

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI MOKHTAR- ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR- ANNABA

جامعة باجي مختار - عنابة



Faculté des sciences de l'ingénieur

Département de Métallurgie et Génie des Matériaux



MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de **MAGISTER**

**Synthèse et Caractérisations d'une Céramique
Electrotechnique du type :**

$CAO Al_2O_3 6SiO_2 - Al_2O_3 2SiO_2 \cdot H_2O - SiO_2$.

Option : Physico-chimie des matériaux

Par

M^{elle} BOUSSOUF Lila

DIRECTEUR DE MEMOIRE : *ATOUI L'hadi* Prof U.ANNABA

DEVANT LE JURY

PRESIDENT: *HADJI Ali* Prof U.ANNABA

EXAMINATEURS: *BOUDEBANE Said* M.C U.ANNABA

BELIARDOUH Nacereddine M.C U.ANNABA

BENCHIHEUB Mostapha M.C U.ANNABA

Année 2009

REMERCIEMENTS

Avant tout, Dieu merci de m'avoir donné la patience et la volonté pour effectuer ce modeste travail. Au terme duquel, je tiens à exprimer mes vifs remerciements à Monsieur ATOUI L'HADI, professeur de l'Université de Annaba, pour m'avoir honoré en acceptant de diriger ce travail, et qui m'a accordé tout le soutien et l'aide durant les différentes étapes, ainsi que pour ses critiques minutieuses et ses précieuses orientations. Je reconnais vivement les interventions qu'il a faites pour le déroulement parfait de ma recherche et je ne saurai point exprimer ma gratitude envers ses sacrifices offerts en faveur de mon intérêt et pour être créer la promotion de magister en 2005.

Je remercie l'ensemble des membres du jury et spécialement Monsieur HADJI Ali professeur à l'université d'Annaba d'avoir accepté de présider le jury, Monsieur BOUDEBANE Said Maître de conférences à l'université d'Annaba, Monsieur BELIARDOUH Nacerredine Maître de conférences à l'université d'Annaba et Monsieur BENCHIHEUB Mostapha Maître de conférences à l'université d'Annaba, qui ont accepté de juger ce manuscrit.

Mes meilleurs remerciements à M^f Ramdani Tidjani ingénieure en chef du laboratoire de métallurgie pour m'avoir permettre un accès facile au laboratoire et préparer mes échantillons.

Je saisis cette occasion pour remercier aussi M^{me} BELAID M, responsable du laboratoire de métallographie pour son assistance tout au long de mon travail.

Je tiens aussi à remercier infiniment M^{lle} Rezzag Hadda ingénieure de laboratoire de métallurgie pour leur soutien.

Mes remerciements s'adressent également à l'ensemble du personnel du CODESID

Mes vifs remerciements à M^f. AMIROUCHE Maître de conférences à l'université de Jijel pour m'avoir apporté tout son soutien et son aide durant la réalisation du projet.

Je ne peux qu'adresser mes vifs remerciements aux personnes, à commencer par :

M^f MEKIDACHE M^{ed} Rachide le doyen de la faculté de science de l'ingénieur de l'université de Jijel.

Professeure Benabasse responsable du laboratoire de RX, M^f Atamniai Maître de conférences à l'université Jijel et M^f Roula Maître de conférences à l'université Jijel.

M^f SAIDANI le doyen de la faculté de science de l'ingénieur de l'université de Béjaia

Je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements à M^{me} Benamar responsable du laboratoire d'analyse à université de Bejaia ainsi qu'au le professeur Boudissa de l'université de Bejaia pour avoir mis son laboratoire à ma disposition me permettant de réaliser les essais de haute tension.

Je tiens également à associer à ce travail tous mes collègues de promotion que j'ai eu le plaisir de côtoyer pendant cette période de formation. Une pensée va particulièrement à tous ceux d'entre nous qui n'ont pas eu la possibilité d'aller jusqu'au bout de leur formation.

Je pense enfin fortement à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

RÉSUMÉ

Le but du présent travail est d'étudier les principales étapes de fabrication des céramiques à partir de matériaux locaux: Quartz, kaolin et feldspath.

Les propriétés de la porcelaine électrotechnique sont dépendent de leurs constituants et par conséquent de la nature minéralogique du quartz, kaolin et feldspath.

Les porcelaines élaborées sont issues des matières premières naturelles quartz, kaolin et feldspath. Le problème qui se pose. On a élaboré une série de porcelaines électrotechniques possédant des propriétés de réfractarité et d'isolation électrique semblables aux porcelaines élaborées selon les normes européenne et en comparaison avec la porcelaine électrotechnique utilisée par SONELGAZ pour la conduite des câbles utilisés à haute tension.

Les différents échantillons préparés ont subi des cuissons dans un intervalle de température 1250 et 1500 C° durant 6 heures et sous une pression atmosphérique, les produits obtenus analysés par diffraction des rayons X, analyse thermique ATD, chimique et ayant subi des tests de rigidités et de résistivité ont montré que les matériaux obtenus dans notre laboratoire des propriétés identiques aux céramiques utilisés par SONELGAZ.

ABSTRACT

The aim of this work is to study the main stages of manufacture of ceramics was from local materials: quartz, feldspar and kaolin.

The properties of electrical porcelain are dependent on their constituents and therefore the nature of the mineral quartz, feldspar and kaolin.

The porcelains are produced from natural raw materials of quartz, feldspar and kaolin the problem. It has developed a series of porcelain with electrical properties of refractoriness and electrical insulation similar to porcelain developed by European standards and in comparison with electrical porcelain was used by SONELGAZ for the conduct of cables used in high voltage.

The various samples prepared were subjected to cooking in a temperature range 1250 and 1500 ° C for 6 hours and atmospheric pressure, the resulting products analyzed by X-ray diffraction, thermal analysis, chemical and having tested for rigidity and resistivity have shown that the materials obtained in our laboratory properties similar to ceramics used by SONELGAZ

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة المراحل الرئيسية لصناعة الخزف من المواد المحلية : الكوارتز ، الفلدسبار والكاولين. خصائص الخزف الكهربائي تعتمد على المواد الاساسية ، وبالتالي على الطبيعة المعدنية للكوارتز والفلدسبار والكاولين. والبورسلين تنتج من المواد الخام الطبيعية من الكوارتز والفلدسبار والكاولين المشكلة. فقد وضعت سلسلة من الخزف الصيني مع الخصائص الكهربائية للتعنت والعزل الكهربائي مماثلة للبورسلين ال تي وضعتها المعايير الأوروبية ، ومقارنته مع الخزف الكهربائي المستخدم من قبل سونلغاز لإجراء الكابلات المستخدمة في الجهد العالي.

وأعدت نماذج مختلفة تعرضوا للطهي في درجة حرارة تتراوح 1250 و 1500 درجة مئوية لمدة 6 ساعات تحت الضغط الجوي ، والمنتجات الناتجة تحليلها بواسطة الأشعة السينية، و التحليل الحراري ، والكيميائي ، وبعد اختبار الصلابة و فالمقاومة أظهرت أن المواد التي حصلت عليها في مشاريعنا في مختبر مماثل لالسيراميك التي استخدمها سونلغاز.

SOMMAIRE

<i>Introduction Générale</i>	1
---	---

Chapitre I

Généralités Sur Les Céramiques

Introduction.....	3
I-1 – Définition	5
I- 2-Les céramiques électrotechniques	5
I -2-1 Classifications des céramiques électrotechniques.....	5
I-3 porcelaine électrotechnique	6
I-3-1 Définition d'une porcelaine diélectrique	6
I-3-2 Classification de la porcelaine électrotechnique	6
I-3-3 Liaisons, Structures et propriétés de la porcelaine.....	7
I-4- Matières premières pour l'élaboration de la porcelaine électrotechnique	10
I-4-1- Généralité sur les matières les premières	10
I-4-2-Méthodes de détermination de la granulométrie	10
I-4-3- Classification de matières premières	11
I-5- L'application de porcelaine	12
I-6 - Les grandes caractéristiques des céramiques	13
I-7 - Les domaines d'applications	13
I-8- Procédé de fabrication des céramiques électrotechniques.....	15
I-8-1-Procédés de fabrication	15
I-8-2-Préparation de la poudre	16
I-8-2-1 Définition	16
I-8-3 Préparations de la composition	17
I-8-4 Façonnages	18
I-8-5 Traitement thermique	19
I-8-5-1-Le séchage	20
I-8-5-2-La cuisson.....	20
I-8-5-3-Le frittage	23
I-8-6- Emaillage	24
I-8-7- Contrôle de qualité	25

I-9 Principales caractéristiques physico-chimiques des matériaux électrotechniques et leurs déterminations.....	26
I-9-1- Méthodes physiques	26
I-9-1-1- Propriétés diélectriques	26
A- La permittivité relative ou Constante diélectrique	26
B- Facteur de dissipation diélectrique $\text{tg } \delta$	28
C- Les résistances et les résistivités d'un isolant solide	29
I-9-2- Caractères et mécanisme du claquage d'un isolant solide	30
I-9-2-1 Caractères du claquage	31
I-9-3 Propriétés thermiques :	35
I-9-3-1 Réfractarité	35
I-9-3-2 Coefficient de dilatation thermique	35
I-9-3-3 Conductivité thermique	35
I-9-4 Propriétés mécaniques	36
I-9-4-1 Résistances mécaniques	36
I-9-4-2 Caractéristiques principales, mécaniques et thermiques d'une porcelaine isolante.....	36
I-9-5-Méthodes physico-chimiques	36
I-9-5-1 Observation microscopique	36
I-9-5-2 Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	37
I-9-5-3 Méthodes chimiques	38
I-9-5-3-1 Absorption de l'humidité	38
I-9-5-3-2 Résistance aux bases fortes (KOH ou NaOH).....	39
I-9-5-3-3 Résistance aux acides forts (H_2SO_4)	39
I-9-6 Les méthodes d'analyse thermiques	39
I-9-6-1- L'analyse thermique différentielle.....	40
I-9-6-2- L'analyse thermique bidifférentielle.....	40
I-9-6-3- Quelques types des courbes d'analyse thermique.....	41
I-9-6-4- Les facteurs influençant l'analyse thermique différentielle	43
I-9-6-5- L'analyse thermique gravimétrique (ATG)	46

Chapitre II :

Présentation Des Matériaux

II- Introduction	47
II-1 Le kaolin	47
II-1-1 Origine	47
II-1-2 Composition chimique	48
II-1-3 Caractéristiques structurales du kaolin	48
II-1-4 Propriétés optiques	49
II-1-5 Propriétés physico-chimiques.....	49
II-1-6 Propriétés thermiques	50
II-1-7 Autres propriétés	50
II-1-8 Les domaines d'utilisations	50
II-2 Le Feldspath.....	52
II-2-1 Origine	52
II-2-3 compositions chimiques	53
II-2-4 Les caractéristiques des feldspaths	53
II-2-5 Caractéristiques structurales du kaolin	53
II-2-6 Autres propriétés	54
II-2-7 Les domaines d'utilisations	54
II-3 La Silice.....	56
II-3-1 Origine	57
II-3-2 Les caractéristiques du quartz.....	57
II-3-3 Caractéristiques structurales du quartz.....	58
II-3-4 Utilisations et spécifications industrielles	60
II-4 Diagrammes de phase des matériaux	61
II-5 Conclusion.....	63

Chapitre III :

Techniques d'élaboration et caractérisations

Introduction.....	65
III-1- Procédés de fabrication des produits céramiques.....	65

III-1-1- Présentation des matériaux	65
III-1-1-1-Propriétés des matériaux.....	66
III-1-1-2- composition chimique	66
III-1-2- Granulométrie	66
III-1-3- Broyage	68
III-1-4- Préparation des mélanges	68
III-1-5- Mise en forme	69
III-1-6- Traitement thermique	69
A) Séchage	69
B) Cuisson	70
III-2- Caractérisations physico-chimiques	72
III-2-1- Mesure de la porosité ouverte (absorption de l'eau)	72
III-2-2- Mesure de la rigidité diélectrique des isolants solides en tension alternative	72
III-2-3- Mesure des pertes diélectriques des isolants solides	74
III-2-4- Mesure de la résistivité ρ	79
III-3- Traitement chimique	80
III-3-1 Attaque acide	80
III-3-2 Attaque basique	81
III-4- Analyse par diffraction des rayons X	81
III-5- Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie (ATD et ATG).....	82
III-6 Conclusion.....	83

Chapitre IV

Résultats et Discussion

IV- Résultats et Discussion	84
IV-1 Composition chimique	84
IV-2 Granulométrie	85
IV-3- Le Retrait	91
IV-4- Mesure de la porosité ouverte (absorption de l'eau)	95
IV-5- Observation microscopique (Porosités).....	96
IV-6- Mesure de la rigidité diélectrique (la tension de claquage).....	98
IV-7- Détermination de capacité, facteur de dissipation et la constante diélectrique C, $\text{tg}\delta$, et ϵ_p	99
IV-8- Mesure de la résistivité ρ	100
IV-9- Traitement chimique	101

IV-10 - L'Analyse par Diffraction des Rayons X	105
IV-11- L'Analyse Thermique Différentielle et Thermogravimétrie (ATD et ATG)	113
CONCLUSION GENERALE	117
BIBLIOGRAPHIE	

LISTE DES FIGURES

<i>Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
I-1	Microstructure typique d'une surface céramique polie qui illustre les grains monocristallins, joints de grains et pores.	04
I-2	Ligne de chemin de fer.	14
I-3	Isolateur pour haute tension.	14
I-4	Procédé de fabrication des céramiques et porcelaines	15
I-5	Représentation de la permittivité diélectrique ϵ en fonction de la température.	27
I-6	Construction de Fresnel montrant le déphasage courant- tension dans le cas d'un condensateur et définissant l'angle de perte.	29
I-7	Exemples de lieux où peuvent se produire des décharges partielles	31
I-8	Représentation des conditions de stabilité et d'instabilité pour le claquage thermique.	34
I-9	Loi de Bragg donnant les directions où les interférences constructives.	38
I-10	Kaolin du gisement 1.	42
I-11	Kaolin du gisement 2.	42
I-12	Kaolin du gisement 3.	43
I-13	Influence d'une chauffe préalable de 24h à 570-810-860-950° sur l'amplitude du pic exothermique.	44
I-14	Influence du broyage : 1-kaolin naturel, 2- Kaolin broyé.	45
II-1	Structure de la kaolinite	49
II-2	Structure d'un feldspath	54
II-3	Forme cristalline de la silice	59
II-4	Forme amorphe de la silice	60
II-5	Répartition des phases dans le système Feldspath/ Kaolin/ Quartz.	61
II-6	Diagramme des phases du système SiO_2 Al_2O_3 CaO .	62
III-1	Représentation du cycle de cuisson	70
III-2	Circuit de mesure de la tension de claquage.	74
III-3	Circuit de mesure de capacité, facteur de dissipation et la constante diélectrique.	78
III-4	Montage pour la détermination de la résistivité d'isolement	80

III-5	Analyseur thermique différentiel	82
IV-1	Analyse granulométrique de Kaolin.	86
IV-2	Analyse granulométrique de feldspath.	88
IV-3	Analyse granulométrique de Quartz.	90
IV-4	Courbe de variation de masse des échantillons en fonction de la température de cuisson	91
IV-5	Courbe de variation de longueur des échantillons en fonction de la température de cuisson	92
IV-6	Courbe de variation de longueur des échantillons en fonction de la température de cuisson.	93
IV-7	Variation de porosité des échantillons	95
IV-8	Micrographie de porcelaine P1 cuite : A- à 1250°C et B- à 1500°C	96
IV-9	Micrographie de porcelaine P2 cuite : A- à 1250°C et B- à 1500°C	96
IV-10	Micrographie de porcelaine P3 cuite : A- à 1250°C et B- à 1500°C	97
IV-11	Micrographie de porcelaine étalon (P)	97
IV-12	Micrographie de porcelaine P1 cuite à 1500C° après l'attaque par l'acide sulfurique	101
IV-13	Micrographie de porcelaine P2 cuite à 1500C° après l'attaque par l'acide sulfurique	102
IV-14	Micrographie de porcelaine P3 cuite à 1500C° après l'attaque par l'acide sulfurique	102
IV-15	Micrographie de porcelaine P1 cuite à 1500C° après l'attaque par l'hydroxyde de sodium	103
IV-16	Micrographie de porcelaine P2 cuite à 1500C° après l'attaque par l'hydroxyde de sodium	103
IV-17	Micrographie de porcelaine P3 cuite à 1500C° après l'attaque par l'hydroxyde de sodium	104
IV-18	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P1 cru	105
IV-19	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P2 cru	106
IV-20	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P3 cru	107
IV-21	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P1 cuite à 1500C°	108
IV-22	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P2 cuite à 1500C°	109
IV-23	Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P3 cuite à 1500C°	110
IV-24	Spectre de diffraction des rayons X d'une céramique étalon P	111
IV-25	Répartition des phases dans le système Feldspath/ Kaolin/ Quartz	112
IV-26	Courbes d'Analyse Thermogravimétrie (primitive TG)	113
IV-27	Courbes d'Analyse Thermogravimétrie (différentielle DTG).	114
IV-28	Courbes d'Analyse Thermique Différentielle ATD	115

LISTE DES TABLEAUX

<i>N°</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
<i>I-1</i>	Principales caractéristique des matériaux céramiques	<i>12</i>
<i>I-2</i>	Principales caractéristiques électriques et diélectriques d'une porcelaine isolante	<i>26</i>
<i>I-3</i>	Principales caractéristiques mécaniques et thermiques d'une porcelaine isolante	<i>36</i>
<i>II-1</i>	La composition chimique théorique du kaolin	<i>48</i>
<i>II-2</i>	La composition chimique théorique du feldspath	<i>53</i>
<i>II-3</i>	Autres propriétés de feldspath	<i>54</i>
<i>II-4</i>	Nature des feldspaths et principales utilisations	<i>55</i>
<i>II-5</i>	Différents caractéristiques du quartz	<i>57</i>
<i>II-6</i>	Propriétés optiques du quartz	<i>58</i>
<i>II-7</i>	Autres propriétés du quartz	<i>58</i>
<i>II-8</i>	Caractères distinctifs du quartz	<i>58</i>
<i>III- 1</i>	Propriétés des matières premières.	<i>66</i>
<i>III-2</i>	Les compositions chimiques des matériaux locaux : kaolin, feldspath, quartz	<i>66</i>
<i>III-3</i>	Les principales compositions mise en œuvre de porcelaine	<i>68</i>
<i>III- 4</i>	La composition chimique des mélanges préparés	<i>69</i>
<i>III-5</i>	Diffèrent compositions des échantillons cuites à différentes températures	<i>71</i>
<i>IV-1</i>	Composition chimique des échantillons en % massique	<i>84</i>
<i>IV-2</i>	Analyse granulométrique du kaolin	<i>85</i>
<i>IV-3</i>	Analyse granulométrique du feldspath	<i>87</i>
<i>IV-4</i>	Analyse granulométrique du quartz	<i>89</i>
<i>IV-5</i>	Retrait de masse de porcelaine à différentes températures au cours de la cuisson	<i>91</i>
<i>IV-6</i>	Retrait de longueur de porcelaine à différentes températures au cours de la cuisson	<i>92</i>
<i>IV-7</i>	Retrait de largeur de porcelaine à différentes températures au cours de la cuisson	<i>93</i>
<i>IV8</i>	Absorption de l'eau par les échantillons	<i>95</i>
<i>IV-9</i>	Résultats de mesure de la tension de claquage	<i>98</i>
<i>IV-10</i>	Résultats de mesures de la tension de claquage de P2 etP3	<i>98</i>
<i>IV-11</i>	Résultats de mesures de la rigidité diélectrique des céramiques	<i>99</i>

<i>IV-12</i>	Résultats de mesure de la capacité (C_x), facteur de dissipation ($\text{tg}\delta$) et la constante diélectrique et (ϵ_{rx})	<i>99</i>
<i>IV-13</i>	Résultats de mesure de la résistivité ρ .	<i>100</i>
<i>IV-14</i>	Comparaison entre les valeurs pratiques et théoriques des propriétés physiques	<i>100</i>
<i>IV-15</i>	Résultats d'attaque acide	<i>101</i>
<i>IV-16</i>	Résultats d'attaque basique	<i>103</i>

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction générale :

Céramique, matériau manufacturé obtenu en modelant puis en cuisant une pâte argileuse.

