la région d'extrusion acceptable. Cela suggère que cet échantillon est inapproprié pour l'extrusion en raison de son indice de plasticité. Le mélange des deux argiles ARFL et ARFR est donc nécessaire pour éviter de tels problèmes.

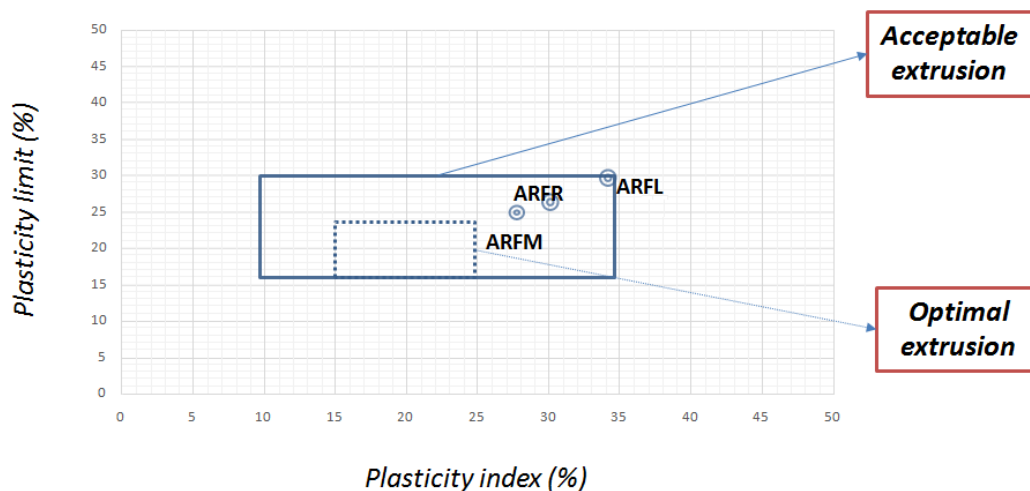


Fig. II.25. Attitude à l'extrusion des échantillons de Fès (Marsigli & Dondi, 1997).

CHAPITRE VI : RESULTATS DE CARACTERISATION DES CERAMIQUES ARCHEOLOGIQUES DES MONUMENTS ETUDIES

Après avoir déterminé les pathologies et les principaux facteurs de dégradation qui affectent les céramiques archéologiques des sites étudiés (chapitre IV), nous avons constaté qu'aucune tentative de restauration ne peut réussir sans avoir compris le système de fonctionnement de ces objets céramiques ainsi que leurs propriétés physico-chimiques, minéralogiques et texturales. La compatibilité entre les matériaux de restauration et les céramiques originales est un facteur fondamental à prendre en compte dans la confection des matériaux de substitution. Dans ce chapitre, nous allons caractériser chaque type de ces matériaux céramiques pour chercher des indices sur la technologie de fabrication de ces objets archéologiques, déterminer l'origine et la nature de la matière première utilisée par les Almoravides (site d'Aghmat) et les Saadiens (Palais El Badi et Tombeaux Saadiens) et enfin comprendre l'évolution de l'industrie céramique à travers les dynasties marocaines. Le but est de mettre à la disposition des restaurateurs de ces édifices une base de données scientifique pour choisir des matériaux de restauration compatibles et adaptés à chaque monument historique.

Nous avons vu dans le chapitre IV que les restaurations antérieures ont été mal exécutées à cause de l'absence des données scientifiques sur lesquelles les restaurateurs peuvent se baser avant d'entamer leurs travaux. Depuis la découverte des sites Saadiens à Marrakech jusqu'à aujourd'hui, une première restauration non archivée appelée « restauration coloniale » rassemble tous les travaux réalisés depuis la découverte des tombeaux Saadiens en 1917 jusqu'à 1956, puis une deuxième phase de restauration a commencé en 2010. Cette restauration a permis la consolidation des arcades du palais et la restauration des tuiles des tombeaux Saadiens en 2010, colmatage des fissures en 2012 et la restauration du zellige en 2015. Dans le chapitre suivant, nous allons relever les points communs et différences entre les zelliges et les mortiers de chaque phase de restauration et les matériaux originaux du VI^{ème} siècle. Le but est de déterminer le degré de compatibilité entre ces matériaux.

1 Les céramiques de décoration des tombeaux Saadiens et du palais El Badi

1.1 La glaçure

1.1.1 Analyses chimique des glaçures du palais El Badi

La glaçure joue un double rôle dans la protection du support céramique et la décoration de la surface du zellige en lui conférant un aspect lisse et brillant. Toutes les glaçures analysées par fluorescence X présentent un enrichissement en Pb et Sn (Fig. II.26). Les teneurs en ces deux éléments diminuent de la surface vers l'intérieur de la pièce et atteignent les valeurs minimales au niveau du tesson. Plusieurs études montrent que les céramistes anciens utilisaient souvent de l'oxyde de plomb mélangé à de l'étain comme agent d'opacification (Hochuli-Gysel, 1977; Hatcher et *al.* 1994 ; El Marraki, 1998 ; Gliozzo et *al.* 2015). La différence de densité entre ces deux éléments constituant de l'email permet de détecter deux zones à contrastes différents, mises en évidence par l'observation au microscope électronique à balayage sur une partie de la surface de la glaçure blanche : la zone sombre est riche en Pb (45% en poids) avec relativement moins de Sn (11 % en poids) contrairement à la zone claire qui contient plus de Sn (12 % en poids) et moins de Pb (36 % en poids).

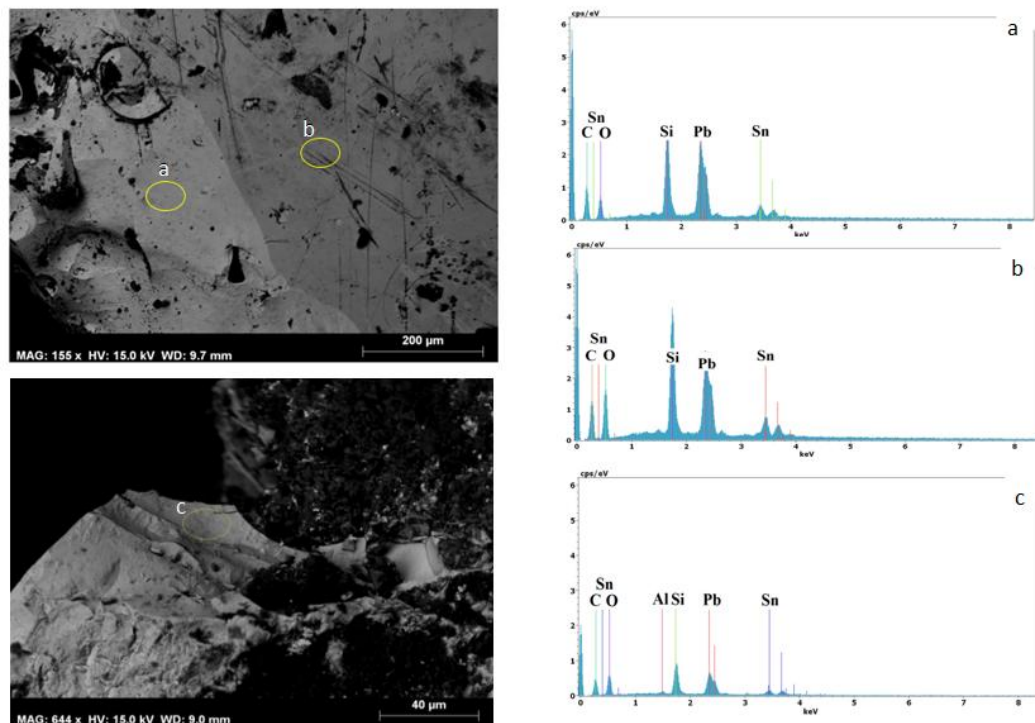


Fig. II.26. Observation au microscope électronique à balayage de la surface de la glaçure plombifère (a et b) et à l'interface tesson/glaçure (c) avec l'analyse EDS des zones sélectionnées (échantillon PBZ15).

Les couleurs de zellige les plus répandues dans les bâtiments historiques Saadiens sont le vert, le bleu, le miel ou le jaune, le noir et le blanc. Pour le zellige original du Palais El Badi, l'analyse chimique, faite au laboratoire sur la surface de la glaçure, montre que les agents de coloration utilisés sont classiques (Tab. II.5) ; il s'agit du cuivre (Cu^{2+}) pour la glaçure verte (3 % CuO), du fer (Fe^{3+}) pour la glaçure noire (9 % Fe_2O_3) et miel (2 % Fe_2O_3). L'oxyde de phosphore (P_2O_5) introduit dans la glaçure bleue est responsable de son opalescence bleuâtre. Comme décrit par Walton et *al.* (2010), les teneurs plus élevées en CaO observées dans certaines glaçures (4 à 8 %) pourraient être dues à l'efflorescence à la surface lorsque le tessou est composé d'argiles calcaires. L'oxyde de calcium, comme l'oxyde de potassium K_2O , joue un rôle de fondant dans la glaçure (Rhodes, 1999). L'oxyde d'aluminium Al_2O_3 dont la teneur ne dépasse pas 2 % joue un rôle dans la contraction lors du refroidissement et rend la glaçure en fusion plus visqueuse (Rhodes, 1999). La glaçure blanche est la plus riche en oxyde d'étain avec des teneurs d'environ 13 %. Les teneurs en Pb varient dans ces échantillons entre 24 et 41 %.

Glaçure originale de zellige du Palais El Badi					
Oxydes	PBZ12 (Miel)	PBZ13 (Verte)	PBZ15 (Noire)	PBZ16 (Blanche)	PBZ14 (Bleue)
SiO_2	43	40	39	37	50
PbO	41	40	38	42	21
CaO	4	2	2	2	8
Fe_2O_3	2.	<1	10	<1	<1
K_2O	2	<1	<1	<1	1.5
SO_3	2	nd	<1	<1	<1
P_2O_5	2	<1	<1	2	7
Al_2O_3	1.5	2	1	<1	2
SnO_2	<1	6.5	2	13	4
CuO	<1	3	<1	<1	<1
Cl	1.23	<1	<1	<1	<1
MgO	<1	<1	<1	<1	1
MnO	<1	<1	3	<1	<1
Na_2O	<1	<1	<1	<1	1

Tab. II.5. Composition chimique par XRF des glaçures de Palais El Badi, exprimée en pourcentages pondéraux d'oxydes (nd : non détecté ; <1 : élément inférieure à 1%).

1.1.2 Analyses des glaçures des tombeaux Saadiens

Pour le zellige des tombeaux Saadiens, l'analyse *in situ* par XRF portable montre que les agents responsables de la couleur des glaçures sont les mêmes que ceux du palais El Badi. En

effet, pour la glaçure verte, l'oxyde de plomb était le principal flux de l'émail mélangé avec à la silice. L'effet polychrome est obtenu en utilisant comme colorant du cuivre (Fig. II.27A). L'oxyde de cuivre (CuO) est souvent utilisé pour donner du vert dans des conditions de cuisson oxydante pour les glaçures de l'air islamique au Maroc, en Irak, en Iran, en Égypte et en Syrie (Tite, 2008 ; O'Kane, 2016). La teneur en cuivre dans la glaçure verte oscille entre 1,5 et 12 % en poids. L'ion Cu^{2+} colore l'émail alcalin en bleu clair tandis que dans une glaçure au plomb contenant plus de 30 % en poids de PbO, il devient vert (Weyl, 1976; Wedepohl, 2003). Les émaux dont la teneur en cuivre est inférieure à 5 % ont une couleur vive. Au-dessus de 5 %, la surface devient sombre ou métallique. L'oxyde de cuivre commence à se volatiliser à partir de 1225 °C, une température jamais atteinte dans les fours traditionnels marocains. En réduction, il donne le fameux rouge de cuivre (Rhodes, 1999).

La glaçure miel est liée aux ions Fe^{3+} . L'oxyde de fer est l'un des oxydes colorants les plus importants (Fig. II.27B). Les glaçures transparentes placées sur l'argile avec du fer à l'état d'oxyde révèlent des couleurs marron, brun rougeâtre, miel ou jaune. La variété de nuances dépend de la quantité d'oxyde de fer contenue dans l'argile, du type de glaçure, de l'atmosphère et du degré de cuisson. La teneur en fer dans ces échantillons se situe entre 1 et 5 % en poids. Environ 1 % d'oxyde de fer est suffisant pour estomper légèrement une surface, 3 % donne une teinte moyenne, 5 % des tons soutenus et plus de 7 % des tons bruns à noirs foncés. Avec les glaçures contenant une teneur élevée en Pb, les cristaux de fer peuvent être de couleur jaune vif (Gill et al. 2014). Comme mentionné précédemment, la quantité de Pb agit comme flux, mais il peut jouer également un rôle d'agent colorant dans les glaçures vertes cuivrées et jaunes à plus de 50 % de PbO (Wedepohl et al. 1995; Nassau, 2001).

La glaçure noire est principalement colorée avec du MnO_2 et du Fe_2O_3 (Fig. II.27C). Le mélange d'oxyde de fer et de manganèse donne une teinte noire quelle que soit l'atmosphère de cuisson avec de belles surfaces légèrement mates ou cristallines. Environ 2 % de l'oxyde de fer sont suffisants pour donner une couleur noire à la plupart des glaçures au plomb. L'usage du MnO_2 s'explique par la proximité géographique des gisements de manganèse aux sites potiers de Fès et de Marrakech (Moret, 1930).

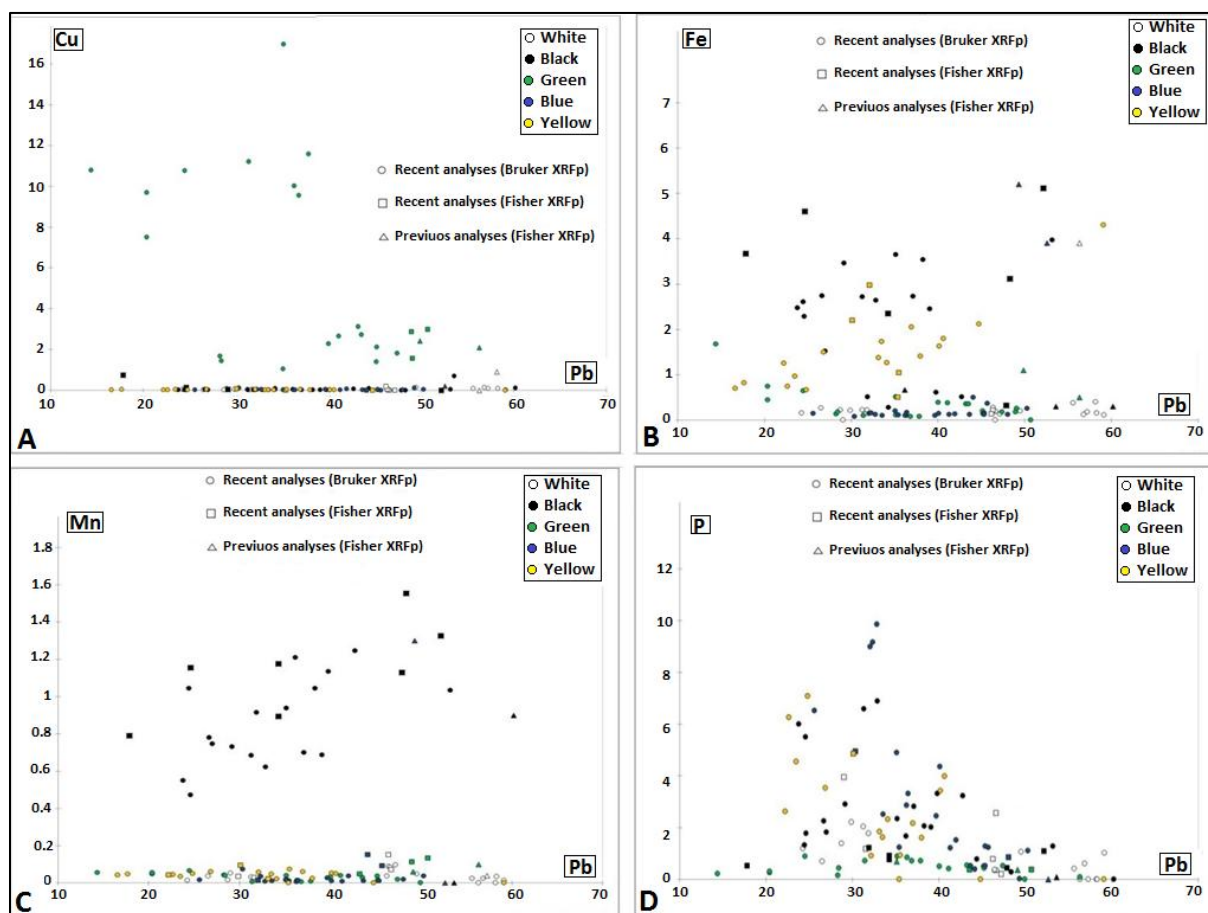


Fig. II.27. Principaux agents colorants de la glaçure de zellige au sein des tombeaux Saadiens (Comparaison entre les résultats de XRFp Bruker AXS instrument faites sur 122 échantillons de zellige, Fisher XRFp XL3T instrument sur 24 échantillons et les résultats obtenus par Gradmann, 2015) .

La glaçure blanche ne montre aucun des ions métalliques colorants Mn, Cu ou Fe dans ces échantillons. Les émaux blancs ne contiennent que du calcium, de la silice et des précipités riches en plomb. Le CaO peut être utilisé comme agents de blanchiment comme le SnO₂ (i.e., détecté sur les glaçures blanches du Palais El Badi), mais les teneurs élevées en chaux observées dans certains émaux blancs, noirs, jaunes et verts (> 5 % en poids de CaO) pourraient également être dues à l'efflorescence de la surface d'un tesson fait d'argile calcaire (Walton & Tite, 2010).

Enfin, la glaçure bleue présente une teneur modérée en phosphore P₂O₅ (Fig. II.27D), en particulier dans le zellige récent (2,5 à 5 % en poids) et original (6,5 à 10 % en poids). La teneur en phosphore dans le zellige de la première restauration est comprise entre 0,5 et 2,5 % en poids (Fig. II.28). Les oxydes de phosphore donnent une opalescence laiteuse et une couleur bleu-turquoise. Généralement, la distinction entre les deux origines possibles du P₂O₅, à savoir les cendres végétales et les phases minérales (souvent gazéifiées), est basée sur les

valeurs de MgO, K₂O et CaO (Gulzar et *al.* 2013). Les cendres contiennent des teneurs élevées en MgO et K₂O et un contenu variable de P₂O₅. Par contre, les teneurs en MgO et K₂O dans les glaçures Saadiennes ne dépassent pas 2 % en poids. La source du phosphore correspondrait donc à des phases minérales telles que l'apatite ou d'autres minéraux carbonatés répandus dans le Haut Atlas de Marrakech.

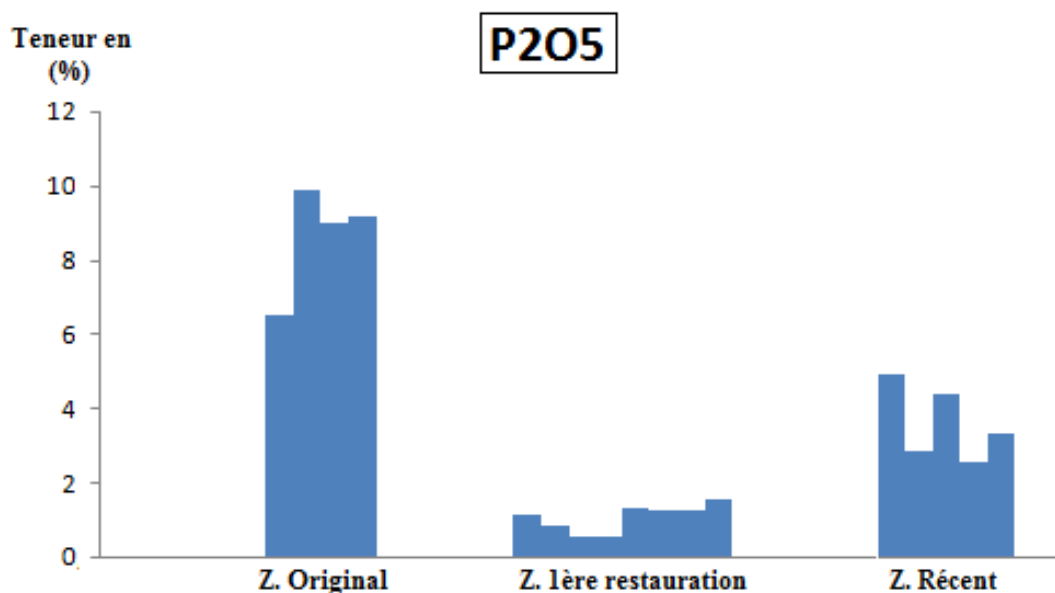


Fig. II.28. Teneur en phosphore dans les glaçures du zellige des tombeaux Saadiens d'après les résultats de XRF portable.

Les diagrammes binaires de CaO-PbO, Fe₂O₃-PbO, K₂O-PbO et SiO₂-PbO (Fig. II.29) montrent que les glaçures contiennent en moyenne 34 % en poids de plomb (9 - 59 % en poids). La glaçure blanche représente les niveaux les plus élevés de plomb avec 25 à 59 % en poids. Le fer et le plomb sont en corrélation positive pour la plupart des glaçures, en particulier dans les émaux noirs et jaunes (Fig. II.30). La chaux présente une corrélation négative tandis que les autres oxydes ne se corrélaient pas avec l'oxyde de plomb. Les résultats présentent des compositions assez cohérentes pour la silice et le plomb. Le même type de résultats a été signalé par Rena Gradmann (2015) sur des échantillons prélevés dans les bâtiments Saadiens. L'utilisation de plomb comme flux en association avec des alcalins favorise les propriétés d'expansion lors de la cuisson et augmente la dureté du tessou et rend la couleur plus claire (Henshaw et *al.* 2007).

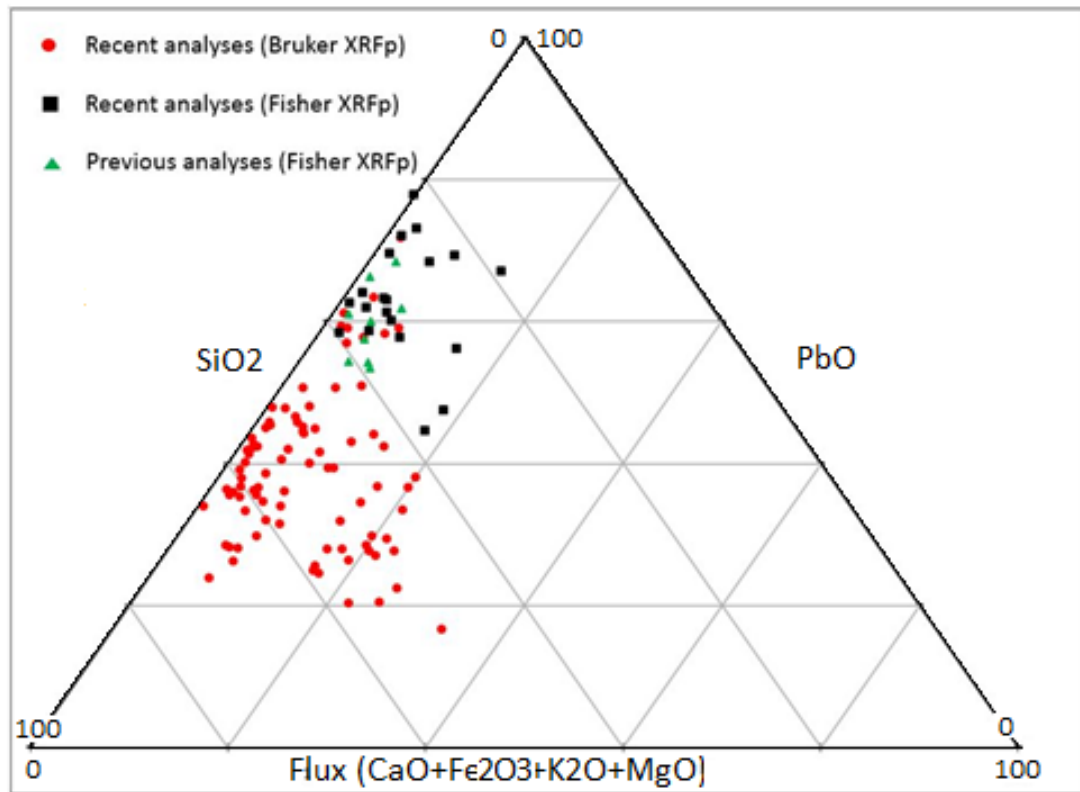


Fig. II.29. Diagramme ternaire PbO-SiO₂-flux (CaO-Fe₂O₃-MgO-K₂O) indiquant la quantité élevée de plomb et de la silice dans les glaçures Saadiennes.

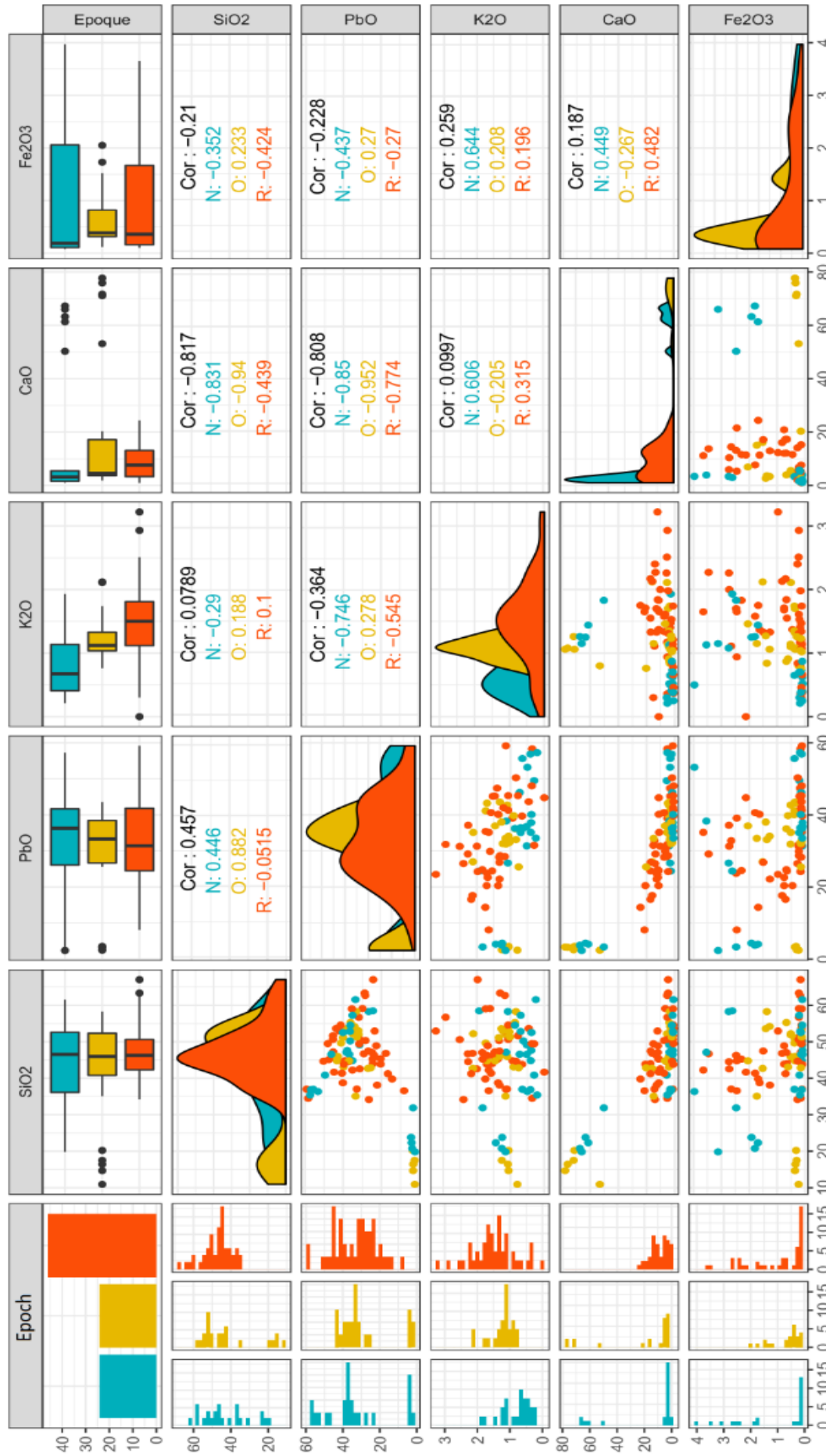


Fig. II.30. Diagrammes binaires montrant le degré de corrélation entre les principaux éléments chimiques de la glaçure Saadienne (N: matériaux de la restauration récente; R: matériaux de la première restauration; O: matériaux originaux).

1.1.3 Analyse spectrophotométrique des glaçures

Les cinq couleurs de glaçures de zellige Saadien ont été étudiées par spectrophotométrie et projetées dans l'espace colorimétrique Yxy pour mesurer l'écart chromatique entre la couleur visuelle et sa correspondance dans l'espace perceptuel. Les couleurs des deux sites se rapprochent dans l'espace Yxy définie par la commission internationale d'éclairage (CIE 1930) (Fig. II.32). La réflectance est faible pour la couleur noire ($Y_{PB} = 7.97$ et $Y_{TS} = 5.36$), elle varie de 20 à 42 pour les couleurs vertes, bleues, blanches et miels, respectivement, pour le palais Badi et de 20 à 47 pour les zelliges des tombeaux Saadiens. Les écarts entre les couleurs sont aussi faibles dans l'espace chromatique L^*a^*b (Tab. II.6), ce qui montre que malgré certains zelliges de même couleur apparaissent différents à l'œil nu, ils sont très proches de point de vue chromatique.

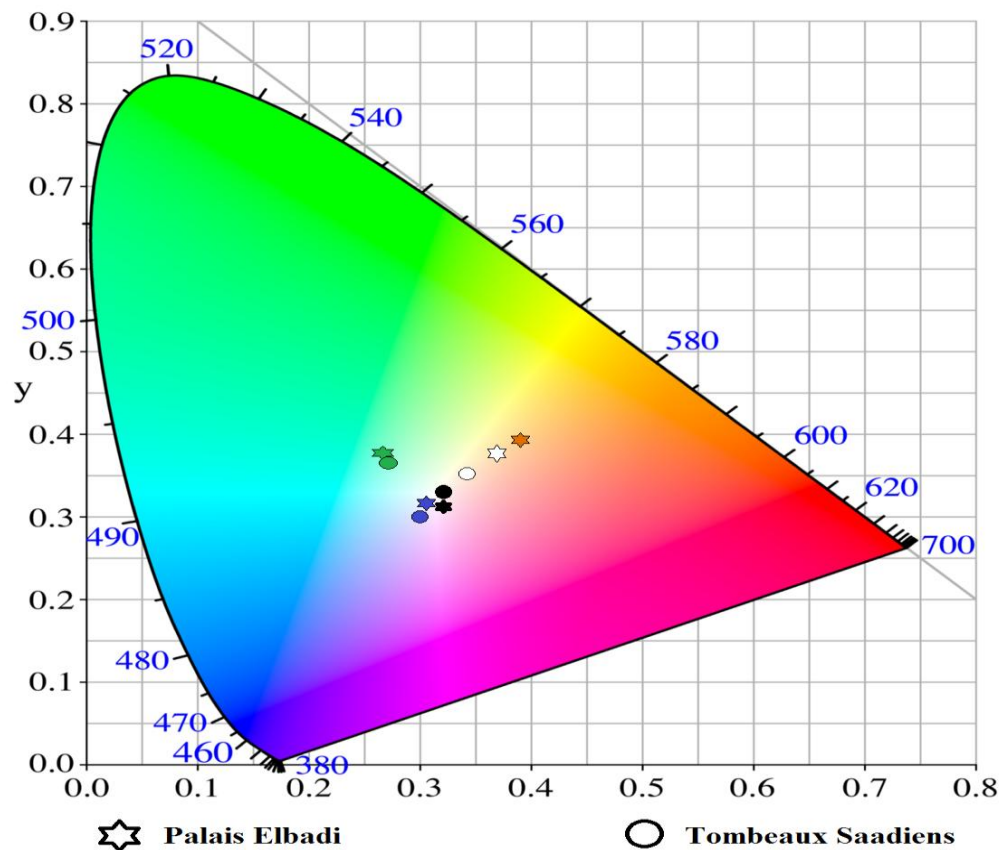


Fig. II.31. Représentation dans l'espace Yxy (CIE 1931) des couleurs noire, blanche, verte, bleue et miel, du zellige TS et PB. (Les points représentatifs des couleurs sont des moyennes de trois mesures effectuées sur la surface de chaque échantillon).

Paramètres	Palais El Badi					Tombeaux Saadiens			
	Noir	Blanc	Vert	Bleu	Miel	Noir	Blanc	vert	Bleu
L*	33.92	70.85	52.04	58.09	56.62	27.78	74.40	52.49	55.51
a*	0.29	1.92	-19.72	-4.2	7.25	0.09	0.38	-22.77	-3.47
b*	-0.23	21.87	3.40	0.85	26.44	-0.18	9.46	2.73	0.58
Y	7.97	41.97	20.18	26.06	24.53	5.36	47.34	20.29	23.43
x	0.31	0.36	0.27	0.30	0.39	0.31	0.33	0.27	0.29
y	0.33	0.38	0.36	0.33	0.39	0.33	0.35	0.36	0.32

Tab. II.6. Comparaison entre les coordonnées chromatiques de zellige des deux sites Saadiens dans l'espace Yxy et L*a*b.

1.2 Interface glaçure-tesson

L'analyse microscopique et par cathodoluminescence montre que la limite glaçure-tesson des échantillons de zellige est mal définie en raison de la pénétration du mélange de glaçure dans les pores ouverts du support céramique (Fig. II.33). L'épaisseur de la glaçure est généralement comprise entre 250 et 350 μm , elle est appliquée directement sur le tesson cuit sans engobe ou couche intermédiaire.

L'observation en lumière naturelle par microscopie optique permet d'examiner la forme et l'abondance des pores au contact glaçure-tesson ainsi que le pourcentage, la taille des grains et la répartition des inclusions (Fig. II.33A). La porosité de tous les échantillons varie de 10 à 15 % du volume total composé principalement de méso-vésicules et de macro-orifices. Les diamètres des pores varient de quelques micromètres dans le tesson à 1 mm dans la glaçure avec une forme angulaire à sub-arrondie. Les grains de calcite secondaire sont dispersés ou concentrés autour de ces pores. Aucune fusion ne s'est produite lors de la cuisson de la céramique car aucune phase vitreuse n'apparaît autour des grains.

La partie supérieure du tesson est généralement homogène, optiquement inactive avec une couleur allant du beige au brun clair. Les inclusions sont principalement représentées par des grains équi-dimensionnels de quartz et d'oxydes de fer avec quelques micas.

La cathodoluminescence permet de détecter certains éléments chimiques de l'interface glaçure-tesson selon leur nature et leur distribution (Piponnier, 1990) (Fig. II.33B). Sous

l'effet du bombardement électronique, les glaçures blanches et jaunes luminescent légèrement en bleu, indiquant la présence d'étain sous forme de cassitérite (SnO_2) (El Marraki, 1998). Les minéraux lourds qui apparaissent dans une couleur jaune vif, sont clairement visibles sur la glaçure. Le tesson présente généralement une luminescence en violet, reflétant les inclusions de quartz (Bechtel & Schvoerer, 1984). La couleur orange indique l'abondance de la calcite tandis que les zones vertes sont liées à la présence de plagioclase (Duttine, 2008 ; Muller et al. 2010).