La nature et le style de la céramique dépendent de la composition de la pâte, de sa préparation, de la température de cuisson et de l'enduit utilisé. On distingue les pâtes tendres (terre cuite, poterie lustrée, poterie vernissée, poterie émaillée), les pâtes dures (faïence fine, grès cérame) et les pâtes dures translucides (porcelaine dure, porcelaine tendre). La poterie non vernissée, par exemple, se distingue de la porcelaine par son caractère poreux et opaque ; sa température de cuisson est en outre moins élevée et elle n'est pas vitrifiée

Le terme de porcelaine est le plus souvent utilisé pour désigner des céramiques dont les principales caractéristiques sont la dureté, la blancheur, la translucidité et l'opalescence. La porcelaine a fait l'objet d'un développement spectaculaire qui a permis d'évaluer des produits utilisés dans les technologies les plus avancées (composants électroniques, articles de chirurgie et le nucléaire.....). Certains critères d'ordre technique du processus d'élaboration permettent d'identifier la pièce comme porcelaine ; en effet, les matériaux utilisés, notamment une argile de très grande qualité, leur degré de pureté, ainsi qu'une cuisson à très haute température permettent d'obtenir les pièces les plus belles. C'est la présence de Kaolin qui donne à la matière toute sa blancheur ; ce matériau permet aussi de cuire la pièce à très haute température.

Le transfert de l'énergie électrique par câble nécessite l'utilisation d'isolateurs. Le verre cuit a été le premier matériau utilisé. Ces pièces doivent résister au claquage électrique suite à l'augmentation de la tension, il possède une faible résistance mécanique pour cela, il faut supplanter un nouvelle isolant minéral.

L'étude menée dans ce travail est basée sur la possibilité d'élaboration industrielle d'une céramique électrotechnique et diélectrique a partir des matières premiers locales le

Feldspath, le Kaolin et le Quartz, contrôlée par des essais électrique, physique, thermique et DRX pour déterminer les conditions optimales et les propriétés du matériaux.

Le présent travail se compose essentiellement de quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique basée sur la définition et différentes classes des céramiques et leur procédé de fabrication avec quelques rappels sur leurs principales caractéristiques (propriétés, microstructure).

Le second chapitre est consacré à une présentation des matières premières locales (Kaolin, feldspath, et quartz) utilisés, et leurs principales caractéristiques (propriétés, microstructure) et leurs domaines d'applications.

Le troisième chapitre, décrit le travail (procédés) expérimentale et les techniques de mesure, dans ce chapitre on présente le processus d'obtention des céramiques diélectriques, et on cerne les conditions de composition et de traitement thermique, on consacre à la présentation des techniques expérimentales de caractérisation utilisé : DRX, ATD, attaque chimique.

Dans le quatrième chapitre, on présente les résultats obtenus lors de la caractérisation et discussion. On termine le travail par une conclusion générale.

Chapitre I
Généralités sur les céramiques

Introduction :

Le mot céramique vient du grec «keramos» «κραμος» dont le sens pour certains signifiait soit argile, soit poterie. Ce terme grec dérive lui-même du radical indo-européen «kram» signifiant brûler. D'où le latin crémo et cramer en français. Ceci met l'accent sur l'importance de la cuisson dans les céramiques.

Les matériaux céramiques possèdent la particularité étonnante d'être à la fois la classe de matériau la plus jeune au niveau de son développement et la plus ancienne connue. Dès l'antiquité, les céramiques ont occupé une place importante dans la vie quotidienne de l'homme (poterie, terre cuite) grâce à leur inertie chimique, ces productions ont résisté au temps et apportent souvent une description précise sur l'état de développement et des coutumes de l'époque. De nos jours, les céramiques connaissent une diversité d'application depuis les applications domestiques (vaisselle, sanitaire...) de construction (brique, ciment...) jusqu'à celles utilisées en électrotechniques (composant d'ordinateur...) et dans l'exploitation spatiale (céramique thermomécanique). [1][2]

Nous nous intéressons plus spécialement aux céramiques à usage électrotechnique (ou électriques) c'est-à-dire, une famille de céramiques présentant de hautes performances électriques.

I-1 – Définition :

La racine grecque du mot céramique est Kéramos qui signifie argile. On trouvera dans le dictionnaire la définition du mot "céramique" : objet issu de la cuisson d'une terre argileuse qui peut être émaillée ou vitrifiée en surface pour donner de la faïence, de la porcelaine... [1]

Deux définitions des matériaux céramiques sont généralement proposées selon que l'on considère une approche science des matériaux ou génie des matériaux. [3]

- ❖ **Pour la science des matériaux** considère trois grandes classes de matériaux : les métaux, les polymères et les céramiques. Alors une céramique est un matériau inorganique, solide, à structure polycristalline, c'est à dire comportant un grand nombre de microcristaux bien ordonnés (grains) reliés par des zones moins ordonnées (joints de grains) et pores, à liaisons ioniques et/ou covalentes, comme illustré en figure I-1. [4][5].

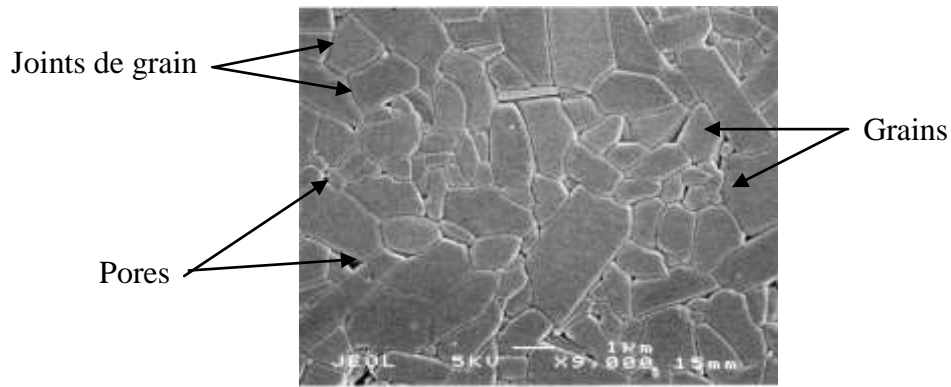


Figure I- 1 : Microstructure typique d'une surface céramique polie qui illustre les grains monocristallins, joints de grains et pores. [4]

A leur tour les céramiques sont classées en trois grandes catégories :

1.) Céramiques traditionnelles : d'origine très ancienne, leurs composants sont essentiellement de multiples oxydes naturels :

- **L'argile** (aluminosilicate hydraté $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) est le constituant de base sous forme de micro-cristaux en feuillets accolés par interposition de films d'eau. Elle apporte l'aptitude au formage en pâte plastique à saturation d'eau, et perd cette eau au séchage et à la cuisson.
- **La silice** sous forme de petites particules de quartz cristallin, stables pendant la cuisson, limite le retrait de frittage.
- **Les feldspaths** ou fondants, donnent à la cuisson une phase vitreuse à bas point de fusion, qui cimente les particules de quartz et d'argile et diminue la porosité de frittage.

Leur structure est donc complexe, comprenant plusieurs phases cristallines et vitreuses en proportions variables selon la composition et la température de cuisson après hydratation et formage plastique, leur mise en œuvre comporte un séchage (perte de l'eau liquide interposées entre les particules), puis une cuisson au cours de laquelle s'effectuent la céramisation, déshydratation irréversible (perte de l'eau de constitution chimique des aluminosilicate), puis le frittage [5][6].

2.) Céramiques techniques : ce sont des composés non hydratés au cours de leur mise en œuvre, comptant essentiellement des oxydes, carbures et nitrures. Les pièces sont élaborées par frittage de poudres obtenues par voie chimique sèche ou aqueuse. Les céramiques techniques trouvent de multiples emplois dans :

- Les applications réfractaires ;
- Les applications mécaniques ;
- Les applications thermo-mécaniques ;

- Les applications électriques et électroniques ;
- Les applications chimiques et biomédicales ; [6]

3.) *les céramiques naturelles* : se sont les pierres et les roches

- ❖ **Pour le génie des matériaux** le procédé d'élaboration est pris en compte. Une céramique est un matériau élaborée par une technologie particulière (dite technologie céramique) qui comporte un enchaînement d'opération du type :

Poudres → mise en forme → traitement thermique

Les matériaux naturels (roches), les verres et les liants hydrauliques ou non, sont alors exclus.

I-2- Les céramiques électrotechniques :

L'industrie électrique a commencé à utiliser les céramiques il y a un siècle environ, dès que s'est manifesté le besoin de matières isolant denses, imperméable et la technique, ont donné différentes classes de céramiques électrotechniques présentant des caractéristiques propres répondant à un type d'application [7]

I-2-1 Classifications des céramiques électrotechniques :

- **Les porcelaines électrotechniques (céramique à base de silicate d'alumine)** : ces matériaux sont fabriqués à partir de matières premières argileuses. Ils sont caractérisés par leurs propriétés électrique, mécanique importantes ainsi, leurs technologies de fabrication relativement simples, donnent des produits bon marché (que nous allons voir en détailles dans ce chapitre).
- **Les stéatites, forstérites** : ces matériaux forment une famille de céramiques, appartenant au diagramme SiO_2 - Al_2O_3 - MgO et contenant du talc comme constituant principale. Ils sont constitués par une phase cristalline MgO SiO_3 (dans les stéatites), Mg_2SiO_4 (dans les forstérites) dispersée dans une masse amorphe. Leurs caractéristiques électriques sont liées à la quantité et à la composition de la phase vitreuse : les stéatites à faible perte doivent contenir très peu d'alcalin; on utilise des oxydes alcalino-terreux (CaO , BaO) sont utilisé essentiellement comme dans le domaine d'isolation haute fréquence.
- **Céramiques à haute permittivité** : ce sont des matériaux diélectriques fabriqués essentiellement à partir d'oxydes de titane, niobates et zirconates alcalins, alcalino-terreux et/ou plombe. Ces céramiques sont caractérisées par une valeur élevée de la permittivité relative (ϵ_r) à température ambiante, ce qui permet leur utilisation comme condensateur.

- **Silico-aluminates alcalino-terreux (cordiérite dense) :** la cordiérite dense (2MgO , $2\text{Al}_2\text{O}_3$, 5SiO_2) appartient également au diagramme SiO_2 - Al_2O_3 - MgO . Sa grande résistivité et sa faible dilatation linéique permet son application dans le domaine d'isolement à chaud.
- **Silicate d'aluminium à haute teneur en alumine (mullite dense) :** dans ces matériaux l'aluminium et la silice présentées à l'état combiné sous forme de mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3$, 2SiO_2). Ils sont caractérisés par une grande résistance mécanique, un faible coefficient de dilatation et un point de fusion élevé (réfractarité).
- **Céramiques à haute teneur en alumine :** on peut la nommée aussi alumine frittée elle contient une proportion d'alumine très important qu'est supérieur à 80% plus 20% des ajouts de la chaux, de la silice et la magnésie.
- **Céramiques spéciales à base d'autres oxydes:** il s'agit de système homogène, à un seul oxyde comme constituant essentiel, ils contiennent des impuretés ou dopants, ils sont intéressants par leur point de fusion élevé, une bonne stabilité et résistance mécanique à haute température en présence d'oxygène et pour certains, par des propriétés électriques ou thermiques. Se sont : BeO , ZrO_2 , MgO .

I-3 Porcelaine électrotechnique :

I-3-1 Définition d'une porcelaine diélectrique :

Les porcelaines diélectriques sont des produits vitrifiés, étanches, à bonnes propriétés mécaniques et électriques. Constituer par une phase vitreuse enrobant des cristaux de différentes natures. [8]

Les porcelaines sont fabriquées à partir de trois groupes de matières premières :

- **Argiles et kaolin**, formant les **plastifiants**
- **Quartz**, formant l'**ossature**, et éventuellement, **alumine**
- **Feldspaths**, formant les **fondants**

I-3-2 Classification de la porcelaine électrotechnique :

On peut classer les porcelaines électrotechnique selon leur composition, leur Mode et le degré de cuisson, et les différentes classes sont cités ci-après :

I-3-2-1 Porcelaines siliceuses :

Sa pâte contient une teneur de silice relativement importante, l'ossature est formée par le quartz. On trouve une porcelaine formée de cristaux de quartz et de silicate d'alumine dans une masse amorphe. Elle subdivisée en porcelaine dure et porcelaine tendre :

- **La porcelaine dure** : la pâte crue contient de 15 % à 20 % du feldspath et de 30 à 40% de quartz. Elle est caractérisée par une période de cuisson réductrice, à des températures de 950 à 1400C° avec un palier de cuisson étendu, ce qui la rend coûteuse.
- **La porcelaine tendre** : la pâte crue contient une quantité plus grande de feldspath Qu'est dure 25à35% et une quantité moindre de quartz 15à25%. Elle subit une cuisson Oxydant, avec une température finale comprise entre : 1170 à 1270 C°, ce type de porcelaine possède un coefficient de dilatation supérieur.

I-3-2-2 La porcelaine alumineuse :

Elle est dérivée des porcelaines siliceuses, avec remplacement du quartz par l'alumine avec une proportion de 50 à 80% de la pâte crue. Ce qui en résulte une augmentation des propriétés mécaniques de la pièce.

I-3-2-3 La porcelaine diverse :

Elle dérive de la porcelaine siliceuse dure par remplacement du quartz. Dans le domaine de la haute tension, plusieurs matières premières de substitution ont été étudiées.

I-3-3 Liaisons, Structures et propriétés de la porcelaine :

Les principales propriétés des porcelaines physiques, mécaniques et chimiques dépendent de :

- La structure électronique (nature des atomes et des liaisons) ;
- La structure atomique (cristalline ou amorphe) ;
- La microstructure.

I-3-3-1 La structure électronique et atomique :

Dans la porcelaine (céramique) on distingue deux grandes classes de liaisons selon le caractère qui domine :

A.) Liaisons ioniques : les composés ioniques sont typiquement des composés d'un métal et d'un non-métal : NaCl, MgO, Al₂O₃. Ils sont caractérisés par le transfert d'un ou plusieurs électrons d'un atome à un autre. Ils ont résulté que la liaison formée est non directionnelle. La cohésion du matériau est assurée par les forces du matériau est assurée par les forces électrostatiques (avec la condition que chaque ion doit être entouré par le plus grand nombre possible d'ions de ioniques qui sont : [3] [9].

- Une conductivité faible (à T=29C°) ; conséquence d'une force d'attraction électron-noyau assez forte ;

- Une permittivité élevée et varie faiblement avec la température et avec la fréquence ;
- La dureté et un point de fusion élevée ; conséquence de la énergie de cohésion.

B.) Liaisons covalentes : les composés covalents sont constitués de deux non-métaux d'éléments simples comme le carbone sous forme de diamant.

Les liaisons entre les atomes se font par la mise en commun des électrons. Par conséquent la cohésion le du matériau résulte du recouvrement des matériaux des orbitales atomiques (la liaison covalente est directionnelle) la stabilité du réseau du matériau (énergie minimale) est assurée par la formation des chaines, feuillets ou réseau tridimensionnels. Ceux-ci sont fréquemment non cristallins. Les principales propriétés des composés covalents sont : [3] [9].

- ✓ Grande rigidité en raison du caractère directionnelle de la liaison ;
- ✓ Dureté élevée et réfractarité : grâce à la grande énergie de cohésion ;
- ✓ La légèreté grâce à la présence : car les électrons de valence sont fortement liées aux atomes et la conductivité par ion est négligeable.