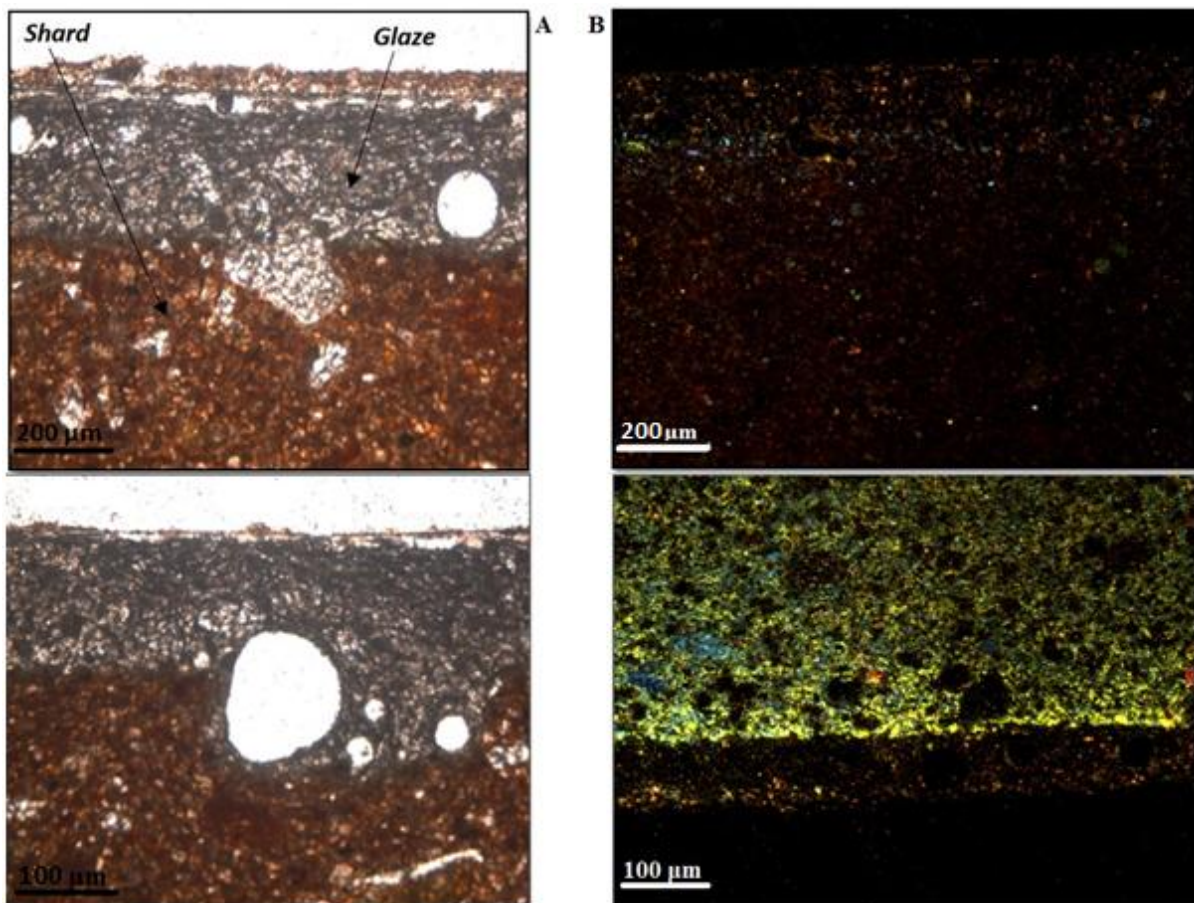


Fig. II.32. Observation par microscopie optique (A) et cathodoluminescence (B) de l'interface glaçure-tesson (PBZ18 et TSZ18).

Des cristaux de manganèse, sous forme de baguettes noires, ont été observés en microscopie électronique à balayage dans la partie supérieure de l'interface glaçure-tesson du zellige noir en particulier (Fig. II.34). Ce phénomène est dû à la précipitation de MnO_2 sous forme de cristaux idiomorphes au contact du tesson dans les glaçures riches en manganèse (El Halim et al. 2018).

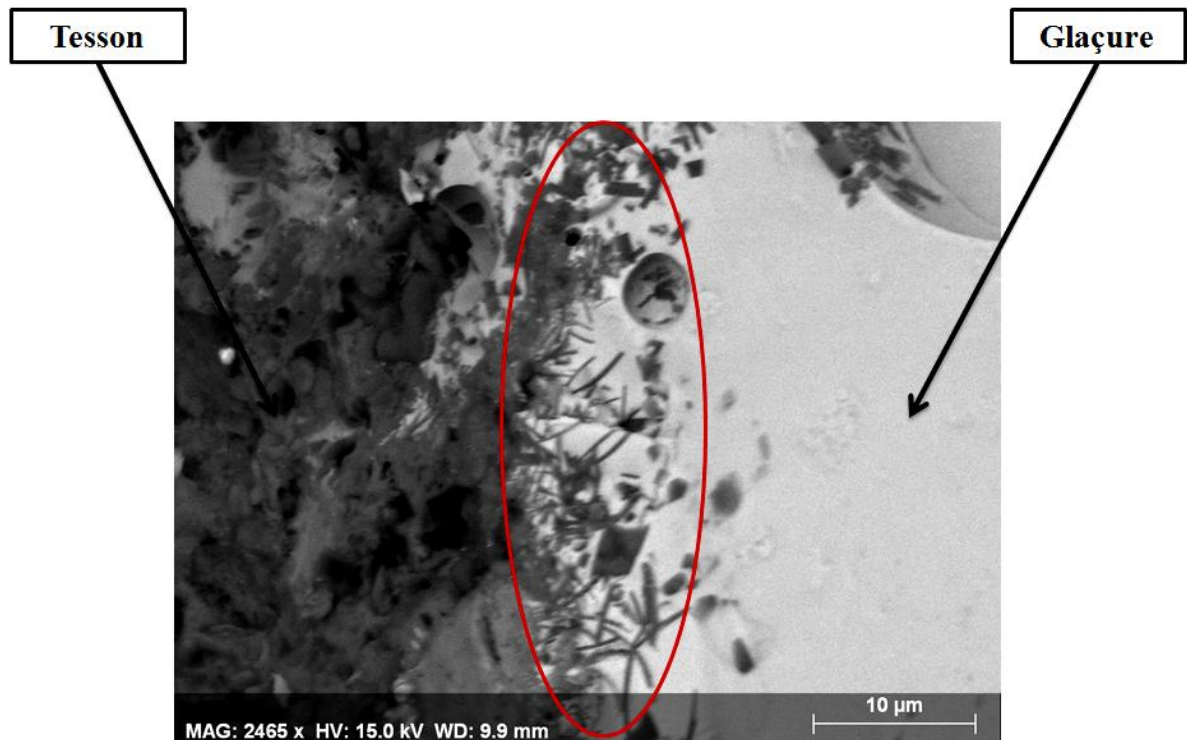


Fig. II.33. Image MEB en mode BSE de l'interface glaçure-tesson du zellige noir (PBZ13).
Les cristaux prismatiques allongés sont des cristaux riches en manganèse.

1.3 Le tesson

Dans le support céramique du zellige, les teneurs en silice sont semblables entre les sites du palais El Badi (39 et 58 %), et des tombeaux Saadiens (41 à 57 %) (Tab. II.7). La teneur en alcalins ne dépasse pas 4 % en poids de $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ pour les deux types de zellige. Le fer est présent dans le tesson du zellige de palais El Badi avec une teneur moyenne de 4.75 ± 0.5 % en Fe_2O_3 , identique à celle du zellige des tombeaux (4.8 ± 0.8 %). La teneur en matière organique déterminée par perte au feu (LOI) varie entre 4 et 19 % pour les échantillons TSZ17 et PBZ14.

Pour les deux sites, la diffraction des rayons X permet de mettre en évidence, en plus du quartz et de la calcite, des phases minéralogiques de haute température (Maggetti, 1982 ; Maniatis *et al.* 2005), il s'agit de diopside et de gehlenite. Les tessons du palais El Badi sont plus riches en calcite (entre 9 et 17 %), la teneur en quartz est de 31 ± 2 %. En revanche, ces échantillons sont relativement faibles en diopside (7.3 ± 3 %) et en gehlenite (9 ± 2 %). L'enstatite (MgOSiO_2) est détectée en proportion modérée (< 7 %). Les phases de hautes températures sont plus développées dans les tessons de zellige des Tombeaux Saadiens avec 20 ± 2 % de diopside et 13 ± 3 % de gehlenite. La teneur en quartz est 25 ± 3 %, celle de la calcite ne dépasse pas 5 ± 1 %. La proportion en hématite (2.5 ± 0.5 %) est identique dans les

échantillons des deux sites (Fig. II.35), elle est responsable de la couleur jaune-ocre du tesson (Benamara, 2003).

	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	LOI
PBZ11	57	0.8	13	5	0.1	2	12	1	3	0.2	6
PBZ12	56	0.8	11	5	0.1	2	11.5	1	3	0.2	11
PBZ13	57	0.6	11	5	0.05	3	14	0.5	2	0.2	7
PBZ14	39	0.6	9	4	0.1	2	24	1	2	0.2	19
PBZ15	55	0.6	12	5	0.05	3	14	0.5	2	0.3	7
PBZ16	53	0.7	12	5	0.1	2	15	1	2.5	0.3	10
PBZ17	58	0.8	12	5	0.1	2	14	1	2	0.2	5.5
PBZ18	57	0.8	13	5	0.1	2	12	1	3	0.2	6
PBZ19	46	0.7	11	4	0.1	2	18.5	1	2	0.2	14
TSZ11	49	0.6	11	5	0.05	3	16.5	0.5	2	0.2	11
TSZ12	50	0.7	12	5	0.1	2	16	1	2.5	0.2	10
TSZ13	55	0.8	13	5	0.1	2	12	1	3	0.2	7
TSZ14	53	0.8	13	5	0.1	2	13	1	3	0.2	6
TSZ15	41	0.6	9	4	0.1	2	19	1	2	0.1	20.5
TSZ16	49	0.7	12	5	0.1	2.5	16	1	2	0.2	12
TSZ17	57	0.8	14	6	0.1	2	12	1	3	0.3	3.5
TSZ18	50	0.7	12	5	0.1	2	16	1	2.5	0.2	10
TSZ19	47	0.7	12	5	0.1	2.5	22	1	2	0.2	8

Tab. II.7. Composition élémentaire de zellige comparée du Palais El Badi et des Tombeaux Saadiens obtenue par fluorescence X sur perle (LOI à 1000°C).

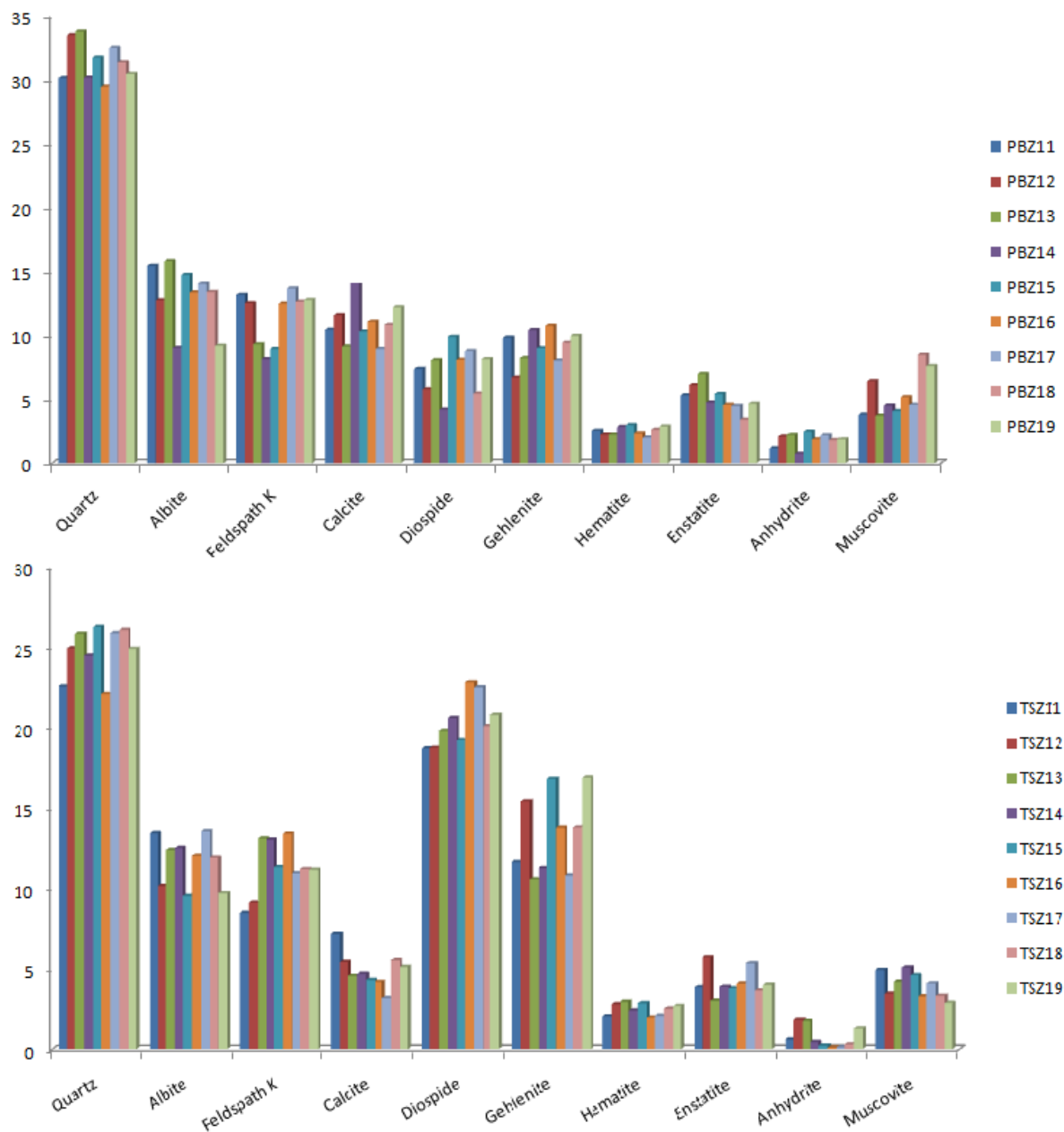


Fig. II.34. Composition minéralogique des échantillons de zellige des Tombeaux Saadiens (TSZ) et du Palais El Badi (PBZ) (exprimée en %), obtenue par diffraction des rayons X.

1.4 Le mortier

Dans cette partie, nous avons pu identifier et analyser le mortier original du palais El Badi ainsi que trois types de mortier au sein des Tombeaux Saadiens : le mortier original, le mortier de première restauration et le mortier récent. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau II.8.

Les analyses chimiques et minéralogiques réalisées par fluorescence et diffraction des rayons X sur ces quatre mortiers montrent qu'ils ont des compositions différentes et donc des propriétés d'adhésion différentes.

	Mortier original du palais El Badi	Mortier original des Tombeaux Saadiens	Mortier de la première restauration	Mortier de la deuxième restauration
Composition minéralogique (%)				
Quartz	3	2	13	21
Gypse	97	98	-	-
Calcite	-	-	65	9
Plagioclases	-	-	6	-
Feldspath K	-	-	6	11
Portlandite	-	-	-	44
Composition chimique (%)				
SiO₂	3	2	47	28
TiO₂	0	0	0	0
Al₂O₃	0	0	9	5
Fe₂O₃	0	0	4	3
MnO	0	0	0	0
MgO	1	1	2	2
CaO	20	21	24	31
Na₂O	0	0	2	1
K₂O	0	0	2	1
P₂O₅	0	0	0	0
LOI	22	22	10	27

Tab. II.8. Composition chimique et minéralogique des mortiers utilisés dans les différentes restaurations des Tombeaux Saadiens.

Les analyses minéralogiques montrent que les premiers mortiers utilisés étaient en gypse (sulfate hydraté de calcium), ils sont résistants et durables. Par contre, le mortier de la première restauration est un mélange d'argile et de calcite (Fig. II.36). Il semble plus sensible aux remontées capillaires : l'eau qui s'infiltre dans le mortier se charge en bicarbonates de calcium ce qui conduit à la lésion des grains à cause de la solubilité de la calcite. La nature minéralogique du mortier est donc un facteur très important responsable de la résistance de la mosaïque de zellige.

Pour la restauration récente, un mortier où la calcite ne constitue qu'environ 9 % de la recette mélangée avec du sable et de la portlandite a été utilisé, il s'agit d'un ciment portland qui est le plus utilisé actuellement dans le domaine de la construction.

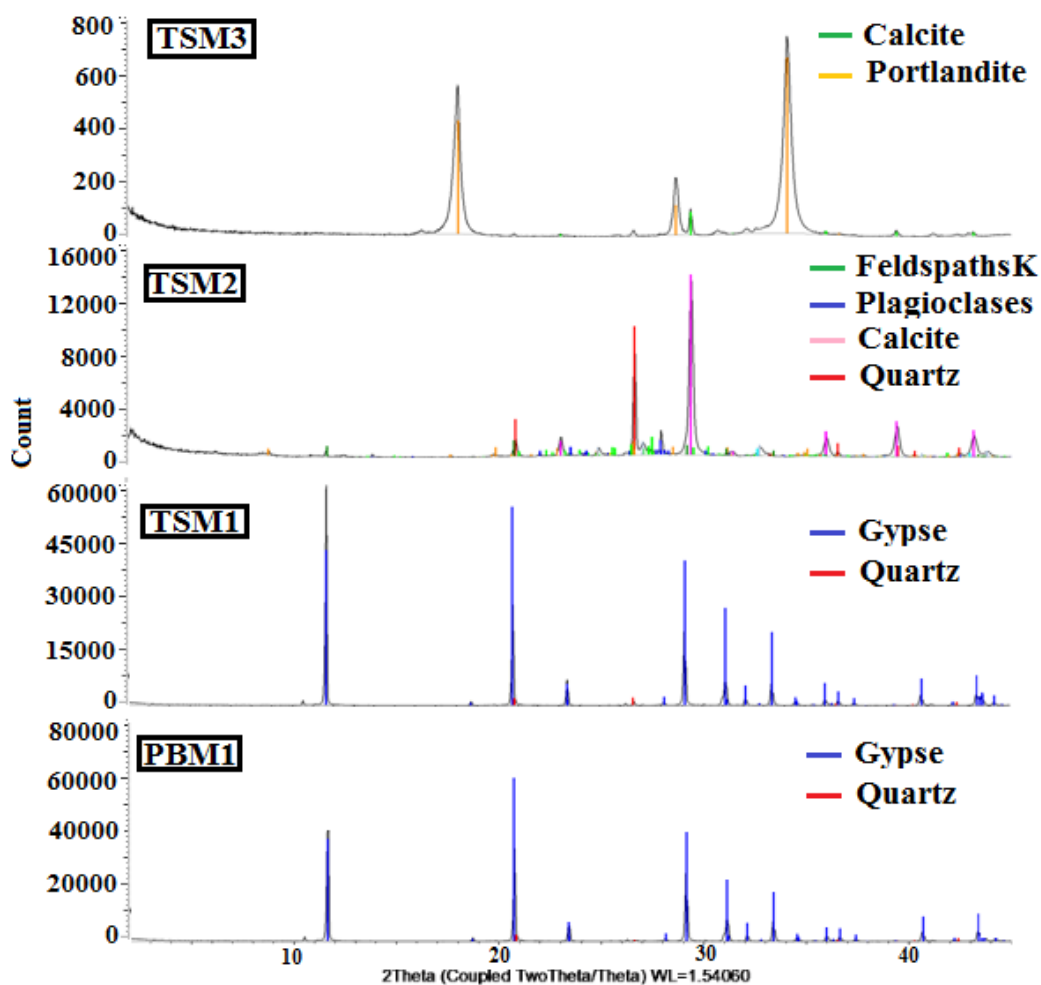


Fig. II.35. Résultats DRX des différents mortiers du Palais El Badi (PBM1 : mortier original) et Tombeaux Saadiens (TSM1 : mortier original, TSM2 : mortier de la 1^{ère} restauration et TSM3 : mortier de 2^{ème} restauration).

2 Les céramiques structurelles et utilitaires

2.1 Les briques et le canal d'irrigation du Palais El Badi

Les principaux minéraux identifiés dans les briques intercalées au pisé du Palais El Badi (PBI) sont le quartz (4 %), le feldspath alcalin (9 %), le plagioclase (28 %), l'hématite (4 %), la muscovite (11 %) et des traces de spinelle (< 1 %). Du diopside et de la gehlenite sont observés en faible abondance (≤ 1 %), en relation avec la faible teneur en CaO des tessons de briques (Tab. II.9). Du point de vue chimique, ces matériaux sont caractérisés par une forte proportion de SiO₂ (58,7 %) et d'Al₂O₃ (16,0 %) avec une teneur modérée en Fe₂O₃ (7,1 %). Les teneurs en CaO et MgO sont respectivement de 4,3 et 3,7 %.

Les briques utilisées dans les fondations (PBS) sont également riches en SiO₂ (57,4 %) et en Al₂O₃ (16,4 %) mais elles se caractérisent par une teneur plus faible en Fe₂O₃ (5,3 %) et en

MgO (1,4 %). La composition minéralogique est légèrement différente entre les deux types de briques. Le PBS est enrichi en quartz (30 %), plagioclase (20 %), muscovite (16 %) et feldspath alcalin (12 %). La teneur en hématite (4 %) est identique. Les silicates de calcium sont présents, avec 5 % pour le diopside et 3 % pour la gehlenite (Tab. II.10).

	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	LOI
PBI	58.7	0.9	16	7.1	0.1	3.7	4.3	1.2	3.6	0.2	4.1
PBS	57.4	0.9	16.4	5.3	0.1	1.4	5	2.04	3.1	0.1	5.4
PBC	58.9	0.8	17.3	6.8	0.1	3.9	3.8	1.02	2.2	0.2	4.4

Tab. II.9. Composition chimique des briques (PBS et PBI) et canal d'irrigation (PBS) du palais El Badi.

	Qz	Plg	FK	Cal	Di	Gh	Hem	Ms
PBI	43	28	9	1	1	1	4	11
PBS	31	20	9	5	5	3	4	17
PBC	31	14	14	8	1	3	8	12

Tab. II.10. Composition minéralogique des briques (PBS et PBI) et canal d'irrigation (PBS) du palais El Badi. (Qz : Quartz, Plg : Plagioclases, FK : Feldspaths potassiques, Cal : Calcite, Di : Diopside, Gh : Gehlenite, Hem : Hématite, Ms : Muscovite).

Les phases minérales principales qui composent la céramique des canaux d'irrigations (PBC) sont le quartz (31 %), le plagioclase (14 %) et le feldspath alcalin (14 %). Les minéraux ferreux responsables de la couleur rougeâtre des céramiques des canaux sont représentés par l'hématite (8 %). La teneur en muscovite est de 12 %. Les silicates de calcium sont observés en très faible teneur (1 % de diopside, 3 % de gehlenite). Pour la composition chimique, les éléments majeurs sont SiO₂ (58,9 %) et Al₂O₃ (17,4 %). Des oxydes alcalins (1 % Na₂O et 2,3 % K₂O), des oxydes de fer (6,8 % Fe₂O₃) et d'autres oxydes (0,85 % TiO₂, 3,9 % CaO et 4,0 % MgO) sont également présents en quantités variables.

2.2 Les briques et la poterie du site d'Aghmat

Les analyses minéralogiques montrent que les échantillons de briques ont une composition minéralogique identique, à l'exception de l'échantillon GHB13 qui est riche en calcite (4 %), diopside (5 %), gehlenite (3 %) et muscovite (16 %). Les minéraux abondants sont le quartz (33 – 46 %), les plagioclases (20 – 25 %) et les feldspaths K (10 - 13 %). La teneur en hématite d'environ 4% est responsable de la couleur rouge de ces briques après cuisson

(Abajo, 2000 ; Daoudi et *al.* 2014). L'identification de spinelle de faible abondance (1,1 %) atteste un début de fusion de la structure minéralogique (Sanz et *al.* 2007) (Tab. II.11).

Dans les briques d'Aghmat, la teneur en silice varie entre 59 % et 72 %. La teneur en alcalins ne dépasse pas 5 % (en % en massique de Na₂O et K₂). Le fer est présent à une teneur moyenne de 5,4 ± 0,1 % de Fe₂O₃ pour le GHB11 et le GHB12 et 7,1% pour le GHB13. Cet échantillon est relativement riche en Al₂O₃, CaO et MgO : il provient probablement d'une autre matière première que celle utilisée pour les deux premières briques. La teneur en P₂O₅ est inférieure à 0,5 % (Tab. II.12).

	Qz	Plg	Fk	Ca	Di	Gh	Hem	Ms	Spl
GHB1	46	25	10	1	1	1	4	11	1
GHB2	46	23	11	1	1	1	4	12	1
GHB3	33	20	13	4	5	3	5	16	1

Tab. II.11. Composition minéralogique des briques d'Aghmat.

	SiO₂	TiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	MnO	MgO	CaO	Na₂O	K₂O	P₂O₅	LOI
GHB1	71.8	0.9	13.9	5.3	0.1	1.5	1.29	2	3.1	0.1	0.6
GHB2	69	0.9	13.8	5.5	0.1	1.6	1.7	1.4	3	0.2	2.5
GHB3	59.1	0.9	16	7.1	0.1	3.8	4.4	1.2	3.7	0.3	3.5

Tab. II.12. Composition chimique des briques d'Aghmat.

Contrairement aux briques, les échantillons de poterie d'Aghmat (GHP1, GHP2 et GHP3) sont plus hétérogènes du point de vue minéralogique. La phase minérale diopside, formée par la réaction entre Ca, Mg et Si, est bien développée dans les trois échantillons (24 % - 30 %). De l'enstatite a été identifiée (2 % - 6 %) dans les diffractogrammes DRX. Le quartz, les plagioclases et les feldspaths K sont les minéraux les plus abondants, tandis que la calcite et la gehlenite sont présentes en faibles quantités (Tab. II.13).

Les oxydes les plus abondants dans les échantillons de poterie sont SiO₂, Al₂O₃, CaO et Fe₂O₃, tandis que K₂O, MgO et Na₂O sont présents en quantités mineures, et TiO₂, P₂O₅ sous forme de traces. Les échantillons présentent relativement la même composition chimique (Tab. II.14).

	Qz	Plg	Fk	Ca	Di	Gh	Hem	Mus	Spl
GHP1	25	11	12	4	24	2	5	11	6
GHP2	24	8	21	2	30	4	4	4	3
GHP3	24	17	13	3	28	3	4	6	2

Tab. II.13. Compositions minéralogique des échantillons de poterie d'Aghmat.

	SiO₂	TiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	MnO	MgO	CaO	Na₂O	K₂O	P₂O₅	LOI
GHP1	54.4	0.8	15.9	6.3	0.1	2.7	10.8	0.9	3.9	0.4	3.5
GHP2	53.3	0.8	16	6.6	0.1	2.9	12	0.9	3.6	0.4	3.5
GHP3	56	0.8	14.3	6	0.1	3.1	11.7	1.1	2.9	0.3	3.2

Tab. II.14. Compositions chimique des échantillons de poterie d'Aghmat.

2.3 Le canal d'irrigation et les tuiles d'Aghmat

Pour les échantillons du canal d'irrigation collectés dans l'ancienne mosquée d'Aghmat, les résultats DRX montrent que les phases minérales abondantes sont le quartz et les Ca-silicates, les autres minéraux tels que la muscovite, les feldspaths et l'hématite sont présents en teneurs modérées. Le spinel est aussi détecté dans tous les échantillons comme étant une phase qui se développe à haute température de cuisson à partir de la décomposition des phyllosilicates (Fig. II.37).

La composition chimique montre aussi l'abondance de la silice (55 % de SiO₂) et l'aluminium (20 % d'Al₂O₃), les teneurs des oxydes de fer (Fe₂O₃) et des oxydes de calcium (CaO) sont de l'ordre de 7 % et 4 %. K₂O et MgO sont aussi présents avec des quantités d'environ 4 % et 3 % respectivement (Fig. II.38). La perte au feu (LOI) déterminée est d'environ 5 %, elle est due principalement à la décomposition des phases carbonatées dans ce type de matériaux (Baccour et *al.* 2008).

En revanche, la composition minéralogique des tuiles est légèrement différente ; elle montre de faibles quantités en silicates de calcium (diopside et gehlenite) et d'hématite, la muscovite est complètement absente dans ces échantillons, le quartz et les feldspaths sont les phases minéralogiques abondantes avec la présence du spinelle en teneurs modérées. De point de vue chimique, les éléments majeurs sont SiO₂ et Al₂O₃ (60 % et 17 %), suivi d'oxyde de

fer Fe_2O_3 (6 %). Les autres composants tels que CaO , K_2O et MgO sont présents en faibles quantités (1 %, 3 % et 2 % respectivement). La teneur en LOI ne dépasse pas 1 % pour ces échantillons (Fig. II.38).

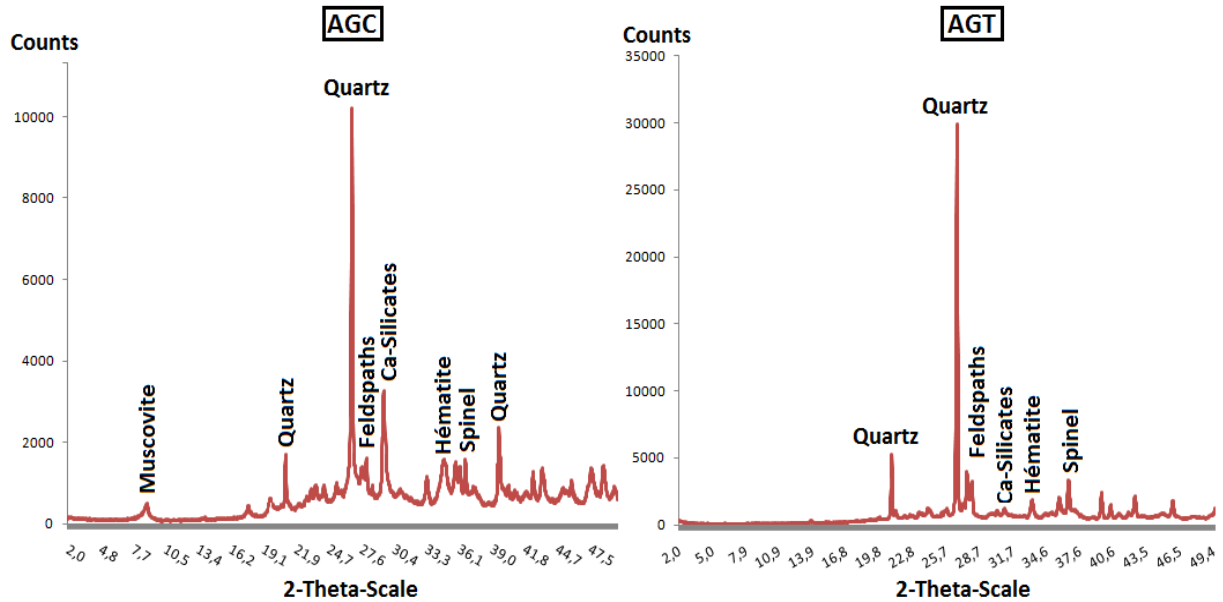


Fig. II.36. Diffractogrammes des échantillons de Tuile (AGT) et de canal d'irrigation d'Aghmat (AGC).

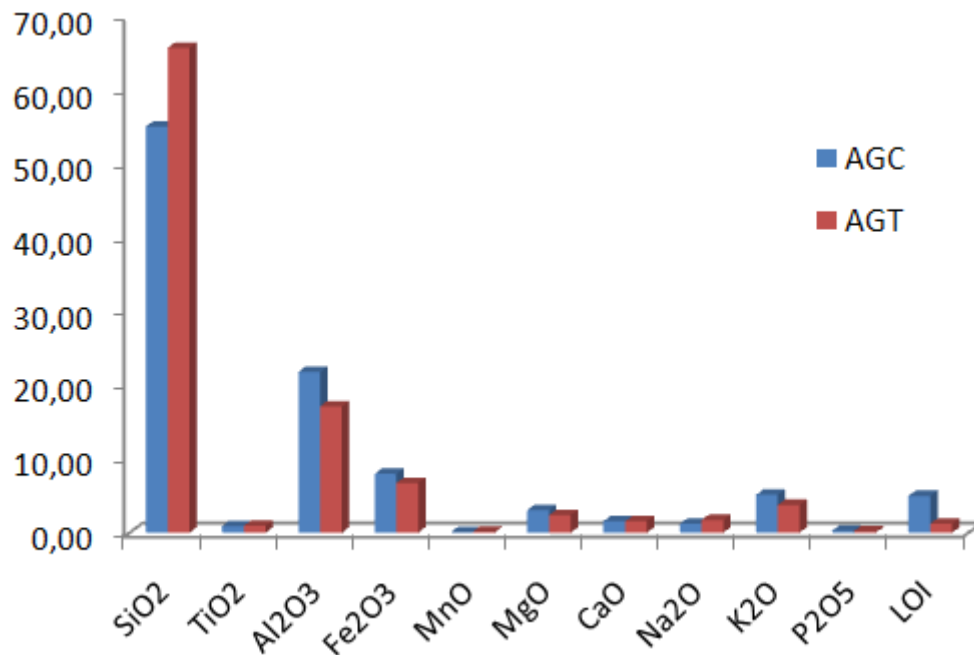


Fig. II.37. Composition chimique des échantillons de tuiles (AGT) et de canal d'irrigation d'Aghmat (AGC).

PARTIE III :

DISCUSSION ET INTERPRETATIONS

CHAPITRE VII : ORIGINE DES MATIERS PREMIERES UTILISEES ET TECHNOLOGIES DE FABRICATION DES CERAMIQUES ADOPTEES DANS LES DIFFERENTS SITES

L'étude de la provenance des céramiques archéologiques est devenue plus facile avec l'intégration de plusieurs techniques analytiques (Rautman et *al.* 1993 ; Kennett et *al.* 2004 ; Yellin, 2007 ; Ben-Shlomo et *al.* 2008 ; Tschegg et *al.* 2009 ; Renson et *al.* 2013). Par conséquent, la source de ces matériaux est plus couramment évaluée par la comparaison des tessons de céramique avec des groupes de matériaux de référence. Un certain nombre d'études ont été menées pour établir le lien entre la céramique et ses matières premières (Adan-Bayewitz & Perlman, 1985; Gomez et *al.* 2002 ; Santacreu & Vicens, 2012 ; Segvic et *al.* 2012) ainsi que d'explorer la technologie de fabrication (Fowler et *al.* 2011). Dans les études de provenance, les concentrations élémentaires dans les céramiques et les argiles sont corrélées de point de vue chimique et minéralogique. En déterminant les oligo-éléments dans les céramiques et les argiles, la matière première utilisée pour leur fabrication peut être identifiée (Nunes et *al.* 2013 ; El Ouahabi et *al.* 2019). Les analyses minéralogiques et chimiques sont alors des outils importants pour ce type d'étude. Cependant, des changements de composition peuvent être introduits dans la manipulation et le mélange de la matière première, ainsi qu'au cours du processus de production. Pour cette raison, il est courant dans les études de provenance des céramiques de combiner différentes techniques d'analyse (Glascok, 1992 ; Reimann & Filzmoser, 2000 ; Usman et *al.* 2005) et de comparer la céramique archéologique avec un matériau de référence ou de même source probable (Tite, 2008 ; Nunes, 2013).

Dans ce chapitre, les analyses minéralogiques et élémentaires seront utilisées pour déterminer les sources probables des matières premières utilisées dans la production des céramiques archéologiques du palais El Badi, tombeaux Saadien et du site d'Aghmat, ceci va permettre par la suite d'explorer certaines modalités liées à technologie de fabrication de ces matériaux. Les résultats obtenus vont répondre aux questions liées au savoir faire des artisans Almoravides et Saadien et à l'évolution de l'art céramique à travers les dynasties marocaines. Ils peuvent être pris comme références dans les prochaines tentatives de restauration, d'entretien et de mise en valeur de ces matériaux archéologiques.

1 Les céramiques du palais EL Badi et des tombeaux Saadiens

1.1 Origine de la matière première argileuse

Compte tenu de la composition élémentaire des tessons des zelliges du Palais El Badi (PB) et des Tombeaux Saadiens (TS), la matière première utilisée dans la fabrication de ces céramiques proviendrait de la même source. Il s'agit d'une terre argilo-calcaire riche en quartz et en feldspath, avec des teneurs modérées en fer qui donne au support céramique une couleur jaune-ocre après cuisson. La couleur des tessons des zelliges collectés dans le site des tombeaux Saadiens est plus claire en comparaison avec celle des zelliges du palais El Badi. Bien que la composition chimique soit la même, cette différence de couleur doit être liée à la température de cuisson et/ou l'atmosphère du four et son incidence sur la forme minérale du fer (Benamara, 2005 ; Rhodes, 1999). En effet, les phases dites de haute température, telles que la gehlenite et le diopside, incorporent les ions de Fe^{3+} ou Fe^{2+} dans leurs réseaux cristallins (Chevallier et *al.* 1976 ; Maniatis et *al.* 1983 ; Riedel et *al.* 1988). Les zelliges de site des tombeaux Saadiens dont la coloration tend beaucoup plus vers le jaune sont relativement riches en ces phases minérales, le fer est donc piégé dans les réseaux cristallins de ces minéraux et sa couleur habituelle ne s'exprime donc pas sur ces matériaux.

Afin de déterminer l'origine des matériaux argileux utilisés dans la confection des différents types de céramiques (brique, canaux d'irrigation et zellige) utilisés dans la construction des monuments étudiés dans la région de Marrakech, nous avons procédé à une comparaison de la composition chimique de ces céramiques avec les différentes argiles utilisées dans la poterie à Marrakech et ses environs (Ourika, Saada, Tamazouzt et Tamslouht) ainsi que les argiles de Fès de la carrière de Benjlikh. Les données relatives à la composition chimique des argiles des différents sites de la région de Marrakech ont été empruntées à la littérature (El Boudour et *al.* 2016 ; El Boudour, 2017). Nous avons également pris en considération qu'excepté les pertes au feu (LOI), la composition chimique de la matière première argileuse crue est similaire à celle de la matière obtenue après cuisson (tessons céramiques). Les résultats de ces différentes analyses ont été projetés dans le diagramme ternaire ($Fe_2O_3/k_2O+Na_2O/CaO+MgO$) (Fig. III.1). L'analyse de ce diagramme montre que la composition chimique des tessons des zelliges qui ornent les monuments Saadiens de Marrakech se rapproche de celle des argiles collectées dans les carrières de Fès. Ceci renforce l'hypothèse selon laquelle les Saadiens auraient ramené les carreaux céramiques de Fès puis

les auraient découpés en pièces de mosaïque sur place à Marrakech avant de les installer lors des travaux de construction.

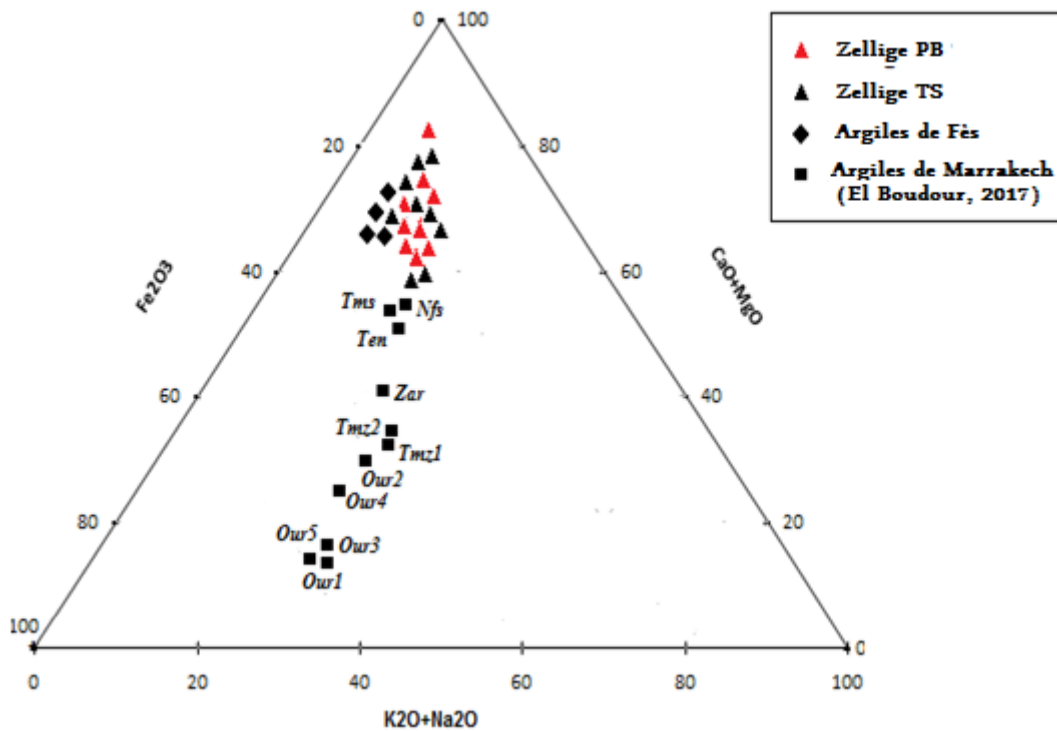


Fig. III.1. Composition chimique exprimée sur le Diagramme triangulaire ($\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{K}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O}/\text{CaO}+\text{MgO}$), (Our : argiles d’Ourika ; Tmz : argiles de Tamazouzt ; Tms : argiles de Tamslouht ; Nfs, Ten et Zar : argile de Saada (El Boudour, 2017) ; ARF : argiles de Fès).

Afin de discerner à partir de données expérimentales des groupes d’échantillons similaires, nous avons utilisé l’analyse en composante principale (ACP) (Fig. III.2). Les résultats obtenus permettent de mettre en évidence trois groupes d’individus.

- Le groupe 1, qui contient les tessons des zelliges des deux bâtiments Saadiens et l’argile de Fès, montre une affinité et une corrélation négative avec le CaO. Il faut noter par ailleurs que la perte au feu est aussi un facteur déterminant pour ce groupe riche en carbonates à cause des processus de décomposition de ces minéraux à haute température.
- Le groupe 2 qui contient l’échantillon du canal d’irrigation du Palais El Badi se caractérise par des compositions riches en fer et corrélés positivement avec Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O et MnO .

- Le groupe 3 qui comprend les briques du Palais El Badi et du site d'Aghmat et les argiles de l'Ourika, montre une corrélation positive avec SiO_2 .

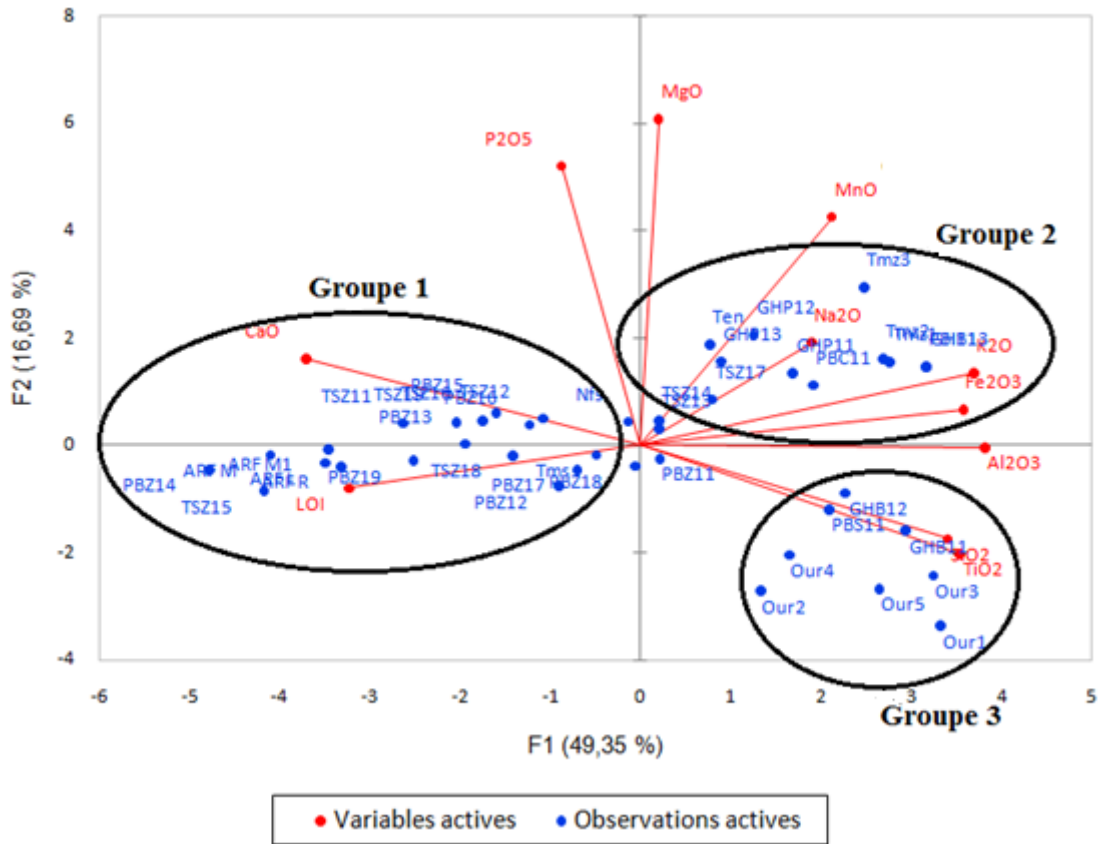


Fig. III.2. Analyse en composante principale (ACP) des matériaux étudiés.

Les céramiques structurales ont été fabriquées à partir d'une matière première riche en fer et en alcalins avec des teneurs faibles en carbonates. Cette composition chimique est similaire à celle des argiles collectées dans les différents sites de Marrakech. En effet, le dendrogramme obtenu à partir de ces résultats (Fig. III.3) suggère que ces matériaux ont été produits à partir d'une argile locale, contrairement aux tessons des zelliges qui sont issus d'une matière première argileuse carbonatée dont la composition chimique est proche de celle de la région de Fès.

La composition chimique et minéralogique des céramiques du canal d'irrigation est différente de celles des briques et du zellige. Les Saadiens ont vraisemblablement utilisé un autre type d'argile (probablement des sols alluviaux) riches en minéraux ferreux (goéthite et hématite) pour éviter l'hydratation des grains de CaO (chaux) après cuisson. En effet, les grains de chaux ont un effet destructeur sur la céramique en raison de la décomposition de la calcite (Bearet et al. 1989). La gehlenite formée peut incorporer des ions Fe^{3+} en substituant

Al³⁺ et ou Ca²⁺ (Chevallier et *al.* 1976 ; Maniatis et *al.* 1983; Riedel et *al.* 1988). Cette substitution explique le changement de coloration, du rouge à l'ocre jaune, de ces canaux d'irrigation.

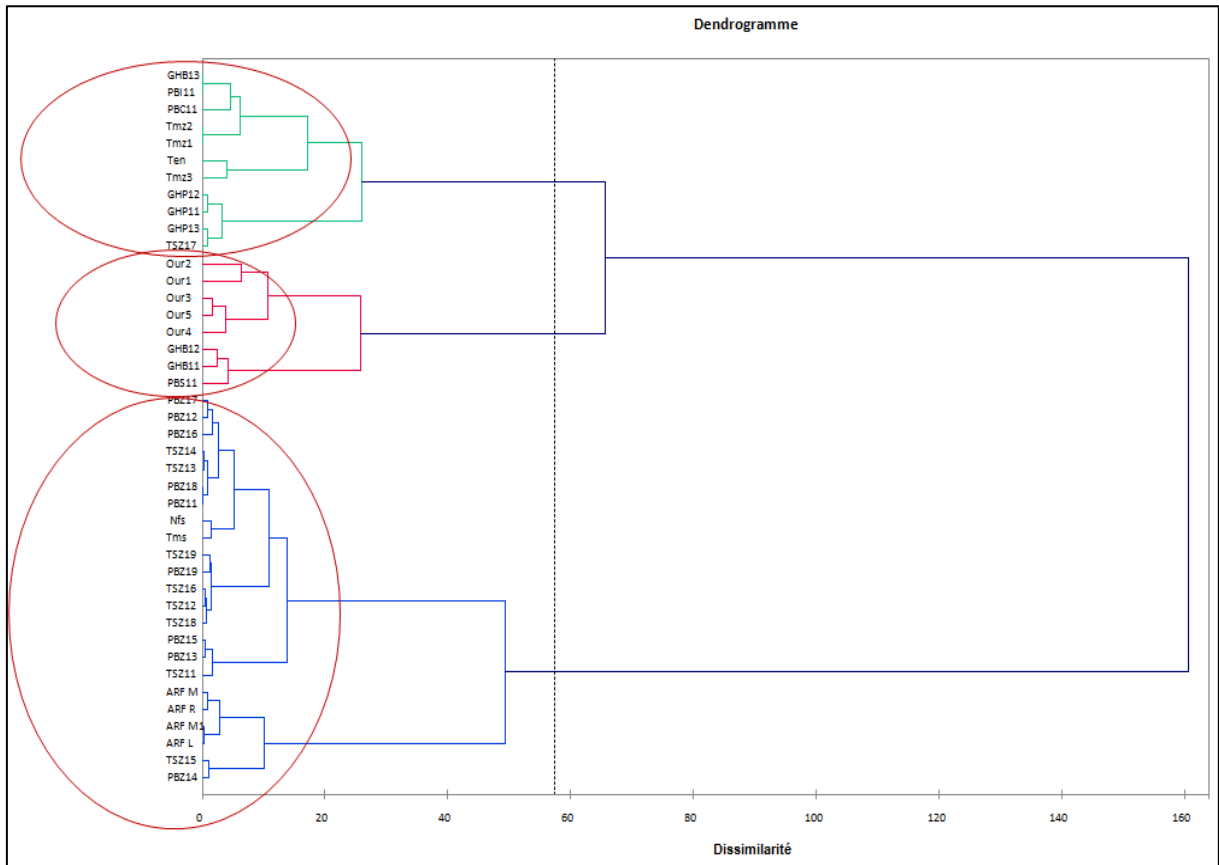


Fig. III.3. Dendrogramme fait à partir des résultats chimiques des matériaux étudiés, les échantillons sont classifiés selon des groupes hiérarchiques en fonction de leur similarité chimique.

1.2 Détermination de la température de cuisson

Les céramiques sont des matériaux inorganiques, non métalliques, formés ou consolidés à haute température. La matière première utilisée peut être d'origine naturelle (matière première argileuse) ou artificielle, i.e., constituée de minéraux anhydres cristallisées ou non associés à une phase vitreuse formée par synthèse à haute température (Boch, 2001). La technologie de fabrication des céramiques est un procédé qui consiste de façonner à la forme désirée un objet composé de poudres minérales (matériaux pulvérulents) puis à conserver cette forme par cuisson selon un cycle thermique au cours duquel la microstructure sera transformée en grains liés par des joints

1.2.1 Comportement des matières argileuses au cours de la cuisson

Le passage de l'argile brute vers un produit céramique se fait par cuisson à haute température. La chaleur modifie les propriétés du mélange argileux (masse volumique, porosité, dureté, dimension) par déshydratation, décomposition et recombinaison. Le tableau III.1 résume les principales réactions qui se déroulent lors de la cuisson d'un matériau argileux.

Température de cuisson	Effet sur les argiles	Effet sur les autres composants
< 200 °C	Dégagement de l'eau résiduelle et de l'eau adsorbée.	
200 – 450 °C		Oxydation des matières organiques et des hydroxydes de fer.
400 – 700 °C	Départ de l'eau de constitution, destruction des argiles, constitution du Métakaolin selon la réaction : $Al_2Si_2O_5(OH)_4 \rightarrow Al_2Si_2O_7 + 2H_2O$.	Le quartz change de forme cristallographique à 570 °C, le quartz α se transforme en un polymorphe de haute température β avec un accroissement volumique des cristaux.
750 – 850 °C		Décomposition du calcaire des argiles carbonatées, dégagement du CO ₂ et apparition de la chaux. Oxydation des sulfures en sulfates.
> 800 °C	Début de grésage des eutectiques à bas points de fusion dans les systèmes Al ₂ O ₃ /SiO ₂ /Na ₂ O ou K ₂ O. Cristallisation du Métakaolin en spinelle avec libération de la silice amorphe : $3Si_3Al_4O_{12} \rightarrow 2Si_2Al_6O_{13} + 5SiO_2$.	Décomposition des fluorures et des chlorures. Les oxydes de fer adoptent leurs colorations respectives en transmettant une teinte orangée aux produits ou une nuance bleue. Formation des silicates de calcium en wollastonite (CaSiO ₃) ou en diopside (CaMgSi ₂ O ₆) en présence de terres argileuses dolomitiques.
1050 – 1200 °C	Fusion localisée progressive et frittage liquide avec baisse de porosité. Formation de la mullite. Formation d'aluminosilicates de calcium dans les argiles calcaires.	Décomposition de certains sulfates. Disparition totale de la chaux.

Tab. III.1. Principales réactions durant la cuisson (Kornmann, 2009).

Il n'est pas toujours facile de prévoir le comportement de la pâte argileuse et les changements de phases minéralogiques au cours de la cuisson car il s'agit d'un système complexe qui dépend de plusieurs facteurs : palier, température et atmosphère de cuisson ; matière première (Hajjaji, 2001 ; Cultrone, 2004 ; El Ouhabi et *al.* 2015) :

- Le palier est la durée de cuisson à une température idéale. Chaque type de céramique exige un cycle de cuisson qui comporte une augmentation lente de la température jusqu'à 200 °C, une montée plus rapide jusqu'à un maximum, un palier qui maintient cette température durant une période donnée et puis un refroidissement lent entre 12h à 24h.
- Plus la température augmente, plus la porosité diminue avec la formation de nouvelles phases minéralogiques de haute température responsable d'un ramollissement de la matière et de l'étanchéité de la pièce cuite.
- Une cuisson oxydante implique un apport d'oxygène (le cas de la faïence) par contre la réduction implique un apport en carbone CO (exemple des grès). Lorsque le four ne permet ni l'apport d'oxygène ni de carbone, on parle de cuisson neutre.

Les matières premières peuvent varier considérablement en ce qui concerne leur composition chimique ou minéralogique, leur pureté, leurs propriétés physiques et chimiques et la taille des particules. Le produit céramique ainsi que les phases minéralogiques obtenues après cuisson dépendent de la nature de la matière première de départ (Cultrone, 2004 ; El Ouahabi et *al.* 2015).

1.2.2 Cas des céramiques du palais EL Badi et des tombeaux Saadiens

La température de cuisson maximale des céramiques des monuments de Marrakech a été estimée à partir de l'identification des phases minéralogiques qui forment la structure du matériel appuyée par des tests de recuisson expérimentaux au laboratoire. L'évolution minéralogique est suivie par la diffraction des rayons X pour identifier la température selon laquelle une modification de la composition minéralogique des céramiques recuites est observée. Lorsque nous dépassons les températures de cuisson adoptées par les artisans Saadiens, certaines phases minéralogiques disparaissent et sont remplacées par d'autres plus stables.

A 550 °C, l'argile est déshydratée. Ce changement est irréversible : les pics correspondants aux minéraux argileux disparaissent (Cultrone et *al.* 2001). La décomposition de la calcite débute vers 700 °C (Périnet et *al.* 1983), à ce stade, la néoformation de carbonates commence. Dans les échantillons des zelliges Saadiens, les phases néoformées sont la gehlenite et le diopside. Cela suppose une température de cuisson aux alentours de 700-750 °C (Maggetti, 1981 ; Périnet et *al.* 1983 ; Echallier, 1989). A 800 °C, la décomposition de la calcite est quasi

complète et la transformation de la muscovite commence avec une disparition totale vers 1000°C (Cultrone et *al.* 2001).

La teneur en gehlenite et en diopside dans les zelliges du palais El Badi est faible par rapport à celle des tombeaux Saadiens. En revanche, la calcite qui persiste davantage dans les tessons de zellige du palais El Badi, indique une température de cuisson plus faible que celle utilisée pour la fabrication des zelliges des tombeaux Saadiens. Les tessons de zellige du palais El Badi contiennent une petite quantité de calcite primaire avec des bords dissous comme en témoignent les observations MEB et l'analyse EDX (Fig. III.4). Dans la littérature, différents travaux montrent que la calcite peut résister plus longtemps en fonction de plusieurs facteurs: granules grossiers, formes cristallines automorphes, vitesse de chauffe rapide, palier court, conditions d'oxydation/réduction de l'atmosphère du four pendant la cuisson (Riccardi et *al.* 1999; Cultrone et *al.* 2001 ; Maritan et *al.* 2006). La coexistence de la calcite primaire et de silicates de calcium dans ces échantillons indique une température de cuisson inférieure à 800 °C (i.e., température de disparition de la calcite) mais supérieure à 700 °C (température nécessaire pour formation de la gehlenite et du diopside). Pour le zellige des tombeaux Saadiens, l'absence de phase vitreuse est révélatrice de l'utilisation d'argiles calcaires comme matière première (Riccardi et *al.* 1999). La présence de quantités modérées de micas, principalement de muscovite, dans le zellige peut également fournir des indications sur la température maximale de cuisson car la muscovite régresse entre 800 et 900 °C (Aras, 2004 ; Trindade et *al.* 2009). La présence de 4 à 8 % de muscovite dans les DRX indique une température de cuisson des échantillons de zelliges des tombeaux Saadiens inférieure à 900 °C.

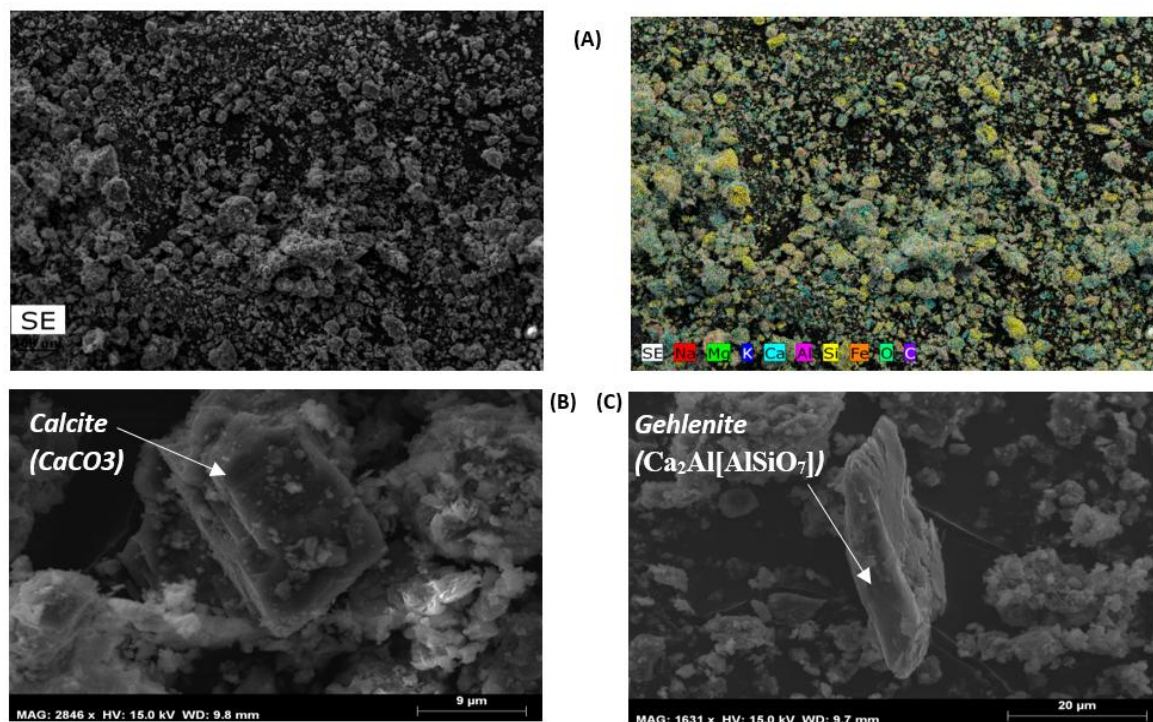


Fig. III.4. Image MEB montrant la composition élémentaire du tesson de zellige du palais El Badi (PBZ15) (A), la forme de la calcite au sein du tesson, avec des bords qui commencent à se décomposer (B), et cristaux de gehlenite néoformés dans le tesson (C).

Afin de confirmer ces températures de cuisson, nous avons procédé à la recuisson expérimentale des échantillons de tessons de zelliges du palais El Badi entre 500 et 800 °C, et ceux des tombeaux Saadiens entre 500 et 1000 °C (Fig. III.5). Le suivi de l'évolution minéralogique des tessons par l'intermédiaire des diagrammes DRX montre que les zelliges du palais El Badi subissent un changement dans leur composition qui s'exprime par une diminution du pic de la calcite ($d = 3.04\text{-}3.01 \text{ \AA}$) vers 650 °C, accompagnée d'une augmentation de celui de la gehlenite ($d = 2.85 \text{ \AA}$). Ceci implique une température de cuisson maximale de 650 à 700 °C. Par contre, les échantillons du site de tombeaux Saadiens ne montrent pas de changement avant 900°C. A ce stade la gehlenite, qui est une phase transitoire, commence à se décomposer (Cultrone et *al.* 2001), avec une diminution de 25 % de la teneur en quartz et de la muscovite par rapport à leurs teneurs initiales.

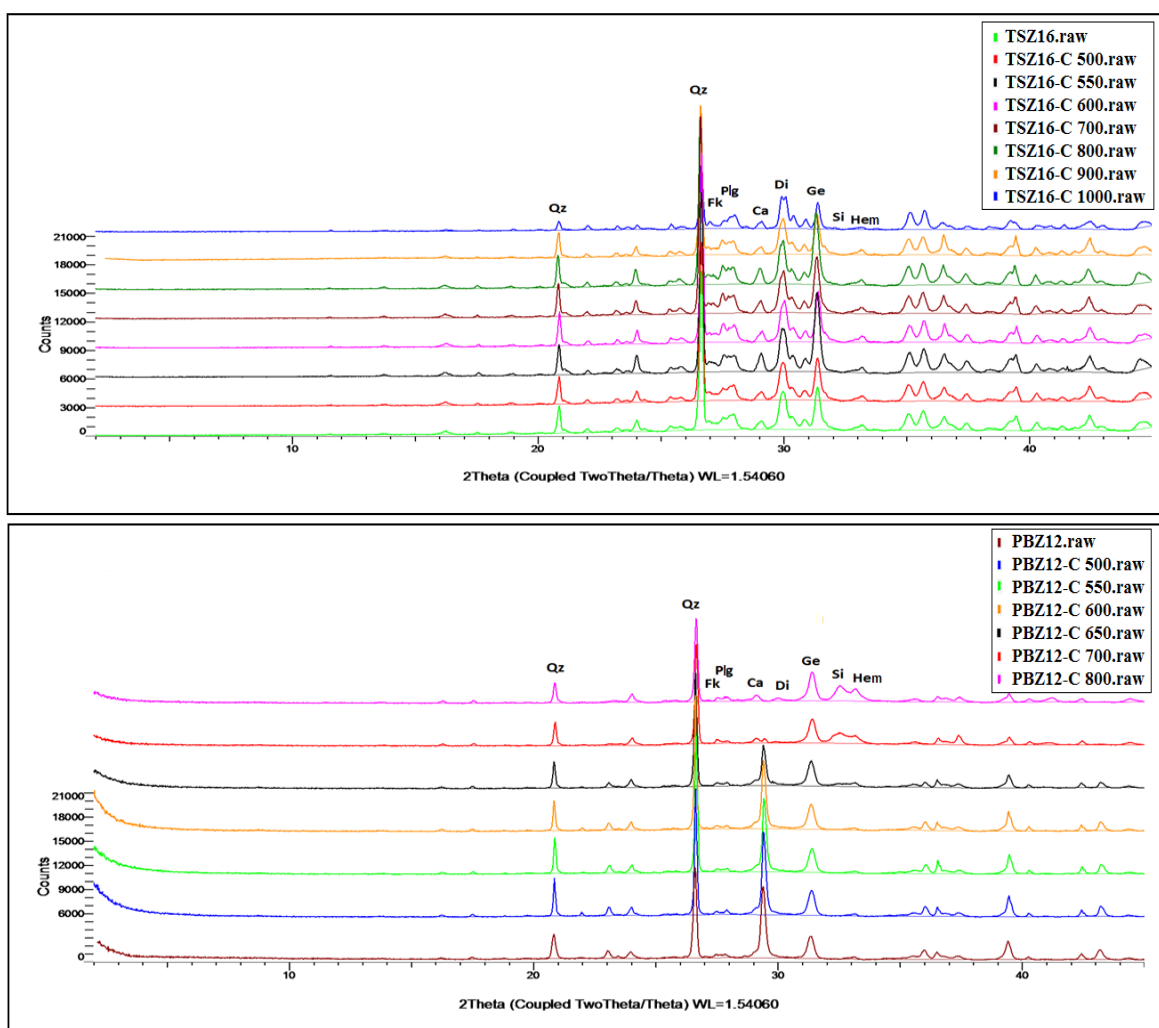


Fig. III.5. Diffractogrammes des rayons X de recuisson expérimentale des échantillons de zellige Saadien (PBZ12 et TSZ16). (Qz : Quartz ; Ca : Calcite ; Di : Diopside ; Ge : Gehlenite ; Plg : Plagioclases ; Fk : Feldspath K ; Hem : Hématite ; Si : Sidérite).

La proportion de la calcite dans les échantillons de briques est relativement faible. Cela peut être dû soit à une décomposition très avancée à des températures élevées (> 700 °C), soit à une faible teneur en CaCO₃ dans l'argile brute utilisée dans la fabrication de ces matériaux. La teneur considérable en muscovite dans les deux échantillons indique que la température de cuisson n'a pas dépassé 900 °C. La présence de spinelle, en plus de la calcite et de la gehlenite, dans les briques du palais El Badi peut être liée à l'hétérogénéité de la cuisson dans les fours traditionnels (Fig. III.6).

Le test de recuisson expérimental des échantillons de briques (PBI11 et PBS11) indique une légère variation des teneurs en hématite à 800 °C. Le pic de muscovite ($d = 9,95\text{Å}$) montre une forte diminution vers 900 °C, associée à une augmentation des intensités du

feldspath K et du plagioclase. Cela suggère une température de cuisson inférieure à 900 °C pour ces échantillons.

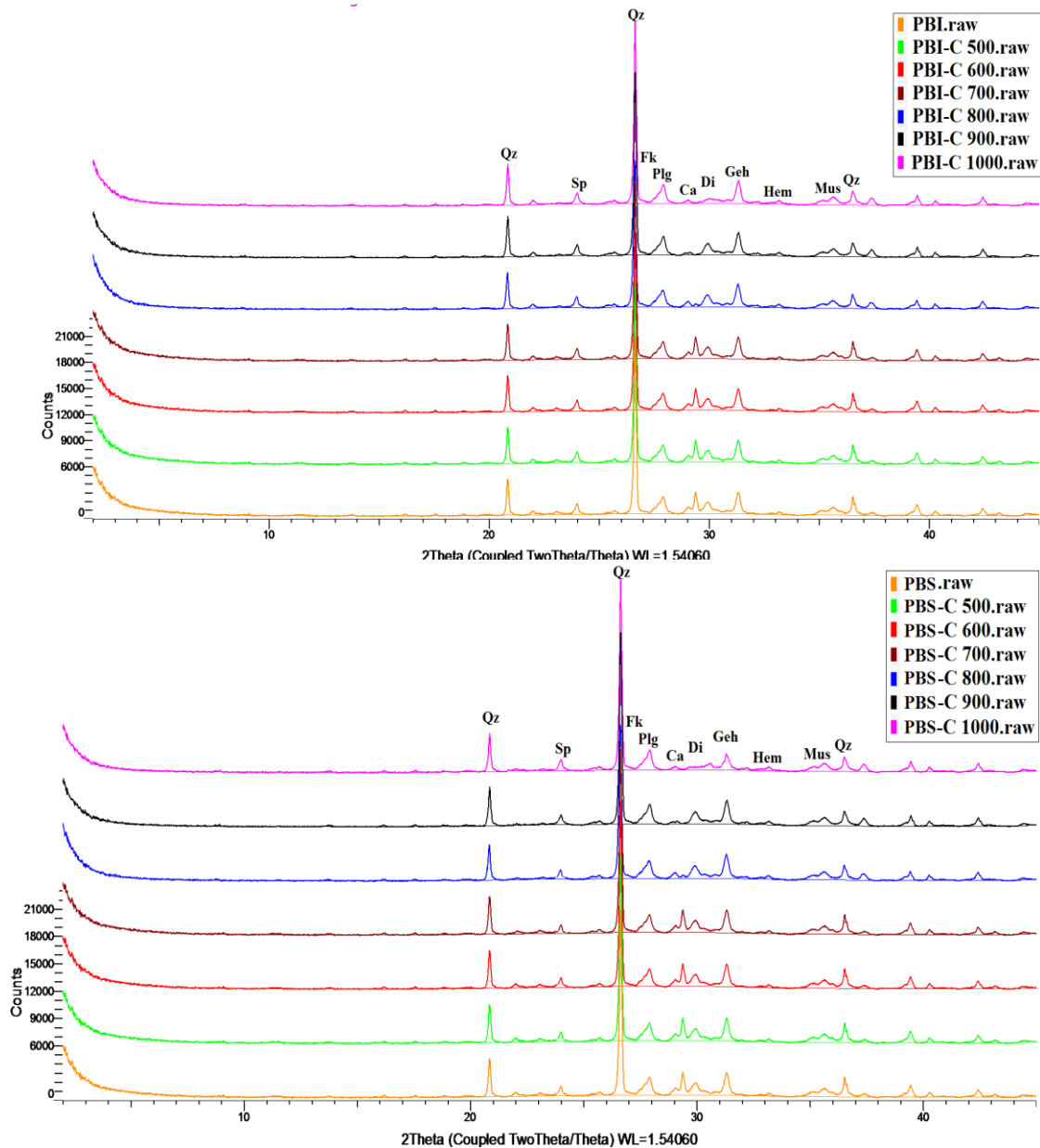


Fig. III.6. Diffractogrammes des rayons X de recuisson expérimentale des échantillons de zellige Saadien (PBZ12 et TSZ16). (Qz : Quartz ; Ca : Calcite ; Di : Diopside ; Ge : Gehlenite ; Plg : Plagioclases ; Fk : Feldspath K ; Hem : Hématite ; Mus : Muscovite ; Sp : Spinelle).

Pour les céramiques du canal d'irrigation, le test de recuisson met en évidence une diminution des intensités des pics de calcite pour des températures supérieures à 650 °C puis leur disparition complète à partir de 700 °C. La température maximale de cuisson de ces échantillons est estimée entre 650 et 700 °C (Fig. III.7).

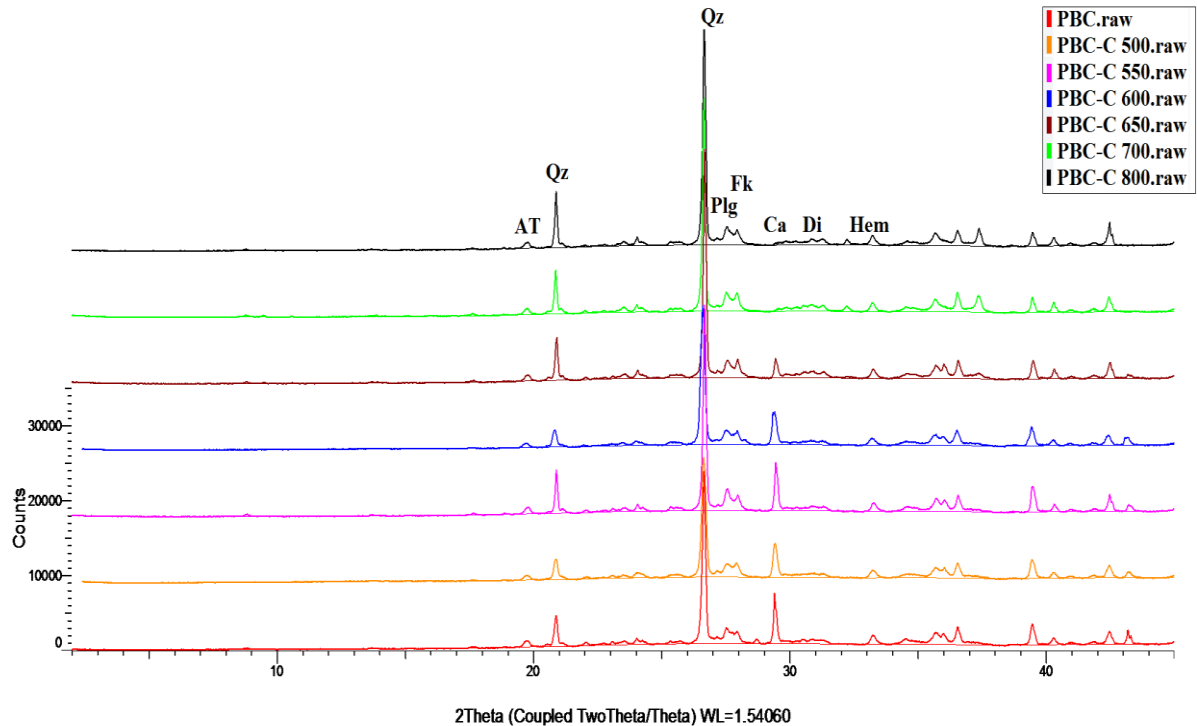


Fig. III.7. Diffractogrammes des rayons X de recuisson expérimentale des échantillons de canal d'irrigation du palais El Badi (PBC1).