I-3-3-2 La relation : structures atomiques propriétés dans les porcelaines :

La porcelaine est formée de cristaux de quartz, de mullite et quelques fois d'alumine, dispersés dans une masse amorphe (verre) [10].

Les propriétés électriques, surtout, la résistivité (conductivité) dépendent de la nature, la proportion des différents composants vitreuse que sa proportion par rapport à la phase cristalline. Alors que les propriétés mécaniques dépendent essentiellement de la composition quantitative et qualitative de la phase cristalline : une augmentation de la proportion de ces constituants (cités avant) fait augmenter la consolidation structurale du réseau. Les propriétés d'une façon générale, une masse vitreuse peut contenir des oxydes dont la densité est plus grande que celles du métal, tels les oxydes alcalins et alcalino-terreux, la conductivité est assurée par les ions. On a constate que le plus grand accroissement de la résistivité est observé pour :

CaO, BaO ; B₂O qui consolident le réseau et ainsi diminuent la mobilité des ions alcalines tels Na⁺, K⁺ qui migrent facilement à travers le réseau. Cette masse vitreuse peut contenir des oxydes dans la densité est inférieure à celle du métal, tels les métaux de transition (FeO,...) ; et la conductivité électronique prédomine.

I-3-3-3 Microstructures des céramiques :

I-3-3-3-1 Définition de la microstructure : la microstructure décrit la morphologie de la structure d'un matériau : la forme et l'organisation des grains et de phase, avec la taille et la fraction volumique des pores.

I-3-3-3-2 Microstructure de la porcelaine : une porcelaine provient d'assemblage de petits grains ou cristaux, d'une taille de quelques micromètres, différemment orientées les uns par rapport aux autres. La jonction entre grains voisins est assurée par une interface. La structure de joint de grains les céramique (porcelaine) est très complexe : les ions de même signe doivent toujours s'éviter et les impératifs des charges doivent être respectés autant que possible.

Nombreuse sont les céramique qui ne sont pas totalement dense ; la porosité est couramment rencontrée dans leurs microstructure [11]. la porosité exprimée en%, elle correspond au rapport du volume des espaces vides de matière sur le volume global du matériau. La porosité est dite continue si les pores sont interconnectés entre eux, et ouverte si les pores débouchent à l'extérieur. On parle de macroporosité lorsque les pores font plus de 100 μ m de diamètre et de microporosité si le diamètre est inférieur à 5 μ m. [12].

Elle peut prendre une morphologie extrêmement variable. On distingue :

- ❖ ***La porosité fermée :*** c'est la porosité interne du matériau ;
- ❖ ***La porosité ouverte :*** elle est constituée d'un faisceau de capillaires s'étendant dans tout le matériau. Numériquement elle est égale à l'absorption d'eau
- ❖ ***La porosité totale :*** c'est la somme de la porosité ouverte et la porosité fermée [11].

Les microfissures sont les plus nuisibles et sont souvent difficiles à déceler. Elles peuvent être initiées au moment de la fabrication sous l'effet de contraintes, résiduelles

Pendant le refroidissement (à cause de la différence entre les modules de Young des différents grains ou joint de grains) [2] [4].

I-3-3-3-3 Microstructure et propriétés de la porcelaine :

Les propriétés électriques d'un tesson en Porcelaine dépendent fortement de la microstructure du produit fini. Cette dernière est une conséquence des matières premières utilisées, surtout de leurs granularités et bien sûr du mode d'élaboration qu'on leur a fait subir durant la fabrication des matières premières. Par exemple :

- ✓ Les formes anguleuses se conduisent à des masses moins poreuses et plus compactes ;

- ✓ Les structures argileuses se présentant en lamelle d'assez grandes dimensions peuvent se déformer (déformation de la pièce) en fin de séchage ou sous l'action des forces capillaires (ce qui donne lieu à des fissurations) [10].
- ✓ De même, le quartz finement broyé facilite le passage de la silice à la forme vitreuse.

I-4- Matières premières pour l'élaboration de la porcelaine électrotechnique :

I-4-1- Généralité sur les matières premières :

Dans l'industrie les matières premières sont données dans les cahiers de charge suivant la référence du fournisseur ou de l'usine qui peut indiquer le nom de la carrière et quelques propriétés caractéristiques. (Par exemple : argile x noir, grasse..), ces matières premières sont présentées sous les différentes formes suivantes [10].

- ***Analyse chimique*** : elle consiste à indiquer la quantité pondérale des oxydes constituant la matière première.
- ***Analyse minéralogique*** : elle consiste à indiquer les quantités pondérales des différents composants minéralogiques qui constituent la matière première.
- ***Analyse granulométrique*** : elle détermine les dimensions des grains et leurs proportions. Elle comporte souvent, le problème de leur séparation.

I-4-2-Méthodes de détermination de la granulométrie :

Les techniques de mesure de la granulométrie (dimension et répartition des grains) et de la granularité (dimension, forme et répartition des grains) des matières premières sont nombreuses. Mais en pratique, on assimilera le grain à une sphère pour aboutir à une analyse granulométrique (qui donne accès à la taille moyenne des particules et à leur distribution) plutôt qu'à une analyse granulaire, à l'aide des techniques suivantes [10].

- A.) Méthodes mécaniques (Tamisage, calibrage)** : le tamisage est la méthode la plus simple et plus ancienne. Utilisée pour la séparation des matières première ayant des grains supérieurs à 20 μ . Pour cela on emploiera des tamis de toile métallique dont on connaîtra supérieurs entre mailles qui est normalisée. Pour avoir la masse de départ de l'échantillon à étudier.
- B.) Méthode de sédimentation ou de lévigation** : permet de mesurer la taille des grains comprise entre (50 à 0,5 μ).
- C.) Méthode à laser** : ce sont des méthodes récentes qui permettent d'obtenir la répartition des tailles des particules dans une gamme très étendue, de 0.1 μ 1.00 μ .

D.) Méthode optique, électronique, microscopique : ce sont des méthodes employées pour détecter des particules de $0,5\mu$ à $0,001\mu$ (elle donne aussi la forme des particules).

E.) Méthode SCP : certains appareils récents utilisent la spectroscopie de corrélation de photons (SCP) pour des tailles de grain comprises entre quelques micromètres et 5μ .

F.) méthode des RX : la diffraction des rayons X comme méthode permet de mesurer la taille des particules de quelques centaines d'ångströms (entre 2 et 200 nm).

I-4-3- Classification de matières premières :

La pâte de la porcelaine est préparée à partir de différentes matières premières suivantes [7] [13] :

- ❖ **Plastifiants ou matières argileuses :** ce sont des aluminosilicates hydratés, représentés par les deux grandes familles des argiles et des kaolins, formant les plastifiants qui confèrent à la pâte crue sa plasticité en raison de leurs structures lamellaires et des propriétés physico-chimiques de leurs particules. L'augmentation de la teneur en matières argileuses diminue le coefficient de dilatation et améliore la résistance au choc thermique.
- ❖ **Fondants :** constitués par une matière première qui fond à la température de cuisson en donnant un produit vitrifié. Il s'agit des aluminosilicates (feldspaths) de soude (l'albite $\text{Na}_2\text{O} \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$, la néphéline : $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Na}_2\text{O} \cdot 4\text{Al}_2\text{O}_3$) de potasse (l'orthose : $\text{K}_2\text{O} \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$, la leucite, de calcium (l'anorthite).
L'introduction d'éléments alcalino-terreux est réalisée à l'aide de carbonates (CaCO_3), dolomie [$(\text{CaMg}) \text{CO}_3$] ou de silicates (CaSiO_3). Le rôle des fondants est de diminuer la température de fusion de quartz et l'augmentation de sa teneur détermine une augmentation de la rigidité diélectrique.
- ❖ **Liants (ossatures) :** unissant l'argile et le fondant en formant l'ossature, il s'agit essentiellement de la silice (sable ou quartz), le Zircon (ZrSiO_4), la cyanite ou l'andalousite ($\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3$) et éventuellement l'alumine (Al_2O_3). Ces composants jouent le rôle d'un dégraissant en crue, et confèrent aux porcelaines après cuisson la plus grande part de leur résistance mécanique.
- ❖ **Les défloculants :** les défloculants sont des produits qui assurent la stabilité des propriétés rhéologiques de la suspension en chargeant électriquement les particules de la poudre. Les forces d'attraction (de VAN DER WAALS) responsables de la sédimentation du bain sont ainsi équilibrées par des forces électrostatiques répulsives. Exemple d'agent défloculant : silicate soude ; silicate de phosphore.

I-5- L'application de porcelaine :

On fait avec la porcelaine électrique des isolateurs pour installation de basse tension et pour les lignes de communication, ainsi que différents articles d'installation électrique : supports de fusible, prise de courant, etc.

Le principal domaine d'application de la porcelaine électrotechnique est la production d'isolateurs pour haute tension : isolateurs rigides, isolateurs à suspension, supports, supports rigides, isolateurs de traversée pour très hautes tensions : 500000 v et plus. [14]

On a donné dans le tableau I-1 les principales caractéristiques de la porcelaine électrique.

<i>Matériau</i>	<i>Poids spécifique</i>	<i>R à la traction Kg /cm²</i>	<i>R à la flexion Kg/cm²</i>	<i>R à la compression Kg/cm²</i>	<i>Résilience Kg .cm/cm²</i>	<i>ρ_v $\Omega .cm$</i>	<i>E</i>	<i>Tgσ</i>	<i>E_{rup} Kv/mm</i>
<i>Porcelaine électrique</i>	2,3-2,5	250-300	600-850	4000-5000	1,7-2,2	10^{13} - 10^{14}	5,5-7,5	0,022-0,040 à 50MHz	22-26
<i>Porcelaine radio</i>	2,5-2,6	250-310	700-850	4000-5500	1,8-2,2	10^{13} - 10^{14}	6,0-7,0	0,003-0,005 à 1MHz	25-28
<i>Ultra-Porcelaine</i>	3,2-3,4	450-600	1500-2500	8000-10000	2,3-2,8	10^{14} - 10^{15}	7,5-8,5	0,0003-0,0010 à 1MHz	26-30
<i>stéatite</i>	2,8-3,0	500-800	1400-1800	8000-9000	3,0-4,0	10^{14} - 10^{15}	6,0-7,5	0,0003-0,0016 à 1MHz	27-32

Tableau I- 1 : Principales caractéristiques des matériaux céramiques.

I-6 - Les grandes caractéristiques des céramiques :

Les matériaux céramiques présentent une caractéristique essentielle par rapport à d'autres matériaux : les atomes ou constituants de leur réseau cristallin sont en général très solidement liés entre eux par des liaisons fortes.

Dans la majorité des céramiques oxydes (Al_2O_3 , ZrO_2 , UO_2 , TiO_2 ...) les liaisons sont du type ionique. Les cations métalliques cèdent leurs électrons aux anions d'oxygène. Il n'y a pas à priori d'électrons disponibles jusqu'à des températures élevées pour la conductibilité électronique. Il en découle des particularités remarquables générales dues à ce type de liaison: température de fusion élevée, inertie chimique, barrière thermique, grande dureté accompagnée malheureusement de son corollaire : une grande fragilité.

On trouve une partie de ces particularités dans les céramiques de type carbures, nitrures, borures et jusque dans certains composés du carbone : les liaisons entre atomes sont fortes de type covalent, les électrons des constituants étant mis en commun pour assurer cette liaison. Les forces inter-atomiques sont moins élevées que dans les liaisons ioniques, mais on retrouve les principales caractéristiques : une température de fusion élevée, l'inertie chimique et, en général, une grande dureté. Par contre, les caractéristiques d'isolation thermique et de non conductibilité électrique peuvent être moins marquées (en particulier pour certains carbones). [1]

I-7 - Les domaines d'applications :

L'ensemble de ces propriétés remarquables conduit à des domaines d'applications privilégiés: composants soumis à des températures élevées, outils de coupe, pièces d'usure, filières, matrices, creusets et becs de coulée de métaux en fusion.... On parlera pour ces applications de céramiques structurales.

Mais les céramiques peuvent aussi présenter pour des compositions, des structures spécifiques, des caractéristiques autres que mécaniques et thermiques.

Certaines céramiques peuvent être conductrices ioniques, supraconductrices, avoir un comportement de semi-conducteur, peuvent présenter des caractéristiques ferro et piézoélectriques, magnétiques, optiques, physico-chimiques remarquables. On parlera pour ces applications de céramiques fonctionnelles.

Pour leurs différents types d'applications, les céramiques structurales et fonctionnelles sont élaborées et étudiées dans des laboratoires régionaux sous forme de poudres (ou solides divisés) qui sont mises en forme et frittées, de revêtements ou de composés massifs. Les recherches peuvent avoir un caractère fondamental mais elles sont principalement ciblées sur l'optimisation de l'application structurale ou fonctionnelle visée. C'est ce que nous allons décrire dans la suite de ce rapport. [1]

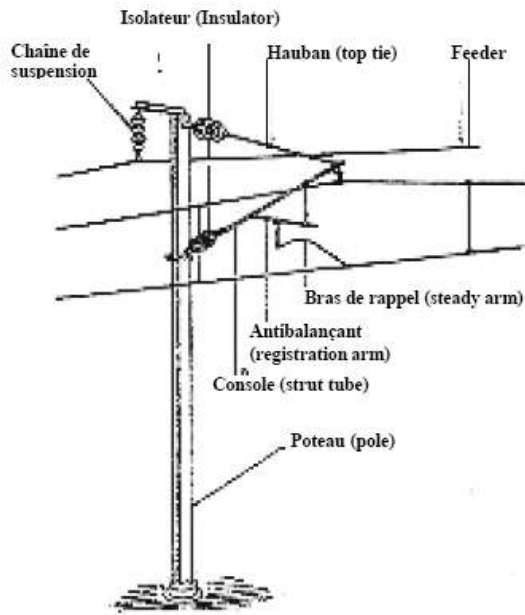


Figure I-2: Ligne de chemin de fer [15]

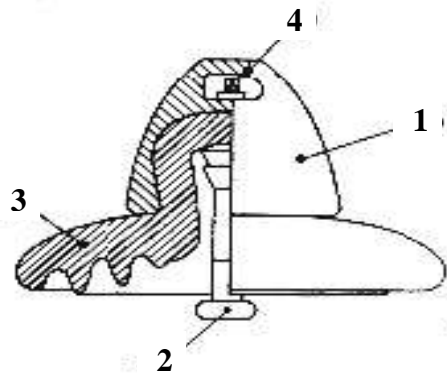


Figure I-3 : Isolateur pour haute tension

1) cloche - 2) pivot - 3) partie isolante - 4) orbite et trou pour goupille. [15]

*Procédé de fabrication des céramiques
électrotechniques*

I-8- Procédé de fabrication des céramiques électrotechniques:**I-8-1- Procédés de fabrication :**

L'organigramme général de fabrication d'une céramique comporte plusieurs étapes comme le montre la figure I-4 : [16]

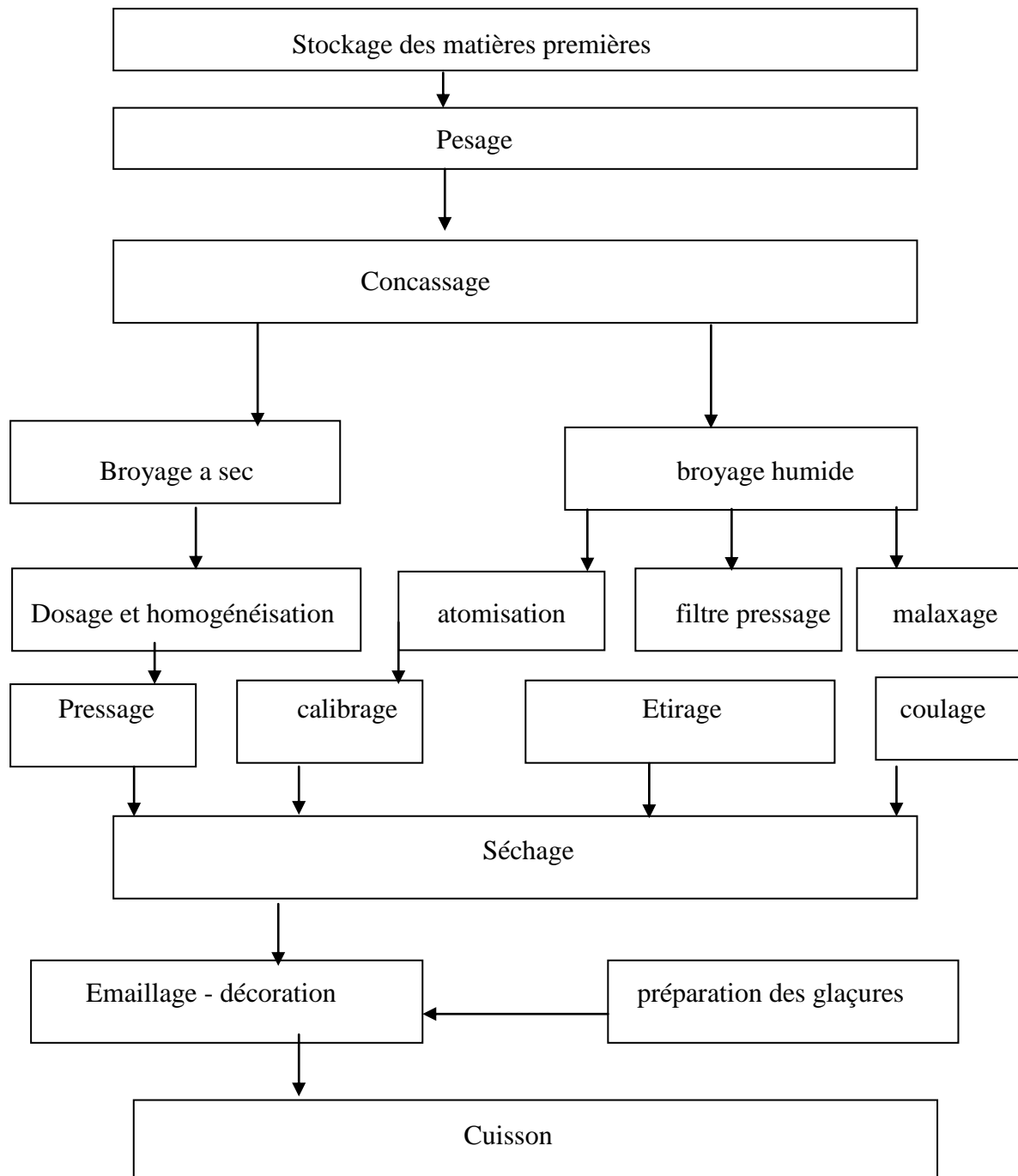


Figure I-4 : Procédé de fabrication des céramiques et porcelaines.

I-8-2-Préparation de la poudre :

I-8-2-1 Définition :

La poudre est définie comme étant un système dispersé ou concentré de particules argileuses qui ne possèdent pas de cohésion entre elles, mais cette poudre pulvérisée doit avoir l'aptitude à être travaillée. [17]

La poudre est caractérisée par [17]:

- ✓ La granulométrie.
- ✓ L'humidité.
- ✓ L'homogénéité de l'humidité c'est-à-dire la répartition de l'humidité dans la masse de la poudre.
- ✓ La densité.

Il existe deux méthodes pour parvenir à la synthèse des matières premières :

- La première est une préparation par voie solide pour laquelle on utilise des matières premières de base pulvérulentes (oxydes, carbonates, nitrates). Celles-ci sont ensuite mélangées et broyées avant de subir l'opération de chamottage ou calcination. Cette dernière consiste à faire subir aux matériaux pulvérulents un cycle thermique au cours duquel ils vont, par des phénomènes de diffusion en phase solide, réagir et former la phase cristalline recherchée. A l'issue du chamottage, le matériau constituant de base de la céramique est disponible. [18]

- La seconde est une préparation par voie chimique. La préparation par voies chimiques sous pression atmosphérique normale regroupe un ensemble de techniques de synthèse dont l'idée consiste à former des précipités ou des gels à partir d'une solution homogène contenant les cations désirés, puis à calciner ces précipités pour former la phase et la microstructure recherchées. Par exemple, le titanate de baryum, matériau particulièrement important dans l'industrie, des composants électroniques céramiques, peut être synthétisé par de telles techniques. Dans la majorité des cas, ces méthodes de synthèse permettent d'obtenir des poudres dont les caractéristiques (finesse, homogénéité...) sont nettement supérieures à celles obtenues par chamottage. [18]

La synthèse hydrothermale diffère des autres voies « chimiques » d'élaboration d'oxydes métalliques par les conditions de température et de pression mises en œuvre. Cette élaboration se fait par dissolution des précurseurs suivie d'une précipitation. L'influence des facteurs pression et température est de favoriser la cristallinité des particules solides. [18][19]

Une fois cette synthèse réalisée, il faut préparer et activer les poudres. L'étape suivante est l'étape de mise en forme, suivie de l'étape de frittage. La dernière opération est l'étape de finition et de contrôle.

I-8-3- Préparation de la composition :

A) *Calcul de la composition de la pâte :* calculer la composition d'une pâte de la porcelaine, consiste à indiquer les quantités pondérales des matières premières entrant dans la formulation. Ce mode de représentation est couramment utilisé dans la fabrication. On distingue :

- ***Composition représentée par la formulation stœchiométrique (moléculaire) :*** utilisé plus particulièrement dans la composition des émaux.
- ***Composition représentée par la formulation rationnelle :*** celle-ci donnera les pourcentages des différents minéraux qui la composent.
- ***Composition représentée par l'analyse chimique centésimale :*** elle fait apparaître le pourcentage de différents oxyde constituant la pâte ou l'émail et ainsi donner une meilleure idée de la composition étudiée. Elle nécessite, donc, la connaissance de l'analyse chimique de chacun des constituants. [10]

B) *Analyse granulométrique :* les matières premières qui sont livrées dans des conditions granulométriques satisfaisantes (cas de l'argile) sont mises en suspension (délayage) alors que les matières dures (quartz, alumine) exigent un broyage. Ce traitement peut être effectué à sec ou par voie humide, ce dernier est souvent le plus réalisé :

- ✚ Broyage par voie humide : la réduction des dimensions des particules (quartz) se fait en présence d'eau dans des broyeurs cylindriques à axe horizontal comportant un tambour métallique, avec revêtement interne en céramique, et charge de corps broyeurs (billes, cylindres...) [7]

C) préparation des mélanges (la pâte) :

La technique de préparation dépend du procédé de façonnage utilisé. Ainsi, pour étirage, les mélanges sont préparés sous forme de pâtes plastiques.

Pour le coulage les argiles sont mises en suspension dans l'eau puis des dégraissants et des fondants sont ajoutés pour former une barbotine.

En calibrage, des galettes sont préparées par étirage d'une pâte résultant du filtre pressage d'une barbotine.

Pour le pressage, les poudres sont obtenues, soit par atomisation (séchage par pulvérisation) d'une barbotine, soit par granulation en voie semi humide.

D'autres méthodes de préparation plus récemment développées, pour les céramiques techniques méritent d'être signalées comme l'obtention de poudres par méthodes chimiques (procédés sol gel...) par laser dans un plasma. [16]

I-8-4- Façonnages (mise en forme) : différents procédés sont utilisés :

a-Etirage : après avoir été désaérée, la pâte est propulsée à travers une filière dans une étireuse.

Un coupeur assure la mise à longueur des produits qui sont ensuite séchés (fabrication de tubes, carreaux...).

b- Coulage : la barbotine est versée dans un moule en plâtre, réplique en négatif de la forme à façonner. En aspirant l'eau de la barbotine grâce à son réseau de capillaire. Le plâtre assure la formation d'un dépôt.

Après l'élimination du surplus de barbotine et raffermissement du dépôt, le moule est ouvert et la pièce extraite est mise à sécher (fabrication des sanitaires, de certaines pièces en faïence ou en porcelaine). De nouvelles installations très sophistiquées de coulage sous pression, dans des moules en résines, commencent à remplacer cette technique.

c-Calibrage : la galette de pâte, plaquée contre un moule qui donne la forme intérieure de l'objet, est soumise à l'action d'un outil profilé dont la rotation confère la géométrie extérieure (fabrication des assiettes...).

d-Pressage : il peut être effectué à froid ou à chaud et être :

- **Unidirectionnel :** la poudre granulée qui remplit la cavité d'un moule métallique est soumise à une pression verticale (fabrication de carreaux, de briques réfractaires etc.).
- **Isostatique :** la poudre granulée est soumise à une pression identique dans toutes les directions (fabrication de certains réfractaires et céramiques techniques, d'assiettes etc.).

Parmi les méthodes récemment développées, nous citons aussi :

-Le coulage en bande : pour le façonnage de feuilles minces pour l'électronique.

-L'estampage : pour les pièces décoratives et diélectriques de condensateurs céramiques et porcelaines.

-Le moulage par injection, pour le façonnage de céramique de formes compliquées. [16]

I-8-5- Traitement thermique :

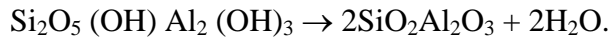
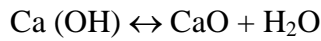
Ils comprennent le séchage dans le cas du façonnage par coulage ou à l'aide de pâte plastique (extrusion, calibrage), et en outre, la cuisson céramique quand le traitement thermique entraîne la formation d'une phase vitreuse pour lier les cristaux dispersés ou le **frittage** quand la densification s'effectue par liaison directe des grains cristallins entre eux. Ces deux derniers traitements constituent la phase essentielle de la technologie céramique. [5] [20]

L'eau contenue dans les matières peut être de plusieurs types [18] :

- a) **L'eau d'interposition ou d'imbibition** : Elle est retenue par simple entraînement mécanique. On l'extrait facilement par un chauffage à 100°C, ou par le vide, ou par exposition dans une atmosphère desséchante sur P_2O_5 , ou SO_4H_2 . Cette eau peut être reprise facilement.
- b) **L'eau d'absorption ou eau liée** : Cette eau est retenue par l'action de surface ou les ions du réseau cristallin. Elle dépend de la surface spécifique de l'échantillon, c'est-à-dire de son état de finesse et non pas de sa constitution, et la tension de vapeur du milieu, son élimination demande généralement une énergie très basse.
- c) **L'eau zéolithique** : Elle est insérée entre les feuillets ou dans les lacunes de réseaux des composés cristallisés. Ces corps constituent des hydrates non stœchiométriques dans lequel les molécules d'eaux sont distribuées de façon variable à travers un réseau permanent. Pour son élimination, il faut une énergie supplémentaire pour vaincre les forces de liaison (van der waals). Le départ de ces sortes d'eau ne détruit pas la structure cristalline.
- d) **L'eau de cristallisation** : Qui constitue l'eau des hydrates stœchiométriques. Les molécules d'eau entrent dans la composition de la structure du cristal. L'élimination de cette eau détruit le cristal sans la destruction de la molécule du corps. L'exemple type est le gypse $SO_4Ca, 2H_2O$.
- e) **L'eau de constitution** : Ce n'est pas une molécule d'eau à proprement dite mais des groupements de OH intégrés dans la structure cristalline et liés à la composition chimique du composé. L'élimination de deux OH donne lieu à la formation d'une molécule d'eau et à la libération d'un atome d'oxygène qui reste lié à l'ensemble de la molécule $2H= H_2O + O$, ce qui entraîne la formation d'un nouveau corps.

La destruction de la molécule primitive, conduit soit à un équilibre mono variant, ou bien à une réaction irréversible (cas de la Kaolinite).

Exemple:



I-8-5-1- Le séchage :

A- principe et utilité du séchage : Quel que soit le mode de façonnage utilisé, les pâtes céramiques contiennent toujours une quantité d'eau ayant servi à son façonnage qui doit être évacuée afin d'éviter les fentes, la casse des pièces due à un échauffement rapide lors de la cuisson. [5] [16]

B- Effet du séchage :

- **Durcissement :** Au fur et à mesure que les pâtes perdent leur eau, elles perdent leur plasticité et deviennent plus rigides, ce qui permet leur manipulation.

- **Retrait et perte de poids :** l'eau qui s'évapore provoque une perte de poids et une diminution de volume due au rapprochement des particules argileuses. On distingue deux phases :

- **Première phase :** le retrait est proportion au poids d'eau éliminée. C'est le départ de l'eau libre (l'eau colloïdale).
- **Deuxième phase :** l'eau s'évapore sans retrait de la pâte, celle-ci devient poreuse, le volume des pores correspond au poids éliminé dans cette phase. C'est le départ de l'eau liée.

L'évaporation de l'eau se fait à partir de la surface de la pièce, l'eau contenue dans la pièce doit pour être éliminée, migrer de l'intérieur vers l'extérieur de la pièce pour éviter les différences de retrait dans la masse de la pièce pendant la phase dangereuse (retrait) il faut :

- ralentir l'évaporation superficielle de l'eau.
- Accélérer le cheminement de l'eau à travers les pièces. [5]

I-8-5-2- La cuisson :

La cuisson est l'ultime étape de fabrication des produits céramiques. Elle vise à donner aux produits les qualités propres à l'utilisation projetée (invariabilité, résistance solidité, de la forme) [28].

Lors de cuisson la température varie selon un processus fixé, le produit subit un cycle thermique formé par trois zones principales : [11]

A- Zone de préchauffage : Elle est composée de sous-zones suivantes :

- Température ambiante à 200 °C.
- De 200 à 400 °C.
- De 400 à 600 °C.
- De 600 à T° maximale.

B- Zone de cuisson : proprement dite : c'est un palier.

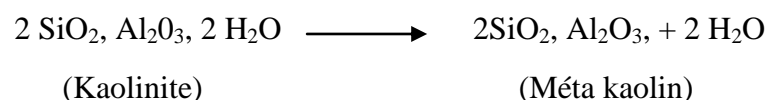
C- Zone de refroidissement : Elle est composée de 3 sous-zones :

- Refroidissement brusque (rapide) : de la température de cuisson à 700 °C.
- Refroidissement lent : de 700 °C à 400 °C.
- Refroidissement accéléré de 400 °C à 50 °C.

La cuisson proprement dite se déroule en deux phases durant les quelles plusieurs transformations physiques (dilatation thermique simple, transformation allotropique, fusion de certaines compositions) et chimiques (départ de l'eau résiduelle, décarbonatation, transformation des silicates d'alumine) se produisent et qui sont conditionnées par trois facteurs fondamentaux : la température, le temps et l'atmosphère dans le four. Pour aboutir finalement à un produit à texture consolidée par rapport à l'état initial. Ce processus de modification de texture (microstructure) est appelé (céramisation).

La première phase : de la température ambiante à T = 975 °C environ :

- Au début, les roches constituent l'ossature et le fondant ne réagissent pas et évoluent suivant leur courbe de dilatation propre ; l'élimination de l'eau zéolitique se fait d'une manière continue (sans modifier la structure) au cours de la chauffe entre T= 100 °C à 180 °C.
- A partir de T ≈ 400 °C, commence la décarbonatation (la décomposition des carbonates) pour donner l'oxyde correspond et le gaz carbonique.
- Le phénomène le plus important est la transformation allotropique à T = 573 °C du quartz α en quartz β, est accompagné d'un gonflement brusque du quartz (augmentation du volume du matériau de 3 à 7%).
- Par contre, les aluminosilicates subissent une transformation irréversible, en perdant leur eau de constitution entre 400 et 700 °C. Dans le cas des matières argileuses, à T = 700 °C est pratiquement déshydratées, pour donner le méta kaolins (silice libre et l'alumine) à partir de la kaolinite (minéral essentiel de l'argile) :



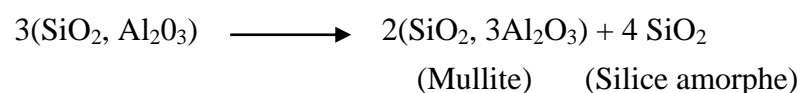
Cette perte d'eau est accompagnée de deux phénomènes importants ; le retrait qui modifie profondément la structure des silicates en formant un réseau cristallin désordonné, beaucoup plus réactif vis-à-vis des agents chimiques et l'absorption de chaleur qui peut provoquer un gradient de température qui, par conséquent, est susceptible de causer des fissurations dans les pièces surtout celles qui sont massives.

- De 800 °C à 950 °C : le réseau du méta kaolin se désorganise de plus en plus pour permettre à la silice et alumine de se combiner en partie à l'état solide et se recristallisent pour donner une phase amorphe appelée (pro-promullite) vers T = 975 °C, cette dernière développerait une phase spinelle formée d'alumine γ et de germes de Mullite, nommée (promullite) ou mullite primaire. Ainsi les argiles et kaolins se trouvent sous forme de Mullite et silice.

La deuxième phase : de T = 975 °C a la température maximale :

Dans cette deuxième phase il y aura essentiellement formation d'une seconde génération de la mullite avec élimination de la porosité. Selon le fondant utilisé on a :

- Le fondant est du feldspath : les fondants feldspathique (potassiques, sodiques...) se fondent pour donner une phase liquide. Cette dernière peut, avec l'augmentation de la température jusqu'à T = 1200 à 1220 °C. Dissoudre le quartz en donnant un verre (phase vitreuse liquide) qui dissout à son tour la mullite primaire. Le verre s'enrichit alors en silice et en alumine d'où saturation et recristallisation de mullite secondaire avec séparation de la silice amorphe ;



Le moulage par injection, pour le façonnage de céramique de formes compliquées.

Une quantité du verre résultant de la fusion des feldspaths, enrobe les cristaux solides restants. Par conséquent se produit l'élimination de la porosité sous l'action conjuguée des forces capillaires et de la tension superficielle de la phase vitreuse.

- **Les fondant est un carbonate :** dans ce cas la silice de la première phase se combine avec les oxydes résultant de sa décarbonatation et d'autres impuretés pour former le verre liquide qui assure la formation de la deuxième génération de la mullite et l'élimination de la porosité fermée. Alors que la porosité ouverte reste encore. C'est pour cette raison on fait le frittage. [7][10]

I-8-5-3-Le frittage :

A-Définition du frittage : le mot frittage peut prendre les définitions suivantes :

- ❖ Le frittage est l'ensemble des phénomènes de consolidation, densification et compactage des mélanges à cause des réactions chimiques et la dissolution des phases entre elles.
- ❖ Le frittage est une opération effectuée dans la métallurgie des poudres pour réaliser par cuisson (four) une agglomération des produits traités afin de leur donner une cohésion et une rigidité suffisante. [11] [16]

Contrairement à la cuisson céramique, le frittage ne fait pas intervenir, en principe, une liaison des particules par une phase vitreuse la cohésion et la densification des poudres pressées se produisent par suite de transformations affectant la surface des particules et conduisant à des interfaces solide-solide appelées joints de grains. [7][11][16]

Dans l'industrie, le but pratique du frittage est l'obtention, à la température basse, possible d'un matériau polycristallin ayant des dimensions géométriques et une microstructure contrôlée. Les changements de géométries et de microstructures au cours du frittage s'effectuent en trois stades :

- ✚ Des liaisons ou ponts s'établissent rapidement entre les particules et les soudent entre elles ; ces ponts donneront naissance aux joints de grains ; à ce stade la porosité reste importante.
- ✚ La porosité évolue : le rayon du pore diminue et la compacité augmente ; la porosité prend l'aspect de pores isolés sensiblement sphériques ; des joints de grains disparaissent et on observe un grandissement des cristaux (jusqu'à 10 fois la dimension de la poudre initiale) : La structure polycristalline commence à se dessiner.
- ✚ Les pores isolés sont progressivement éliminés et la structure prend son aspect définitif ; on admet en général que l'élimination des pores isolés s'effectue par transport de matière (diffusion et migration) aux interfaces pores joints de grains.