1.3 Modalités d'application de la glaçure du zellige Saadien

L'observation macroscopique des échantillons de zellige indique que la glaçure ne s'écoule pas sur les bords des pièces, ceci indique un découpage de carreaux de zellige en petite mosaïque après la deuxième cuisson comme cela est réalisée actuellement par les artisans modernes de la région de Fès. La glaçure a été appliquée sur des carreaux d'argile cuits d'une dimension de 15 cm × 15 cm et d'une épaisseur de 2 cm, Les carreaux sont ensuite recuits une deuxième fois après émaillage. Par la suite, les pièces ont été sculptées en petits morceaux sous forme de puzzles.

Cette technique est encore utilisée par les artisans sur le site de Fès, le principal centre de production du zellige au Maroc, depuis le XIV^{ème} siècle (Erzini, 1993), à la seule différence que les carreaux actuels ont une dimension de 10cm × 10cm avec une épaisseur qui ne dépasse pas 1 cm. Les pièces en zellige utilisées dans la construction des bâtiments Saadiens sont donc soit importées de Fès, soit fabriquées localement à Marrakech selon les normes et procédures en vigueur à Fès. Vu la fragilité des pièces déjà taillées prêtes à la pose et vus les conditions de transport contraignants de l'époque Saadienne, il semblerait que la taille soit réalisée sur place à Marrakech. Il faut noter que les artisans actuels de Marrakech adoptent les deux procédures ; certains importent la matière première argileuse et procèdent aux

différentes étapes de confection de cuisson et de taille sur place, alors que d'autres importent les carreaux déjà cuits et émaillés de Fès et procèdent à la découpe sur place.

Il semblerait donc que la technique de glaçage utilisée par les Saadiens soit similaire à celle utilisée actuellement à Fès. Elle consiste à immerger la face supérieure des pièces céramiques directement dans le mélange de glaçure puis à les laisser sécher à l'air. La glaçure est donc appliquée sur le tesson de céramique sans engobe ou revêtement intermédiaire. Les analyses montrent que les glaçures sont riches en oxyde de plomb (21 – 41 % en poids de PbO) avec une teneur en silice comprise entre 50 et 37% en poids. Les oxydes de plomb réagissent avec la silice pour former la glaçure qui interagit ensuite avec le corps argileux (Fig. III.8). Bien que les quantités de SiO₂ dans les glaçures soient légèrement inférieures à celles des tessons, cette caractéristique suggère que du sable siliceux ait été utilisé comme source de silice dans le mélange glaçant. Le rapport élevé PbO/SnO₂ des échantillons de glaçure (3 à 41%) indique une viscosité élevée et suggère que la deuxième cuisson a été faite à une température inférieure à 700 °C (Tite et *al.* 2008 ; Gliozzo, 2016).

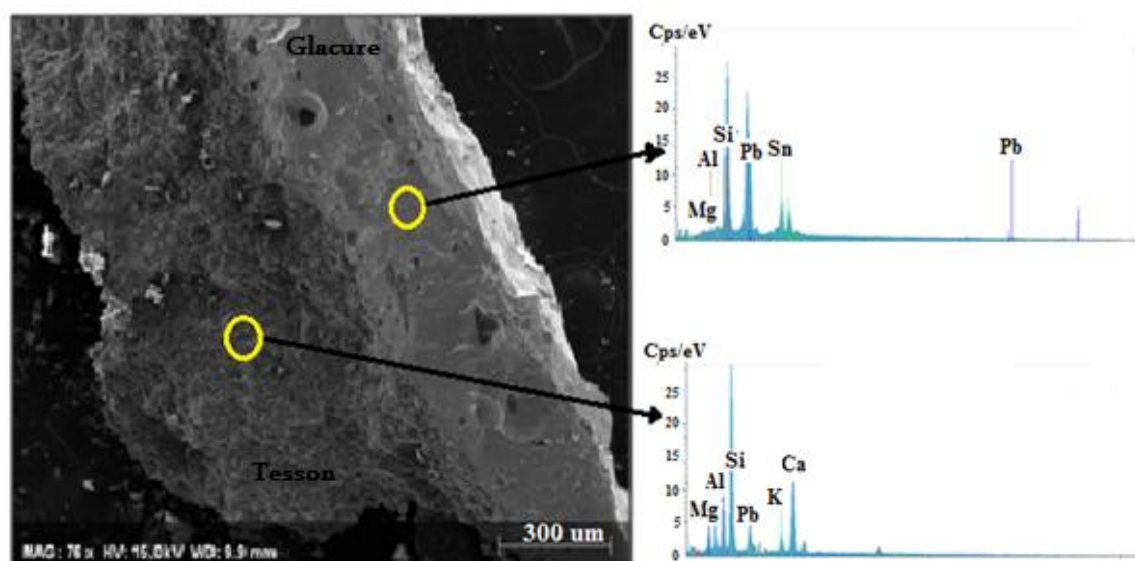


Fig. III.8. Image MEB et spectre EDX montrant la teneur en Pb et Si dans la glaçure et le tesson de zellige Saadien (TSZ2).

2 Les céramiques du site d'Aghmat

2.1 Origine de la matière première

Afin de produire des céramiques fiables et durables, les potiers d'Aghmat devraient utiliser des matières premières possédant des propriétés techniques appropriées (plasticité, granulométrie, couleur, ...). Chaque type de céramique exige une argile brute spéciale. La

poterie traditionnelle, selon laquelle les pièces sont façonnées à la main, nécessite une matière relativement plastique riche en minéraux argileux et carbonates.

La comparaison des résultats des analyses des échantillons d'Aghmat avec ceux des matières premières argileuses des différents sites de la région de Marrakech montre que les artisans potiers d'Aghmat à l'époque avaient probablement utilisés des argiles provenant de l'Oued N'Fis et de Tamslouht, situées à environ 25 km à l'ouest de la ville, dans la fabrication de la poterie (GHP). Ces argiles sont réputées par leur richesse en illite, smectite et en carbonates (Fig. III.9). Pour les briques de construction (GHB) et les tuiles (AGT) qui sont moins exigeantes en termes de la qualité de l'argile, les artisans potiers avaient plutôt utilisé des matériaux locaux comme les argiles de l'Ourika et de Tamazouzt (à 2 km à l'est d'Aghmat). Ces matériaux contiennent de faibles quantités de CaO et MgO mais sont riches en oxyde de fer (Fig. III.10). La faible quantité en carbonates de la matière première utilisée dans ces céramiques structurelles permet d'éviter le développement de microfissures dans les briques lors de la cuisson à haute température (Riccardi et *al.* 1999; Cultrone et *al.* 2004). Le spinelle formé dans ces matériaux par la réaction entre MgO et Al₂O₃, maintient la structure de la pièce après cuisson.

L'échantillon GHB3 est minéralogiquement différent des autres : soit que la matière première utilisée a été extraite d'un autre site riche en Ca, soit que des argiles locales aient été mélangées avec des argiles carbonatées pour améliorer les propriétés de cuisson des briques. Ces deux hypothèses suggèrent que l'échantillon provient d'une autre génération de briques ou que les travaux de construction aient connu plusieurs phases avec des techniques de construction différentes et des origines de matières premières argileuses différentes.

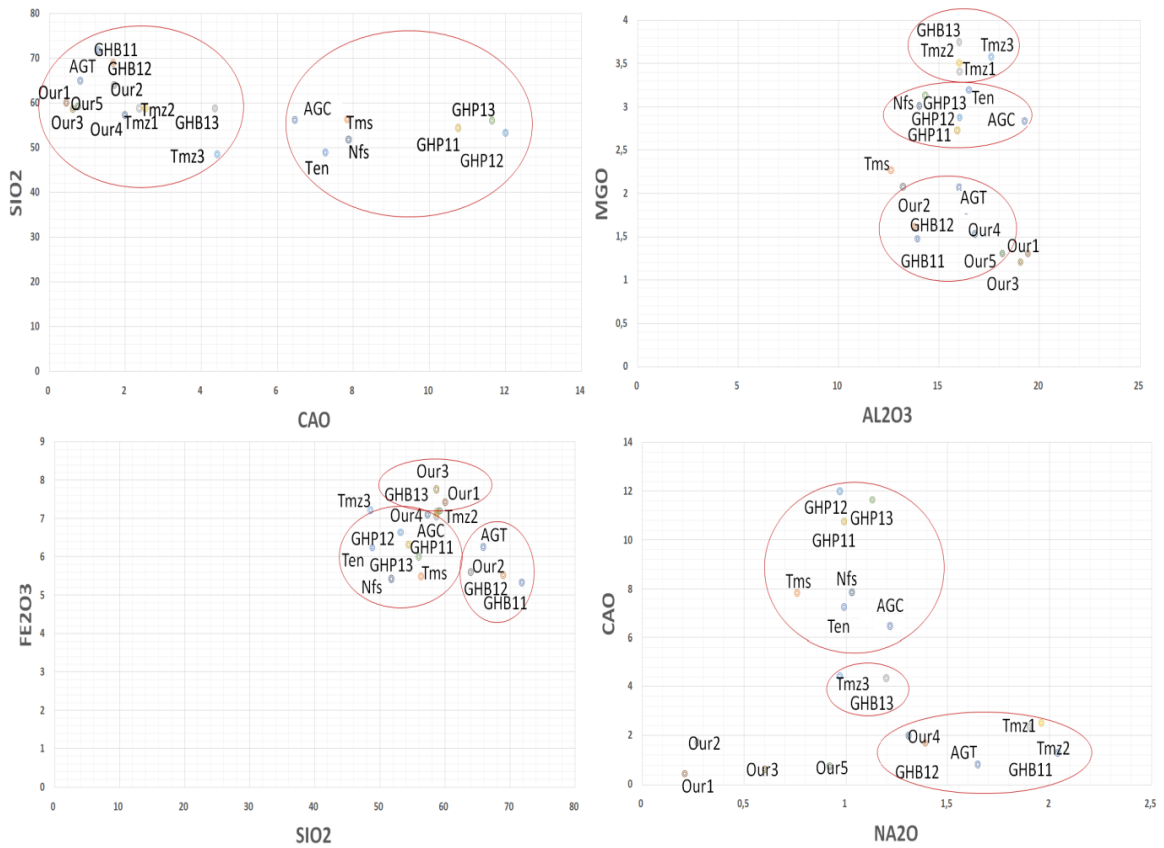


Fig. III.9. Diagrammes binaires illustrant les résultats de l'analyse chimique des échantillons d'Aghmat en comparaison avec les argiles de la région. (Our: Ourika, Tmz: Tamazouzt, Tms: Tamslouht, Nfs: N'Fis).

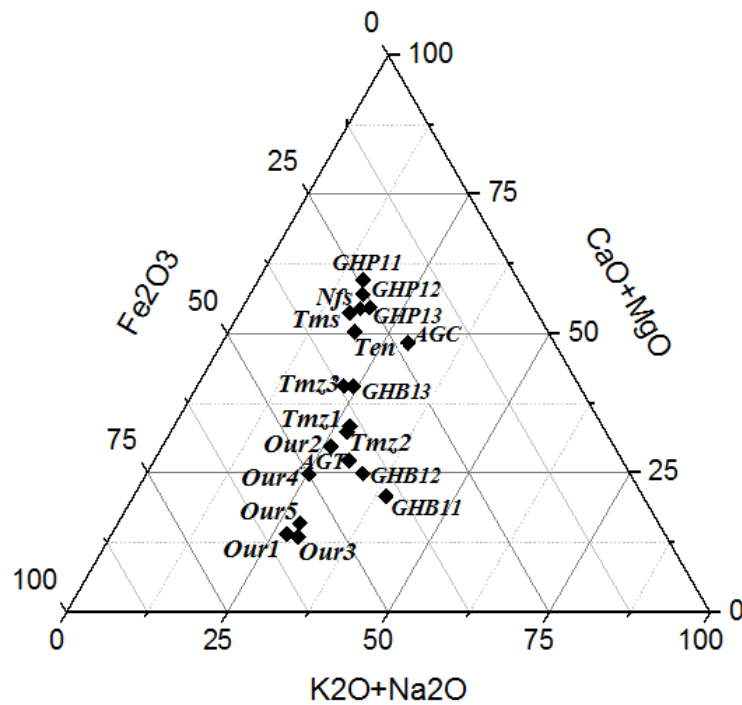


Fig. III.10. Diagramme triangulaire ($\text{Fe}_2\text{O}_3 / \text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} / \text{CaO} + \text{MgO}$) de la composition chimique de la céramique d'Aghmat par rapport aux argiles de la région.

2.2 Détermination de la température de cuisson

2.2.1 Échantillons de briques

Les résultats de l'analyse DRX montrent que la fraction d'argile a complètement disparu dans les échantillons de briques de site d'Aghmat (Tab. II.12), suggérant une température de cuisson supérieure à 900 °C. En effet, la chlorite et la kaolinite se décomposent vers 550 °C, la smectite à 700 °C et illite à 900 °C (Cultrone et *al.* 2004 ; Fiori et *al.* 2011). La faible teneur en calcite suggère également une température de cuisson supérieure 700 °C permettant la décomposition de la calcite et la formation de silicates de calcium. La présence de muscovite qui commence à fondre à 800 °C et disparaît à 900 °C (Cultrone, 2001) montre que l'échantillon de GHB3, riche en muscovite, diopside et gehlenite a été cuit à une température inférieure à celle adoptée pour les échantillons GHB2 et GHB1. L'hématite donne une couleur rouge aux briques lorsque ce minéral est soumis à une température de cuisson comprise entre 700 et 900 °C en milieu oxydant (Centeno et *al.* 2011). Les trois échantillons contiennent encore des plagioclases, ces derniers commençant à se décomposer vers 1100 °C. La formation de spinelle dépend de la composition chimique des matières premières utilisées, elle apparaît à une température supérieure à 900 °C (Sanz et *al.* 2007). Ces résultats montrent que les échantillons GHB1 et GHB2 ont été cuits dans une atmosphère oxydante à une température comprise entre 900 et 1000 °C tandis que le GHB3 a été cuit entre 800 et 900 °C.

Ces températures ont été aussi examinées et vérifiées par des tests de recuisson expérimentale en exposant une partie de chaque échantillon à des températures de 500 à 1000 °C. En dessous de 900 °C, la composition minéralogique des briques recalcinées n'a pas changé. Vers 900°C, les phases minérales commencent à réagir : les pics de muscovite disparaissent à 1000 °C et le spinelle apparaît (Fig. III.11).

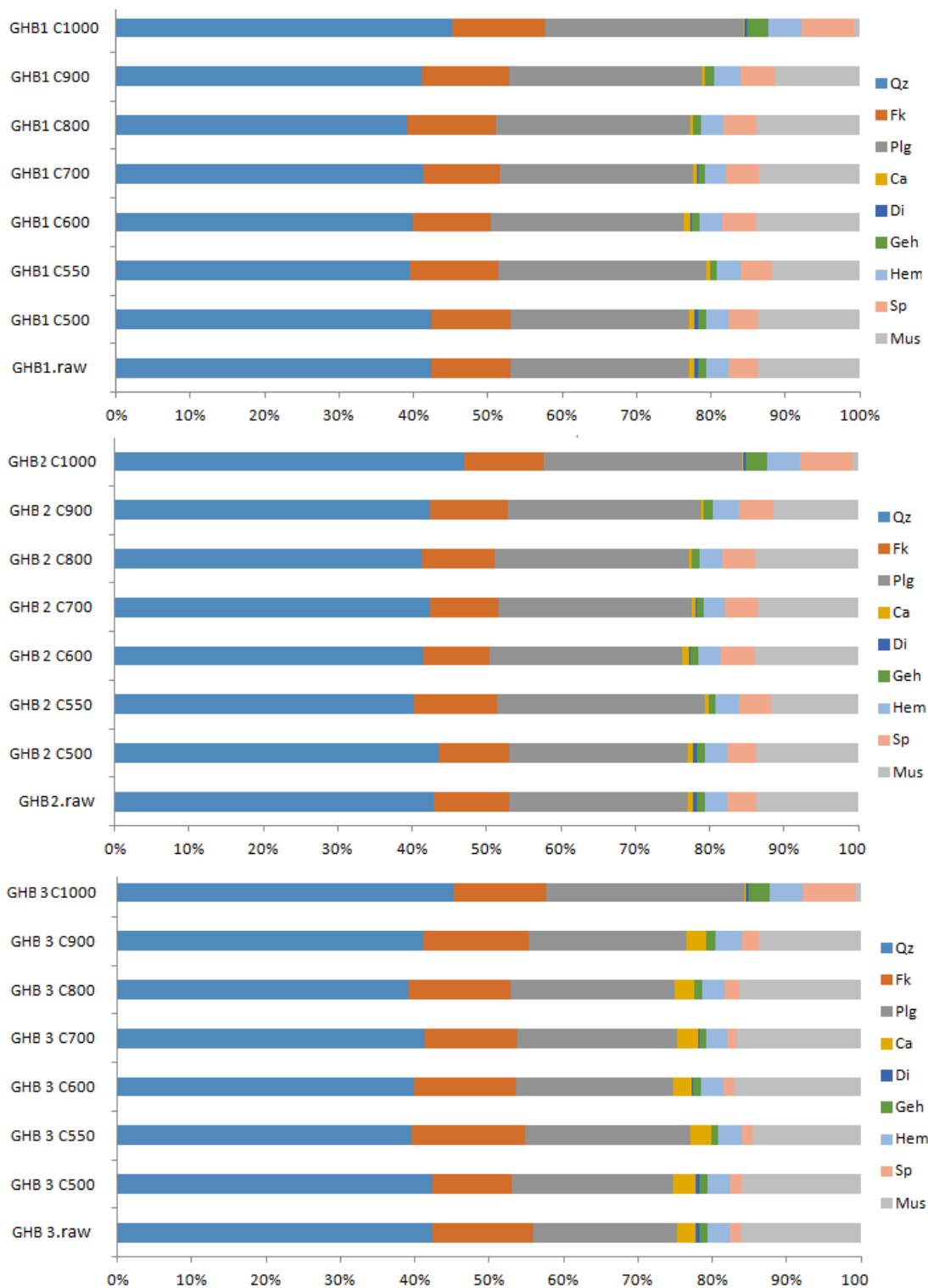


Fig. III.11. Résultats des tests de recuisson expérimentales des échantillons de briques d'Aghmat.

2.2.2 Échantillons de poterie et de tuiles

La faible teneur en calcite dans les échantillons de poterie est liée à une décomposition du carbonate au-delà de 700 °C et à la formation des phases Ca-Silicates. La présence de Mg

favorise l'évolution du diopside au dépend de la gehlenite dans ces échantillons (Peters & Iberg, 1987 ; Dondi *et al.* 1998 ; El Ouahabi *et al.* 2015). La forte teneur en diopside indique également que la température de cuisson était optimale pour l'évolution de cette phase, estimée entre 700 et 900 °C. À cette température, l'évolution de l'enstatite dans les pics des diffractogrammes à 3,17, 2,54 et 1,48 Å est attribuée à la présence de MgO dans la matière première argileuse (Hernandez *et al.* 2005).

Les tests de recuisson de la poterie d'Aghmat indiquent que GHP1 a été cuit à une température d'environ 800 °C, suivi par GHP3 puis GHP2 à 900 °C. Au-delà de cette température, la composition minéralogique des échantillons change : les pics de muscovite diminuent puis disparaissent vers 1000 °C. La décomposition totale de la calcite a eu lieu à 900 °C. A ce stade, les phases du diopside et de la gehlenite atteignent leur maximum. L'hématite et les plagioclases sont les phases les plus stables jusqu'à 1000 °C (Fig. III.12).

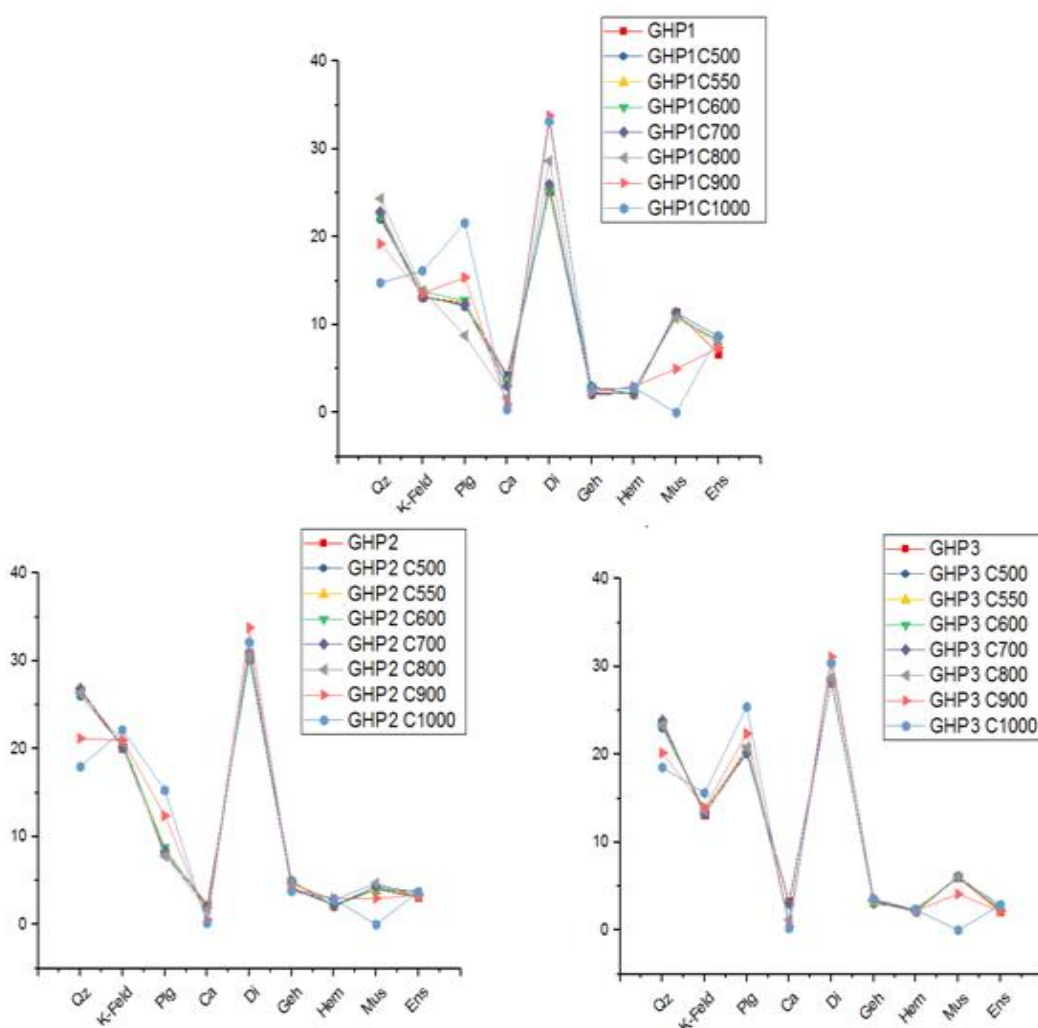


Fig. III.12. Résultats des tests de recuisson expérimentale des échantillons de poterie d'Aghmat.

La composition minéralogique des échantillons de tuiles et des canaux d'irrigation de site d'Aghmat permet également d'estimer la température de cuisson de ces matériaux. La présence du Ca-silicates et la muscovite dans les canaux d'irrigation atteste d'une température de cuisson comprise entre 850 °C et 950 °C. Au-delà de cette température ces phases disparaissent et d'autres minéraux néoformés comme le spinelle et les feldspaths commencent à se former, tel est le cas dans les échantillons de tuiles dont la température de cuisson est supérieure à 950 °C. Le quartz et l'hématite persistent encore dans ces matériaux jusqu'à 1100 °C.

3 Evolution de la composition chimique et minéralogique des matériaux utilisés dans la restauration des édifices Saadiens

Le zellige utilisé dans la restauration des édifices archéologiques de la plupart des villes impériales du Maroc proviennent actuellement du site de Benjlikh à Fès. Les carreaux cuits et émaillés sont transportés et distribués aux petits ateliers généralement situés au sein des sites à restaurer. Dans ces chantiers, les artisans procèdent à la découpe de ces carreaux en mosaïque de zellige selon les formes demandées pour qu'elle prenne place dans le mur. La cohérence et la compatibilité entre les différents matériaux de restauration et ceux originaux qui ornent le bâtiment d'une part et du mortier d'autre part est un facteur important qui contribue à la longévité de ces pièces. Le choix de la matière première la plus proche, du point de vue chimique et minéralogique, à celle utilisée par les Saadiens est une étape cruciale dans le processus de restauration. La technologie de fabrication des matériaux de restauration doit aussi être conforme à celle des matériaux originaux pour avoir un matériel durable et adéquat à la restauration. Enfin la pose des pièces sur le mur doit être réalisée avec un mortier compatible et qui respecte les normes de maçonnerie multinationale.

3.1 Evolution de la composition des zelliges utilisés dans les sites Saadiens de Marrakech

3.1.1 Site des tombeaux Saadiens

Les matériaux originaux (échantillons TSZ1), de la première restauration (échantillons TSZ2) et de la restauration récente (échantillons TSZ3) montre une composition chimique homogène. Les éléments majeurs dominants sont SiO_2 , Al_2O_3 et CaO . La teneur en Fe_2O_3 est de l'ordre de 5 à 6 % dans les trois types de matériaux. La perte au feu est plus importante dans le zellige de la première restauration (9 %) par rapport aux autres matériaux (3 %) (Fig.

III.14). La comparaison de ces résultats avec la composition chimique de l'argile de Fès suggère que ces trois matériaux proviennent du site de Benjikh à Fès (Fig. III.14).

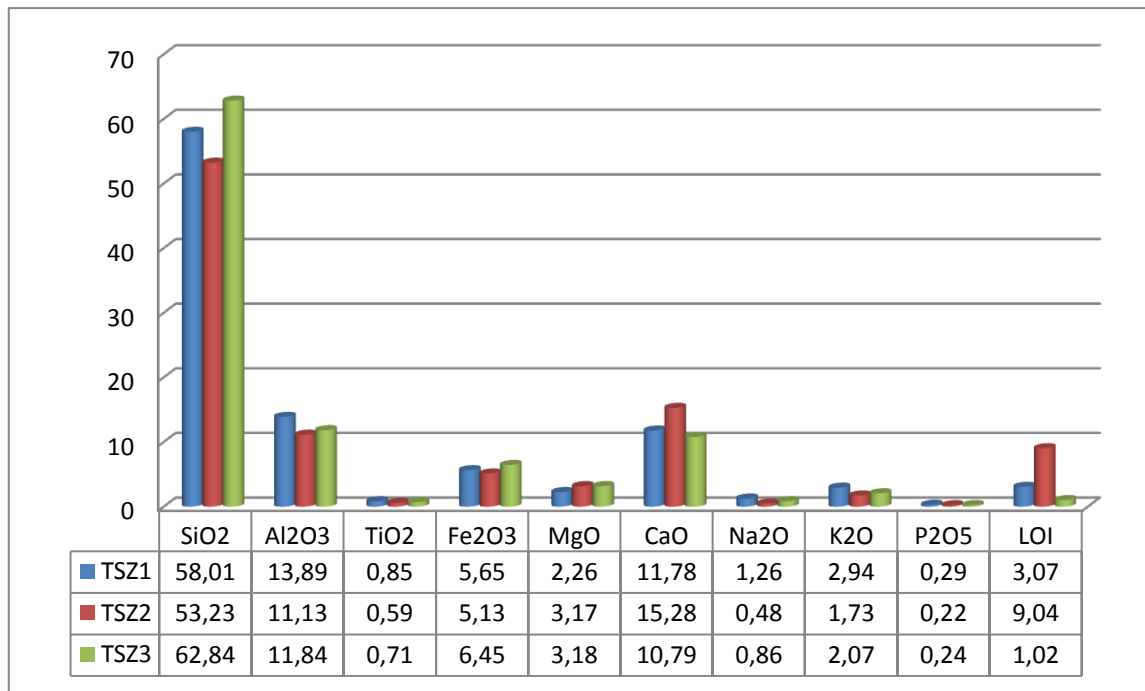


Fig. III.13. Composition chimique moyenne des matériaux originaux (TSZ1), de la première restauration (TSZ2) et de la restauration récente (TSZ3).

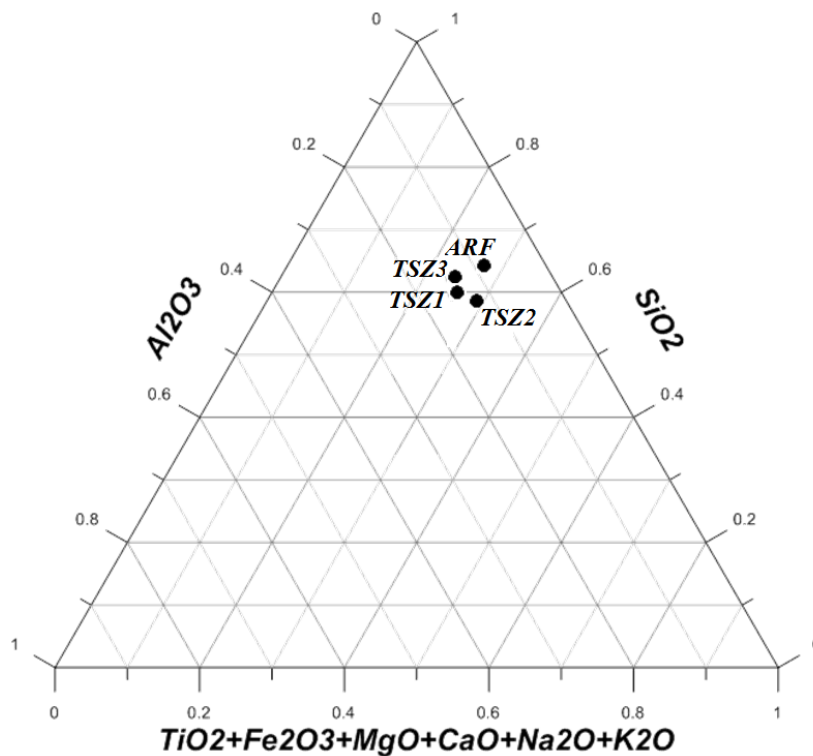


Fig. III.14. Composition chimique comparée des trois générations de zellige des Tombeaux Saadiens (TSZ) et les argiles de Fès (ARF).

L'analyse et la comparaison entre les différents matériaux de restauration au sein du site tombeaux Saadiens montre que le zellige utilisé présente une composition minéralogique identique avec une dominance du quartz (25 - 27 %), des feldspaths K (10 - 11 %), de plagioclase (15 - 17 %) et des silicates de calcium (diopside et gehlenite). La teneur en hématite est de l'ordre de 2 à 4 % dans les zelliges TSZ2 et TSZ3 (Fig. III.15). A l'exception de la calcite qui est bien développée dans le tesson du zellige de la première restauration TSZ2 (11 %). La teneur en calcite dans les échantillons originaux TSZ1 et le zellige de la restauration récente TSZ3 ne dépasse pas 5 %. En considérant que la matière première utilisée dans la fabrication des matériaux de restauration TSZ2 et TSZ3 provient de la même source à Fès, la quantité de la calcite détectée dans TSZ2 indiquerait plutôt une température de cuisson plus basse que celle adoptée pour les autres matériaux, ce qui explique aussi le développement de la diopside et de la gehlenite dans TSZ1 et TSZ3 (Fig. III.16).

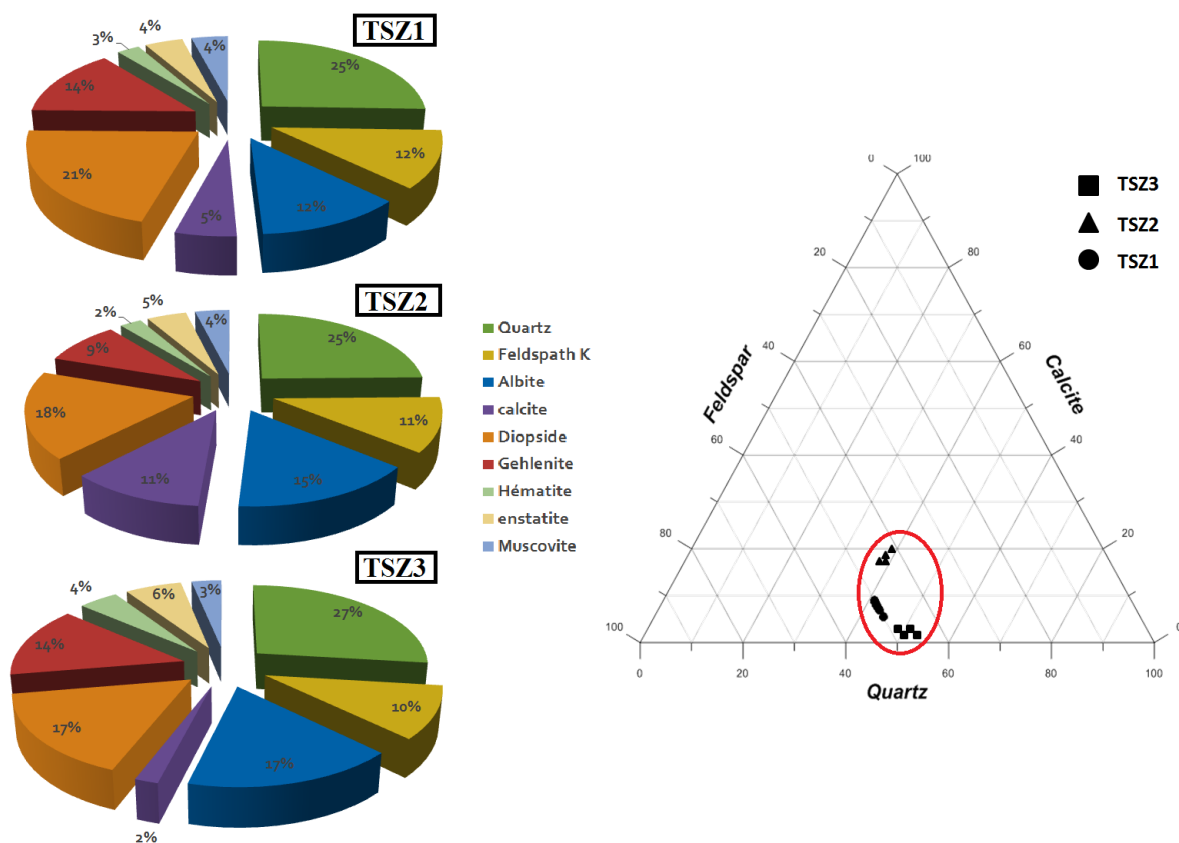


Fig. III.15. Composition minéralogique des différents types de zelliges des Tombeaux Saadiens.

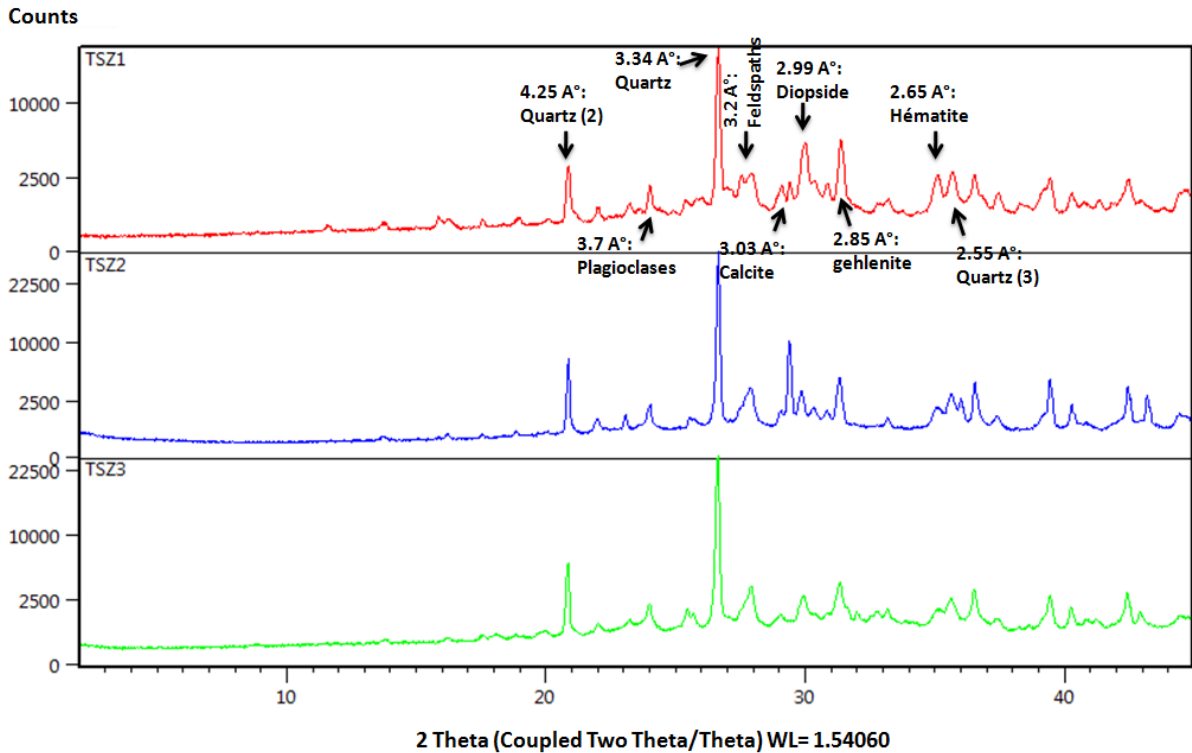


Fig. III.16. Diffractogrammes des rayons X illustrant l'évolution minéralogique dans les trois catégories de zellige des tombeaux Saadiens.

Les résultats chimiques et minéralogiques montrent que les matériaux actuellement utilisés dans la restauration de site des tombeaux Saadiens sont uniformes et proches des matériaux originaux. La technologie de fabrication adoptée par les artisans et le choix de la matière première qui provient de la même source sont des éléments importants qui conduisent à la création de matériaux compatibles et de qualité semblable à celle de zellige original qui a montré une bonne résistance et durabilité depuis la construction du site au XVI^{ème} siècle.

3.1.2 Site du palais EL Badi

Dans le palais El Badi, les tessons de zellige utilisés dans la restauration ont évolué en termes de composition minéralogique et chimique pendant les deux stades de restauration. Les phases minérales détectées par diffraction des rayons X sont semblables mais en proportions différentes. Le quartz évolue de 32 % en moyenne dans le zellige original PBZ1 à 28 % dans le zellige de la première restauration PBZ2 et atteint 26 % dans le zellige récent PBZ3. Les feldspaths potassiques sont aussi des phases abondantes avec des teneurs moyennes de 12 à 14 % dans les trois matériaux. Le PBZ3 est plus riche en plagioclases (27 %) et en silicates de calcium (17 % diopside et 14 % gehlenite) alors qu'il est relativement pauvre en calcite (3 %). En revanche, les tessons de PBZ1 et PBZ2 contiennent 12 à 13 % de calcite, 7 à 13 % de diopside et 9 à 11 % de gehlenite. Ces teneurs indiquent que le processus de décomposition

des carbonates était très avancé dans le PBZ3, ce qui atteste d'une température de cuisson plus élevée (~900 °C) par rapport aux autres matériaux (Fig. III.17).

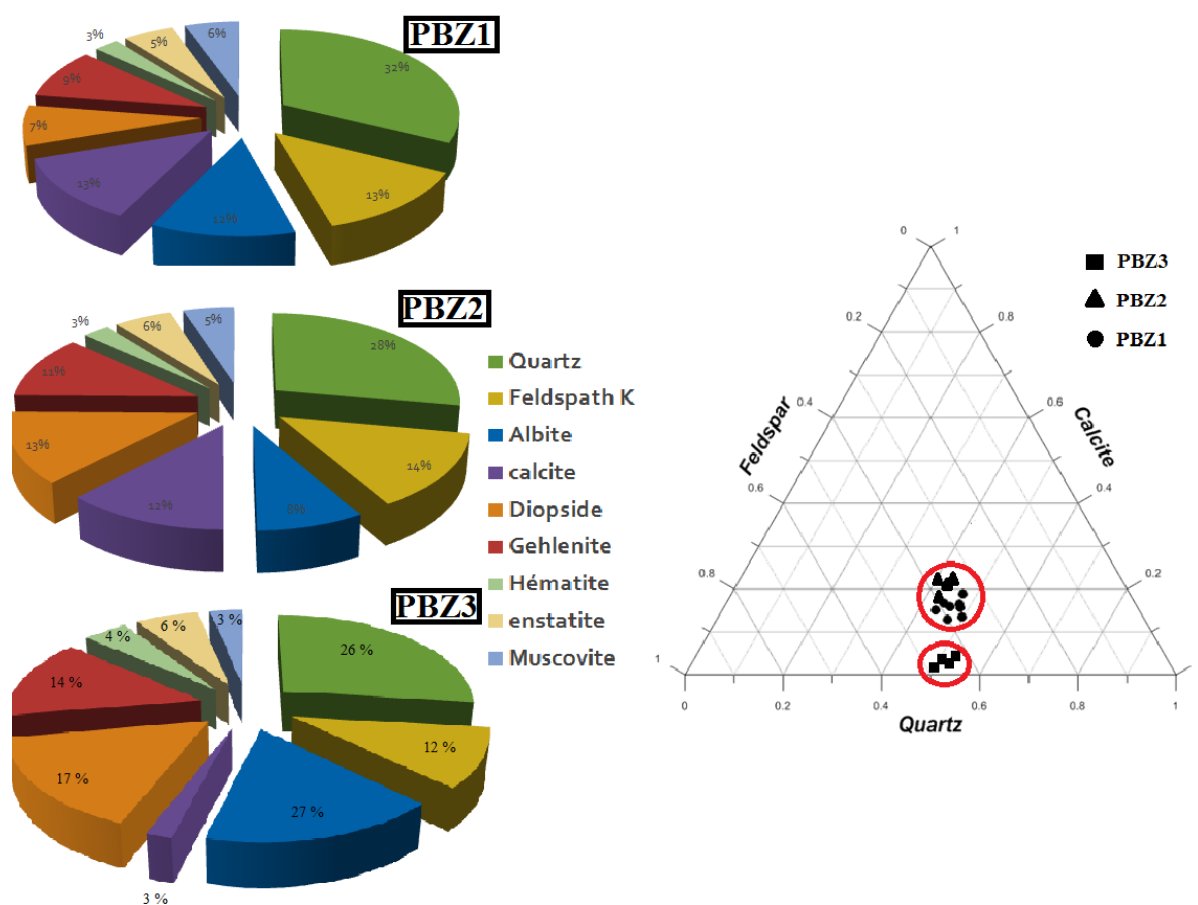


Fig. III.17. Composition minéralogique moyenne des différentes catégories de zellige du palais El Badi.

D'un point de vue chimique, les deux premiers matériaux PBZ1 et PBZ2 présentent des teneurs identiques en CaO (17 - 20 %). Le PBZ3 est riche en silice (63 %), aluminium (12 %) et en fer (6.5 %) alors que la teneur en MgO et K₂O dans ces matériaux est de l'ordre de 2 à 3 %. La valeur de la perte au feu diminue de 19 % dans PBZ1, à 8 % dans PBZ2 jusqu'à 1 % dans PBZ3 (Fig. III.18).

Les matériaux actuellement utilisés dans la restauration du palais El Badi proviennent aussi du site de Fès mais la technologie de fabrication de ces zelliges est différente par rapport à celle de la première restauration. Les zelliges récents sont cuits à des températures élevées pour favoriser la décomposition de la calcite et la cristallisation des phases de haute température. Ces matériaux sont plus difficiles à découper en mosaïque de zellige mais beaucoup plus résistants à la dégradation hydrique et mécanique.

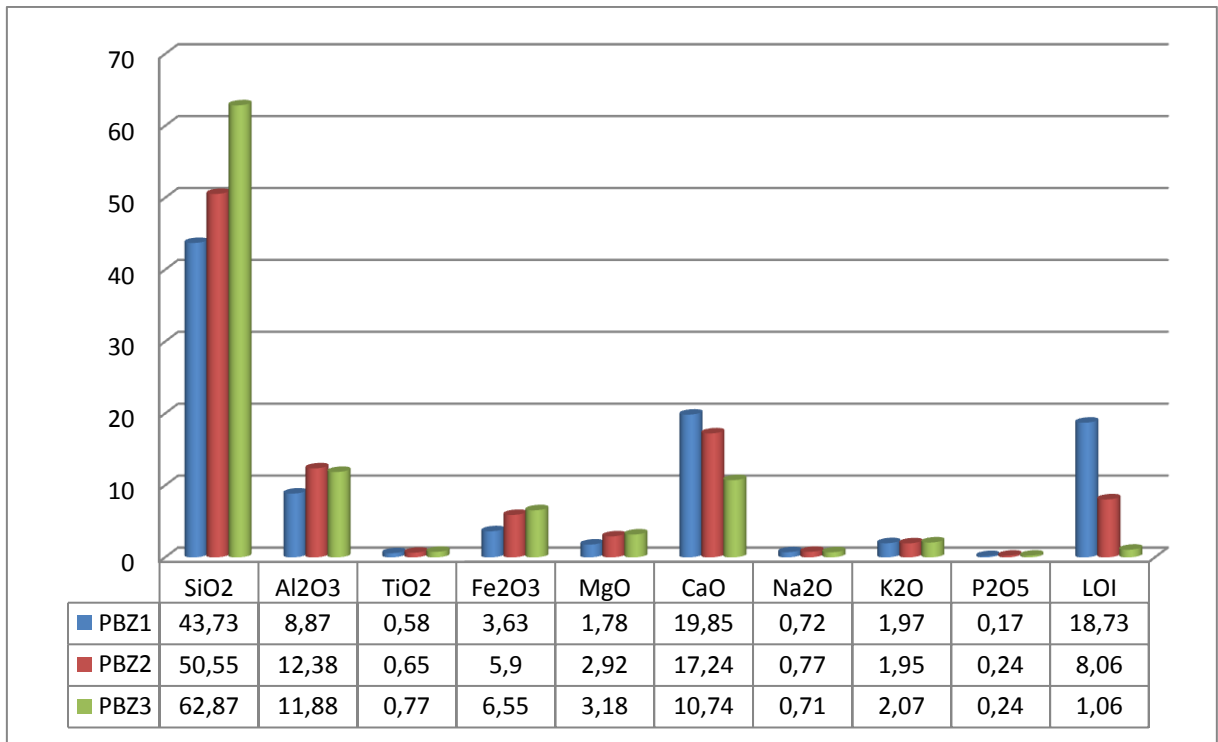


Fig. III.18. Composition chimique moyenne des différents zelliges du palais El Badi.

3.2 Evolution de la glaçure du zellige des tombeaux Saadiens au cours du temps

3.2.1 Le type de glaçure utilisée dans la restauration des murs

L'analyse en composantes principales (ACP) des résultats des analyses chimiques par fluorescence X portable des échantillons étudiés, a révélée plusieurs groupements selon la composition chimique de chaque couleur (Fig. III.19).

3.2.1.1 La glaçure blanche

L'analyse permet de mettre en évidence trois groupes distincts : le groupe 1 (W3, W4, W5 et W6) qui se caractérise par des valeurs fortes pour les variables P_2O_5 , SiO_2 et K_2O et des valeurs faibles pour la variable MnO , le groupe 2 (W7, W16, W17, W18 et W19) qui se caractérise par des valeurs fortes pour les variables Ni , Cu et PbO des valeurs faibles pour la variable K_2O et le groupe 3 (W10, W11, W12, W13 et W14) qui est identifié par des valeurs élevées pour les variables CaO , Al_2O_3 , TiO_2 , MnO , Fe_2O_3 , Cr et MgO et des valeurs faibles pour les variables PbO , SiO_2 , Ni , P_2O_5 et Cu .

Les résultats montrent que l'apport de certains éléments dans la glaçure blanche a évolué avec le temps. Les glaçures originales sont plus riches en calcium, aluminium et fer par rapport à la silice et le plomb, ce qui confère au zellige un aspect mat. Le zellige de la

première restauration est riche en silice, potassium et phosphore avec des niveaux modérés de plomb. La teneur en calcium a diminué entre les deux périodes, résultant en une glaçure brillante de couleur blanche arctique. L'utilisation d'oxyde de plomb augmente dans les glaçures actuellement utilisées dans la restauration des Tombeaux Saadiens. De même, la contribution importante de la silice est liée à la température de cuisson plus élevée des fours actuels.

3.2.1.2 La glaçure verte

Les glaçures vertes montrent deux groupes différents : Le groupe 1 est composé des individus tels que G15, G16, G17, G18 et G19 et caractérisé par des valeurs fortes pour les variables Cu et P₂O₅ avec des teneurs faibles pour les variables K₂O et MnO. Ce groupe représente le zellige actuellement utilisé dans la restauration des tombeaux Saadiens. La teneur en Cu dans la glaçure verte a augmenté d'un facteur 3 par rapport à la valeur de la glaçure d'origine. L'aspect général des émaux qui appartient à cette classe est un émail vert foncé. Le groupe 2 est composé d'individus partageant des fortes valeurs pour les variables SiO₂, CaO, K₂O et PbO. Ce groupe comprend l'ancien et le premier zellige de restauration, i.e., des glaçures relativement riches en plomb, silice et potassium. La concentration de cuivre utilisée était d'environ 3%. L'oxyde de calcium ne dépasse pas 1,6% dans la plupart de ces échantillons. Ce groupe est subdivisé en sous-classes en fonction du contenu de CaO et K₂O, comme indiqué dans le dendrogramme.

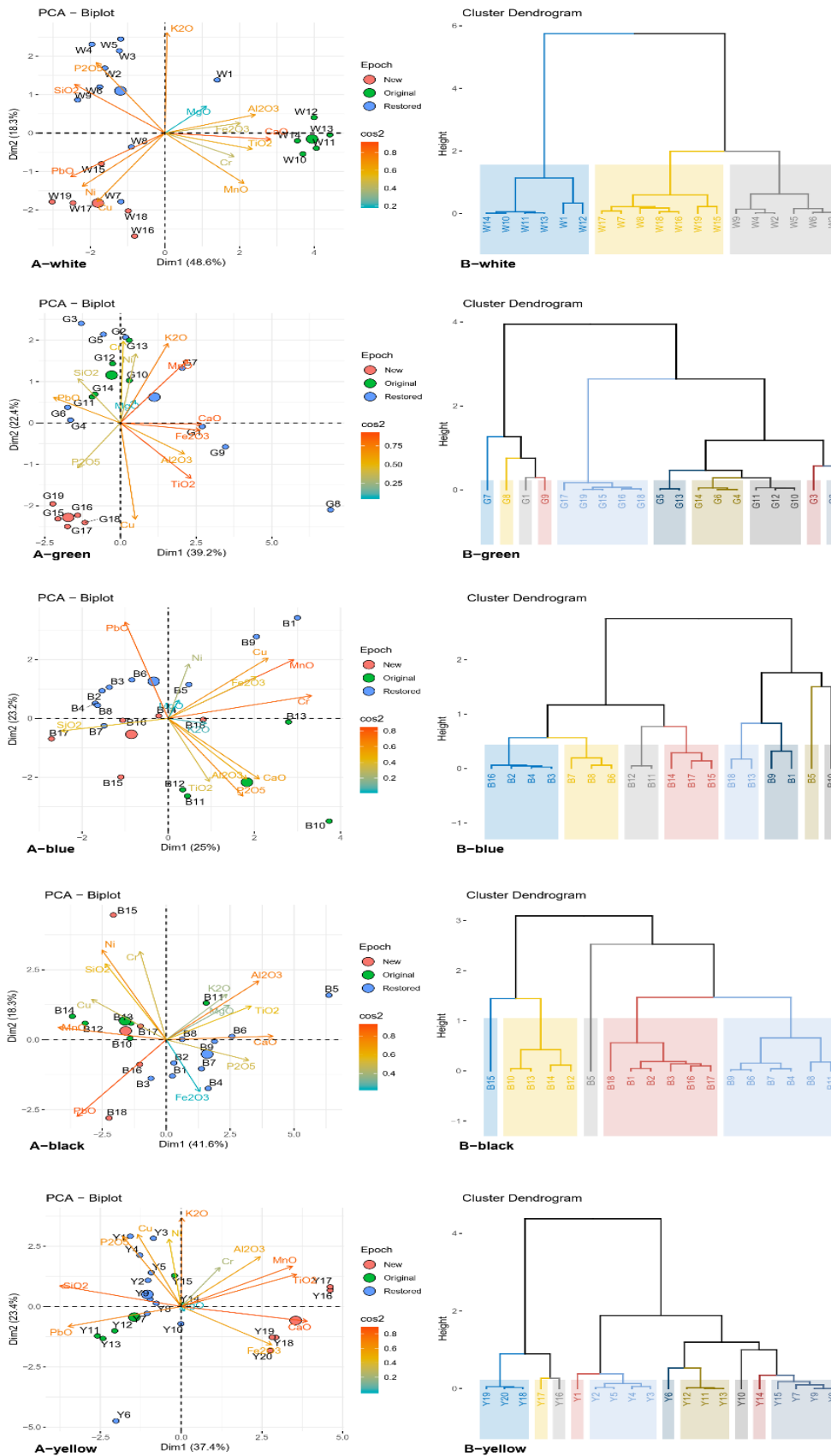


Fig. III.19. Analyse en composantes principales (A) et Cluster Dendrogramme (B) des glaciers Saadiens étudiés (Traitement des données par le logiciel R).

3.2.1.3 La glaçure bleue

On distingue trois classes : La classe 1 est composée d'individus partageant les fortes valeurs pour la variable PbO et les faibles valeurs pour les variables P₂O₅, CaO et K₂O, cette classe correspond au zellige de la première restauration. La classe 2 est composée d'individus B15, B16 et B17 et caractérisée par des fortes valeurs pour la variable SiO₂, des valeurs modérées pour la variable P₂O₅ et des faibles valeurs pour la variable CaO, ce sont les glaçures du zellige de la seconde restauration. Le zellige original présenté par la classe 3 est composée d'individus tels que B11 et B12. Ce groupe se caractérise par fortes valeurs pour les variables P₂O₅ et CaO et des valeurs faibles pour la variable PbO.

Dans glaçure bleue, le phosphore était utilisé en forte concentration par les artisans Saadiens au XVI^{ème} siècle avec une teneur en oxyde de calcium relativement forte dans ces glaçures. Cela donne un zellige bleu ciel mat. Au XX^{ème} siècle, les valeurs de phosphore détectées dans la glaçure ne dépassent pas 1,25% en poids (classe 1) tandis que le plomb est présent en forte concentration. Le zellige récent contient des niveaux modérés de phosphore (3,5% en poids, classe 2) avec une valeur élevée en silice. Cela donne un bleu plus sombre et brillant.

3.2.1.4 La glaçure noire

On distingue deux classes : La classe 1 est composée d'individus tels que B4, B6, B7, B8, B9 et B11 représentative du zellige de la première restauration. Ce groupe se caractérise par valeurs fortes pour les variables Fe₂O₃, P₂O₅ et CaO et des valeurs faibles pour la variable PbO. La classe 2 est composée d'individus tels que B12, B13 et B14 et elle regroupe le zellige original et de la seconde restauration. Ces glaçures se caractérisent par des valeurs fortes pour les variables SiO₂ et MnO.

Les émaux noirs restaurés des Tombeaux Saadiens (classe 1) sont décrits comme ayant des teneurs relativement faibles en MnO (<1 %) et des caractéristiques de cendres organiques avec de 2 à 7 % de P₂O₅. La couleur noire de ces échantillons a été obtenue par un mélange de 2 à 4 % d'oxyde de fer et 5 à 14 % de CaO comme fondant. Les céramiques noires originales sont des émaux à dominance de silice et d'oxyde de plomb, avec 42 à 55% en poids de SiO₂ et 27 à 42% en poids de PbO. La contribution de l'oxyde de MnO est supérieure à celle du fer dans la glaçure. Par contre, la teneur en CaO ne dépasse pas 5% en poids dans la majorité de ces échantillons. La teneur en fer du zellige actuellement utilisé dans la restauration varie entre 2,6 et 4 %, alors que la teneur en manganèse est d'environ 1 % en poids.

3.2.1.5 La glaçure jaune

La classe 1 est composée d'individus tels que Y16, Y17, Y18, Y19 et Y20 représentatifs du zellige de la seconde restauration. Ce groupe se caractérise par des valeurs fortes pour les variables CaO et F₂O₃ et des valeurs faibles pour SiO₂, PbO et P₂O₅. En revanche, la classe 2 est composée d'individus du zellige de la première restauration, ce groupe se caractérise par des fortes valeurs pour les variables SiO₂ et P₂O₅ et des valeurs faibles pour la variable Fe₂O₃. Enfin, la classe 3 qui représente le zellige original et qui est composée d'individus avec des fortes valeurs pour la variable PbO.

La coloration jaune dans tous les émaux Saadiens est obtenue par usage de Fe₂O₃. Le zellige de la première période de restauration est le moins riche en fer (1,2% en poids, classe 2). Le zellige original a des valeurs de fer un peu plus élevée (1,6 %) alors que les émaux récents atteignent des valeurs de 2,2 %. La teneur en CaO de ces émaux (classe 1) est élevée, ce qui implique que l'oxyde de calcium a été utilisé comme flux au lieu de plomb dans ces échantillons.

3.2.2 Origine des minéraux utilisés dans la fabrication de la glaçure des zelliges de restauration actuelle

La composition minéralogique de l'émail comprend principalement de la silice, les feldspaths, le kaolin et les oxydes métalliques. Les artisans de Fès utilisent un sable qui provient de la région de Meknès, à 50 km au sud ouest de la ville de Fès. Il s'agit d'un sable particulier car il est constitué de silice pure (Benbaqqal et *al.* 2017). La plupart des oxydes métalliques utilisés dans la fabrication des émaux de zellige proviennent des minerais locaux : ils sont responsables de la couleur de la glaçure. Par exemple, le fer provient d'une pierre rougeâtre appelée limonite ou hématite dans la région de Sidi Ayad à 50 km au sud-est de la ville. Le cuivre est préparé à partir de débris de cuivre rouge achetés aux dinandiers ou extrait de la chalcosine (sulfure de cuivre naturel). L'oxyde de cobalt est obtenu en fondant l'arsenic du cobalt naturel ou par la poudre de smalt importée de l'Europe, ces pigments sont mélangés avec le plomb (qui provient de la galène), de la silice et de l'eau. L'opacification se fait généralement par l'étain, extrait de la cassitérite, sous forme d'oxyde SnO₂, ce minéral provient du principal gisement d'étain dans la région d'Oulmès à 100 km au sud ouest de Fès. La présence de l'étain dans la glaçure verte, bleue et blanche est responsable de l'aspect opaque que montrent ces échantillons sous observation en loupe binoculaire. D'autres pigments sont d'origine synthétique et proviennent sur commande de la firme Colorobia en Italie.



Fig. III.20. Pigments de glaçure utilisés dans le site de Fès (Pigments d'oxyde fer rouge et noir, l'oxyde de cuivre vert et l'oxyde de cobalt bleu).

4 Conclusion

Pour les sites du palais El Badi et les tombeaux Saadiens, les résultats obtenus permettent de confirmer l'homogénéité de la matière première utilisée dans la production des zelliges des deux sites Saadiens. Il s'agit d'une terre argilo-calcaire trempée dans des bassins puis malaxée et versée dans des moules de 15 cm x 15 cm de dimensions pour obtenir des carreaux d'argile de 2 cm d'épaisseur. Ces derniers sont ensuite placés dans des fours traditionnels à atmosphère oxydante pour une première cuisson à une température d'environ 700 °C pour les zelliges du palais El Badi et de 900 °C pour ceux des tombeaux Saadiens. Après leur cuisson, les carreaux sont émaillés en trempant une de leurs faces dans un mélange glaçant à base de plomb et de silice. Les colorants utilisés sont le cuivre pour la glaçure verte, le fer pour la glaçure noire et miel, et le phosphore pour la glaçure bleue. L'opacification est faite à l'étain. La glaçure a été appliquée directement sur le support céramique sans engobe ou couche intermédiaire. Bien que les quantités de SiO₂ dans les glaçures soient légèrement inférieures à celles des tessons, cette caractéristique suggère que du sable siliceux ait été utilisé comme source de silice dans le mélange glaçant. Le rapport élevé PbO/SnO₂ des échantillons de glaçure (3 à 41 %) indique une viscosité élevée et suggère que la deuxième cuisson a été faite à une température inférieure à 700 °C. Les carreaux sont ensuite découpés en différentes formes géométriques pour construire les motifs Saadiens.

Pour ce qui est des matériaux de restauration qui proviennent de site de Fès, les résultats chimiques et minéralogiques montrent que les matériaux actuellement utilisés dans la restauration des édifices Saadiens à Marrakech sont uniformes et proches des matériaux originaux. Les tessons sont riches en silice et alumine avec des teneurs modérées en Fer et en oxyde de calcium. Les phases minéralogiques les plus abondants sont le quartz, les plagioclases, la calcite et les minéraux dites de hautes températures à savoir le diopside et la gehlenite.

Pour la technique de glaçage, il semblerait que la technique utilisée par les Saadiens soit similaire à celle utilisée actuellement à Fès. Elle consiste à immerger la face supérieure des pièces céramiques directement dans le mélange de glaçure puis à les laisser sécher à l'air. La glaçure est donc appliquée sur le tesson de céramique sans engobe ou revêtement intermédiaire. L'application d'une méthode analytique non destructive par fluorescence X portable (pXRF) a permis de suivre l'évolution de la composition chimique des glaçures Saadiennes en analysant le zellige original, de la première restauration et actuel au sein du site des tombeaux Saadiens. Les principales conclusions sont les suivantes.

- Tous les échantillons sont des glaçures au plomb, comme c'est le cas avec la plupart des céramiques décorées islamiques depuis plusieurs siècles.
- L'oxyde de calcium était le principal élément utilisé comme flux, les couleurs vert, bleu, jaune et noir ont été obtenues par des oxydes ordinaires tels que le cuivre, le phosphore, le fer et le manganèse.
- Le développement de l'industrie céramique contemporaine a permis la reformulation de nouvelles recettes pour obtenir des glaçures aux couleurs plus vives et brillantes, ceci en réduisant les niveaux de CaO avec l'augmentation de la teneur en oxydes colorants.

Malgré le développement de l'industrie céramique à l'échelle du Maroc avec l'introduction des techniques innovantes et l'adoption de four électrique dans certains sites, les artisans de Fès sont restés fidèles aux modalités de fabrication et au choix de la matière première utilisée depuis plusieurs siècles dans ce site, il s'agit d'un héritage en transmission d'une génération à l'autre. Ceci rend le zellige AlFassi le premier sur le marché en termes de qualité et résonance. Ces résultats ont des implications archéologiques importantes en montrant que l'industrie marocaine de la céramique essaie de créer de nouvelles formulations pour la

fabrication de glaçure tout en conservant l'apparence et les propriétés mécaniques du zellige original afin d'assurer une bonne compatibilité entre les matériaux après restauration.

Dans le site d'Aghmat, si les briques de construction et les tuiles ont été produites localement à l'aide d'une argile illitique pauvre en calcium et riche en fer, ces argiles appartiennent probablement à la strate rouge permo-triasique exposée dans la région d'Aghmat. En revanche, la poterie d'Aghmat et les canaux d'irrigation ont probablement été fabriqués à partir d'argiles quaternaires carbonatées provenant de l'ouest, à 25 km de la ville impériale. La plasticité de ces argiles facilite la mise en forme des pièces et conserve leurs formes après cuisson.

La composition chimique et minéralogique des céramiques du canal d'irrigation est différente de celles des briques et du zellige. Les Saadiens ont vraisemblablement utilisé un autre type d'argile riche en minéraux ferreux (goethite et hématite) pour éviter l'hydratation des grains de CaO (chaux) après cuisson. En effet, les grains de chaux ont un effet destructeur sur la céramique en raison de la décomposition de la calcite. La gehlenite formée peut incorporer des ions Fe^{3+} en substituant Al^{3+} et ou Ca^{2+} . Cette substitution explique le changement de coloration, du rouge à l'ocre jaune, de ces canaux d'irrigation.

CHAPITRE VIII : PROCÉDES EXPERIMENTAUX POUR AMLIORER LA QUALITE DES MATERIAUX UTILISES DANS LA RESTAURATION DES MONUMENTS ETUDIÉS

Grace à leurs diverses propriétés physico-chimiques, les argiles de Fès sont de plus en plus utilisées dans l'industrie céramique au Maroc. Le mélange des deux catégories d'argiles (lisses et rugueuses) extraites du site Benjlikh permet d'avoir un matériel plus fiable pour la fabrication de zellige et de la poterie. Cependant, d'autres facteurs régissent la qualité des produits céramiques après cuisson, tels que la température de cuisson, la durée de cuisson et la vitesse du chauffe.

Pour examiner l'impact de ces quatre paramètres sur la qualité de la céramique confectionnée, des briquettes expérimentales ont été confectionnées au laboratoire selon la même procédure de fabrication des carreaux de céramique adoptée par les artisans potiers du site de Fès. Ces briquettes sont ensuite cuites selon différents cycles de cuisson avant d'être analysés par diffraction des rayons X, microscopie et par des tests mécaniques. Les différentes briquettes obtenus après combinaison des paramètres de formulation et de cuisson sont présentés le tableau I.7 du chapitre III. Le but de ce travail est de déterminer la formulation et le cycle de cuisson les plus adaptés pour aboutir à des carreaux de céramique de qualité qui peuvent servir à la restauration des monuments historiques de Marrakech. Pour rendre compte des qualités de briquettes obtenues, nous avons examiné les défauts rencontrés après cuisson et les propriétés mécaniques des briquettes.

1 Analyse des défauts rencontrés après cuisson

1.1 Le problème du cœur noir

L'examen des pièces obtenues montre que le cycle de cuisson abordé peut être responsable de certains défauts sur les briquettes. Un cycle sans palier avec une augmentation de vitesse de cuisson (2 à 4°/min) engendre généralement une cuisson qui n'est pas uniforme. Cette cuisson se caractérise par le phénomène du cœur noir (contraste de couleur entre l'intérieur et l'extérieur de la pièce), correspondant à des zones de faiblesse de la pièce. Ce phénomène est dû soit à la présence de matières organiques non entièrement brûlées, soit à la réduction du fer et au manque d'oxygène à l'intérieur de la pièce, suggérant une cuisson réductrice au cœur du tesson (Gautier, 1976 ; Courtois, 1981 ; Samara, 2012). L'apport en oxygène doit être suffisant à travers un cycle de cuisson relativement lent pour remédier à ce problème. Une

vitesse de cuisson doit résulter d'un compromis entre une chauffe suffisamment rapide (gain énergétique) et la production de brique de bonne qualité.

En plus d'un cycle de cuisson trop rapide, d'autres facteurs peuvent aussi être à l'origine de cœur noir au sein des briques de céramiques, à savoir :

- La vitrification de la surface de la pâte avant que l'oxygène arrive à pénétrer à l'intérieur de la pièce;
- L'épaisseur des pièces : lorsque la pâte est épaisse ce phénomène commence à apparaître;
- Les conditions de cuisson, une aération au cours de la cuisson peut diminuer le risque de cœur noir;
- la quantité de pièces mise dans le four au cours de la cuisson ou la densité d'enfournement car cela empêche la circulation du gaz dans le four.

1.2 La coloration

La couleur des briques varie du rouge brique clair au rouge brique foncé selon le test de cuisson et selon la contribution de l'argile lisse dans le mélange. La couleur rouge des pièces produites provient de la quantité de fer incorporé dans l'argile (4,85 % pour l'argile lisse (ARFL) et 5,26 % pour l'argile rugueuse (ARFR)). Par contre, la nuance claire ou sombre peut être liée à plusieurs facteurs tels que l'atmosphère de cuisson, l'interaction entre les minéraux d'argile et les impuretés, la température de cuisson et la composition chimique et minéralogique de la matière première (i.e., la proportion en carbonate de calcium donne une teinte claire, la quantité d'oxydes métalliques une teinte plus foncée) (Boch, 2001 ; Bonnet et al. 2001, Fabbri, 2012).

Les résultats obtenus montre que la matière première contenant une proportion de 75% en d'argile lisse donne une teinte foncée aux briques, quelque soit le cycle de cuisson (Fig. III.21). Cela peut s'expliquer par la légère différence entre la composition chimique des deux types d'argiles. Un rapport $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ plus élevé (1,03 pour ARFL et 1,32 pour ARFR) en cuisson oxydante donne une couleur plus claire (Kornmann, 2007). Les carbonates empêchent la formation des oxydes de fer rouges et les remplacent en composés ferro-calciques ce qui donne une teinte plus claire (El Boudour, 2017 ; Kornmann, 2007).



Fig. III.21. Changement de la couleur des briquettes après cuisson pour chaque test.

Les carreaux destinés à l'émaillage pour la fabrication de zellige doivent en général avoir une teinte claire pour un meilleur éclat de la glaçure : c'est pour cette raison que l'usage de l'argile lisse (ARFL) ne doit pas dépasser 50% du mélange.

1.3 Les fentes

Les fentes rendent pratiquement impropre à son usage tout produit en terre cuite. Les causes de ce problème sont en relation avec l'état physique de la structure au cours du séchage et de la cuisson. Suite aux changements de température, les processus de dilation et le retrait provoquent des ruptures au sein de la structure cristalline de la pièce ce qui conduit à l'apparition de petites cassures au niveau du produit final. Ces cassures s'accroissent au fur et mesure que les écarts des chocs thermiques et mécaniques sont importants. Ces fentes sont aussi amplifiées par l'application d'un émail écaillant lors de la deuxième cuisson, comme c'est le cas de la fabrication de zellige à Fès : on parle de fentes dues à la tension d'émail.

Les résultats obtenus montrent que les cycles de cuisson sans paliers et ayant une grande vitesse de cuisson (tests 7, 8, 9 et 10) sont les plus vulnérables à ce phénomène irréversible (Fig. III.22). Les transformations physico-chimiques qui se produisent au cours du frittage ne faisant qu'accroître le défaut. Par contre, une augmentation progressive de la température au

cours de la cuisson, avec un palier adéquat donnant aux pièces un temps suffisant pour l'élasticité thermique, permet d'avoir des carreaux sans fentes et de bonne qualité.



Fig. III.22. Exemples de fentes sur les briquettes (2 x 2 x 10 cm) qui ont subi un cycle de cuisson trop rapide et sans palier.

1.4 La torsion

Il existe un retrait au séchage et à la cuisson dû principalement au départ d'eau emprisonnée entre les grains selon un processus de dilatation thermique spécifique à chaque matériel. Lorsque le retrait aux extrémités des pièces est grand par rapport à celui du centre, il se produit une déformation des briquettes sous forme de torsion (Fig. III.23). Ce phénomène apparaît quand le cycle de cuisson est sans palier (Test 1), de courte durée et une faible vitesse de montée en température (Test 2, 4 et 5) (Tab. III.2). Une torsion de plus de 3 mm va générer des carreaux modifiés inutilisables dans l'industrie céramique. Il est donc indispensable d'adopter un palier plus long et d'assurer un refroidissement progressif aux pièces cuites.