Le processus de frittage peut être influencé (de façon favorable) par la présence, au sein du matériau traité ou de son environnement, d'espèces chimiques ayant un rôle déterminant, se qui

conduit à la pratique du dopage des pâtes au choix des atmosphères du frittage et de tout autre moyen auxiliaire, qui est souvent propre à chaque fabrication. [16]

Il y a plusieurs techniques de frittage. Le plus courant est le frittage naturel. Il est effectué par simple chauffage à haute température d'une poudre comprimée. La teneur en ajouts de frittage est assez élevée et la pièce garde une porosité assez importante. Pour avoir une porosité nulle, on a recours au frittage sous charge. Il existe aussi le frittage réactif. Ce procédé exploite les réactions chimiques au sein d'un comprimé poreux porté à une température donnée. La porosité de la pièce ainsi obtenue est très importante. [2]

B- Les réactions qui se déroulent lors du frittage :

B-1- Réaction à l'état solide : on peut citer :

- ✚ Les réactions de transformation de la structure des composants.
- ✚ La décomposition des matières avec formation des oxydes à l'état solide.
- ✚ Les réactions sur la surface de contact entre les composants en l'absence de la phase liquide.

B-2- Réaction à l'état liquide :

- ✚ La vitesse des réactions chimiques est différente et la première période de réaction est déterminée par la vitesse de formation de la phase liquide qui enveloppe les grains.
- ✚ Les vides seront occupés par la phase liquide.
- ✚ Les particules sont soudées entre elles par la phase liquide.
- ✚ L'apparition de la phase liquide augmente beaucoup la vitesse de la réaction chimique sur la surface de partage des phases.

B-3- Réaction de cristallisation :

Elles jouent le rôle principal dans la fabrication des produits monominéraux tel que :

L'alumine (Al_2O_3), La silice (SiO_2), la ferrite... [11]

I-8-6- Emailage :

Les isolateurs céramiques ou porcelaines sont toujours recouverts d'un émail déposé soit par trempage dans une barbotine, soit par une pulvérisation à peinture. L'émail est composé de silice, alumine et de fondants alcalin ou alcalino-terreux (feldspath et carbonates essentiellement), d'opacifiants (zircon, oxyde de titane et d'étain, etc.) et de colorants. Il est le plus souvent déposé à une température moins élevée il doit former, lors d'une deuxième cuisson, un verre régulier et lisse dont le rôle est double :

- amélioration de l'état de surface de l'isolateur pour empêcher la fixation de poussières atmosphériques et autres polluants ;

- amélioration de la résistance mécanique de l'isolateur si le verre formé possède un coefficient de dilatation linéique inférieur à celui de la céramique, mettant ainsi la surface en compression, et pouvant produire des fissurations de l'email. [16]

I-8-7- Contrôle de qualité :

La dernière étape entrant dans l'élaboration des céramiques est essentiellement un contrôle de qualité de la pièce qui a acquis ses propriétés définitives après la cuisson. Pour évaluer ses performances, la céramique subira des contrôles dimensionnels et microstructuraux (taille de grains, structure des joints de grains, porosité) ainsi qu'une détection des défauts éventuels (hétérogénéités, microfissures, impuretés...). [2]

Pour les composants électroniques céramiques passifs, les finitions comprendront également des usinages, des poses d'électrodes (par trempage, peinture ou sérigraphie suivie de cuisson) des poses de connexions (par soudure électrique ou à la vague), des enrobages (par des résines déposées par trempage et polymérisation, des résines moulées, ...) ou des marquages (par peinture, sérigraphie, laser). [18]

*Principales caractéristiques physico-
chimiques des matériaux électrotechniques et
leurs déterminations*

I-9-Principales caractéristiques physico-chimiques des matériaux électrotechniques et leurs déterminations :

I-9-1- Méthodes physiques :

I-9-1-1-Propriétés diélectriques :

Les propriétés diélectriques d'un matériau sont une conséquence de déplacements à courte distance des charges électriques qu'ils comportent sous l'effet d'un champ électrique continu ou l'alternatif. Le déplacement des charges électriques a pour effet le stockage d'une quantité d'électricité correspondant à une énergie électrique donnée.

Les matériaux ou les composants réalisés possédant cette propriété sont alors caractérisés par leur capacité, qui est la grandeur quantifiant la charge électrique Q existant entre deux électrodes placées de part et d'autre, est soumise à une différence de potentiel V telle que $C = Q/V$, grandeur exprimée en farads (F), où la quantité d'électricité est exprimée en coulombs (c) et la différence de potentiel en volts (V). [21]

Tableau I-2 : Principales caractéristiques électriques et diélectriques d'une porcelaine isolante :

Propriétés	Symbole	Valeur	Unité
Constante diélectrique	ϵ	5 à 6,5	F.m ⁻¹
Pertes diélectrique	$\epsilon \text{ tg}\sigma$	5 à 10	(%)
Rigidité diélectrique	Rd	6,1 à 13	V μ M ⁻¹
Résistivité	ρ	10 ¹⁴	Ω . Cm
Facteur de dissipation	$\text{tg}\sigma$	0,8 à 2	(%)

A- La permittivité relative ou Constante diélectrique :

Lorsqu'un diélectrique solide est soumis à l'action d'un champ électrique externe, il se produit à l'échelle microscopique diverses modifications (polarisations) qui ont pour effet à l'échelle macroscopique de créer un champ électrique propre à l'intérieure de la substance (déplacement électrique D). Cette caractéristique des diélectriques porte le nom de la permittivité [9] [10] [22] :

$$D = \epsilon_r \epsilon_0 E \quad \text{I.1}$$

Avec :

D : déplacement électrique.

E : champ électrique.

La permittivité diélectrique (unité S.I. : F.m^{-1}) est :

$$\epsilon = \epsilon_r \epsilon_0 \quad \text{I.2}$$

Avec :

ϵ_0 permittivité diélectrique du vide, La valeur ϵ_0 est : $\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$.

ϵ_r permittivité diélectrique relative réelle.

La constante diélectrique du matériau ϵ_r est définie comme le rapport entre la valeur de la capacité réelle et celle mesurée dans le vide [21]:

$$\epsilon_r = C/C_0 \quad \text{I.3}$$

Les notions de permittivité diélectrique et d'angle de perte (ou facteur de puissance) définissent le matériau diélectrique. Elles sont dépendantes de la température ainsi que de la fréquence d'utilisation. [14]

La constante diélectrique de la porcelaine est comprise entre 5,5 et 7. [21]

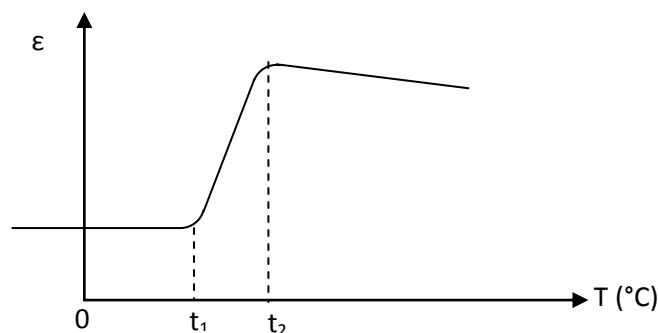


Figure I-5 : Représentation de la permittivité diélectrique ϵ en fonction de la température [14]

🚦 La permittivité relative complexe :

Si E varie en fonction du temps (champ électrique alternatif), on définit la permittivité relative complexe ou la constante diélectrique complexe pour un diélectrique réel [6] [10] [23] :

$$D = \epsilon_r^* \epsilon_0 E \quad \text{I.4}$$

Soit la permittivité diélectrique relative complexe :

$$\epsilon_r^* = \epsilon_{r1} - j \epsilon_{r2} \quad \text{I.5}$$

Où :

ϵ_{r1} est la permittivité diélectrique relative à température et fréquences données.

ϵ_{r2} est la permittivité diélectrique relative imaginaire (l'indice de pertes à température et fréquences données).

B- Facteur de dissipation diélectrique $\text{tg } \delta$:

Si on applique un champ électrique alternatif (tension alternative) à un diélectrique parfait, la polarisation change de charge (sens) à chaque alternance. Le courant résultant se trouve ainsi en avance d'un quart de période sur la tension (déphasage idéal).

Dans le cas d'un diélectrique réel la polarisation change de sens avec le champ mais avec certain retard. Donc le courant électrique est déphasé d'un angle de δ par rapport au déphasage idéal. Ceci entraîne une dissipation d'énergie, c'est les pertes diélectriques [9] [23] [24] [25]

Donc, le facteur de dissipation diélectrique $\text{tg}\delta$, définit l'écart par rapport à l'idéal du déphasage courant-tension on écrit :

$$\text{tg}\delta = \epsilon_{r2} / \epsilon_{r1} \quad \text{I.6}$$

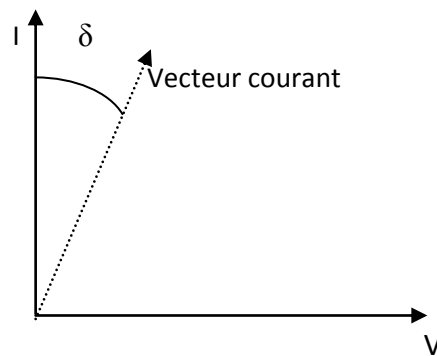


Figure I-6 : Construction de Fresnel montrant le déphasage courant-tension dans le cas d'un condensateur et définissant l'angle de perte. [18]

C- Les résistances et les résistivités d'un isolant solide :

Les diélectriques ont une très faible conductibilité. La conductibilité plus ou moins grande des matériaux se mesure par la résistance R (et la résistivité ρ), qu'elle oppose au passage du courant électrique. Il existe deux types de conductibilité possible :

- ❖ Une conductibilité électronique due à un déplacement d'électron dans une partie plus ou moins étendue de la substance.
- ❖ Une conductibilité ionique due à une migration d'ions de petite taille travers le réseau du matériau (exemple : de Na^+ dans le cas des verres ou des céramiques vitrifiées).

Les notions de résistance et de résistivité, qui sont généralement bien définies pour les conducteurs, peuvent être extrapolées aux matériaux isolants avec des spécificités. Pour ces derniers, on peut définir plusieurs type de résistance (résistivité) ; transversal (R_t , ρ_t), superficielle (R_s , ρ_s) et d'isolement (R_i , ρ_i). [14] [23] [25]

Définition :

- La résistivité (unité S.I. : $\Omega \cdot \text{m}$) est la caractéristique électrique d'une substance conductrice, numériquement égale à la résistance d'une substance de longueur et de section unités.

La résistivité ρ , intrinsèque au matériau, est liée à la résistance R du matériau par la relation :

$$R = \rho \cdot s/l \quad \text{I.7}$$

Où

R est résistance d'un fil cylindrique et homogène. La résistivité varie avec la température et le champ électrique.

- La résistance est le quotient de la tension U par l'intensité I :

$$R = U/I \quad \text{I.8}$$

Or, si P est la puissance électrique transformée en chaleur,

$$P = UI \quad \text{I.9}$$

Donc R est aussi :

$$R = P/I^2 \quad \text{I.10}$$

Les céramiques peuvent être aussi bien isolantes que conductrices. [18][23]

I-9-2- Caractères et mécanisme du claquage d'un isolant solide :

Introduction :

Aucun isolant ne résiste à une tension illimitée, pour une certaine valeur, il se produit de façon brusque et irréversible un changement d'état qui se manifeste par la perte des propriétés isolantes du matériaux : c'est ce qu'on appelle « claquage du matériaux ».

Le claquage est donc une phase ultime résultant d'une chaîne de phénomènes compliqués qui peuvent durer des microsecondes (cas du claquage des gaz) ou des années (par exemple l'action des décharges partielles sur un isolant solide) [10].

Définition des décharges électriques :

C'est le passage du courant dans un diélectrique, lors du claquage. Dans une décharge, il existe au moins un chemin à haute conductivité reliant les électrodes.

Définition des décharges électriques partielles (DP) :

C'est les décharges qui ne relient pas directement les électrodes. Elles se produisent de façon localisée au sein même du diélectrique.

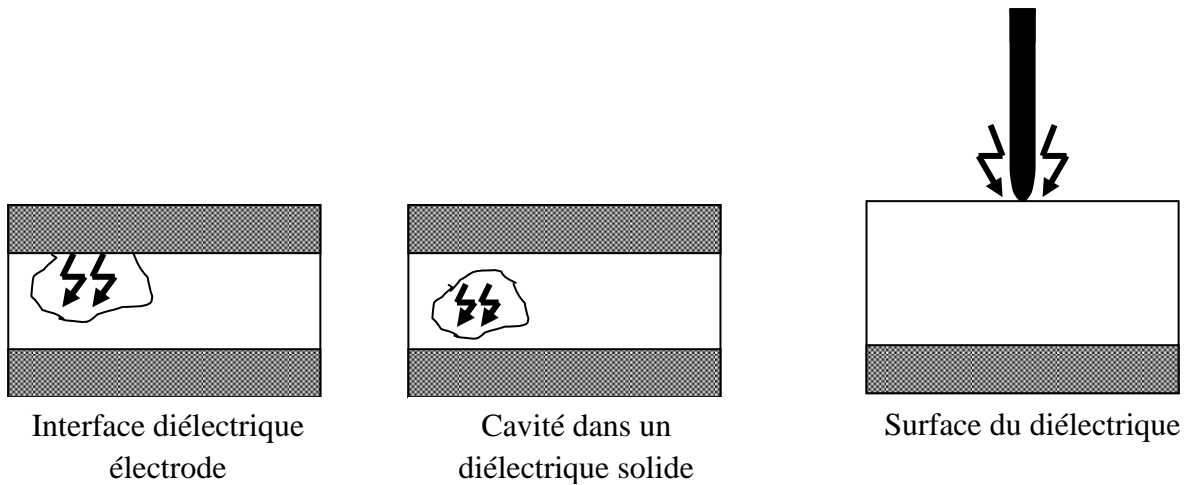


Figure I-7 : Exemples de lieux où peuvent se produire des décharges partielles [9].

1-9-2-1 Caractères du claquage :

1-9-2-1-1- Caractères généraux du claquage :

- ***Brusque :***

Le claquage est un phénomène qui apparaît brusquement. Le temps de formation est souvent inférieur à la microscopie.

- ***Irréversible :***

Le claquage possède un caractère irréversible ; l'état conducteur persiste après la suppression complète de la tension appliquée.

- ***Non reproductible :***

Des mesures faites dans des conditions aussi semblables que possible donnent des valeurs de tension de claquage assez dispersée (aspect statistique du claquage).

- ***Localisé :***

Le claquage est un phénomène localisé qui n'affecte qu'une partie de l'isolation (isolant) la partie saine conserve ses propriétés isolantes.

I-9-2-2-Facteurs physiques :

Le claquage dépend aussi d'une foule de facteurs comme la température, la forme de la tension et de son temps d'application, la conductivité thermique, état du matériau (pure ou non), la géométrie des électrodes. A ceci, il faut ajouter d'autres phénomènes liés à des défauts apparaissant dans le volume ou à la surface du matériau [10].

I-9-2-3-Aspect statistique du claquage :

Les expériences en laboratoire et les défauts survenant dans les appareils électriques en exploitation montrent que le phénomène de claquage possède un aspect statistique très prononcé. L'analyse de cet aspect a surtout été faite à l'aide du modèle de Weibull qui s'est avéré le plus adapté à l'étude du claquage des isolants [10].

Si un matériau est soumis à une contrainte E (champ électrique ou tension) la probabilité de son claquage à bout d'un temps t et selon la théorie de Weibull est donnée par :

$$F(E, t) = 1 - \exp(-c.t^a . E^b) \quad \text{I.11}$$

F : la distribution de weibull.

$$\frac{1}{c} = E^b t^a \quad \text{I.12}$$

a, b, c : constantes

I-9-2-4 Différents mécanismes de claquage :

Les mécanismes responsables des claquages permettent de classer ces derniers en deux catégories :

- ✓ Les claquages intrinsèques.
- ✓ Les claquages thermiques.

a) Claquage intrinsèque :

Le claquage intrinsèque d'un matériau est lié à des phénomènes électriques, thermiques ou mécaniques. Il est toujours extrêmement difficile à atteindre, et ne présente généralement qu'un intérêt théorique.

b) Claquage thermique :

Lorsque l'on applique un champ électrique un matériau isolant, on sait qu'un courant (généralement très faible) circule entre les électrodes.

En champ continu, ce courant est lié à la conduction tandis qu'en champ alternatif, se superpose à ce courant de conduction, un courant de pertes diélectriques.

La circulation de ces courants dans le matériau à pour conséquence un transfert d'énergie qui chauffe le matériau. Cet échauffement doit être compensé par les pertes thermiques par conduction dans le matériau pour l'équilibre soit conservé.

L'équilibre entre la dissipation thermique et l'énergie prise a champ est décrit par l'équation différentielle suivant :

$$\sigma E^2 = C_v \rho \frac{dT}{dt} - \text{DIV}[\lambda \text{grad}T] \quad \text{I.13}$$

Avec :

C_v : capacité thermique massique à volume constant ;

P : masse volumique ;

T : température ;

σ : Conductivité électrique ;

E : Champ électrique.

λ : conductivité thermique ;

t : temps.

Où :

$\sigma \cdot E^2$: la chaleur produite par l'effet joule.

$C_v \cdot \rho \cdot dT/dt$: la chaleur stockée dans le matériau.

La figure I.8 représente les solutions de cette équation pour différentes valeurs du champ appliqué E .