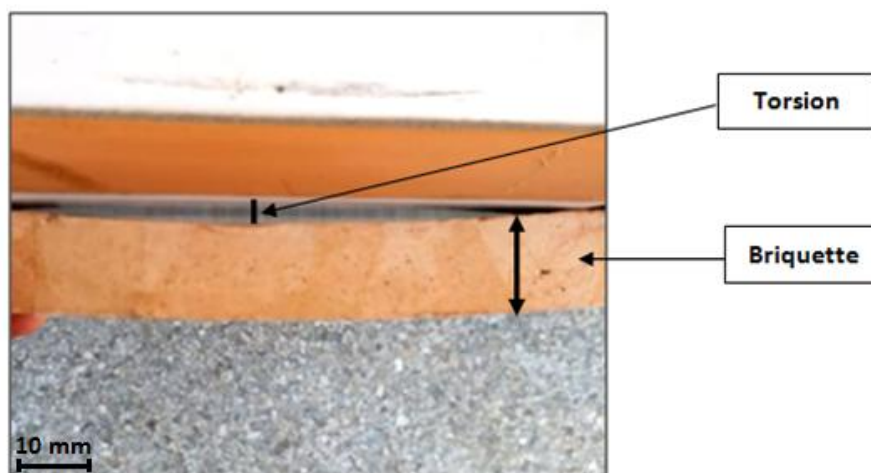


Fig. III.23. Déformation des pièces après cuisson (la torsion varie de 1 à 6 mm en fonction du cycle de cuisson et de la contribution d'ARFL et ARFR dans le mélange de la matière première).

N° de Test	75% L / 25% R		50% L / 50% R		25% L / 75% R	
	Retrait linéaire (en mm)					
Test 1 (T°= 950° ; V= 2°/Min ; P= 0h)	T0	153	T0	156	T0	155
	T1	147	T1	152	T1	149
	TOR	4	TOR	5	TOR	6
Test 2 (T°= 950° ; V= 2°/Min ; P= 2h)	T0	154	T0	155	T0	155
	T1	147	T1	144	T1	149
	TOR	2	TOR	4	TOR	4
Test 3 (T°= 950° ; V= 2°/Min ; P= 4h)	T0	155	T0	155	T0	159
	T1	149	T1	148	T1	150
	TOR	3	TOR	2	TOR	3
Test 4 (T°= 850° ; V= 2°/Min ; P= 0h)	T0	152	T0	156	T0	159
	T1	147	T1	151	T1	149
	TOR	2	TOR	5	TOR	3
Test 5 (T°= 850° ; V= 2°/Min ; P= 2h)	T0	153	T0	157	T0	155
	T1	147	T1	151	T1	149
	TOR	3	TOR	4	TOR	2
Test 6 (T°= 850° ; V= 2°/Min ; P= 4h)	T0	154	T0	156	T0	154
	T1	148	T1	150	T1	148
	TOR	3	TOR	3	TOR	2
Test 7 (T°= 850° ; V= 4°/min ; P= 0h)	T0	152	T0	154	T0	155
	T1	150	T1	152	T1	153
	TOR	1	TOR	1	TOR	1
Test 8 (T°= 950° ; V= 4°/min ; P= 0h)	T0	154	T0	159	T0	150
	T1	152	T1	157	T1	148
	TOR	1	TOR	2	TOR	1
Test 9 (T°= 950° ; V= 6°/min ; P= 0h)	T0	153	T0	155	T0	156
	T1	151	T1	154	T1	155
	TOR	1	TOR	1	TOR	1
Test 10 (T°= 950° ; V= 8°/min ; P= 0h)	T0	154	T0	155	T0	156
	T1	153	T1	154	T1	155
	TOR	1	TOR	1	TOR	1

Tab. III.2. Retrait linéaire et torsion des briquettes après cuisson.

2 Analyse des propriétés mécaniques

2.1 Absorption d'eau et porosité

La plupart des produits traditionnels en terre cuite sont poreux, cette porosité dite ouverte est liée aux cavités qui communiquent entre elles sous forme d'un réseau à l'intérieur de la pièce cuite. Le diamètre et la fréquence de ces pores constituent un facteur déterminant pour la durabilité et la résistance des briques. En effet, une faible porosité favorise une sorte de défense contre les agents de dégradation externes.

L'absorption de l'eau par émergence est le résultat des mouvements capillaires en rapport avec les cavités ouvertes au sein de structure de la brique. Elle est en relation directe avec la porosité et par conséquent donne une idée sur la qualité de la pièce.

Les valeurs de porosité calculées sont comprises entre 13 et 15 %, elles peuvent être qualifiées d'acceptables en se référant au domaine de la céramique (Sereda, 1973 ; Fgaier, 2013). La faible granulométrie de ARFL, avec 1,5% de fraction sableuse par rapport au 22 % pour ARFR, contribue à la diminution de la porosité des briques après cuisson (McManus, 1988 ; Selley, 1998). Les matières premières riches en cette argile présentent les valeurs de porosité les plus faibles (Fig. III.24), sauf pour le test 10 où la vitesse de cuisson était extrême. En général, le mélange de ces deux types d'argile de Fès donne des produits de bonne qualité en termes de porosité et absorption d'eau.

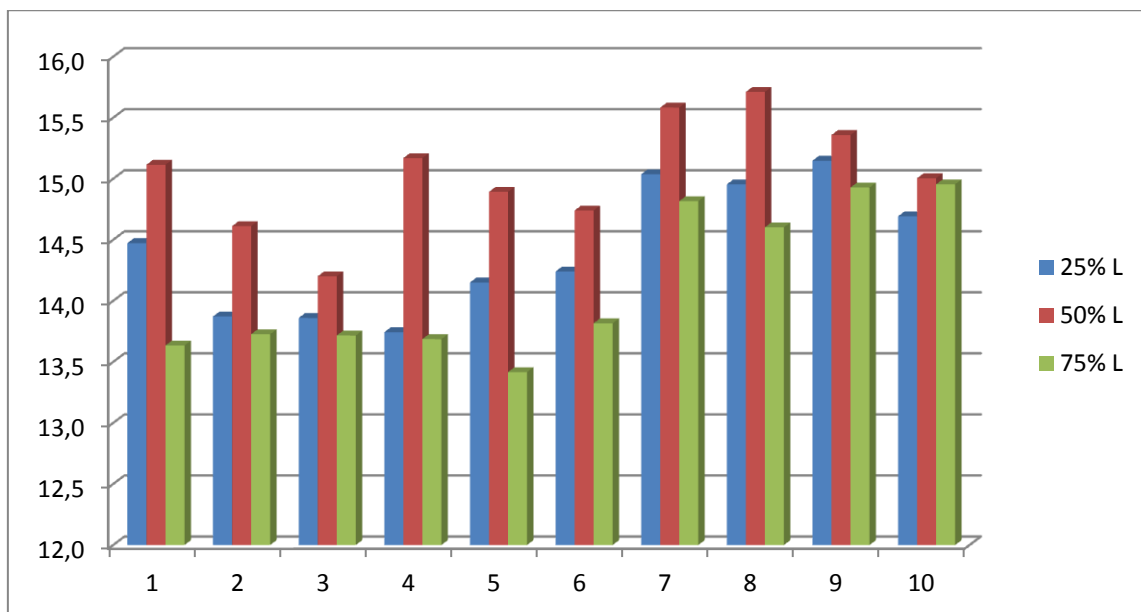


Fig. III.24. Porosité obtenue (en %) pour chaque test de cuisson et en fonction de la contribution d'argile lisse dans le mélange de matière première (25, 50 et 75 %).

2.2 La résistance à la flexion

Les essais mécaniques jusqu'à rupture faites sur les briquettes montrent des valeurs maximales de résistance à la charge de flexion d'ordre de 19,3 et 20,6 MPa (ces valeurs correspondent à des charges maximales de 1433,9 et 1528,5 N respectivement), enregistrées pour les tests 2 et 3 (Fig. III.25). En revanche, les faibles mesures de flexion (< 10.6 N) sont attribuées aux tests 8, 9 et 10. Les résultats montrent que l'argile lisse (ARFL) permet d'améliorer la résistance des briquettes après cuisson. En plus, les facteurs qui renforcent la résistance à la flexion de ces matériaux sont : la température de cuisson et la vitesse de chauffe. Les tests 2 et 3 qui ont montré les plus grandes valeurs de résistance à la flexion sont caractérisés par une température de cuisson de l'ordre de 950 °C avec une vitesse de chauffe de 2 à 3 °/min.

Pour les productions en terre cuite, les valeurs recommandées concernant les essais de résistance à la flexion sont comprises entre 5 et 25 MPa (Kornmann, 2009), les argiles de Fès sont donc acceptables pour toute utilisation dans l'industrie de terre cuite et pour les matériaux de construction en particulier.

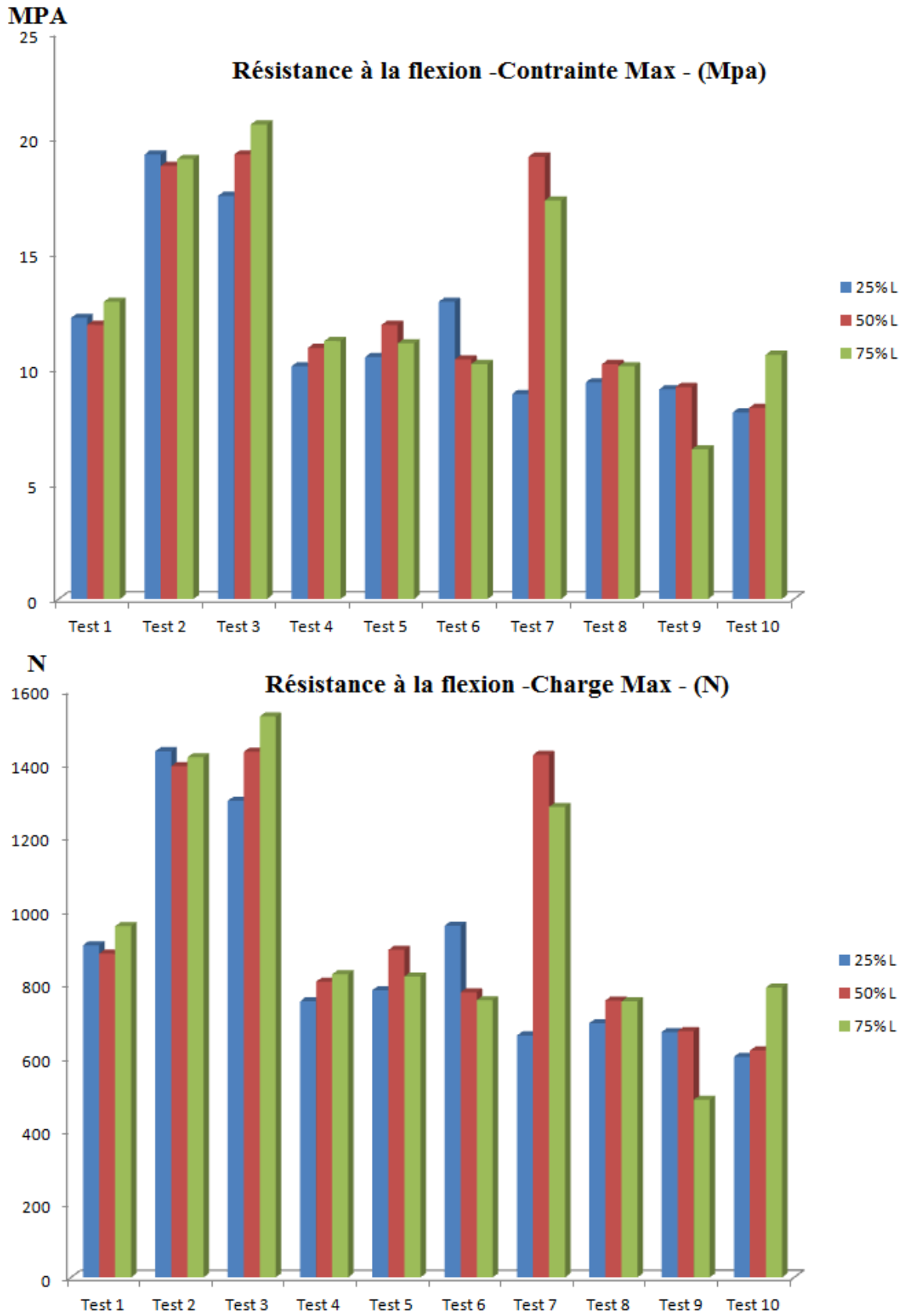


Fig. III.25. Résultats des essais de résistances à la flexion faits sur les briquettes.

2.3 La résistance à la compression

Les valeurs de résistances mécaniques à la compression recommandées selon la norme des briques en terre cuite EN NF 771-1 sont comprises entre 12,5 et 40 MPa, les tests 2, 3 et 6 montrent les valeurs les plus élevées en résistance à la compression (45,6 à 73,3 MPa), ces tests sont réalisés avec un palier de 4h et une vitesse de cuisson lente (2 °/min). On constate donc qu'au fur et à mesure que la durée du palier diminue et que la vitesse de cuisson augmente on obtient des faibles valeurs de résistance mécanique, chose qui apparait évidente car la température de cuisson doit être maintenue jusqu'à ce que les phases cristallines soient bien développées et stables pour assurer l'homogénéité du corps minéral et éviter les microfissures et les craquelures au sein de la pièce. Les plus faibles valeurs enregistrées correspondent aux tests 8, 9 et 10 (19,3 à 33,9 MPa) (Fig. III.26).

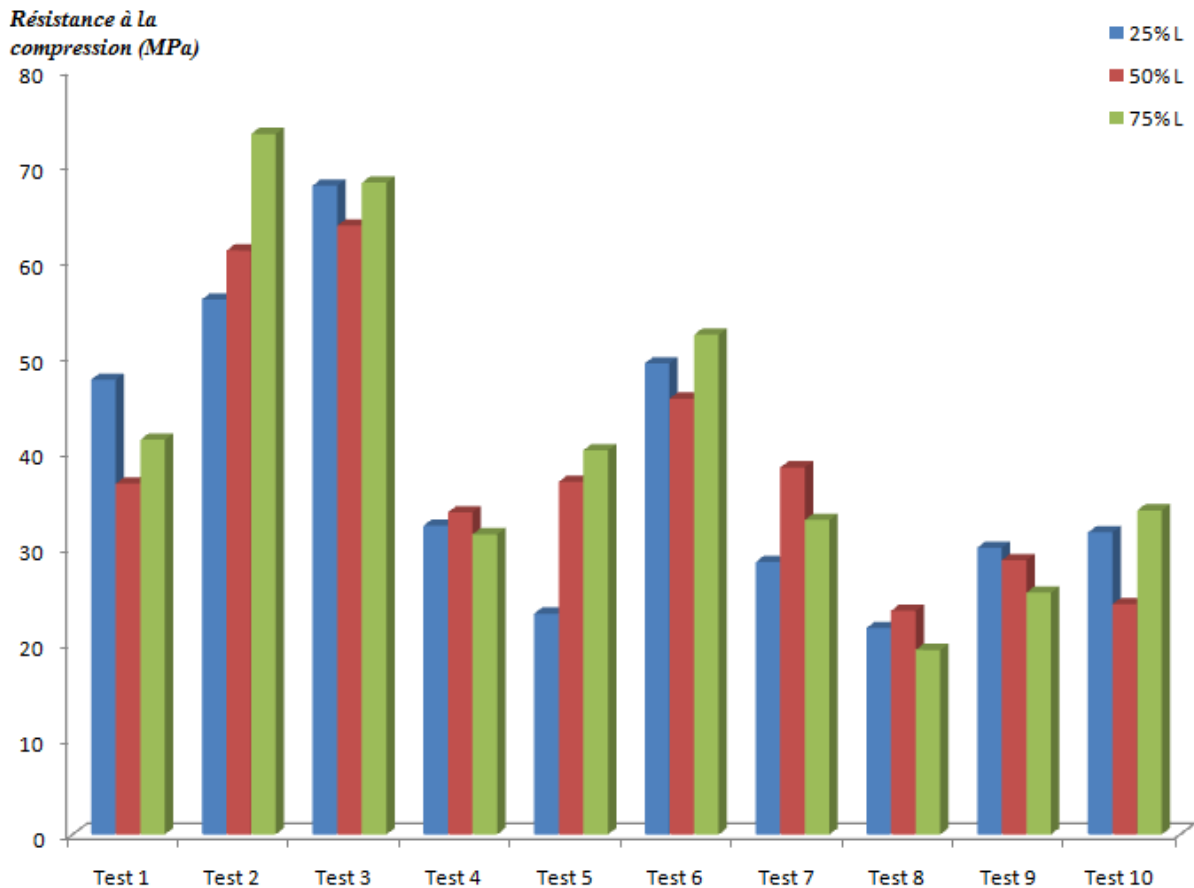


Fig. III.26. Résultats des essais de la résistance à la compression en (MPa) sur les éprouvettes élaborées à partir de l'argile de Fès.

Il faut noter que pour les artisans de Fès, la résistance des carreaux dédiés à fabrication de zellige ne doit pas avoir des valeurs très fortes car cela va rendre difficile la découpe de ces carreaux en morceaux de zellige. Ainsi, les carreaux confectionnés doivent avoir une

résistance qui tient compte de la longévité de ces pièces face aux facteurs de dégradation et en même temps qui permet un travail aisé pour les artisans de zellige.

Pour améliorer la qualité des produits en terre cuite fabriqués à partir des argiles de Fès et en particulier les matériaux céramiques dédiés à la restauration des édifices historiques et à la construction, les différents essais mécaniques montrent que les températures maximales atteintes dans les fours traditionnels actuels (850 à 950 °C) sont suffisantes pour donner des matériaux convenablement résistants à condition d'adopter un cycle de cuisson lent. Les analyses montrent aussi que la contribution des argiles lisses (ARFL) dans le mélange de matière première est favorable pour réduire la porosité et par conséquent renforcer la résistance interne de ces matériaux après cuisson.

3 Conclusion

Les résultats de ce chapitre montrent que plusieurs paramètres doivent être pris en compte pour confectionner des produits céramiques de qualité qui peuvent être utilisés dans la restauration des monuments historiques au Maroc. Le choix des matières premières argileuses provenant de la carrière Benjlikh dans la région de la ville de Fès est justifié par les propriétés physico-chimiques de ces argiles calcaires qui ont été utilisées depuis des siècles dans l'industrie céramique par les dynasties marocaines. Toutefois, le défi actuel pour les restaurateurs réside dans le choix du mécanisme de cuisson le plus approprié pour optimiser la qualité des produits fabriqués à partir de cette argile. La technologie de fabrication repose sur deux paramètres principaux :

- la matière première argileuse (part de l'argile lisse (ARFL) et rugueuse (ARFR) dans le mélange),
- le cycle de cuisson (température maximale de cuisson, la durée et la vitesse de cuisson).

Les résultats des analyses réalisées sur les briquettes expérimentales ont permis d'examiner les principales combinaisons possibles afin de déterminer la contribution adéquate d'ARFL et ARFR dans le mélange ainsi que les caractéristiques du cycle optimal de cuisson. Le premier facteur important dont on doit tenir compte dans la fabrication des matériaux en terre cuite est donc la granulométrie de la matière première car nous avons vu le rôle de l'argile lisse (ARFL) dans la réduction de la porosité des matériaux après cuisson. Le deuxième facteur est

le cycle de cuisson adopté. La température maximale de cuisson est importante mais il faut l'atteindre avec une vitesse lente et la maintenir pendant un palier de 4h minimum. Ces paramètres ont un impact direct sur la résistance des pièces obtenues et par conséquent sur leur qualité. Le test de cuisson le plus convenable d'après ces résultats est le test 3 dont les caractéristiques du cycle de cuisson sont : $T = 950^{\circ}\text{C}$; $V = 2^{\circ}/\text{Min}$; $P = 4\text{h}$. En ce qui concerne la contribution de l'argile lisse et rugueuse, le mélange avec 75 % de ARFL donne des carreaux ayant des valeurs de résistance mécanique les plus élevées. Cependant, la grande quantité d'argile lisse peut causer des problèmes liés au retrait linéaire et à la torsion des carreaux après cuisson (Tab. III.3), de plus de la couleur rouge foncée qu'on obtient pour les briquettes ayant 75 % de ARFL empêche l'application de la glaçure sur une surface sombre. La teneur de cette argile doit être au alentour de 50 % pour remédier à ce genre de problèmes et aussi pour obtenir des carreaux ayant des valeurs modérées en terme de résistance ce qui va rendre leurs découpage en mosaïque de zellige plus facile.

En conséquence, les tests de cuisson au laboratoire sont une étape indispensable pour évaluer la qualité des matériaux céramiques avant de les adopter dans la confection des matériaux céramiques utilisés dans des projets de restauration des édifices historiques. Il faut toutefois rappeler que nous avons travaillé dans des conditions de laboratoire avec un four électrique programmable. Dans le site de Benjlikh et dans la plupart des sites potiers au Maroc, les fours utilisés sont en majorité des fours traditionnels dont le contrôle de la vitesse de cuisson et de la température maximale se fait d'une manière approximative par l'ajout de combustible. Le transfert de ces résultats de laboratoire à l'échelle du site potier nécessite soit des tests de calibration pour vérifier l'efficacité du cycle choisi *in situ*, soit d'équiper les ateliers qui produisent ces matériaux dédiés à la restauration par des fours modernes programmables pour que les artisans puissent contrôler le cycle de cuisson d'une façon plus précise.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Depuis plusieurs millénaires, les matériaux en terre cuite ont été utilisés par l'Homme dans la construction et l'amélioration des conditions d'habitation grâce à leurs caractéristiques mécaniques et esthétiques. Les propriétés structurales, chimiques et minéralogiques de ces matériaux peuvent fournir d'importantes informations sur les conditions climatiques et environnementales, les données chronologiques et la vie quotidienne de nos ancêtres. Cependant, différents processus peuvent modifier profondément les propriétés originales et ainsi limiter le potentiel informatif de ces objets archéologiques. L'altération chimique et biologique, la dégradation anthropique, les conditions climatiques et l'effet de l'enfouissement sont des processus qui peuvent atteindre ces matériaux. Au Maroc, les objets archéologiques qui ornent les bâtiments historiques ont atteint un état de dégradation qui nécessite une intervention immédiate basée sur des recherches scientifiques et des expertises professionnelles. C'est dans cet objectif global que s'est inscrit le déroulement de ce travail de thèse, en prenant comme exemple principaux sites historique de la région de Marrakech.

Les matériaux céramiques concernés par cette étude sont les briques, les tuiles, les canaux d'irrigation, la poterie et surtout le zellige de monuments datant de l'époque almoravide (site d'Aghmat, XI^{ème} siècle) et de l'époque Saadienne (palais El Badi et tombeaux Saadiens, XVI^{ème} siècle). Chaque matériau céramique utilisé dans ces monuments a été produit selon une technologie de fabrication et un savoir faire bien précis et à partir d'une matière première locale ou plus lointaine. L'un des objectifs principaux de cette étude est de mettre à la disposition des restaurateurs une base de données scientifique qui répond à plusieurs questions liées à l'origine, la technologie de fabrication, les facteurs de dégradation et les modalités de restauration qui vont contribuer à l'amélioration et la préservation des structures céramiques au sein des monuments historiques du Maroc. Dans le but d'atteindre cet objectif, notre travail s'est focalisé sur : 1) le diagnostic des pathologies et la compréhension des mécanismes d'altération qui affectent les matériaux céramiques utilisées dans les différents monuments, 2) l'étude des caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques de chaque matériau céramique afin d'identifier l'origine des matériaux utilisés dans la confection de ces objets céramiques ainsi que la procédure de confection adoptée, 3) la réalisation des essais sur les argiles prélevés dans les carrières de Benjlikh afin de déterminer le processus de fabrication le plus convenable pour la confection des céramiques de restauration à partir de cette matière première.

Dans un premier temps, nous nous sommes penchés sur le diagnostic des pathologies et sur l'état de dégradation des différents matériaux céramiques utilisés dans les différents monuments. Des conclusions ne peuvent pas être tirées sans prendre en compte tous les facteurs internes et externes influençant les dégradations de ces matériaux. On observe à la fois des facteurs humains, biologiques, climatiques mais aussi des facteurs liés à la restauration. Cette dernière est mal exécutée dans certains endroits ce qui fragilise d'avantage les zones et les structures restaurées.

Le plus ancien site étudié est celui d'Aghmat situé à 35 Km environ de la ville de Marrakech et qui est en cours d'exploration et de restauration. Les facteurs de dégradation dans ce site affectent toutes les structures céramiques citées. L'effet de l'enfouissement a contribué à la fragilisation de ces matériaux en terre cuite qui ont été enterrés en sous sol depuis des siècles, ce phénomène est lié principalement à l'activité microbologique et à l'acidité du sol. Aujourd'hui, les travaux d'exploration sont arrivés à mettre à jour les vestiges d'un grand village qui contient un Hammam, une partie de muraille, les restes de quelques maisons et remparts construits en pisé, un palais, ainsi qu'une mosquée avec une salle d'ablution

Dans les sites Saadiens (Palais El Badi et Tombeaux Saadiens), les observations que nous avons effectuées montrent que les zelliges originaux persistent dans un état de conservation plus ou moins bon, par rapport aux nouveaux panneaux de zelliges (parties restaurées) qui se trouvent dans un état de dégradation assez avancé. L'incompatibilité des matériaux utilisés dans la restauration, le non respect des motifs originaux, l'usage du mortier inapproprié et l'absence d'un plan de préservation après la réhabilitation sont des pratiques de restauration qui contribuent à la destruction des céramiques archéologiques au sein des monuments historiques de la région de Marrakech. Les points de faiblesse où se développent les dégradations et altérations demeurent principalement à trois niveaux : entre le mur et la structure céramique, à l'interface mortier / zellige et à la limite tesson / glaçure.

Dans le site d'Aghmat, les matériaux céramiques découverts sont diversifiés, avec des briques, tuiles, poterie et canaux d'irrigation en terre cuite. Les résultats des analyses montrent que les anciens artisans d'Aghmat ont probablement utilisé une argile locale non carbonatée est riche en fer pour la fabrication des briques et les tuiles, la température de cuisson adoptée varie entre 900 et 1000 °C. Par contre, la poterie et les canaux d'irrigation ont été fabriqués à partir d'une matière première carbonatée collectée dans les environs de ce

village, la température de cuisson estimée pour ces pièces est comprise entre 700 °C et 900 °C.

Le zellige Saadien a été confectionné à partir d'une argile carbonatée qui provient de la région de Fès. Cette matière première a été cuite dans des fours traditionnels à atmosphère oxydante et à une température comprise entre 700 et 800 °C pour les zelliges du site du palais El Badi et 800 °C à 900 °C pour les zelliges du site des tombeaux Saadiens. L'application de la glaçure à base du plomb et de la silice a été faite directement sur le tesson sans engobe et les colorants utilisés sont classiques ; il s'agit de cuivre pour la couleur verte, le manganèse et le fer pour les couleurs jaunes et noires, le phosphore pour la couleur bleue et l'opacification a été faite à base de l'étain. Les canaux d'irrigation et les briques Saadiennes ont été fabriquées à partir des argiles locales de la région de Marrakech.

Aujourd'hui, l'industrie céramique au Maroc a beaucoup évolué en termes d'amélioration des matériaux mais elle a su garder les techniques de fabrication des matériaux en terre cuite héritées de nos ancêtres. Le zellige utilisé dans la restauration des sites historiques étudiés se fait à partir d'une argile carbonatée importée de la même source que le zellige original. Il s'agit de la carrière de Benjlikh dans la région de Fès. Cette matière première présente deux types de textures : la texture lisse et la texture rugueuse. Elle est utilisée sans addition de matière dégraissante (chamotte, sable, ...) ou plastifiante (marne, ...). Cela rend le travail moins coûteux. Les résultats des analyses minéralogiques, chimiques et granulométrique ainsi que les essais mécaniques réalisés sur des éprouvettes fabriquées à partir de cette argile montrent que le gisement argileux de Benjlikh donne des matériaux qui répondent aux normes internationales de céramique à condition d'adopter un cycle de cuisson lent avec des températures élevées (supérieures ou égales à 900 °C) ce qui permet de réduire la porosité et améliorer la qualité du produit après cuisson. Par ailleurs, la technique de glaçage actuelle se fait encore à partir d'un mélange glaçurant à base de la silice et de plomb, les agents de coloration sont l'oxyde de cuivre pour la couleur verte, le manganèse et le fer pour les couleurs jaunes et noires et le cobalt ou lieu de phosphore pour la couleur bleue. L'oxyde de calcium est de moins en moins utilisé comme agent de flux dans les glaçures modernes au dépend des oxydes colorants pour donner aux émaux une couleur plus vive et brillante.

Les matériaux céramiques étudiés dans ce travail font partie d'un ensemble de matériaux archéologiques qui doivent être protégés et restaurés tels que le bois, le plâtre, le verre, les métaux et les minéraux précieux qu'on trouve souvent dans les bâtiments historiques au

Maroc. Des travaux doivent être menés dans le sens de la caractérisation et la mise en valeur de ces objets pour les préserver contre les facteurs de dégradation.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Aarfane A., Salhi A., El Krati M., Tahiri S., Monkade M., Lhadi, E.K., & Bensitel M. (2014). *J. Mater. Environ. Sci.* 5, p. 19-28.
- Abajo M.F. (2000). Manual sobre Fabricación de Baldosas, Tejas y Ladrillos. *Eds. Beralmar S.A., Barcelona, Columbia*, p. 360.
- Abdellaoui I., & Bounadi A. (2017). Archive et état de conservation des tombeaux Saadiens, Académie des Arts traditionnels, Casablanca, p. 24-71.
- Abourida, A. (2007). Approche hydrogéologique de la nappe du Haouz (MAROC) par Télédétection, Isotopie, SIG et Modélisation. *Thèse doctorat*, Université Cadi Ayyad, Marrakech, p. 22-39..
- Abitbol M. (2009). Histoire du Maroc, *Perrin, Paris*, p. 150-168.
- Achiou B., Omari H., El Bennazha J., Albizane A., Daoudi L., Saadi L., Ouammou M., Alami Younssi S., El Maadi A., & Chehbouni M. (2016). Physicochemical and mineralogical characterizations of clays from Fez region (basin of Saiss, Morocco) in the perspective of industrial use. *J. Mater. Environ. Sci.* 7, p. 1474-1484.
- Adan-Bayewitz D., & Perlman I. (1985). Local pottery provenience studies: A role for clay analysis. *Archaeometry*, 27 (2), p. 203-217.
- Al-Saad Z. (2002). Chemical composition and manufacturing technology of a collection of a various type of Islamic glazes excavated from Jordan, *Journal of archaeological science*, 29, p. 803-810.
- André A. (1966). Nevill Barbour. Morocco, *Revue des mondes musulmans et de la Méditerranée*, p. 254-258.
- Andrey L. (2010). Conservation de céramiques archéologiques peu cohésives recouvertes de dépôt argileux, HECCR Arc, *Master of Arts HES-SO en Conservation-Restoration*, p. 22-29.
- Aouraghe H. (2006). Histoire du peuplement paléolithique de l'Afrique du Nord et dynamique des interactions entre l'homme et son environnement. *C. R. Pale*, 5, p. 237-242.
- Aras A. (2004). The change of phase composition in kaolinite- and illite-rich clay-based ceramic bodies. *Appl. Clay Sci.* 24, p. 257-269.
- Ashby M.F. (1993). Criteria for selecting the components of composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(5), p. 1313-1335.
- Atkin, J. (2015). Les secrets de l'artisan potier, *éd. Marabout*.
- Auvray C., Homand F., Hoxha D., & Didier C. (2004). Mechanical behavior of gypsum influenced by time and hygrometry, *Rev. Fr. Géotech.* N° 106-107, p. 41-51.
- Baccour H., Medhioub M., Jamoussi F., Mhiri T., & Daoud A. (2008). Mineralogical evaluation and industrial applications of the Triassic clay deposits, Southern Tunisia. *Mater. Charact.* 59, p. 1613-1622.
- Bansal N.P., & Doremus R.H. (1986). Handbook of glass properties, *Academic Press*, New York, p. 172-178.

Bearat H., Dufournier D., Nguyen N., & Raveau B. (1989). Influence de NaCl sur la couleur et la composition chimique des pâtes céramiques calcaires au cours de leur cuisson. *Rev. d'archéométrie*, 13, p. 43-53.

Bechtel F., & Schvoerer M. (1984). Cathodoluminescence: Application to the study of the texture of ceramic pastes, PACT 10 - Dating-characterization of ancient ceramics, European Intensive Course, ed. *Council of Europe - CNRS*, p. 247-260.

Bel A. (1918). Les industries de la céramique à Fès, Alger et Paris, éd. *Carbonel et Leroux*.

Benamara A., Schvoerer M., Haddad M., & Akerraz A. (2003). Search for clues on techniques of zelliges production from the 14th century (Chellah, Morocco). *Review of Archeometry*, 27, p. 103-113.

Benamara A., Schvoerer M., Thierrin-Michael G., & Rammah M. (2005). Distinction de céramiques glaçurées aghlabides ou fatimides (IXe - XIe siècles, Ifriqiya) par la mise en évidence de différences de texture au niveau de l'interface glaçure - terre cuite, *Revue d'archéométrie*, 26, p. 35-42.

Benbaqqal H., Masrouf A., Benyassine E.M, Erragragui M., & Greta M. (2017). Apport de l'étude géotechnique, minéralogique et géochimique pour la valorisation des carrières de marnes (Plateau de Meknès, Maroc), *APLomba*, p. 120.

Benhima Y. (2003). Espace et société rurale au Maroc médiéval : stratégies territoriales et structures de l'habitat de la région de Safi, *Thèse doctorat en histoire*, Lyon 2, p. 34-36.

Bentahar Y. (2016). Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines: application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse, *Thèse doctorat*, Université Abdelmalek Essaadi.

Ben-Shlomo D., Maier A.M., & Mommsen H. (2008). Neutron activation and petrographic analysis of selected Late Bronze Age and Iron Age pottery from Tell es-Safi/Gath, Israel. *Journal of Archaeological Science*, 35 (4), p. 956-964.

Berducou M. (1991). La céramique archéologique, La conservation en archéologie. *Masson*, Paris,, 3, p. 78-119.

Bergeon S.I., & Brunel G. (2014). La restauration des œuvres d'art - Vade-mecum en quelques mots, Paris, *Hermann (éditions)*, p. 87.

Bergeron A., Brassard M., Chrétien Y., Daux B., Desrosiers P., Drouin D., Giroux C., Gusset G., Harvey C., Jodoin L., Kennedy G., Olivier M., Ricard M., & Tremblay R. (2007). La restauration des céramiques archéologiques, quelques exemples du cheminement d'une pratique, *Centre de conservation du Québec*, p. 19-61.

Bernard L. (2000). Histoire du Maroc : des origines à nos jours, Paris, *Perrin*, p.363.

Besq A., Malfoy C., Pantet A., Monnet P., & Righi D. (2003). Physicochemical characterisation and flow properties of some bentonite muds, *Appl. Clay Sci.* 23, p.275-286.

Biberson P. (1956). Le gisement de l'Atlantrophe de Sidi Abderrahman, Casablanca, *Bulletin d'archéologie marocaine*, t. 1, p. 89-91.

Biberson P. (1961). Le cadre paléogéographique de la Préhistoire du Maroc atlantique. *Rabat, Publications du service des Antiquités du Maroc*, fascicule 16, p. 235.

Binder D., Convertini F., Manen C., Sénépart I. (2007). Les productions céramiques du Néolithique ancien : proposition d'un protocole d'analyse. Structures des productions céramiques, Toulouse, France. p. 29-42.