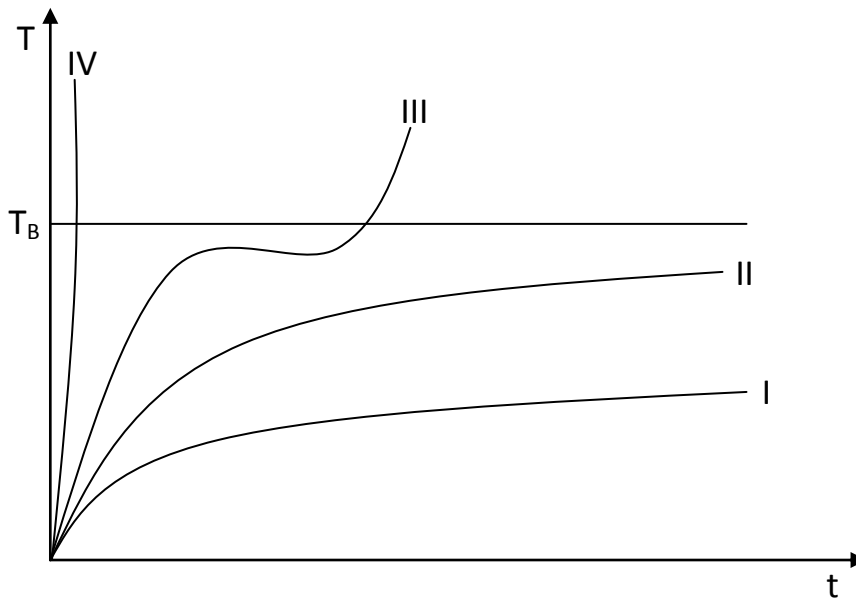


Figure I-8 : Représentation des conditions de stabilité et d'instabilité pour le claquage thermique.

T_B : température à laquelle le claquage se produit après un temps fini.

I : pas de claquage.

II : claquage thermique pour $t \longrightarrow \text{infini}$

III : claquage thermique dans un temps fini.

IV : claquage thermique en impulsion (champ alternatif).

Il à noter que ce type de claque est souvent rencontré à haute température, en particulier sur les céramiques [10] [9] [23] [24].

I-9-3 Propriétés thermiques :

I-9-3-1 Réfractarité :

On peut placer sous ce terme très général la notion de température à laquelle on peut porter la céramique ou la porcelaine sans faire évoluer leurs autres propriétés. Il est impossible de donner des ordres de grandeur, même d'un point de vue général en se basant uniquement sur des notions telle que la température de fusion des matériaux, en présence de nombreux autres facteurs qui rentrent en considération, citons, comme exemple l'équilibre de phases en présence, la semi conductivité, la microstructure, etc. dont dépendent étroitement les caractéristiques de la porcelaine, et qui peuvent être modifiées par des phénomènes de diffusion, intervenant à des températures éventuellement inférieures de plusieurs centaines de degrés à celles des matériaux céramiques courants.[18]

I-9-3-2 Coefficient de dilatation thermique :

Il s'agit également d'une notion très importante et qui doit être prise en compte lors de la définition des matériaux associés à la céramique en général et à la porcelaine en particulier.

Le phénomène de dilatation est exploité lors de la construction de fusibles qui consistent en un composant céramique sur lequel a été sérigraphié un conducteur, qui lors d'un échauffement excessif suite à un courant trop intense, se dilate moins que le substrat, se qui entraîne sa rupture.

Les coefficients de dilatation sont généralement faibles, ils peuvent avoir des valeurs comprises selon les matériaux entre $0,5 \times 10^{-6}$ et $10 \times 10^{-6} \text{ c}^{-1}$. [18]

I-9-3-3 Conductivité thermique :

Cette notion n'est guère utilisée que pour les matériaux appliqués à l'interconnexion : alumine, silice ou glucine, on citera pour exemple, la conductivité thermique de la glucine qui est exceptionnelle et du même ordre de grandeur que celle des métaux. Celle de l'alumine et de la silice est nettement inférieure. Cette notion est fondamentale car elle est directement reliée à la condition d'utilisation des systèmes électrotechniques. A la limite, on est amené à inclure des drains thermiques dans les systèmes d'interconnexion.

D'autres caractéristiques thermiques peuvent être ponctuellement importantes, telles que la capacité thermique, la diffusivité de la surface, etc. [18]

I-9-4- Propriétés mécaniques :

On appelle propriétés mécanique, les propriétés d'un matériau dont dépend sa déformation lorsqu'il est soumis à l'action de forces mécaniques, la traction, la flexion, etc.

I-9-4-1 Résistances mécaniques :

Les porcelaines ne présentent qu'une limite très faible ; leur résistance à la compression est de 352 M Pa. La résistance à la traction est généralement supérieure d'une puissance 10 à cette dernière valeur. Ces constantes mécaniques dépendent bien entendu de la nature du matériau et elles sont étroitement liées à la microstructure, à la nature exacte des joints de grains et à la géométrie. [26]

I-9-4-2 Caractéristiques principales, mécaniques et thermiques d'une porcelaine isolante :

Dans le tableau nous avons regroupés les principales caractéristiques d'une porcelaine isolante.

<i>Propriétés</i>	<i>Symbole</i>	<i>Valeur</i>
<i>Densité</i>	$w. m^{-1} k^{-1}$	2,4
<i>Conductivité thermique</i>	$10^{-6} °C$	3
<i>Dilatation thermique</i>	M Pa	6
<i>Résistance à la traction</i>	M Pa	48
<i>Résistance à la réflexion</i>	M Pa	83
<i>Résistance à la compression</i>	M Pa	352
<i>Résistance aux chocs thermique</i>		A. Bonne

Tableau I-3 : Principales caractéristiques mécaniques et thermiques d'une porcelaine isolante.

I-9-5- Méthodes physico-chimiques :**I-9-5-1 Observation microscopique :**

Les microstructures des échantillons, réalisés, sont déterminées par observation au microscope polarisant et au microscope électronique à balayage. L'examen au microscope polarisant permet la reconnaissance des différents minéraux qui composent la porcelaine et le mode d'agencement des

différents éléments contenus au sein de la matrice. Par conséquent, il est possible de distinguer les phases qui caractérisent ce matériau. [27][28]

I-9-5-2 Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

L'analyse par diffraction des rayons X ou la diffractométrie X permet de déterminer les distances inter atomiques et l'arrangement des atomes dans les réseaux cristallins. Comme les rayons X sont diffractés de façons distinctes, par les éléments du réseau, suivant la construction de ce dernier, l'irradiation de la matière par des rayons X permet de connaître sa nature cristallographique et de déterminer la composition minéralogique exacte du matériau.

La diffraction des rayons X est utilisée pour la détermination des phases minérales majeures et de phases mineures qui n'apparaissent souvent qu'à la suite de traitement physique (classification ou séparation magnétique). [27][28]

L'étude des structures cristallines est effectuée sur des échantillons monocristallins par contre pour la caractérisation des matériaux on utilise le plus souvent des échantillons poly cristallins ou de poudres.

De nombreuses applications ont ainsi été développées permettant par exemple d'identifier les formes cristallographiques ou de phases, de déterminer les contraintes internes et les textures ou encore de caractériser la surface d'un matériau. [29]

Du point de vue de la diffraction X, la présence de défauts structuraux au sein d'un cristal se traduit par l'élargissement général des pics et une diminution simultanée de leur intensité.

Loi de Bragg :

Si l'on calcule les directions dans lesquelles on a du signal, on s'aperçoit que l'on obtient une loi très simple : si l'on trace des plans imaginaires parallèles passant par les atomes, et si l'on appelle d la distance entre ces plans (ou « distance inter-réticulaire »), alors les interférences sont constructives si :

$$2.d.\sin(\theta) = n.\lambda \quad \text{I.14}$$

Où :

θ : est la moitié de la déviation ;

n : est un nombre entier appelé « ordre de diffraction » ;

λ : est la longueur d'onde des rayons X.

C'est la loi de Bragg [3].

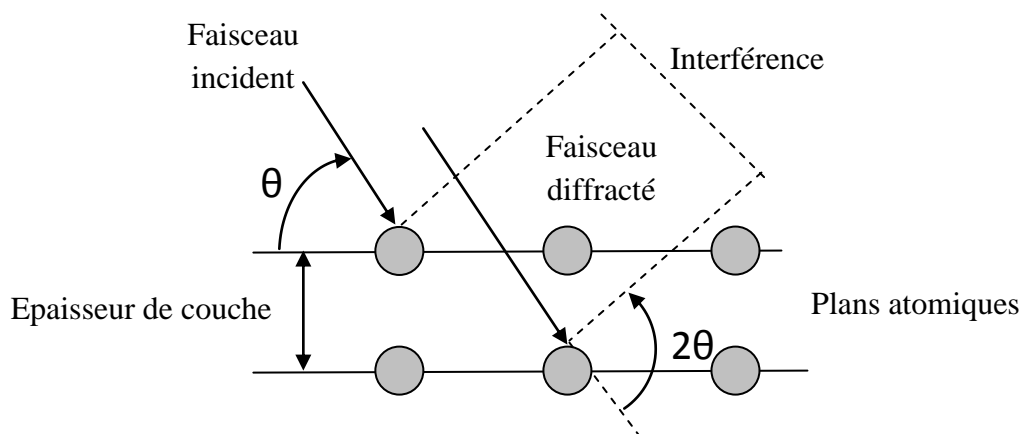


Figure I-9 : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences constructives.

Par la loi de Bragg, on peut donc associer chaque pic à un plan atomique imaginaire. On sait que ces plans peuvent être désignés par des indices de Miler (hkl). On peut donc de même associer ces indices (hkl). Aux pics de diffraction. On parle « d'indexation des pics » [30].

I-9-5-3 Méthodes chimiques :

I-9-5-3-1 Absorption de l'humidité : (norme EF EN-99)

L'absorption de l'humidité est l'augmentation de masse exprimée en pourcentage de la masse du matériau sec des échantillons qui, après détermination de la masse sèche, sont placés dans l'eau et pesés à nouveau, après avoir retiré l'excès d'eau, au bout d'une durée déterminée selon la norme.

I-9-5-3-2 Résistance aux bases fortes (KOH ou NaOH) : (norme EF EN-106)

Cet essai nous permet déduire, la résistance des échantillons de porcelaine non émaillés, vis-à-vis des bases fortes à température ambiante, en se basant sur le principe des normes européenne et française (EN-122 ; AFNOR) pour la détermination de la résistance chimique des échantillons.

I-9-5-3-3 Résistance aux acides forts (H_2SO_4) : (norme EN-106)

La norme européenne permet aussi de déterminer, la résistance en générale de la céramique et des échantillons aux acides forts et de les faire classer selon la norme, selon leur résistance aux acides forts, et aussi à la corrosion.[29]

I-9-6 Les méthodes d'analyse thermiques**Introduction :**

L'analyse thermique a pour objet la caractérisation des produits et matériaux par l'étude de leurs propriétés ou changement d'état en fonction de la température et du temps.

Les différentes techniques d'analyse thermiques sont : l'analyse thermique différentielle, la thermogravimétrie ainsi que la calorimétrie. Dans ce chapitre, nous allons étudier exclusivement le deux premières méthodes.

Historique :

L'analyse thermique différentielle ou non est basée sur l'étude de la chaleur dégagée ou absorbée par la matière quand elle subit des transformations physiques ou chimiques. Il fut étudié pour la première fois par Henri LECHATÉLIER en 1887 à l'aide d'un couple thermoélectrique placé à l'intérieur de la substance à analyser. Il enregistra des accélérations et des ralentissements de la vitesse d'échauffement par rapport à celle de four, qui décelaient des effets exo- ou endothermiques. Elle fut appliquée à l'étude des argiles par Wallash en 1913.

L'analyse thermique différentielle et thermogravimétrie permettent l'étude des comportements thermiques des matériaux et sont utilisés simultanément. Il convient de préciser que la méthode est destructive pour l'échantillon car un broyage fin du matériau, réalisé dans un mortier en agate, est indispensable.

L'analyse thermique différentielle (ADT) a été imaginée par ROBERTS-AUSTEN en 1899. La méthode consiste d'abord à mesurer la différence de température entre l'échantillon et le four, puis en 1921 sous sa forme actuelle. [31][32]

I-9-6-1 L'analyse thermique différentielle est basée sur la mesure de différence de température ΔT entre un échantillon et une référence lors d'un chauffage/refroidissement contrôlé ($Q(t) = \text{contrôlé}$). Le

corps de référence ne doit pas subir aucune modification thermique au cours de chauffage. Lorsque l'échantillon s'échauffe selon la même loi que le corps de référence, la courbe enregistrée est une parallèle à l'axe des température. En pratique, elle est toujours un peu inclinée par suite de la diffusibilité thermique entre les deux éprouvettes.

Tout phénomène thermique au sein de l'échantillon, fait naître une différence de température qui atteint son maximum en fin de réaction et s'annule plus ou moins lentement jusqu'à ce que l'équilibre de température soit de nouveau atteint.

On enregistre ainsi une inflexion endothermique ou un crochet exothermique qui peuvent permettre d'identification de la nature de matière.

La méthode d'analyse thermique différentielle permet d'étudier les transformations internes des échantillons ou les réactions de l'échantillon avec l'extérieur, le transfert de masse étant associé à une libération ou une absorption d'énergie. Elle s'applique à l'étude de polymérisation, le contrôle de la pureté, l'établissement des diagrammes de phases, l'étude des changements de structure ou d'état dans un solide et l'étude de la thermo-désorption.

I-9-6-2 L'analyse thermique bidifférentielle consiste à employer comme corps neutre de référence, non pas un corps inerte, mais une substance voisine de celle à analyser, dont on connaît déjà la courbe d'analyse thermique différentielle. Par exemple, on comparera diverses argiles à un kaolin. Cette méthode permet de déceler de faible différence dans la température de départ d'eaux pour des corps de nature assez voisine. Cette méthode est tout indiquée pour l'étude des modifications de structures subies par un matériau à la suite des traitements préliminaires. Les altérations sont mises en évidence par l'étude des courbes de matière brute opposée à la matière traitée.

L'analyse thermique accuse la décomposition des hydrates, des carbonates, le départ de l'eau de constitution, les transformations allotropiques. Il est conseillé d'enregistrer les courbes à l'échauffement et au refroidissement. Les accédants dus aux réactions chimiques ou aux transformations allotropiques n'apparaissent pas sur la courbe de refroidissement.

La condition fondamentale à réaliser pour une bonne analyse thermique différentielle ou bidifférentielle est évidemment un apport identique de calories à l'échantillon et à la matière de référence. Le facteur principal est leur situation à une place symétrique dans le four, et un degré moindre, la diffusibilité thermique des deux éprouvettes et la vitesse de chauffe. La capacité calorifique des creusets refermant les substances intervient également.

Les crochets endothermiques résultent de la somme algébrique des quantités de chaleur mises en jeu pendant le départ d'eau, de gaz carbonique et, d'une façon générale, de tout phénomène se faisant avec absorption de la chaleur. Ainsi, dans le cas d'un départ d'eau zéolithique, la structure cristalline du minéral n'est pas modifiée. Il n'y a pas destruction du réseau, le squelette aluminosilicique reste intact. Le départ de ce type d'eau se fait avec un fort effet endothermique qui n'est contraire par aucune réaction secondaire.

La présence des impuretés peut d'ailleurs dans certains cas favoriser le phénomène de cristallisation à basse température et venir perturber le crochet endothermique. La transformation du quartz à 573°C entre également en jeu pour modifier l'allure du crochet dans les minéraux perdant leur eau de constitution vers cette température. De même une oxydation du fer Fe^{+2} au moment de la déshydratation provoque une atténuation du crochet endothermique, la chaleur dégagée au cours de cette réaction compensant dans certaine mesure l'absorption de la chaleur due à la déshydratation.

C'est également le cas de la combustion des matières organiques.

Les crochets exothermiques traduisent dans le cas des silicates l'existence d'une cristallisation. Les impuretés ont tendance à abaisser la température des pics thermique, en particulier c'est au fer qu'il faut attribuer l'écrasement et l'amenuisement des phénomènes exothermiques. La formation de cristaux a leur en général à une température plus basse en atmosphère réductrice qu'en atmosphère oxydante, c'est ainsi que des argiles très riches en matières organiques accusent un crochet à plus basse température.[31] [32][33][34]

I-9-6-3 Quelques types des courbes d'analyse thermique :

Le kaolin ($2SiO_2.Al_2O_3.2H_2O$):

Les figures I-10, I-11 et I-12 montrent les courbes d'analyse thermique différentielle de kaolin de trois gisements différents. [35]

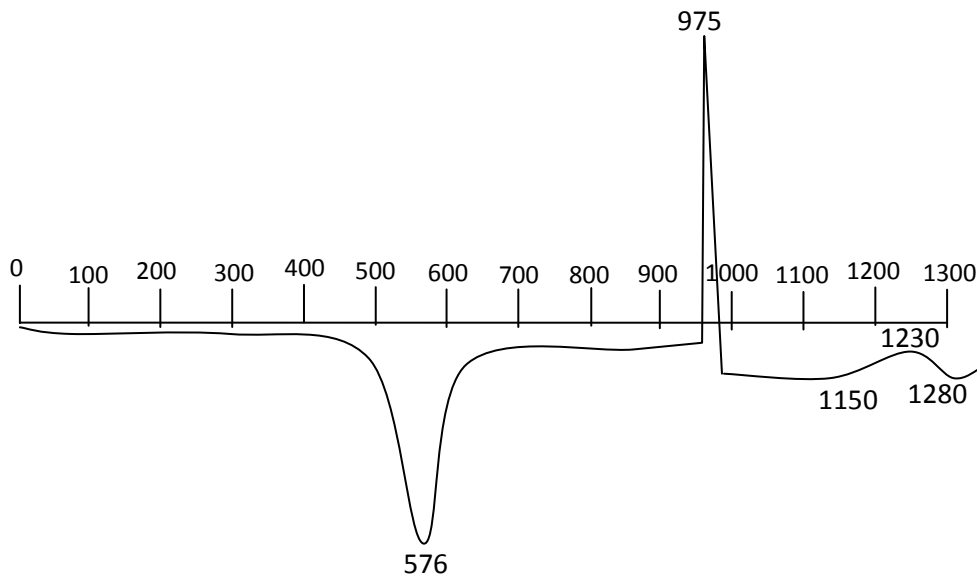


Figure I-10 : analyse thermique de
Kaolin du gisement 1

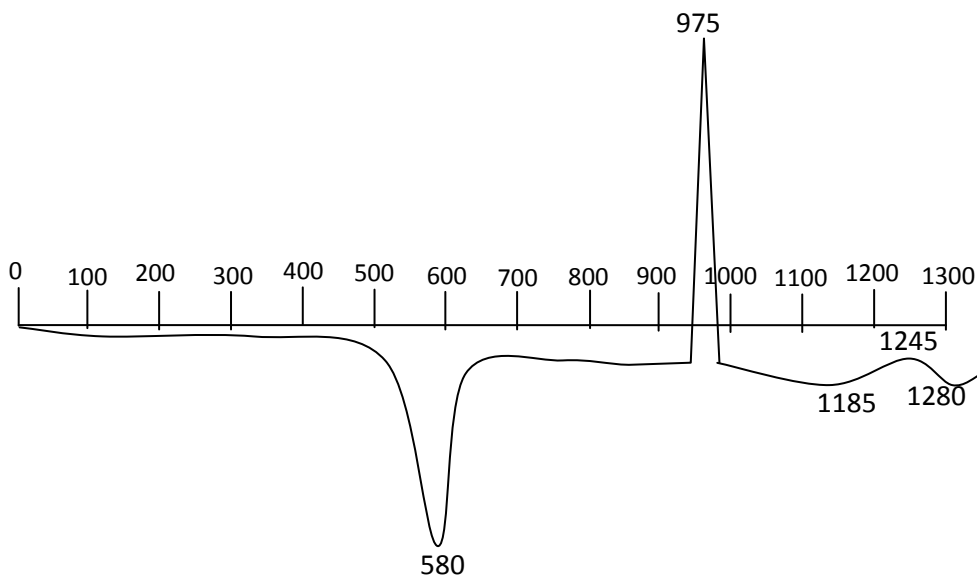


Figure I-11 : analyse thermique Kaolin du
gisement 2

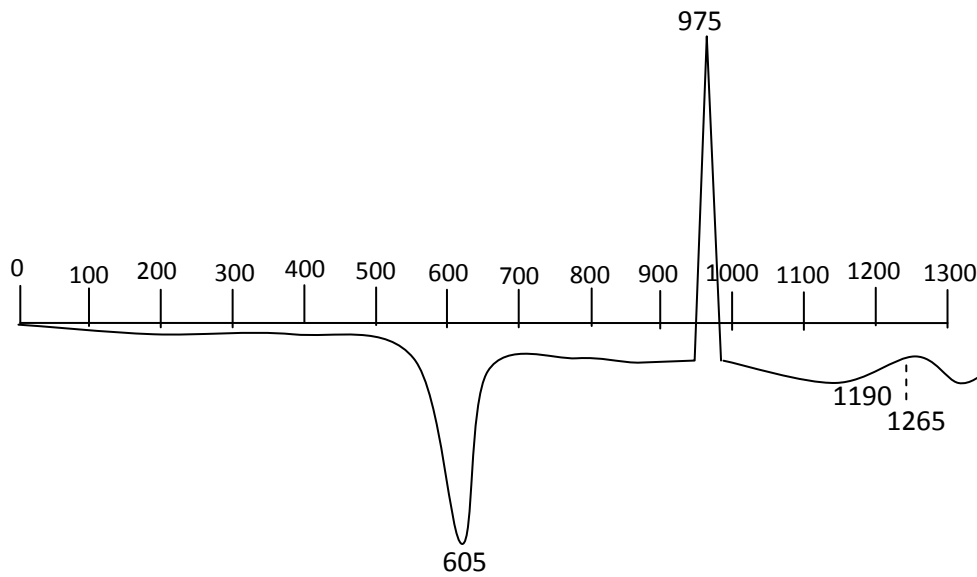


Figure I-12 : analyse thermique Kaolin du gisement 3

Ces courbes montrent que le départ de l'eau de constitution commençant à 430 °C en donnant lieu à un crochet endothermique avec un maximum vers 550-600 °C. À 975 °C on constate un effet exothermique brutal dont les causes sont encore imprécises. Certains auteurs l'attribuent à une cristallisation d'alumine γ suivie de la formation de la mullite. D'autres l'attribuent à la cristallisation de la mullite à partir du méta-kaolin. Vers 1215 °C, il y a formation d'une deuxième génération de mullite, accusée par un second crochet exothermique moins marqué que le premier, à partir des alumines γ et θ qui n'avaient pas réagi à température plus basse, car au-dessus de cette température, ces deux variétés d'alumines ne sont plus stables. Ce fait peut expliquer que les hauteurs réciproques des deux pics exothermiques à 975 °C et 1215 °C sont liées, le second étant d'autant moins prononcé que le premier est intense. [31] [35]

I-9-6-4 Les facteurs influençant l'analyse thermique différentielle :

L'expérience montre que l'aspect du pic est sensible à de nombreux facteurs. Le pic s'élargit et se manifeste à des températures plus basses avec moins d'intensité quand le minéral est moins cristallisé [33].

L'analyse thermique différentielle peut être aussi influencée par :

- **La vitesse de chauffe**

Les échantillons qui subissent un chauffage prolongé au-delà de 800 °C montrent une décroissance notable des crochets exothermiques pour devenir très faible après 24h à 900 °C. Nous pensons que l'élimination complète des OH relativement à basse température est la cause [34].

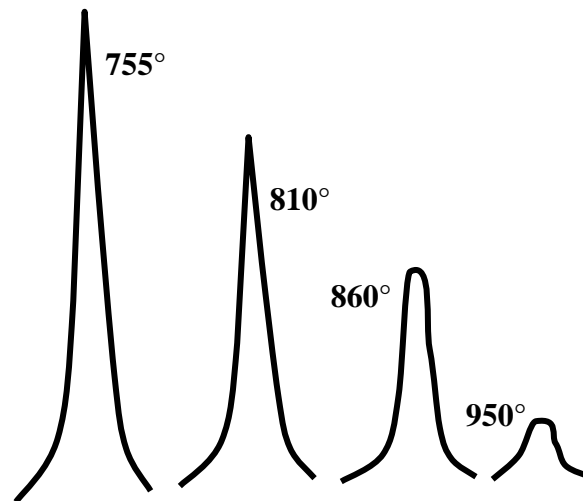


Figure I-13 : Influence d'une chauffe préalable de 24h à 570-810-860-950° sur l'amplitude du pic exothermique.

- **Le degré de broyage**

SPIEL a observé que l'amplitude des crochets exo- et endothermique de la kaolinite diminuait au fur et à mesure que la finesse des grains augmentait. GRANI [33] attribue ce phénomène à une augmentation des défauts cristallines avec la finesse des cristaux qui se traduit par des diminutions d'intensité des réactions thermiques. Les crochets endo- et exothermiques sont déplacés vers des températures plus basses. Le broyage à sec agit plus énergétiquement que le broyage à l'eau. Il y a perturbation de la structure réticulaire ordonnée. [51]

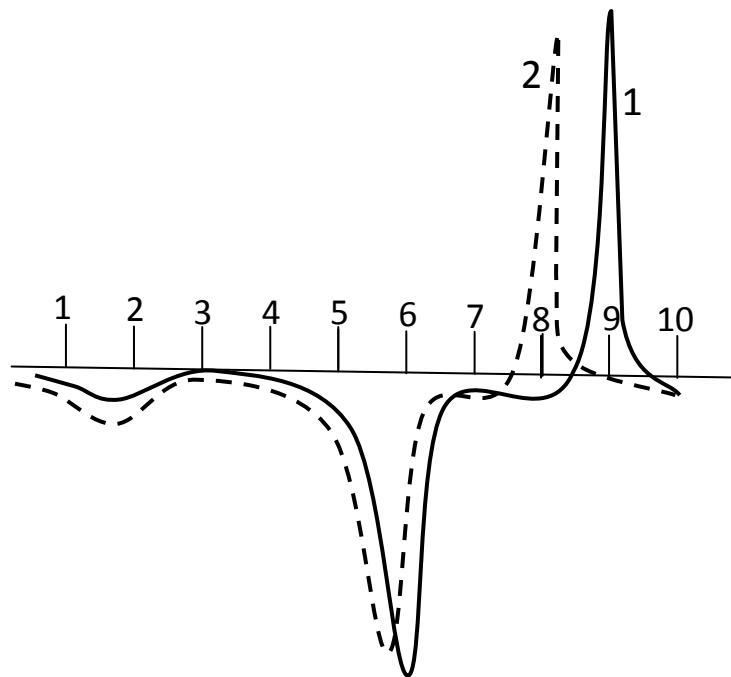


Figure I-14 : Influence du broyage

1 -kaolin naturel, 2-Kaolin broyé.

L'analyse thermique différentielle pratiquée au mélange de matières premières

L'ATD d'un mélange de minéraux (pâtes céramiques) donne des indications précieuses en renseignant sur leur comportement réciproque au cours d'une cuisson. [50]

Si l'on compare ces courbes à celles de chacun des minéraux constituants on peut en déduire que :

- 1- Chaque minérale se comporte dans le mélange comme s'il était seul, et l'on retrouve sur la courbe du mélange les accidents constatés sur les courbes des minéraux étudiés séparément. Il ne se fait aucune combinaison chimique. L'allure de la courbe permet alors de soupçonner, sinon de déceler, la nature des composant du mélange, et dans le cas d'un minéral, la présence d'impuretés.
- 2- Les substances en présence agissent d'abord comme si elles étaient seules, mais leur produit de décomposition ou les nouvelles variétés structurales qui ont pris naissance sous l'effet de la chaleur, réagissent entre eux pour donner de nouveaux composés. La réaction

se manifeste généralement par de nouveaux crochets caractéristiques et la disparition, l'étalement ou un décalage en température des crochets des courbes des minéraux constituants.

- 3- Aucun effet thermique du à une combinaison n'est décelable sur les courbes d'ATD du mélange, mais certains crochets relatifs aux composants sont rabotés, déplacés ou étalés. dans ces conditions, on peut penser à une combinaison sans effet thermique marqué. [33][36]

I-9-6-5 L'analyse thermique gravimétrique (ATG) :

La plupart des phénomènes physiques, chimiques ou physico-chimiques se caractérisent par des variations de masse des échantillons lorsqu'ils sont soumis à des conditions d'environnement diverses, tel que, par exemple, un changement de la température.

L'ATG détermine les pertes de masse que subit un échantillon au cours de son chauffage. Elle été utilisée pour la première fois par URBAIN et BOULENGER en 1912 et mise au point par GUICHARD.

On dispose de 3 variables, la masse m , le temps t et la température T . pour effectuer une analyse, de nombreux méthodes peuvent exister : soit en fonction du temps à température constante, soit en fonction d'une élévation linéaire de température. La dernière méthodes est la plus utilisée. [31][35]
[50]

CHAPITRE II

Présentation des matériaux

Chapitre II : présentation des matériaux**Introduction :**

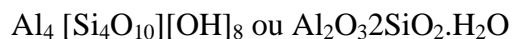
Il y'a des matériaux qui sont courants dans notre environnement, si naturellement inscrits dans notre quotidien que nous oublions parfois l'étendue de leurs rôles et de leurs capacités. Nous croyons bien les connaître et pourtant ils ont plusieurs richesses qui nous échappe, ils sont très simples aussi.

Par mis ces matériaux que nous avons choisis pour notre étude sont : le kaolin, le feldspath et le quartz. Tous ces matériaux sont abondant dans la nature, leur utilisation est très ancienne, elle s'est élargie au fil du temps.

Actuellement, nous pouvons dire que ces matériaux sont les mieux adaptés aux industries d'isolation, de céramiques, filtrations, pharmaceutique...etc. ils peuvent substituer plusieurs matériaux qui coûterait plus chères, donc diminuer le prix de revient. Cela en fait un excellent choix pour une étude finalisée.

II-1 Le kaolin :

Le kaolin est une argile blanche, tendre, pure, de plasticité variable mais généralement faible, et qui conserve sa couleur blanche à la cuisson. Cette roche, extraite de chine d'une colline du nom de Kao-ling (colline élevée) est la matière première de la porcelaine. Elle est de la formule générale :



II.1

II-1-1 Origine :

L'argile kaolinite se forme dans des milieux acides pauvres en cation. Dans les conditions naturelle, elle provient de la décomposition lente au cours des temps géologiques des roches ignées et métamorphiques, riches en aluminosilicates comme les feldspaths, micas, zéolites) : granite, gneiss, etc., sous l'action du gaz carbonique, des eaux thermales, et autres agents chimique.

Les masses accumulées d'argiles subissent des lessivages et des transports et se redéposent loin des lieux de leurs genèses, dans des bassins sans écoulement sous forme de couches de dépôts de vase, finement dispersées, pauvres en inclusions des minéraux étrangers. [37]

La kaolinite se forme aussi dans des conditions hydrothermales par l'altération des mêmes aluminosilicates pauvres d'alcalis, sous l'action des eaux acides (renfermant principalement du CO₂) ce processus aboutit à un pseudomorphose de la kaolinite en différents

minéraux avec la conservation des formes extérieurs par exemple (les pseudomorphose de la kaolinite en feldspath, muscovite, topaze, scapolite, leucite, andalouzites...etc.).

II-1-2 Composition chimique :

La composition chimique théorique du kaolin [38] est le tableau N°II-1 suivant :

Composition chimique	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	MnO	H ₂ O
Teneurs	46.5	39.5	-	-	-	-	-	-	14

Les teneurs des composants du kaolin peuvent varier d'une région d'extraction à une autre, (par exemple le kaolin de murfreesboro, arkanasas (USA) varie légèrement du kaolin de lewistone, montana(USA) ou celui de limoge en France), le kaolin que nous avons choisis pour notre étude est d'origine de Guelma (DD3).

Les teneurs de Fe₂O₃, CaO, MgO, Na₂O, TiO₂, MnO, K₂O sont en quantités négligeables ou traces. Certaines substitutions très faibles de l'aluminium et d'autres constituants ont été observées. Des travaux récents ont montré la présence du fer dans le réseau de la kaolinite par R.P.E [39].

Une substitution de l'aluminium par le chrome, le minérale chromifer a été en CALIFORNIE : la miloschite [40], et une autre présence du bore (3 à 4 mg/Kg) dans les kaolinites du Japon [41].

II-1-3 Caractéristiques structurales du kaolin :

Le sous groupe du kaolin appartient au groupe des phyllosilicates, il correspond à la catégorie des argiles dites réfractaires ; sa cristallisation se fait selon deux axes et non pas en réseau tridimensionnel, il en résulte une structure en feuillets. L'épaisseur du feuillet élémentaire de ce groupe de minéraux mesure 7°A.

Le kaolin est à couches dioctaédriques, on a $n = 2$, il est caractérisé par la parfaite ordonnance de ces couches, les feuillets se trouvant identiquement placés l'un par rapport à l'autre, ce qui lui confère un feuillet par maille avec un assemblage triclinique.

Kaolinite proprement dite [35]

$$A = 5.139^{\circ}\text{A} \quad b = 8.932^{\circ}\text{A} \quad c = 7.371^{\circ}\text{A}$$

$$\alpha = 91.60^{\circ} \quad \beta = 104.8^{\circ} \quad \gamma = 89.9^{\circ}$$

Le kaolin a une structure où les feuillets élémentaires de ce groupe sont constituées par l'association d'une couche octaédrique Al sous-jacente à une hexagonale de tétraèdre de silice. Des oxygènes occupent les sommets communs des polyèdres [42]. Les sommets des octaèdres qui ne sont pas reliés aux tétraèdres de silicium sont occupés par des hydroxyles, d'où la présence de six OH sur le plan inférieur de chaque feuillet et de deux OH sur le plan commun de

raccordement des polyèdres. Le feuillet comprend donc cinq plans dont la composition de haut en bas est respectivement O, Si, (O, OH) Al, OH ; c'est ce que montre la figure N°I-1 suivante :

La superposition des deux plans compacts (O, OH) et (OH) forme des cavités octaédriques où viennent loger les Al^{3+} , l'ensemble du feuillet perd ainsi la symétrie hexagonale pour devenir monoclinique.

Le kaolin se présente sous forme des masses argileuses plus au moins friables, écailleuses ou compacte, ou finement grenues, mais quelquefois, il peut se présenter en masses stalactiques. Les écailles et les lamelles isolées n'ont pas de couleur, mais les masses compactes sont blanches, quelquefois avec un reflet jaune, brunâtre, rougeâtre ou bleuté.