- Boch P. (2001). Matériaux et processus céramiques, *Bermes sciences*, p. 201-203.
- Bonnet C., & Batigne V.C. (2001). Contribution à l'étude des céramiques grises kaolinitiques voconces d'après le mobilier issu des fouilles du tracé drômois du TGV Méditerranée, *Rei Cretariae Romanae Fautorum, Congrès de Lyon, Acta 37*, p. 73-88.
- Boski T., Pessoa J., Pedro P., Thorez J., Dias J.M., & Hall I. (1998). Factors governing abundance of hydrolyzable amino acids in the sediments from the N.W. *European Continental Margin (47–50°N)*. *Prog. Oceanogr.* 42, p. 145-164.
- Bourgeois B. (1987). La conservation des céramiques archéologiques : étude comparée de trois sites chypriotes. Collection de la Maison de l'Orient méditerranéen n°18, série archéologique, 10, Lyon-Paris, Syria. *Archéologie, Art et histoire*, p. 758-759.
- Bouzidi N. (2012). Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, *HAL Archives-ouvertes*, p. 24-28.
- Brignon J., & Abdelaziz A. (1966). Histoire du Maroc, Librairie nationale, Madrid, *Encuadernación de tapa blanda*, p. 24-56.
- Bun Kim N., Hasmaliza M., Shamsul K.S., Kiyoshi O., & Zainal A. (2011). Some ceramic properties of clays from central Cambodia, *Appl. Clay Science*, 53(1), p. 33-41.
- Buresi P. (2013). Les Almoravides fondent Marrakech, *HAL archives ouvertes*, p. 1-2.
- Cambazard-Amahan C. (1989). Le Décor sur bois dans l'architecture de Fès : époque almoravide, almohade et début mérinide, Paris, *Ed. du Centre national de la recherche scientifique*, p. 19-36.
- Ceccarelli L. (2016). Forthcoming. Production and trade in Central Italy in the Roman period. The amphorae workshop of Montelabate in Umbria. *Papers of the British School at Rome*, p. 109-141.
- Centeno S.A., Williams V.I., Little N.C., & Speakman R.J. (2011). Characterization of surface decorations in Prehispanic archaeological ceramics by Raman spectroscopy, FTIR, XRD and XRF. *Vibrational Spectroscopy*, 58, p. 119-124.
- Chalouan A., Michard A., Feinberg H., Montigny R. & Saddiqi O. (2001). The Rif mountain building (Morocco) : a new tectonic scenario, *Bull. Soc. géol. Fr.* 172, p. 603-616.
- Chapelle D. (1931). Le sultan Moulay Ismail et les Berbères Sanhaja du Maroc central, p. 7- 65.
- Charpentier A. (2014). Un atelier voyageur, signe d'échanges entre monde Abd El Wadide et Mérinides, *RM2E Revue de la méditerranée édition électronique*, Tome 1, p. 85-104.
- Chellaï E.H. & Perriaux J. (1996). Evolution géodynamique d'un bassin d'avant pays du domaine atlasique (Maroc): exemple des dépôts néogènes et quaternaires du versant septentrional de l'Atlas de Marrakech, *Comptes Rendus de l'Academie des Sciences - Série IIA*, 322, p. 727-734.
- Chevalier R., Coey J.M.D., & Bouchez R. (1976). A study of iron in fired clay : Mössbauer effect and magnetic measurements, *Le J. Phys. Colloq.* 37, p. 861-865.
- Cochet A., Hazan R. & Monition L. (1936). Le Haouz de Marrakech bassin représentatif d'une zone aride au contact d'une haute chaîne montagneuse : le haut atlas de climat subhumide, *Service des Ressources en Eau*, Rabat, p. 564.
- Cook H.E., Johnson P.D., Matti J.C., & Zemmels I. (1975). Methods of Sample Preparation, and X-ray Diffraction Data 120 Analysis, X-ray Mineralogy Laboratory, Deep Sea Drilling Project, University of California, Riverside. *Initial reports Deep sea Drill. Proj.* 25, p. 999-1007.

Courtois L.C. (1981). Aperçu technologique sur les céramiques néolithiques de l'Antre corycien, *Bulletin de Correspondance Hellénique*, Suppl. 7, p. 173-182.

Cultrone G., Rodriguez-Navarro C., Sebastian E., Cazalla O., & De La Torre M.J. (2001). Carbonate and silicate phase reactions during ceramic firing. *Eur. J. Mineral*, 13, p. 621-634.

Cultrone G., Eduardo S., Kerstin E., Maria José T., Olga C. & Carlos R.N. (2004). Influence of mineralogy and firing temperature on the porosity of bricks, *Journal of the European Ceramic Society* 24, p. 547-564.

Daoudi, L., El Boudour El Idrissi, H., Saadi, L., Albizane, A., Bennazha, J., Waqif, M., El Ouahabi, M., Fagel, N., Lahcen, D., Hicham, E.E., Latifa, S., Abderrahmane, A., Jamal, B., Mohamed, W., El Ouahabi M., & Nathalie F. (2014). Characteristics and ceramic properties of clayey materials from Amezmiz region (Western High Atlas, Morocco), *Appl. Clay Sci.* 102, p. 139-147.

Daoudi L., Knidiri A., El Boudour El Idrissi H., Rhouta B., & Fagel N. (2015). Role of the texture of fibrous clay minerals in the plasticity behavior of host materials (Plateau du Kik, Western High Atlas, Morocco). *Appl. Clay Sci.* 118, p. 283-289.

Daoudi L., Rocha F., Costa C., Arrebei A., & Fagel N. (2018). Characterization of rammed-earth materials from the XVIth century Badii Palace in Marrakech, Morocco to ensure authentic and reliable restoration, *Geoarchaeology International Journal*, V 33, I 5, p. 529-541.

Débénath A., El Hajraoui A. (1999). Le Néolithique ancien au Maroc septentrional : données documentaires, sériation typo-chronologique et hypothèses génétiques, *Bulletin de la Société préhistorique française*, 105, 4, p. 787-812.

Del Río A.P., Sanjuán L.G., Pérez V.H., & Arnedo M.J. (2005). Bronze Age ceramics in southwest Spain: An exploratory archaeometric study of technology and function, *Geoarchaeology journal*, 20, 3, p. 263-284.

Délérey C., & Boussyguina V. (2017). Penser la restauration des monuments historiques au Maroc dans les années 1920-1940, *Architecture Beyond Europe Journal*, 11, p. 5-9.

Deverdun G., Meunié J. & Terrasse H. (1957). Nouvelles recherches archéologiques à Marrakech, *Bulletin Hispanique*, 59, 4, p. 456-458.

Dondi M., Guarini G., Ligas P., Palomba M., & Raimondo M. (2001). Chemical, mineralogical and ceramic properties of kaolinitic materials from the Tresnuraghes mining district (Western Sardinia, Italy). *Appl. Clay Sci.* 18, p. 145-155.

Doutté E. (1905). Marrakech, *Ouvrage publié sous le patronage du gouvernement général de l'Algérie et du comité du Maroc*, p. 408-439.

Doutté E. (1914). En tribu, en mission au Maroc, *Aghmat. Encyclopédie de l'islam (1er édition)*, Paris, p. 11-22.

Dutour A. (1985). Formations alluviales et terrasses du quaternaire moyen dans le Haouz de Marrakech, *Physio-Géo*, 14-15, p. 103-116.

Duttine M. (2008). Laser cleaning of historical limestone buildings in Bordeaux appraisal using cathodoluminescence and electron paramagnetic resonance. *Environmental Science and Pollution Research* 15(3), p. 237-243.

Echallier J.C., & Mery S. (1989). Experimental laboratory approach of the mineralogical and physico-chemical evolution of ceramics during cooking. *Document I.GAL*. Paris, N. 76.

El Baljani K., Ettahiri S. & Fili A. (2018). La céramique des niveaux idrisside et zénète de la Mosquée al-Qarawiyyin de Fès (ixe-xe siècles), *The Aghlabids and their Neighbors : Art and Material Culture in Ninth-Century North Africa*, Chapter 20, p. 405-428.

El Boudour El Idrissi H., Daoudi L., Collin F. & Fagel N. (2014). Caractérisation de colluvions triasiques utilisés dans l'élaboration d'ustensiles rustiques de cuisson, cas de Talatast (Région de Marrakech, Maroc). *Verres, Céramiques Compos.* 3, p. 18–22.

El Boudour El Idrissi H., Daoudi L., El Ouahabi M., Balo Madi A., Collin F. & Fagel N. (2016). Suitability of soils and river deposits from Marrakech for the manufacturing of earthenware. *Appl. Clay Sci.* 129, p. 108-115.

El Boudour El Idrissi H. (2017). Caractérisation des argiles utilisées dans le secteur de la terre cuite de la région de Marrakech en vue d'améliorer la qualité des produits. *Thèse doctorat*, Université Cadi Ayyad, Marrakech.

El Halim M., Daoudi L., El Ouahabi M., Rousseau V., Cools C., Fagel N. (2018). Mineralogical and geochemical characterization of archaeological ceramics from el Badi palace (XVIth century), Morocco, *Clay minerals*, 53, 3, p. 459-470.

El Marraki A. (1998). Point defects and luminescence of devitrification crystals: Detection and study in glazes. *Thèse doctorat*, Université Michel de Montaigne, Bordeaux 3, p. 129.

El Ouahabi M. (2013). Valorisation industrielle et artisanale des argiles du Maroc, *Thèse doctorat* Université de Liège.

El Ouahabi, M., Daoudi, L., De Vleeschouwer, F., Bindler, R. & Fagel, N. (2014). Potentiality of clay raw materials from northern Morocco in ceramic industry: Tetouan and Meknes areas, *J. Miner. Mater. Charact. Eng.* 2, p. 145-159.

El Ouahabi M., Daoudi L., Hatert F. & Fagel N. (2015). Modified mineral phases during clay ceramic firing, *Clays and Clay Minerals*. V. 63 (5), p. 404-413.

El Ouahabi M., El Boudour El Idrissi H., Daoudi L., El Halim M., & Fagel N. (2019). Moroccan clay deposits: Physico-chemical properties in view of provenance studies on ancient ceramics. *Applied Clay Science*, 172, p. 65-74.

Erzini N. (1993). Zillig: A historical context, Zellig: the art of Moroccan ceramics, Hedgecoe J. et Damluji S.S., éd. *Garnet*, p. 156-170.

Ettahiri S.A. (2007). "Vestiges archéologiques sous la mosquée Al Karawiyine." *Architecture du Maroc*, 34, 103-6.

Ettahiri S.A., Fili A., & Jean-Pierre V.S. (2012). "Nouvelles recherches archéologiques sur la période islamique au Maroc: Fès, Aghmat et Îgîlîz." In Villa 4, Histoire et archéologie de l'Occident musulman (VII-XVe siècle): al-Andalus, Maghreb, Sicile. Toulouse: Etudes Médiévales Ibériques, *Collection Méridiennes*. Philippe Sénac (éd.), p. 181-157.

Fabbri B., Gualtieri S., & Shovla S. (2014). The presence of calcite in archeological ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 34 (7), p. 1899-1911.

Fagel N., Boski T., Likhoshway L., & Oberhaensli H. (2003). Late Quaternary clay mineral record in Central Lake Baikal (Academician Ridge, Siberia). *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 193, p. 159-179.

Fgaier F. (2013). Conception, production et qualification des briques en terre cuite et en terre crue. Autre. Ecole Centrale de Lille, *HAL Archives-ouvertes*, p. 99-105.

Fili A., Messier R., Capel C., & Héritier-Salama V. (2014). Les palais mérinides dévoilés : le cas d'Aghmat, *Maroc Médiéval : un empire de l'Afrique à l'Espagne*, Hazan - Louvre Editions, Paris, p. 446-450.

Fili A., Messier R. (2015). Le Hammam d'Aghmat (X-XIV siècles), *M. (éds)*, Rabat, p. 345-362.

Fili A., Delery C. & Messier R. (2016). Les céramiques de cuerda seca découvertes au hammam d'Aghmat, *Bulletin d'Archéologie Marocaine*, 23, pp. 283-297.

Fili A. (2019). L'archéologie médiévale au Maroc, les limites et les acquis, *Hespéris-Tamuda LIV*,(2), p. 39-66.

Fiori C., Fabbri B., Donati G., & Venturi I. (1989). Mineralogical composition of the clay bodies used in the Italian tile industry, *Appl. Clay Sci.* 4, p. 461-473.

Fiori C., Vitali D., Camurri E., Fabbri B., & Gualtieri S. (2011). Archaeometrical study of Celtic ceramics from Monte Bibele (Bologna, Italy). *Applied Clay Science* 53, p. 454-65.

Flambard-Héricher A.M. (2000). La production du grès, une affaire de goût, *Médiévales*, 39, p. 30-45.

Fowler K.D., Fayek M., & Middleton E. (2011). Clay acquisition and processing strategies during the first millennium A.D. in the Thukela River basin, South Africa: An Ethno-archaeological approach. *Geoarchaeology*, 26 (5), p.762-785.

Frahm E., & Doonam C.P. (2013). The technological versus methodological revolution of portable XRF in archaeology. *Journal of Archaeology. Sci.* 40, p. 1425-1434.

Freytet P. (1984). Les sédiments lacustres carbonatés et leurs transformations par émergence et pédogénèse. Importance de leur identification pour les reconstitutions paléogéographiques. *Bull. Centres Rech. Expl. Prod. Elf-Aquitaine*, 8, 1, p. 223-247.

Gamrani N. (2014). Etude de quelques monuments historiques Saadians (XVI-XVII siècle) de la ville de Marrakech (Maroc): caractérisation et pathologie. *Thèse doctorat*, Université de Marrakech, p. 174.

Gautier J. (1976). Étude de poteries provenant d'Éthiopie (périodes pré-axoumite et axoumite) effectuée par le Laboratoire de Recherche des Musées de France, *Annales d'Éthiopie*, 10, p. 57-69.

Gill M.S., & Rehren T. (2014). The Intentional Use of Lead-tin Orange in Indian Islamic Glazes and Its Preliminary Characterization. *Archaeometry Journal*, 56 (6), p. 1009-1023.

Gluscock M.D. (1992). Characterization of archaeological ceramics at MURR by neutron activation analysis and multivariate statistics. In Neff, H. (ed.), *Chemical Characterization of Ceramic Pastes in Archaeology*, Monographs in World Archaeology No. 7, Prehistory Press, Madison, WI, p.11-26.

Gliozzo E., Lepri B., Saguì L., & Memmi L. (2015). Glass ingots, raw glass chunks, glass wastes and vessels from fifth century AD Palatine Hill (Rome, Italy). *Archaeological and Anthropological Science*, 9, p. 709-725.

Gliozzo E. (2016). The composition of colourless glass: a review, *Archaeological and Anthropological Sciences*, 9(4), p. 34.

Gomez B., Neff H., Rautman M.L., Vaughan S.J., & Gluscock M.D. (2002). The source provenance of Bronze Age and Roman pottery from Cyprus. *Archaeometry*, 44 (1), p.23-36.

Gradmann R., Bertlhold C., & Schussler U. (2015). Composition and coloring agents of historical Islamic glazes measured with EPMA and μ -XRD. *European journal of mineralogy*, 27, p. 325-335.

Guerraoui F., Zamama M., & Ibnoussina M. (2009). Thermal behaviour of the ceramic and pottery of Safi-Morocco, *Physical and Chemical News*, 49, p. 114-120.

Gulotta D., & Toniolo L. (2019). Conservation of the Built Heritage: Pilot Site Approach to Design a Sustainable Process, *Heritage*, 2(1), p. 797-812.

Gulzar S., Wörle M., Burg J.P., Chaudhry M.N., Joseph E., & Reusser, E. (2013). Characterization of 17th century Mughal tile glazes from Shahdara complex, Lahore-Pakistan. *Journal of cultural heritage*, 14(2), p. 174-179.

Haffane S., Achak O. & Chafik T. (2016). Etude de l'effet de purification et de modification d'une argile locale sur les propriétés structurales et texturales (Investigation of the effect of purification and modification of a local clay on its structural and textural properties), *J. Mater. Environ. Sci.* 7 (2), p. 525-530.

Hajjaji W., & Kacim S. (2003). Clay-calcite mixes: Sintering and phase formation, *British Ceramic Transactions*, 103(1), p. 29-32.

Hajjaji W., Hachani M., Moussi B., Jeridi K., Medhioub M., López-Galindo A., Rocha F., Labrincha J.A., & Jamoussi F. (2010). Mineralogy and plasticity in clay sediments from north-east Tunisia. *J. African Earth Sci.* 57, p. 41-46.

Hajjaji M., & Mezouari H. (2011). A calcareous clay from Tamesloht (Al Haouz, Morocco): Properties and thermal transformations, *Appl. Clay Sci.* 51, p. 507-510.

Hall N. (2014). Le Maroc médiéval Un empire de l'Afrique à l'Espagne, musée du Louvre, p. 4-12.

Hatcher H., Kaczmarczyk A., Scherer A. & Symonds R.P. (1994). Chemical classification and provenance of some Roman glazed ceramics, *American Journal of Archaeology*, 98, p. 431-56.

Hattstein M., & Delius P. (2000). Islam: Art & Architecture. *Konemann Edition*, p. 552-670.

Haussonne J.M., Carry C., Bowen P., Barton J., (2005). Céramiques et verres ; Traité des matériaux, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne (Suisse), Vol. 16, p. 84-87.

Henshaw C., Rehren T., Papachristou O., & Anarbaev A.A. (2007). Lead-glazed slipware of 10th-11th century akshiket, Uzbekistan. *BAR International Series*, 8, p. 145-148.

Héritier-Salama V., Capel C., Fili A. & Messier R., (2016). De la ville aux champs. La transformation d'Aghmat (Maroc) entre les XIVe et XVIe siècles, *Transitions historiques : rythmes, crises, héritages, 12e colloque de la MAE, De Boccard, Paris*, p. 195-208.

Hernández W., Centeno M., Odriozola J., Moreno S., Molina R. (2007). Acidity characterization of a titanium and sulfate modified vermiculite. *Materials Reserach Bulletin.* 43, p. 1630-1640.

Hochuli-Gysel A. (1977). Kleinasiatische Glasierte Reliefkeramik, *Und Ihre Oberitalienischen Nachahmungen (Acta Bernensia)*, Stampfli, Bern, V 50.

Holtz R.D., & Kovacs W.D. (1981). An Introduction to Geotechnical Engineering, *Prentice Hall*, New Jersey, p. 147.

Holtzapffel, T., (1985). Les minéraux argileux, préparation, analyse diffractométrique et détermination. *Société géologique du Nord*, 12, p. 135.

Husson F.J., & Pagès J. (2010). Principal Component Methods – Hierarchical Clustering - Partitional Clustering: Why Would We Need to Choose for Visualizing Data, Applied Mathematics Department, *Agrocampus*, p. 1-17.

Kennett D.J., Anderson A.J., Cruz M.J., Clarck G.R., & Summerhayes G.R. (2004). Geochemical characterization of Lapita pottery via inductively coupled plasma-mass spectrometry. *Archaeometry*, 46 (1), p. 35-46.

Kornmann M. (2007). Clay Bricks and Rooftiles, Manufacturing and Properties. *Société de l'industrie minérale*.

Kornmann M. (2009). Matériaux de terre cuite: Matières de base et fabrication. *Tech. De l'ingénieur V2*, p. 20.

Kornprobst J., Raoult J. F., Leikine M., & Durand Delga M. (1985). Carte géologique de Tetouan-Ras Mazari: *Notes et Mémoires*, scale 1:50 000.

Konan K., Soro J., Andji J.Y., Oyetola S., & Kra G. (2010). Etude comparative de la déshydroxylation/amorphisation dans deux kaolins de cristallinité différente, *J. Soc. Ouest-Afr. Chim.* 30, p. 29.

Kowaliski P. (1990). Vision et mesure de la couleur. *Masson. 2ème édition actualisée par F. Vienot et R. Seve*. p. 20-48.

Lahsini A., Bentama J., Addaou A., Rafiq M. (1998). Caractérisation physico-chimique et étude du frittage d'une argile destinée à l'élaboration de membranes de filtration tangentielle, *J. Chim. Phys.*, 95, p.1001.

Lugan B. (2000). Histoire du Maroc des Origines à nos Jours, *Librairie Académique, Perrin, Paris*. p. 364.

Maggetti M., Galetti G., Schwander H., Picon M., Wessicken R. (1981). Campanian pottery: the nature of the black coating, *Archaeometry*, 23, p. 199-207.

Maggetti M. (1982). Phase analysis and its significance for technology and origin, in "Archaeological Ceramics", Olin, J.S., ed. *Smithsonian Institution Press*, Boston, p. 121-133.

Maglione G., & Carn M. (1975). Spectres Infrarouges des minéraux salins et des silicates néoformes dans le bassin Tchadien. *Cal. ORSTOM, Sér. Gbol., vol. VII*, 110, 1, p. 3-9.

Maniatis Y., Simopoulos A., Kistikas A., & Perdikatsis V. (2005). Effect of reducing atmosphere on minerals and iron oxides developed in fired clays: the role of Ca, *Journal of the American Ceramic Society*, 66, 11, p. 773-781.

Maritan L., Nodari L., Mazzoli C., Milano A., & Russo U. (2006). Influence of firing conditions on ceramic products: experimental study on clay rich in organic matter. *Appl. Clay Sci.* 31, p. 1-15.

Marsigli M., & Dondi M. (1997). Plasticité delle Argille Italiane per Laterizi e Previsione del Loro Comportamento in Foggatura, *L'industria Laterizi*, 46, p. 214-222.

Marzoqi M. (2001). Les systèmes sédimentaires marins du Crétacé terminal- Paléogène dans l'Atlas de Marrakech et le bassin de Ouarzazate – Sédimentologie, Stratigraphie et paléoenvironnements, rapport avec la tectonique et les variations du niveau marin. *Thèse d'état Es-Sciences*, Univ. Cadi Ayyad, Marrakech, p. 414.

Marzoqi M., Pascal A., Chellai E., & Lang J. (2015). Premières séquences de dépôts paléocènes sur la bordure sud du golfe atlantique tertiaire du domaine atlaso-mésétien (Haut-Atlas de Marrakech et bassin de Ouarzazate, Maroc). *Africa Geosciences Review*, Vol 14, 2, p. 149-169.

- McManus J. (1988). Grain size distribution and interpretation. *Techniques in Sedimentology*, Blackwell, Oxford, In: *Tucker, M.E. (Ed.)*, p. 63-85.
- Michard A. (1976). Eléments de géologie marocain., *Notes et Mém. Serv. Carte géol. Maroc*, 252, p. 408.
- Miège J.L. (1950). Le Maroc, *Presses universitaires de France, Paris*, N. 439, p. 30-45.
- Molera J., Vendrell-Saz M., Garcia-Vall M., & Pradell T. (1997). Technology and colour development of Hispano-Moresque lead-glazed pottery, *Archaeometry*, 39, p. 23-39.
- Moret L. (1930). Les ressources minérales et les mines du Maroc, *Revue de Géographie Alpine*, 18, 2, p. 261-302.
- Müller A., Herrington R., Armstrong R. Reimar S., Douglas J.K., Nina G.S., & Kronz A. (2010). Trace elements and cathodoluminescence of quartz in stock work veins of Mongolian porphyry-style deposits. *Miner Deposita*, 45, p. 707.
- Nassau K. (2001). *The physics and chemistry of color: the fifteen causes of color*, 2nd ed, Wiley-VCH, p. 496.
- Nunes K.P., Toyota R.G., Oliveira P.M.S., Neves E.G., Soares E.A.A., & Munita C.S. (2013). Preliminary compositional evidence of provenance of ceramics from Hatahara archaeological site, central Amazonia. *Journal of Chemistry*, <https://doi.org/10.1155/2013/701748>.
- Oliveira L.C.A., Lago R.M., Fabris J.D., Sapag K. (2008). Catalytic oxidation of aromatic VOCs with Cr or Pd-impregnated Al-pillared bentonite: byproduct formation and deactivation studies, *Appl. Clay Science*, 39, p. 218-222.
- O’Kane B. (2016). *The mosques of Egypt*. *The American University in Cairo Press*, 1 édition, p. 185-223.
- Paccard A. (1981). Morocco and traditional Islamic craftsmanship in architecture. Editions workshop 74. V1, p. 371-381.
- Pamela B., Vandiver, Olga S., Bohuslav K. & Jiří S. (1989). The Origins of Ceramic Technology at Dolni Věstonice, *Science*, vol. 246, p. 1002-1008.
- Périnet G., & Courtois L. (1983). Évaluation des températures de cuisson des céramiques et des vaisselles blanches néolithiques de Syrie, *Bull. Soc. préhistorique française*, 80-5, p. 157-160.
- Peters T., Iberg R. (1978). Mineralogical changes during firing of calcium-rich clays, *Am. Ceram. Soc. Bull.* 57, p. 503-509.
- Peyron M. (1995). “Dila” , in Gabriel Camps (dir.), *Daphnitae – Djado*, Aix-en-Provence, *Edisud*, 15, p. 2-7.
- Piponnier D., (1990). Cathodoluminescence of archaeological ceramics: development of a new method for the typology of pastes. *Thèse doctorat*, Université de Bordeaux, p. 60-66.
- Quintart A. (2002). *Sur les traces de l’Homme: Enquête sur la préhistoire*, Cap Sciences, Centre de culture scientifique ULB, p. 22-32.
- Rautman M.L., Gomez B., Neff H., & Glascock M.D. (1993). Neutron activation analysis of Late Roman ceramics from Kalavastos-Kopetra and the environs of the Vasilikos valley. *Report of the Department of Antiquities Cyprus*, p. 233-265.

Ray O., & Evans C. (1976). Traditionnal pottery techniques of Pakistan, Smithsonian contributions to Anthropology, N°21, Washington, *Smithsonian institution press*.

Reimann C., & Filzmoser P. (2000). Normal and lognormal data distribution in geochemistry: death of a myth. Consequences for the statistical treatment of geochemical and environmental data. *Environmental geology*, 39 (9), p.1001-1014.

Rhodes, D. (1999). La Poterie : Terres et glaçures : les techniques de l'émaillage, éd. Dessain et Tolra.

Riccardi M. P., Messiga B., & Duminuco P. (1999) An approach to the dynamics of clay firing, *Applied Clay Science*, 15, p. 393-409.

Riedel E., Reinbacher T., Knoll H., & Nöller R. (1988). X-ray and Mössbauer study of a red-yellow ceramic from Tunis and of a similar clay material from Rheinzabern. *Berliner Beiträge zur Archäometrie*, 10, p. 113-123.

Rye S., & Evans C. (1976). Traditional pottery techniques of Pakistan, Smithsonian Contributions to Anthropology, *Smithsonian Inst. Press*, Washington, p. 21.

Salinas E. (2014). Les céramiques Almohades de Cordoue, Service archéologique de Cordoue, Espagne, *Dossiers d'Archéologie n° 365*, p. 72-77.

Sahnoune F., Chegaar M., Saheb N., Goeuriot P., & Valdivieso F. (2008). Thermal analysis of dehydroxylation of Algerian kaolinite. *Appl. Clay Sci*, 38, p. 304-310.

Samara M. (2007). Valorisation des sédiments fluviaux pollués après inertage dans la brique cuite, *Doctorat en Génie Civil*, Université des sciences et techniques de Lille.

Santacreu A., & Vicens G.M. (2012). Raw Materials and Pottery Production at the Late Bronze and Iron Age Site of Puig de Sa Morisca, Mallorca, Spain. *Geoarchaeology*, 27 (4), p. 285-299.

Sanz J., Gonzalez-Carreno T., & Sobrados I. (2007). Formation of Mullite and Spinel Phases from SiO₂-Al₂O₃ Gels Prepared by a Spray Pyrolysis Technique. A ²⁹Si and ²⁷Al MAS NMR Study. *Chem. Mater.*, 19,p. 3694-3703.

Scaff L. (2017). L'étude et le diagnostic des zelliges des monuments historiques de Marrakech, Le savoir faire traditionnel au service de la restauration du patrimoine Islamique, *Mémoire en conservation-restauration d'œuvres d'arts céramiques et verres*, Ecole des Beaux Arts, Belgique.

Schackley M.S. (2011). An introduction to X-ray fluorescence (XRF) analysis in archaeology. In: Schackley, M.S. (Ed.), X-ray Fluorescence Spectrometry (XRF) in Geoarchaeology. *Springer, Houten*, p. 7-44.

Selley R. (1998). Elements of Petroleum Geology, *Academic Press*, p. 250-254.

Semo J. (1974). Spectroscopie optique en cathodoluminescence au microscope électronique à balayage, *Revue de Physique Appliquée*, 9 (2), p. 355-359.

Segvic B., Seselj L., Slovenec D., Lugovi B., & Ferreiro Mahlmann R. (2012). Composition, technology of manufacture, and circulation of Hellenistic pottery from the Eastern Adriatic: A case study of three archaeological sites along the Dalmatian Coast, Croatia. *Geoarchaeology*, 27 (1), p. 63-87.

Sereda P.J. (1973). Structure des matériaux poreux de construction, *NRC Publications Archive*, Archives des publications du CNRC, p. 2-9.

Shugar A.N.J., & Mass L. (2014). *Handeld XRF for Art and Archaeology*. Leuven University Press, Leuven.

Sieber B. (2012). Cathodoluminescence - Principes physiques et systèmes de détection. *Techniques de l'ingénieur*, p. 3.

Sinnan M., & Razack M. (1986). Relations statistiques entre les propriétés hydrodynamiques et géoélectriques d'un aquifère alluvial fortement hétérogène : exemple de la plaine du Haouz (Maroc), *C.R. Acad. Sc. Paris, t. 302, Série II*, p. 17.

Tanguay M. (2012). Conserver ou restaurer ? La dialectique de l'œuvre architecturale : Histoire d'un débat qui a contribué à la formation de la culture de la conservation du patrimoine bâti, *Thèse en en Aménagement, option histoire et théories*, Montréal, p. 6-10.

Terrasse H. (1949). The Almoravid monuments of Marrakech, in acts of the XXIst international congress of Orientalists. *Asian Company, impr. National, Paris*. p. 108-110.

Théliol M. (2011). Le Service des beaux-arts, antiquités et monuments historiques, clef de voûte de la politique patrimoniale française au Maroc sous la résidence de Lyautey (1912-1925), *Outre-Mers. Revue d'histoire*, p. 185-193.

Thiry M., Carrillo N., Franke C., Martineau N. (2013). Technique de préparation des minéraux argileux en vue de l'analyse par diffraction des Rayons X et introduction à l'interprétation des diagrammes, *HAL Archives-ouvertes*, p. 1-30.

Thorez I. (1976). Practical identification of clay minerals: a handbook for teachers and students in clay mineralogy, *Edition Leloue Belgique*, p. 90.

Tite M., Freestone I., Mason R., Molera J., Vendrell-Saz M., & Wood N. (1998). Lead glazes in antiquity-methods of production and reasons for use, *Archaeometry* 40, 2, p. 241-260.

Tite M., Pradell T., & Shortland A. (2008). Discovery, production and use of tin-based opacifiers in glasses, enamels and glazes from the late Iron Age onwards: a reassessment. *Archaeometry*, 50, p. 67-84.

Tite M. (2008). Ceramic production, provenance and use-a review. *Archaeometry*, 50, p. 216-231.

Touri A. (1999). Maroc, les trésors du royaume. Dynasties islamiques, *Edition Plume, Paris*, p. 77-89.

Triki H., & Dovifat A. (1999). Medersa de Marrakech, *EDisude*, p. 22.

Trindade M.J., Dias M.I., Coroado J., & Rocha F. (2009). Mineralogical transformations of calcareous rich clays with firing: A comparative study between calcite and dolomite rich clays from Algarve, Portugal. *Appl. Clay Sci.* 42, p. 345-355.

Tschegg C., Ntaflos T., & Hein I. (2009). Integrated geological, petrologic and geochemical approach to establish source material and technology of Late Cypriot Bronze Age Plain White ware ceramics. *Journal of Archaeological Science*, 36 (5), p. 1103-1114.

Usman A.A., Speakman R.J., & Glascock M.D. (2005). An initial assessment of prehistoric ceramic production and exchange in northern Yoruba, north central Nigeria: results of ceramic compositional analysis. *African Archaeology Review*, 22, p. 141-168.

Walton M., & Tite M. (2010). Production technology of Roman lead-glazed pottery and its continuance into late antiquity, *Archaeometry Journal*, 52, p. 733-759.

Wan Y., Kwong J., Brandes H.G., & Jones R.C. (2002). Influence of Amorphous Clay-Size Materials on Soil Plasticity and Shrink-Swell Behavior, *J. Geotech. Geoenvironmental Eng.*, 128, p. 1026-1031.

Wedepohl K.H., Krueger I., & Hartmann G. (1995). Medieval lead glass from northwestern Europe. *Journal of Glass Studies*, 1937, p. 65-82.

Wedepohl K.H. (2003). Glas in Antike und Mittelalter. *éd. Schweizerbart'sche*, Stuttgart.

Weyl W. A. (1967). Coloured glass, *Society of Glass Technology*, 1, p. 557.

Yellin J. (2007). Instrumental neutron activation based provenance studies at the Hebrew University of Jerusalem, with a case study on Mycenaean pottery from Cyprus. *Archaeometry*, 49 (2), p. 271-288.

LISTE DES FIGURES

Fig. I.1. Les différentes formes de récipients céramiques de Néolithique ancien (Binder et al. 2007).

Fig. I.2. Carte de répartition géographique des villes médiévales du Maroc.

Fig. I.3. Typologie de poteries Almohades (Salinas, 2014).

Fig. I.4. Chronologie historique des dynasties islamiques marocaines.

Fig. I.5. Dessin (en haut) montrant la position des pièces composant le décor de zellige chez les Mérinides avec restitution de la couleur (en bas) (Charpentier, 2014).

Fig. I.6. Dessins géométriques des principales mosaïques de zellige des bâtiments Saadiens à Marrakech (Abdellaoui & Bounadi, 2017).

Fig. I.7. Stratégie de conservation des monuments historiques à l'échelle internationale (Gulotta & Toniolo, 2019).

Fig. I.8. Situation géographique de la commune rurale de Ghmat et du site médiéval d'Aghmat dans la province du Haouz (Filli et al. 2014).

Fig. I.9. (A) Etat du Hammam d'Aghmat en 1901 (Doutté, 1914). (B) Etat actuel du Hammam, vue sur la salle de réception. (C) demeure de la mosquée d'Aghmat. (D) Plan des secteurs fouillés (Fili et al. 2014).

Fig. I.10. Situation géographique du palais El Badi et des principaux monuments historiques de la ville de Marrakech.

Fig. I.11. Plan du palais El Badi de Marrakech (source : Archive du palais El Badi).

Fig. I.12. La Koubba de la nécropole Saadienne entre 1917 et 2018 abritant les tombes du sultan Moulay Abdallah, de son père Mohamed Cheikh et sa mère la princesse Lalla Mesouada (Source : Voir annexe 1).

Fig. I.13. La salle des Douze colonnes qui abrite la tombe du sultan Ahmed El Mansour « le Doré » (photo prise aux tombeaux Saadiens en 2017).

Fig. I.14. Composition architecturale de la Koubba Lalla Mesouada (Tombeaux Saadiens).

Fig. I.15. Vue panoramique du site potier Benjlikh (Fès, Maroc).

Fig. I.16. Situation géologique de la carrière Benjlikh (Extrait de la carte du Maroc au 1/20.000, feuille de Fès, service géologique du Maroc, 1967).

Fig. I.17. Gisement d'argile actuel dans la carrière de Benjlikh à Fès.

Fig. I.18. Schéma des différentes étapes de confection des zelliges à Fès et à Tétouan.

Fig. I.19. Localisation géologique des principaux sites potiers de la zone de Marrakech.

Fig. I.20. Vues de quelques ateliers de poterie au site Saada à Marrakech (photos prises en 2017).

Fig. I.21. Sites de prélèvement des échantillons au sein du palais El Badi.

Fig. I.22. Echantillons de céramique traditionnelle originale étudiés du palais El Badi.

Fig. I.23. Echantillons de zellige original TSZ1 des tombeaux Saadiens prélevés à l'extérieur de la Koubba lors de la campagne de restauration.

Fig. I.24. Plan des tombeaux Saadiens (A), Coupe transversale AA de la Koubba Lalla Mesouada (B) (Abdellaoui & Bounadi, 2017).

Fig. I.25. Couleurs et motifs de zellige du Koubba au sein des tombeaux Saadiens (Paccard, 1986).

Fig. I.26. Echantillons collectés et analysés dans le site médiéval d'Aghmat.

Fig. I.27. Zones de prélèvement des échantillons de céramique traditionnelle au sein du site archéologique d'Aghmat (Filli et al. 2014).

Fig. I.28. Zone de prélèvement des marnes grises dans la carrière de Fès.

Fig. I.29. Pétrissage de la pâte argileuse dans le bassin de décantation à Benjlikh (photo prise à Fès en 2017).

Fig. I.30. Analyse XRF portable in situ sur le zellige des tombeaux Saadiens.

Fig. I.31. Equipements utilisés dans l'essai du VBS.

Fig. I.32. Equipements utilisés pour l'essai des limites d'Atterberg.

Fig. I.33. Détermination de la limite de liquidité, (A) Remplissage de la coupelle de la Casagrande, (B) Réalisation de la rainure (NF P 94-051).

Fig. I.34. Four utilisé pour la cuisson des différentes briquettes (Laboratoire des Géoresources, Géo-environnement et Génie civil, Marrakech).

Fig. I.35. Equipement utilisés dans les analyses mécaniques pour déterminer la qualité des briquettes en fonction du cycle de cuisson.

Fig. II.1. Aspects de dégradation des murs des monuments historiques Saadiens dans la région de Marrakech (photos prises au palais El Badi et tombeaux Saadiens en 2016).

Fig. II.2. Exemples de défauts et altérations de la glaçure du zellige dans le site des tombeaux Saadiens. Image en lumière naturelle à gauche et en mode panchromatique à droite.

Fig. II.3. Exemples de dégradations rencontrées au niveau de l'interface zellige mur (A) et zellige mortier (B) dans le palais El Badi.

Fig. II.4. Différents aspects de la dégradation naturelle des zelliges des monuments historiques de Marrakech (photos prises en 2017 au palais El Badi de Marrakech).

Fig. II.5. Evolution de l'altération dans la vie des céramiques archéologiques d'Aghmat (Andrey, 2010).

Fig. II.6. Exemples de défauts liés à la restauration (photos prises au site des tombeaux Saadiens en 2018).

Fig. II.7. (A) Zellige des bassins d'irrigation après la restauration en septembre 2016. (B) Travaux de restauration du mur du palais El Badi en septembre 2017. (C) Disparition de la glaçure du zellige des bassins après les travaux de restauration.

Fig. II.8. Qualité des mortiers utilisés pour la fixation des panneaux de zellige au sein des tombeaux Saadien.

Fig. II.9. Exemples de dégradations causées par l'Homme au sein du palais El Badi.

Fig. II.10. Distribution de la granulométrie et le pourcentage en CaCO_3 au fonction de la profondeur dans les marnes de la série Miocène supérieure de Benjlikh.

Fig. II.11. Minéralogie de la roche totale des marnes miocène de Benjlikh.

Fig. II.12. Résultats DRX qui montrent la variation de la composition minéralogique dans le passage des marnes grises rugueuses aux marnes lisses dans la carrière de Benjlikh.

Fig. II.13. Dépôt de gypse à la limite des marnes lisses et rugueuses.

Fig. II.14. Distribution verticale de la fraction argileuse dans la carrière de Benjlikh.

Fig. II.15. Variation des caractéristiques minéralogiques et granulométriques des marnes Miocène dans la carrière Benjlikh.

Fig. II.16. Zone de prélèvement de la matière première (ARFR et ARFL) utilisée dans l'industrie céramique à Fès.

Fig. II.17. (A) Courbes de distribution granulométrique, (B) Diagramme ternaire CSS des argiles de Benjlikh.

Fig. II.18. Présentation des argiles utilisées dans les sites potiers de Fès sur le diagramme de Holtz & Kovacs, 1981.

Fig. II.19. Minéralogie de la roche totale, ARFL : Argile Mless ; ARFR : Argile Lhrech ; ARFM : Mélange 1/3 Mless et 2/3 Lhrech.

Fig. II.20. Diffractogrammes des lames d'argiles orientées (lame normale (N), Ethylène glycol (EG) et lame chauffée à 500 °C) des échantillons d'ARFL (A) et d'ARFR (B).

Fig. II.21. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR de l'échantillon ARFM.

Fig. II.22. Suivi de l'évolution minéralogique par DRX à température croissante des argiles de Fès.

Fig. II.23. Diagramme ternaire type carbonates / quartz + feldspath /minéraux argileux des échantillons de Fès (Fiori et al. 1989).

Fig. II.24. Diagramme ternaire type $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} / \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{CaO} + \text{MgO}$ (Fiori et al. 1989).

Fig. II.25. Attitude à l'extrusion des échantillons de Fès (Marsigli & Dondi, 1997).

Fig. II.26. Observation au microscope électronique à balayage de la surface de la glaçure plombifère (a et b) et à l'interface tesson/glaçure (c) avec l'analyse EDS des zones sélectionnées (échantillon PBZ15).

Fig. II.27. Principaux agents colorants de la glaçure de zellige au sein des tombeaux Saadiens (Comparaison entre les résultats de XRFp Bruker AXS instrument faites sur 122 échantillons de zellige, Fisher XRFp XL3T instrument sur 24 échantillons et les résultats obtenus par Gradmann, 2015).

Fig. II.28. Teneur en phosphore dans les glaçures du zellige des tombeaux Saadiens d'après les résultats de XRF portable.

Fig. II.29. Diagramme ternaire PbO-SiO₂-flux (CaO-Fe₂O₃-MgO-K₂O) indiquant la quantité élevée de plomb et de la silice dans les glaçures Saadiennes.

Fig. II.30. Diagramme binaire montrant le degré de corrélation entre les principaux éléments de la glaçure Saadienne.

Fig. II.31. Représentation dans l'espace Yxy (CIE 1931) des couleurs noire, blanche, verte, bleue et miel, du zellige TS et PB. (Les points représentatifs des couleurs sont des moyennes de trois mesures effectuées sur la surface de chaque échantillon).

Fig. II.32. Observation par microscopie optique (A) et cathodoluminescence (B) de l'interface glaçure-tesson (PBZ18 et TSZ18).

Fig. II.33. Image MEB en mode BSE de l'interface glaçure-tesson du zellige noir (PBZ13). Les cristaux prismatiques allongés sont des cristaux riches en manganèse.

Fig. II.34. Composition minéralogique des échantillons de zellige des tombeaux Saadiens (TSZ) et du palais El Badi (PBZ) (exprimée en %), obtenue par diffraction des rayons X.

Fig. II.35. Résultats DRX des différents mortiers du palais El Badi (PBM1 : mortier original) et tombeaux Saadiens (TSM1 : mortier original, TSM2 : mortier de la 1^{ère} restauration et TSM3 : mortier de 2^{ème} restauration).

Fig. II.36. Diffractogrammes des échantillons de Tuile (AGT) et de canal d'irrigation (AGC) d'Aghmat.

Fig. II.37. Composition chimique des échantillons de tuiles (AGT) et de canal d'irrigation d'Aghmat (AGC).

Fig. III.1. Composition chimique exprimée sur le Diagramme triangulaire (Fe₂O₃/K₂O+Na₂O/CaO+MgO), (Our : argiles d'Ourika ; Tmz : argiles de Tamazouzt ; Tms : argiles de Tamslouht ; Nfs, Ten et Zar : argile de Saada (El Boudour, 2017) ; ARF : argiles de Fès).

Fig. III.2. Analyse en composante principale (ACP) des matériaux étudiés.

Fig. III.3. Dendrogramme fait à partir des résultats chimiques des matériaux étudiés, les échantillons sont classifiés selon des groupes hiérarchiques en fonction de leur similarité chimique.

Fig. III.4. Image MEB montrant la composition élémentaire du tesson de zellige du palais El Badi (PBZ15) (A), la forme de la calcite au sein du tesson, avec des bords qui commencent à se décomposer (B), et cristaux de gehlenite néoformés dans le tesson (C).

Fig. III.5. Diffractogrammes des rayons X de recuisson expérimentale des échantillons de zellige Saadien (PBZ12 et TSZ16).

Fig. III.6. Diffractogrammes des rayons X de recuisson expérimentale des échantillons de zellige Saadien (PBZ12 et TSZ16).

Fig. III.7. Diffractogrammes des rayons X de recuisson expérimentale des échantillons de canal d'irrigation du palais El Badi (PBC1).

Fig. III.8. Image MEB et spectre EDX montrant la teneur en Pb et Si dans la glaçure et le tesson de zellige Saadien (TSZ2).

Fig. III.9. Diagrammes binaires illustrant les résultats de l'analyse chimique des échantillons d'Aghmat en comparaison avec les argiles de la région. (Our: Ourika, Tmz: Tamazouzt, Tms: Tamslouht, Nfs: N'Fis).

Fig. III.10. Diagramme triangulaire (Fe_2O_3 / $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ / $\text{CaO} + \text{MgO}$) de la composition chimique de la céramique d'Aghmat par rapport aux argiles de la région.

Fig. III.11. Résultats des tests de recuisson expérimentales des échantillons de briques d'Aghmat.

Fig. III.12. Résultats des tests de recuisson expérimentale des échantillons de poterie d'Aghmat.

Fig. III.13. Composition chimique moyenne des matériaux originaux (TSZ1), de la première restauration (TSZ2) et de la restauration récente (TSZ3).

Fig. III.14. Composition chimique comparée des trois générations de zellige des Tombeaux Saadiens (TSZ) et les argiles de Fès (ARF).

Fig. III.15. Composition minéralogique des différents types de zelliges des tombeaux Saadiens.

Fig. III.16. Diffractogrammes des rayons X illustrant l'évolution minéralogique dans les trois catégories de zellige des tombeaux Saadiens.

Fig. III.17. Composition minéralogique moyenne des différentes catégories de zellige du palais El Badi.

Fig. III.18. Composition chimique moyenne des différents zelliges du palais El Badi.

Fig. III.19. Analyse en composantes principales (A) et Cluster Dendrogramme (B) des glaçures Saadiennes étudiées (Traitement des données par le logiciel R).

Fig. III.20. Pigments de glaçure utilisés dans le site de Fès (Pigments d'oxyde fer rouge et noir, l'oxyde de cuivre vert et l'oxyde de cobalt bleu).

Fig. III.21. Changement de la couleur des briquettes après cuisson pour chaque test.

Fig. III.22. Exemples de fentes sur les briquettes (2 x 2 x 10 cm) qui ont subi un cycle de cuisson trop rapide et sans palier.

Fig. III.23. Déformation des pièces après cuisson (la torsion varie de 1 à 6 mm en fonction du cycle de cuisson et de la contribution d'ARFL et ARFR dans le mélange de la matière première).

Fig. III.24. Porosité obtenue (en %) pour chaque test de cuisson et en fonction de la contribution d'argile lisse dans le mélange de matière première (25, 50 et 75 %).

Fig. III.25. Résultats des essais de résistances à la flexion faits sur les briquettes.

Fig. III.26. Résultats des essais de la résistance à la compression en (MPa) sur les éprouvettes élaborées à partir de l'argile de Fès.

LISTE DES TABLEAUX

Tab. I.1. Villes marocaines inscrites à la liste du patrimoine mondiale par UNESCO.

Tab. I.2. Chronologie de restauration des monuments Saadiens à Marrakech.

Tab. I.3. Facteurs correctifs des principaux minéraux identifiés par diffraction des rayons X.

Tab. I.4. Positions des raies (001) des principaux minéraux argileux (Thorez, 1976).

Tab. I.5. Nature du sol correspondant à la valeur de VBS obtenue selon NF P 94-068.

Tab. I.6. Classification des matériaux en fonction de la limite de plasticité selon NF P 11 300.

Tab. I.7. Différentes briquettes obtenus des argiles de Fès, suite à la variation des paramètres de formulation et de cuisson.

Tab. II.1. Les différentes pathologies observées à l'interface glaçure tesson.

Tab. II.2. Les principaux problèmes d'application de la glaçure (Tite et al. 1998 ; Rhodes, 1999 ; Atkin, 2015).

Tab. II.3. Distribution granulométrique, limites d'Atterberg et VBS des argiles de Fès.

Tab. II.4. Composition chimique en oxyde des argiles de Fès par fluorescence des rayons X.

Tab. II.5. Composition chimique par XRF des glaçures de palais El Badi, exprimée en pourcentages pondéraux d'oxydes (nd : non détecté ; <1 : élément inférieure à 1%).

Tab. II.6. Comparaison entre les coordonnées chromatiques de zellige des deux sites Saadiens dans l'espace Yxy et L*a*b.

Tab. II.7. Composition élémentaire de zellige comparée du palais El Badi et des tombeaux Saadiens obtenue par fluorescence X sur perle (LOI à 1000°C).

Tab. II.8. Composition chimique et minéralogique des mortiers utilisés dans les différentes restaurations des tombeaux Saadiens.

Tab. II.9. Composition chimique des briques (PBS et PBI) et canal d'irrigation (PBS) du palais El Badi.

Tab. II.10. Composition minéralogique des briques (PBS et PBI) et canal d'irrigation (PBS) du palais El Badi.

Tab. II.11. Composition minéralogique des briques d'Aghmat.

Tab. II.12. Composition chimique des briques d'Aghmat.

Tab. II.13. Compositions minéralogique des échantillons de poterie d'Aghmat.

Tab. II.14. Compositions chimique des échantillons de poterie d'Aghmat.

Tab. III.1. Principales réactions durant la cuisson (Kornmann, 2009).

Tab. III.2. Retrait linéaire et torsion des briquettes après cuisson.

ANNEXES

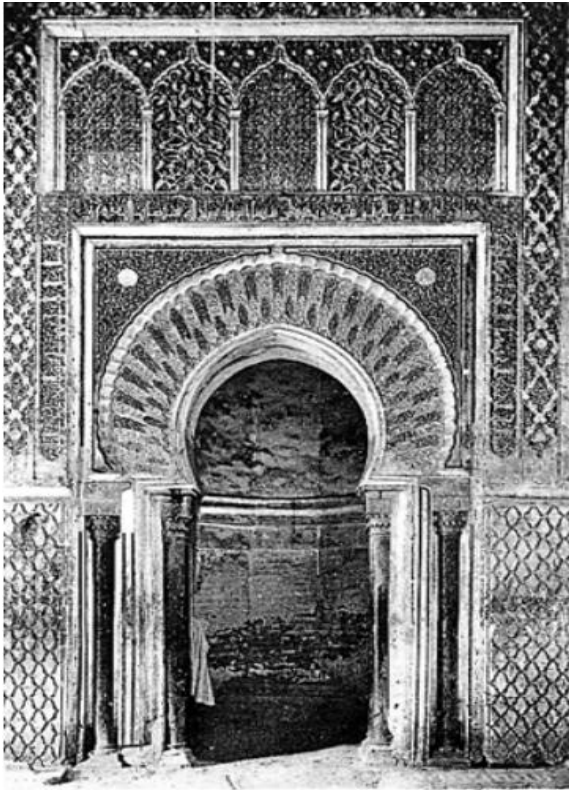
ANNEXE 1: Tombeaux Saadiens 1900



<http://marrakech-autrefois.centerblog.net/voir-photo?u=http://marrakech-autrefois.m.a.pic.centerblog.net/o/837f127c.jpg>

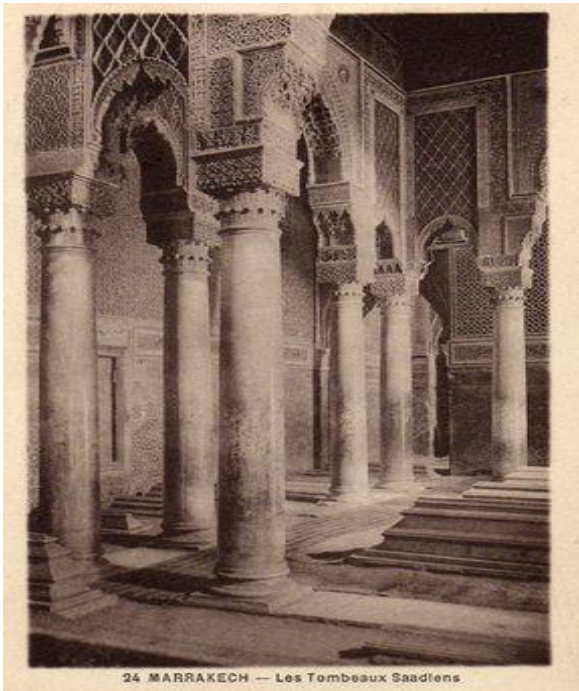


<http://marrakech-autrefois.centerblog.net/voir-photo?u=http://marrakech-autrefois.m.a.pic.centerblog.net/o/a4060c7c.jpg>

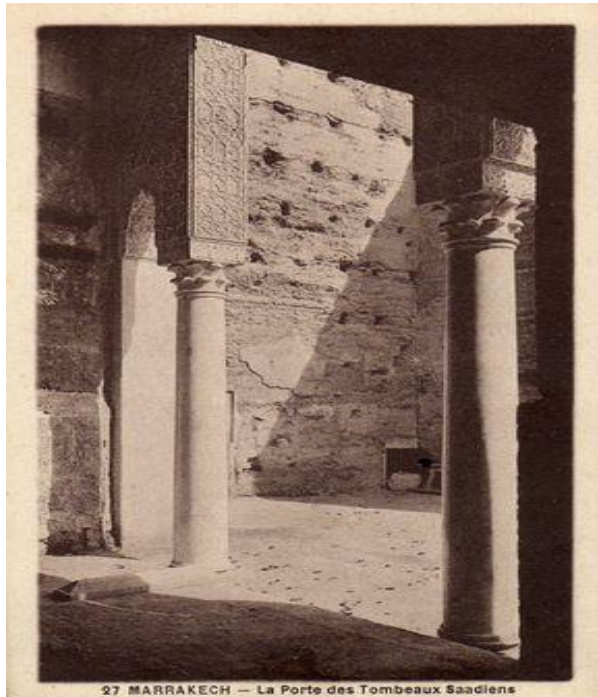


80 MARRAKECH. Intérieur de la Koubba des Tombeaux Saadiens.

<http://marrakech-autrefois.centerblog.net/voir-photo?u=http://marrakech-autrefois.m.a.pic.centerblog.net/o/f78134e3.jpg>

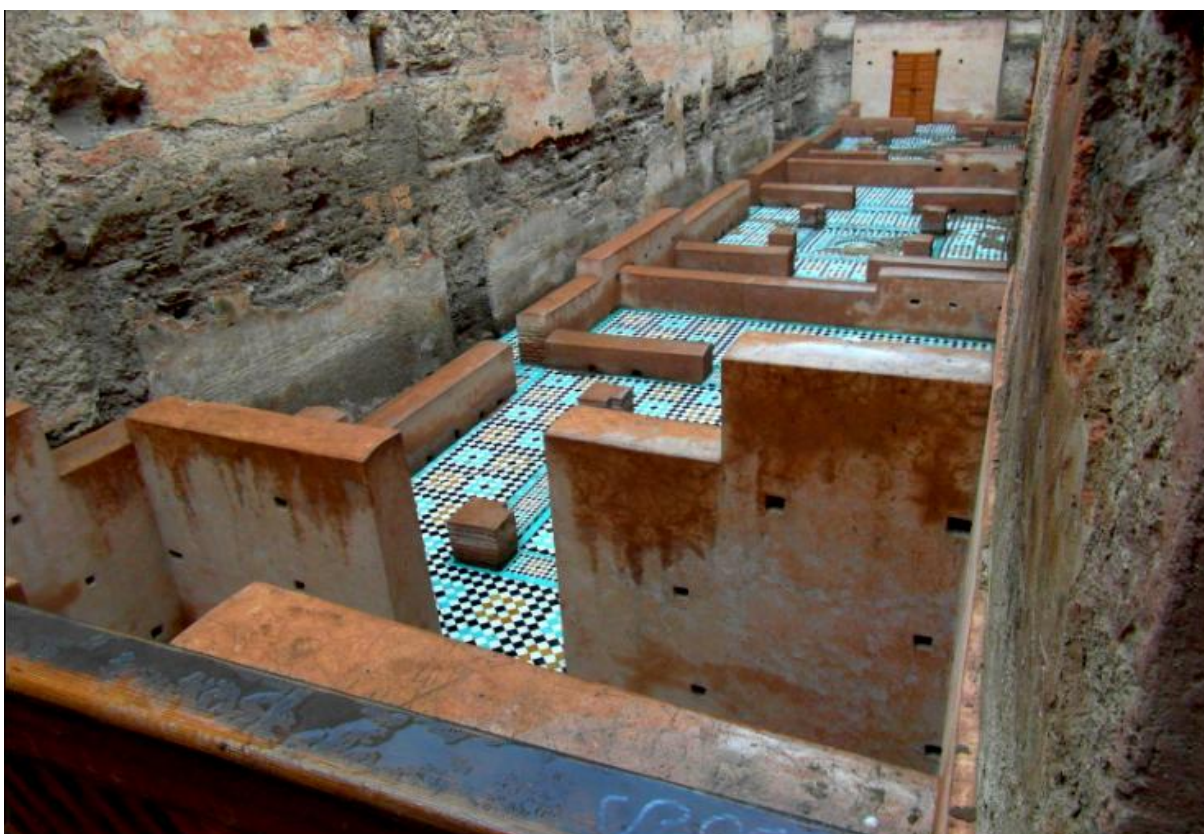


24 MARRAKECH — Les Tombeaux Saadiens



27 MARRAKECH — La Porte des Tombeaux Saadiens

ANNEXE 2: Palais EL Badi (Photos prises en 2017)



ANNEXE 3: Résultats de XRF portable (Bruker AXS) sur les glaçures des tombeaux Saadiens (en %) (R : zellige de 1^{ère} restauration, O : original, N : Nouveau).

Ep	Couleur	MgO	Al2O3	SiO2	P2O5	PbO	K2O	CaO	TiO2	MnO	Fe2O3	Cu	Zn
R	Vert	7,7	5,1	45	0,2	20	1,3	11	0,1	0	0,4	7,5	0
R	Vert	9,29	0,98	50,3	0,16	28,2	1,3	7,63	0	0	0,14	1,67	0
R	Vert	0,00	0,00	62,7	0,43	28,4	1,1	5,47	0	0	0,18	1,43	0
R	Vert	0,00	0,00	45,11	0,53	47,41	1,40	3,43	0,05	0,02	0,18	1,81	0,03
R	Vert	0,00	2,27	46,21	0,51	45,16	1,53	2,55	0,05	0,04	0,20	1,39	0,06
R	Vert	0,00	0,00	47,23	0,44	45,21	1,47	3,28	0,03	0,02	0,14	2,12	0,03
R	Vert	0,00	0,00	44,00	0,89	24,47	1,55	17,29	0,08	0,07	0,65	10,78	0,18
R	Vert	0,00	6,62	39,80	0,22	14,37	1,75	24,39	0,25	0,06	1,68	10,79	0,06
R	Vert	0,00	2,11	43,87	0,31	20,38	1,71	20,86	0,15	0,05	0,75	9,71	0,05
O	Vert	0,00	2,56	52,21	0,71	35,13	2,11	5,57	0,08	0,04	0,51	1,04	0,02
O	Vert	0,00	0,00	51,15	0,51	40,03	1,35	4,16	0,07	0,03	0,39	2,27	0,02
O	Vert	0,00	0,20	49,64	0,42	41,12	1,74	3,67	0,08	0,04	0,38	2,65	0,02
O	Vert	0,00	1,16	44,79	0,54	43,25	1,70	4,87	0,09	0,05	0,36	3,12	0,02
O	Vert	1,61	0,00	46,00	0,37	43,56	1,32	3,93	0,05	0,03	0,36	2,73	0,01
N	Vert	0,09	0,00	47,62	0,73	37,85	0,39	1,45	0,09	0,01	0,09	11,57	0,09
N	Vert	1,34	2,76	46,53	0,71	36,82	0,52	1,47	0,09	0,01	0,08	9,56	0,09
N	Vert	0,00	0,00	44,83	0,89	35,16	0,40	1,39	0,07	0,02	0,11	16,97	0,12
N	Vert	0,00	2,73	49,15	0,71	31,40	0,52	3,96	0,09	0,01	0,10	11,22	0,09
N	Vert	0,00	0,00	50,23	0,86	36,33	0,62	1,62	0,08	0,01	0,10	10,01	0,12
R	Noir	0,00	2,68	42,24	2,34	35,15	1,65	11,18	0,14	0,94	3,65	0,01	0,02
R	Noir	0,00	3,74	44,54	2,81	37,12	2,26	5,94	0,11	0,70	2,73	0,01	0,01
R	Noir	0,00	4,59	44,79	2,02	39,10	0,94	5,33	0,07	0,69	2,45	0,01	0,01
R	Noir	0,00	4,27	37,03	6,89	32,84	1,11	14,46	0,11	0,62	2,65	0,01	0,01
R	Noir	9,78	13,07	36,58	6,07	8,11	1,65	21,53	0,34	0,36	2,45	0,01	0,02
R	Noir	0,00	8,26	45,24	5,50	24,58	1,83	11,57	0,21	0,47	2,28	0,01	0,02
R	Noir	0,45	3,14	42,57	6,59	31,31	2,00	10,40	0,11	0,68	2,72	0,01	0,01
R	Noir	0,00	0,73	46,70	2,90	29,16	2,27	13,74	0,23	0,73	3,46	0,04	0,03
R	Noir	0,00	5,86	46,29	6,00	23,79	1,70	13,13	0,16	0,55	2,47	0,02	0,01
O	Noir	2,13	4,64	43,09	3,33	39,78	0,91	4,19	0,14	1,14	0,61	0,02	0,01
O	Noir	0,00	7,63	42,70	1,83	27,00	2,12	16,11	0,27	0,75	1,52	0,02	0,02
O	Noir	0,00	0,00	55,27	1,68	36,16	0,87	3,97	0,11	1,21	0,67	0,03	0,00
O	Noir	4,50	2,96	51,95	1,23	31,89	1,14	4,78	0,07	0,91	0,52	0,02	0,00
O	Noir	0,00	0,69	45,95	3,24	42,73	1,10	4,31	0,08	1,25	0,52	0,05	0,02
N	Noir	0,00	6,66	58,48	1,33	24,43	1,93	2,95	0,13	1,05	2,61	0,03	0,09
N	Noir	0,00	2,62	47,12	2,07	38,29	1,13	3,90	0,19	1,04	3,54	0,02	0,03
N	Noir	0,00	4,59	58,29	2,27	26,65	1,08	3,38	0,13	0,78	2,74	0,03	0,03
N	Noir	0,00	0,00	36,36	1,29	53,20	0,50	3,40	0,14	1,03	3,97	0,03	0,07
R	Blanc	18,77	2,89	34,17	0,69	26,51	2,40	14,11	0,06	0,04	0,27	0,03	0,03
R	Blanc	0,00	0,09	63,35	1,39	28,72	1,31	4,80	0,05	0,02	0,22	0,02	0,01
R	Blanc	0,00	1,03	56,72	1,79	31,82	2,93	5,29	0,04	0,03	0,22	0,04	0,06

R	Blanc	0,00	0,45	67,03	1,20	24,27	1,98	4,78	0,05	0,01	0,16	0,03	0,01
R	Blanc	4,27	3,28	50,60	2,05	31,27	2,51	5,62	0,04	0,03	0,23	0,03	0,04
R	Blanc	0,00	0,00	59,10	2,21	29,88	1,61	6,79	0,04	0,03	0,22	0,04	0,03
R	Blanc	0,00	0,00	34,50	0,00	58,30	0,36	5,34	0,04	0,03	0,16	0,08	1,14
R	Blanc	0,00	1,91	49,44	1,18	31,56	0,30	15,25	0,05	0,03	0,14	0,02	0,08
R	Blanc	0,00	0,00	37,01	1,03	59,15	1,14	1,48	0,03	0,01	0,11	0,01	0,01
O	Blanc	0,00	2,68	14,67	0,00	3,36	1,06	77,71	0,08	0,05	0,36	0,00	0,01
O	Blanc	0,00	3,52	20,22	0,00	3,56	1,06	71,11	0,11	0,05	0,32	0,01	0,01
O	Blanc	24,59	7,68	10,92	0,00	2,49	0,80	53,14	0,06	0,04	0,23	0,01	0,02
O	Blanc	0,00	6,46	17,50	0,00	2,59	1,26	71,69	0,10	0,05	0,30	0,00	0,02
O	Blanc	0,00	2,80	16,43	0,00	3,30	1,08	75,90	0,06	0,05	0,34	0,00	0,02
N	Blanc	0,00	0,00	36,97	0,43	55,63	0,65	3,30	0,03	0,02	0,38	0,08	2,47
N	Blanc	0,00	0,00	35,42	0,00	57,26	0,21	5,33	0,08	0,04	0,18	0,08	1,35
N	Blanc	0,00	0,00	36,87	0,61	56,84	0,41	2,42	0,05	0,03	0,12	0,14	2,46
N	Blanc	0,00	0,65	40,85	1,06	49,49	0,30	5,77	0,06	0,05	0,20	0,12	1,40
N	Blanc	0,00	1,45	46,57	0,79	46,22	0,73	1,81	0,01	0,04	0,14	0,19	2,01
R	Jaune	0,00	2,21	52,95	4,55	23,50	3,22	12,30	0,16	0,03	0,97	0,03	0,04
R	Jaune	0,00	6,22	47,07	7,08	24,81	1,84	12,08	0,13	0,05	0,67	0,01	0,03
R	Jaune	0,00	7,40	46,83	8,78	17,66	2,13	16,07	0,18	0,05	0,82	0,04	0,03
R	Jaune	3,36	5,92	41,25	12,49	16,59	2,17	17,30	0,09	0,04	0,70	0,02	0,03
R	Jaune	0,00	7,44	48,91	6,26	22,65	1,68	12,04	0,16	0,04	0,75	0,01	0,03
R	Jaune	0,00	0,00	41,68	0,00	44,77	0,00	11,42	0,00	0,00	2,12	0,00	0,00
R	Jaune	0,00	1,98	47,47	3,54	26,84	1,33	17,16	0,08	0,06	1,50	0,03	0,01
R	Jaune	0,00	3,06	38,75	3,43	40,16	1,37	11,38	0,10	0,05	1,63	0,02	0,02
R	Jaune	0,00	2,76	41,38	3,99	40,63	1,58	7,67	0,09	0,05	1,79	0,02	0,02
R	Jaune	14,13	7,14	38,12	2,63	22,20	1,33	12,97	0,14	0,04	1,26	0,01	0,01
O	Jaune	0,00	0,77	58,27	1,85	33,14	0,84	3,62	0,07	0,02	1,37	0,02	0,00
O	Jaune	0,00	3,54	54,20	2,33	34,10	1,06	3,36	0,09	0,02	1,27	0,01	0,00
O	Jaune	0,00	1,35	53,59	1,61	38,01	1,27	2,66	0,05	0,02	1,41	0,01	0,00
O	Jaune	5,56	6,01	35,08	1,63	33,49	1,15	15,06	0,17	0,05	1,73	0,02	0,01
O	Jaune	0,39	4,95	44,78	2,17	36,95	1,46	6,91	0,18	0,06	2,05	0,03	0,02
N	Jaune	0,00	5,84	19,83	1,07	2,40	1,15	66,01	0,29	0,10	3,12	0,02	0,14
N	Jaune	0,00	9,00	31,89	0,49	3,39	1,83	50,30	0,51	0,08	2,47	0,01	0,01
N	Jaune	1,95	6,82	22,32	0,00	4,15	1,44	61,35	0,20	0,06	1,69	0,00	0,01
N	Jaune	0,64	4,36	23,79	0,00	4,43	1,25	63,28	0,23	0,06	1,92	0,00	0,01
N	Jaune	0,00	4,74	20,77	0,00	3,87	1,26	67,27	0,20	0,05	1,80	0,00	0,01
R	Bleu	0,00	0,59	44,67	1,11	50,29	0,84	2,01	0,07	0,04	0,26	0,04	0,03
R	Bleu	0,00	0,00	49,49	0,85	48,05	0,37	0,97	0,06	0,02	0,12	0,01	0,04
R	Bleu	0,00	0,15	51,66	0,53	45,33	0,78	1,29	0,04	0,01	0,16	0,02	0,01
R	Bleu	0,00	0,43	53,65	0,53	43,66	0,46	1,00	0,06	0,01	0,13	0,02	0,02
R	Bleu	9,42	2,50	43,81	2,46	39,67	0,66	1,14	0,01	0,03	0,10	0,03	0,14
R	Bleu	0,00	0,00	50,63	1,29	45,34	1,07	1,34	0,04	0,01	0,13	0,04	0,09
R	Bleu	0,00	0,92	59,03	1,25	35,42	1,74	1,34	0,03	0,01	0,12	0,02	0,09
R	Bleu	0,00	0,41	54,58	1,21	41,29	1,07	1,16	0,03	0,01	0,12	0,02	0,07

R	Bleu	0,00	0,60	52,94	1,52	41,98	1,21	1,31	0,05	0,04	0,14	0,05	0,11
O	Bleu	0,00	3,60	42,87	6,52	25,58	0,76	20,33	0,08	0,02	0,15	0,02	0,05
O	Bleu	0,00	2,45	51,28	9,86	32,78	1,02	2,23	0,10	0,01	0,12	0,03	0,09
O	Bleu	0,00	1,60	53,03	9,00	32,04	1,23	2,63	0,12	0,01	0,15	0,02	0,13
O	Bleu	0,00	2,57	52,70	9,15	32,32	1,04	1,85	0,05	0,04	0,16	0,03	0,06
N	Bleu	0,00	0,00	57,25	4,91	35,09	0,70	1,63	0,08	0,02	0,21	0,02	0,06
N	Bleu	0,00	2,96	54,53	2,87	36,25	0,87	2,14	0,12	0,01	0,10	0,00	0,11
N	Bleu	0,00	1,01	52,53	4,35	40,11	0,38	1,32	0,04	0,01	0,15	0,02	0,05
N	Bleu	0,00	0,76	61,56	2,52	33,56	0,25	1,06	0,03	0,01	0,10	0,00	0,10
N	Bleu	0,00	4,86	52,84	3,31	36,43	0,70	1,50	0,06	0,02	0,17	0,03	0,04

ANNEXE 4 : Résultats des essais mécaniques sur les briquettes expérimentales

	Absorption en Eau (%)			Retrait à la cuisson (%)			Torsion (cm)		
	25% L	50% L	75% L	25% L	50% L	75% L	25% L	50% L	75% L
Test 1	14,5	15,1	13,6	3,9	2,6	3,9	6	5	4
Test 2	13,9	14,6	13,7	3,9	3,8	4,5	4	4	2
Test 3	13,9	14,2	13,7	3,8	7,1	3,9	3	2	3
Test 4	13,7	15,2	13,7	6,3	3,2	3,3	3	5	2
Test 5	14,2	14,9	13,4	3,8	3,8	3,9	2	4	3
Test 6	14,2	14,7	13,8	3,9	3,8	3,9	2	3	3
Test 7	15,0	15,6	14,8	1,3	1,3	1,3	1	1	1
Test 8	15,0	15,7	14,6	1,3	1,2	1,3	1	2	1
Test 9	15,1	15,4	14,9	0,6	0,0	0,6	1	1	1
Test 10	14,7	15	15	0,6	0,6	0,6	1	1	1

	Résistance à la flexion - Contrainte Max - (Mpa)			Résistance à la compression Contrainte Max - (Mpa)			Résistance à la flexion - Charge Max - (N)		
	25% L	50% L	75% L	25% L	50% L	75% L	25% L	50% L	75% L
Test 1	12	11	12	47	36	41	905	882	957
Test 2	19	18	19	55	61	73	1433	1393	1417
Test 3	17	19	20	67	63	68	1298	1432	1528
Test 4	10	10	11	32	33	31	752	805	826
Test 5	10	11	11	23	36	40	782	892	820
Test 6	12	10	10	49	45	52	958	776	755
Test 7	8	19	17	28	38	32	659	1423	1282
Test 8	9	10	10	21	23	19	692	754	752
Test 9	9	9	6	30	28	25	668	671	483
Test 10	8	8	10	31	24	33	600	618	790