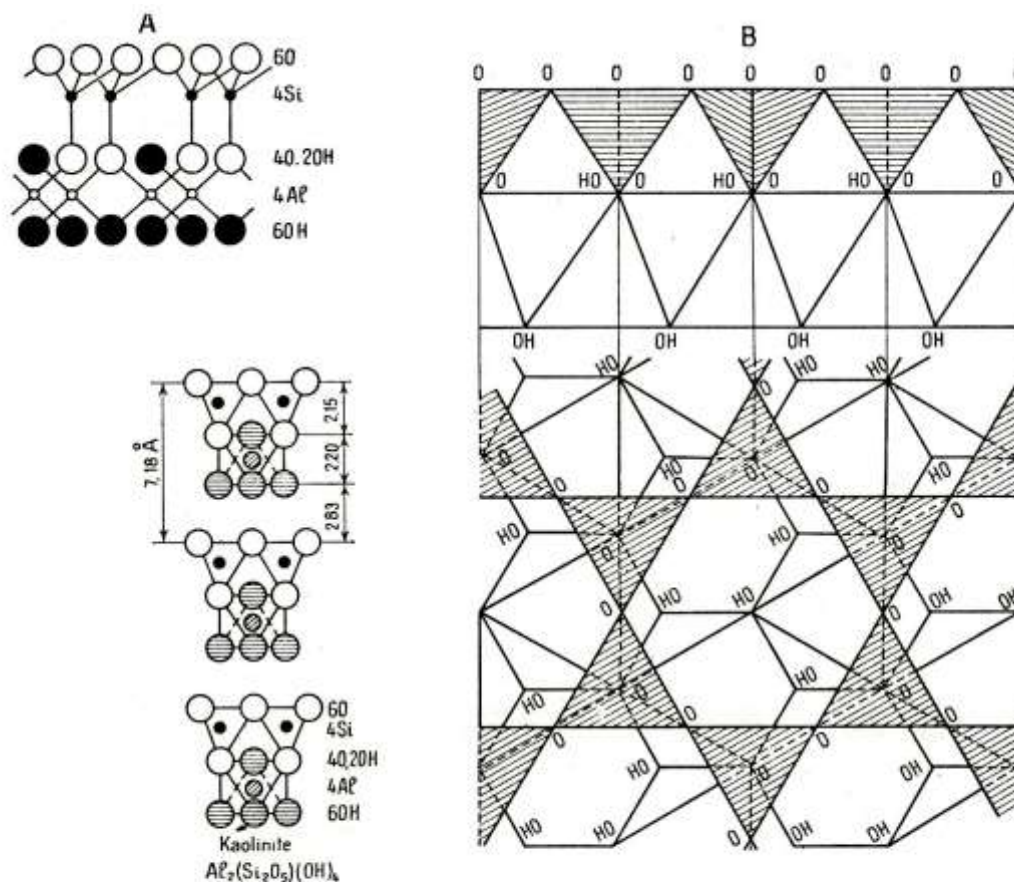


Figure II-1: Structure de la kaolinite

II-1-4 Propriétés optiques :

Les cristaux de la kaolinite peuvent être examinés au microscope optique, et cet examen permet la mesure des moyens grâce à la méthode d'immersion. Les valeurs des indices moyens de la kaolinite donnés ci-dessous montrent que le minéral a une biréfringence faible, ce qui le distingue des micas.

Kaolinite	ng	nm	np
	1.57	1.569	1.563
	à	à	à
	1.56	1.559	1.553

Au microscope électronique, le kaolin se présente sous forme de tablettes hexagonale, mais on peut distinguer certaines déformations qui ne sont que des élongations qui altèrent plus au moins les cristaux. Les dimensions des cristaux de la kaolinite sont de l'ordre d'un micron.

II-1-5 Propriétés physico-chimiques :

De grains grossiers et beaucoup moins plastiques que la plupart des argiles sédimentaires, les kaolins purs sont très réfractaires et leur point de fusion dépasse 1800 °C. Employés seuls, ils sont d'une utilisation difficile à cause de leur faible plasticité et de leur point de fusion élevé. Par conséquent, l'ajout d'autres matériaux au kaolin permet de le rendre plus plastique et d'abaisser son point de fusion afin d'obtenir des pièces vitrifiées. Ces kaolins ainsi modifiés sont alors appelés porcelaines.

Ils sont aussi utilisés comme pigments. Mais, ils donnent une couleur peu prononcée. Ils sont parfois utilisés en peinture décorative, comme sur les masques Okuyi

II-1-6 Propriétés thermiques :

- la courbe thermique différentielle du kaolin présente un phénomène endothermique très accentué aux températures moyennes de 500 à 600°C et un phénomène exothermique à 950°C indiqué par un crochet aigu.
- La courbe thermopondérale du kaolin présente deux pertes de poids. La première perte se passe à basse température et correspond au départ de l'eau hygroscopique, elle varie suivant la finesse des grains et le degré d'altération de l'échantillon. La deuxième perte montre la décomposition de la couche octaédrique, elle se manifeste dès la température 425°C, elle est relativement constante et correspond théoriquement à une perte de 13.7% d'eau ramenée au produit séché à 250°C.

II-1-7 Autres propriétés :

- Dureté 2 à 2.5
- Densité 2.4 à 2.6
- Température de fusion varie entre 1730 à 1785°C.
- Capacité d'échange de base : la capacité d'échange de cations est très faible 20 méq pour 100 g qui correspond aux effets des bords de feuillets.[43]

Note : l'équivalent (éq) pour un ion donné est le rapport de la masse molaire de cet ion au nombre de liaisons chimiques qu'il engage avec d'autres atomes ou ions dans une combinaison.

Exemple : 1 eq = 1g de H⁺
 1 eq = 20g de Ca²⁺
 1 eq = 23g de Na⁺

- le kaolin est peu attaqué par les acides comme HCl et HNO₃, mais il se décompose facilement à chaud dans H₂SO₄, il est attaqué par l'acide fluorhydrique, quand il est calciné à 500°C, il se dissout entièrement dans HCl.

II-1-8 Les domaines d'utilisations :

Le kaolin est utilisé dans un grand nombre d'industrie, il peut être utilisé soit à l'état brut sans enrichissement préalable, soit après décantation dans des installations spéciales.

L'industrie principale et la plus ancienne qui consomme le plus de kaolin est l'industrie de céramique, elle utilise le kaolin épuré des oxydes de fer pour la fabrication des porcelaines et faïences à cause de ses très bonnes qualités plastique, son aptitude à donner avec l'eau des suspensions, et après cuisson, il forme une matière dure et solide qui n'absorbe pas l'eau et reste stable aux basses et hautes températures. Le kaolin à point de fusion élevé (1580°C), renfermant des hydrates d'aluminium libre, est utilisé en sidérurgie sous forme de briques de chamotte, bouchons, tubes, entonnoirs, etc. les argiles kaoliniques de qualités inférieures sont utilisées en poterie, pour en faire des tuiles, des briques, etc.

L'industrie de bâtiment utilise les argiles kaoliniques comme matière perméable : couches protectrices des sous-sols, réservoirs d'eau, briqueterie, ciment, etc.

En papeterie, le kaolin est utilisé comme matière de remplissage, pour rendre la surface du papier plus lisse, ou le papier plus épais. La teneur de kaolin dans le papier peut atteindre 40%.

Le kaolin est utilisé également dans la fabrication des toiles cirées, linoléum, peintures à l'huile de lin, crayons, couleurs, le bleu d'outremer (il est mélangé à l'alumine, la soude, le soufre et à des matières organiques).

Il joue un rôle très important comme « solution argileuse » des argiles finement dispersées lors des forages de prospection du pétrole, du sel et d'autres minéraux non consistant : on l'utilise pour le colmatage de petites fissures latérales des roches par un simple remplissage ; ces argiles empêchent l'effondrement des parois de forage ; mêlées au liquide de forage dont elles augmentent le poids spécifique, facilitera des débris de minerais broyés. [44]

De grains grossiers et beaucoup moins plastiques que la plupart des argiles sédimentaires, les kaolins purs sont très réfractaires et leur point de fusion dépasse 1800 °C. Employés seuls, ils sont d'une utilisation difficile à cause de leur faible plasticité et de leur point de fusion élevé. Par conséquent, l'ajout d'autres matériaux au kaolin permet de le rendre plus plastique et d'abaisser son point de fusion afin d'obtenir des pièces vitrifiées.

II-2 Le Feldspath :

Les feldspaths forment un ensemble de minéraux majeurs entrant dans la composition des roches magmatiques et de certaines roches métamorphiques. Ils sont formés de silice et d'alumine combinées en proportion variable avec du potassium (K), du sodium (Na) et du calcium (Ca). Il est de la formule générale $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ou $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$. [45]

Les principales espèces minérales sont :

- les feldspaths potassiques : orthose et microcline ($KAl Si_3 O_8$)
- les feldspaths sodi-potassiques : anorthose ($KAl Si_3 O_8 - Na Al Si_3 O_8$)
- les plagioclases ou feldspaths sodi-calciques.

Les feldspaths potassiques se trouvent dans de nombreuses roches magmatiques grenues (granites, pegmatites) ou métamorphiques (gneiss).

La Sanidine se trouve dans des roches effusives acides à haute température.

Les feldspaths sodi-potassiques (anorthose) sont fréquemment associés à la sanidine.

Les plagioclases sont des minéraux essentiels de nombreuses roches magmatiques, des laves et des roches métamorphiques. . [46]

Tous les feldspaths s'érodent facilement pour former une sorte d'argile connue sous le nom de kaolin. [47]

II-2-1 Origine :

Les feldspaths sont très répandus dans l'écorce terrestre mais seuls les feldspaths alcalins sont recherchés dans l'industrie. Pour qu'ils soient utilisables, les feldspaths doivent être sous la forme de très gros cristaux et contenir très peu d'impuretés nocives (minéraux ferrifères, biotite).

Les roches susceptibles de constituer une source de feldspath pour l'industrie sont les pegmatites et les aplites (leuco-granites à grains fins) et les rhyolites qui peuvent se présenter sous forme de massifs, de lentilles ou de filons le plus souvent associés aux grands massifs granitiques communs à biotite.

II-2-3 compositions chimiques :**Tableau N°II-2 :** La composition chimique théorique du feldspath [35] :

Composition chimique	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	H ₂ O
Orthose	64,7	18,3	-	-	-	-	16,9	-	-
Albite	68,7	19,4	-	-	-	11,8	-	-	-
Anorthite	43,2	36,7	-	20,1	-	-	-	-	-

Les teneurs des composants du feldspath peuvent varier d'une région d'extraction à une autre.

Les teneurs de Fe₂O₃, MgO, MnO, sont en quantités négligeables ou traces.

La composition chimique de ces feldspaths permet leur utilisation dans l'émaillerie, l'électro-porcelainerie, la procelainerie, la céramique et les grès sanitaires. [46]

II-2-4 Les caractéristiques des feldspaths :

Important groupe de minéraux composé d'aluminosilicates de potassium, de sodium, de calcium, ou occasionnellement de baryum. Les feldspaths sont les minéraux les plus abondants et comptent pour presque la moitié du volume de l'écorce terrestre. Bien que les minéraux de feldspath forment des cristaux monocliniques ou tricliniques, ils se ressemblent néanmoins par leur structure, leur façon de former des macles, leurs surfaces de clivage inclinées l'une par rapport à l'autre à un angle de presque 90°. [47]

II-2-5 Caractéristiques structurales des feldspaths :

Les feldspaths sont constitués à partir d'anneaux de quatre groupes tétraédriques dont trois sont des tétraèdres de silicium et le quatrième un tétraèdre d'aluminium dans le feldspath orthose $6\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{K}_2\text{O}$ et le feldspath albite $6\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{Na}_2\text{O}$; et de deux tétraèdres de silicium pour deux tétraèdres de d'aluminium dans le feldspath anorthite $2\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{CaO}$. Ces anneaux sont formés de telle sorte que les quatre tétraèdres aient une de leurs faces dans un même plan et un sommet alternativement de part et d'autre de ce plan. Les anneaux sont reliés en files droites par mise en commun d'un oxygène appartenant à deux tétraèdres pointant du même coté. Deux files alors liées entre elles par l'intermédiaire d'une troisième à cheval sur les deux premières, mais dont les anneaux ont subi une rotation de 90° par rapport à ceux qu'ils relient. De plus, selon la règle de LOEWENSTEIN deux tétraèdres d'aluminium ne peuvent pas être liés directement par un oxygène. Il en résulte l'alternance des Si et des Al dans l'anorthite qui est ainsi le feldspath le plus alumineux qui puisse exister. [35]

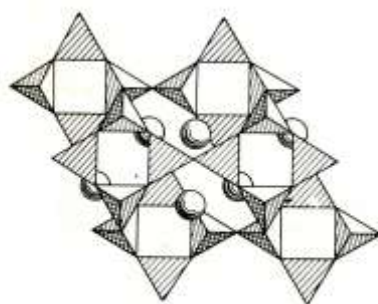


Figure II-2 : Structure d'un feldspath.

II-2-6 Autres propriétés :

nom	composition	densité	dureté	T° de fusion(C°)	Angle d'extinction
albite	$6\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{Na}_2\text{O}$	2,62	6	1118	$4^\circ 30'$
anorthite	$2\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{CaO}$	2,76	6	1550	$- 37^\circ$
orthose	$6\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{K}_2\text{O}$	2,56	6	1530	-

Tableau II-3 : Autres propriétés de feldspath [35]

Ils ont un éclat vitreux et leur couleur varie du blanc ou incolore, à des teintes variées de rose, jaune, vert, et rouge. Ils apparaissent en cristaux simples ou en masses, et forment un constituant important de nombreuses roches effusives et métamorphiques, comme le granite, le gneiss, le basalte et d'autres roches cristallines. [47]

Les feldspaths blancs ont une teneur en Fe_2O_3 inférieure à 1%, alors que dans les feldspaths roses, cette teneur est égale ou supérieure à 1 %. [47]

II-2-7 Les domaines d'utilisations :

Les feldspaths alcalins sont utilisés principalement dans les industries du verre et de la céramique.

Dans l'industrie céramique

Les feldspaths ont un rôle de fondant et entrent dans les pâtes céramiques à raison de 0 à 10 % pour les faïences, 5 à 25 % dans les grès communs et sanitaires, 20 à 40 % dans les grès fins, les vitrions et les porcelaines dures.

La présence d'alcalins abaisse la zone de température de frittage et de la fusion (1200 - 1250°C).

La chaux apporte une fusibilité plus franche tandis que la potasse étale la frange de température de fusion.

Feldspath	Composition chimique %	Utilisation
Feldspath sodique	Na_2O (8 - 10)	Fondant en verrerie (influence de Fe_2O_3 sur la coloration) et en céramique
	K_2O (8 - 9) Na_2O (2 - 3)	Emaillerie, électro-porcelainerie (isolateurs électriques ordinaires)
Feldspath potassique	K_2O (10 - 12) Na_2O (< 2)	Porcelainerie, céramique, isolations électriques spéciaux
	K_2O (8 - 9) Na_2O (2 - 3)	Grès sanitaire
Feldspath sodi-potassique	K_2O (4 - 5) Na_2O (4 - 5) Al_2O_3 (15 -20)	Verrerie et céramique

Tableau II-4 : Nature des feldspaths et principales utilisations

Le coût de la matière première et de son transport peut influencer sur le choix de l'un ou l'autre des matériaux. La teneur élevée des oxydes ferriques constitue l'obstacle majeur à l'utilisation industrielle de certains feldspaths. [47]

II-3 LA SILICE :

Quartz, minéral composé de dioxyde de silicium, ou silice, de formule SiO_2 . Répandu dans le monde entier, le quartz est un constituant de nombreuses roches, et sous la forme de sédiments purs, il est le constituant essentiel des roches magmatiques comme le granite, la rhyolite et la pegmatite, qui contiennent une surabondance de silice. Dans les roches métamorphiques, il est un constituant majeur des différentes formes de gneiss et de schiste. Le quartzite, roche métamorphique, est composé de quartz en majeure partie. Le quartz forme des veines et des nodules dans la roche sédimentaire, principalement dans le calcaire. Le grès, roche sédimentaire, est essentiellement composé de quartz.

De nombreuses veines de quartz fixées dans les fissures de roches forment la matrice de divers minéraux précieux. Les métaux précieux, tels que l'or, existent en quantité suffisante dans les veines de quartz pour garantir l'extraction du quartz afin de récupérer le précieux minéral. Le quartz est également le principal constituant du sable [47]

La silice ou dioxyde de silicium est essentiellement présente dans la nature sous forme de quartz ou de calcédoine. Elle est utilisée pour sa dureté (7 à l'échelle de Mohs), son inertie chimique, ses propriétés optiques ou piézo-électriques, mais surtout pour ses propriétés vitrifiant.

Les roches silicieuses susceptibles d'être une ressource valorisable se rencontrent :

- soit dans les gîtes primaires (filons) où la silice a été mise en place à partir de solutions hydrothermales ;
- soit dans les gîtes détritiques sous forme de roches meubles (sable) ou massives (quartzites, grès).

Le cortège des minéraux accompagnants le quartz dans le sable est en général :

- des minéraux à teneur élevée en Al_2O_3 et K_2O (feldspaths, minéraux argileux, des micas) ;
- des minéraux à teneur élevée en Fe_2O_3 et TiO_2 (micas, glauconie, minéraux lourds ($d > 2,87$) comme le zircon (Zr), le rutil TiO_2), la chromite et les oxydes de fer (magnétite, goethite) selon la nature de la roche mère. [46]

II-3-1 Origine :

Actuellement, le quartz naturel, qui se trouve partout dans le monde (les principaux gisements se trouvent au Brésil) n'est plus guère exploité que pour servir de germe dans le processus de fabrication de quartz synthétique, cette synthèse étant industrialisée depuis la fin de la Seconde Guerre mondiale.

Dans le nord ouest du Québec le quartz est un des principaux indices de la présence de l'or dans sa masse. Sa couleur se présente surtout sous un blanc laiteux ou gris pale.

II-3-2 Les caractéristiques du quartz :

Classe cristalline ou groupe d'espace	Trigonale-trapézoédrique $P 3_121$ ou $P 3_221$ suivant le sens de l'enroulement des hélices de tétraèdres SiO_4
Système cristallin	Trigonal
Réseau de Bravais	Hexagonal
Clivage	Aucun
Habitus	prisme hexagonal terminé par deux rhomboèdres (quartz α) ou par une bipyramide hexagonale (quartz β)
Jumelage	Oui
Fracture	conchoïdale
Échelle de Mohs	7
Éclat	vitreux, blanc

Tableau II-5 : Différents caractéristiques du quartz

▪ **Propriétés optiques :**

Indice de réfraction	$n_o=1,5442$ $n_e = 1,5533$
Biréfringence	$\Delta = 0,0091$; biaxe positif
Dispersion	$2v_z \sim 0-10^\circ$
Polychroïsme	Faible
Trait	Blanc
Transparence	transparent à opaque

Tableau II-6 : Propriétés optiques du quartz

▪ **Propriétés physico-chimiques :**

Densité	2,65 constante
Température de fusion	1650 (± 75) °C
Fusibilité	Ne fond pas mais crépite point: 2230 °C
Solubilité	Soluble dans HF

Tableau II-7 : Autres Propriétés du quartz

▪ **Caractères distinctifs :**

Comportement chimique	Très stable, sauf dans l'acide fluorhydrique ou la soude très concentrée
Coefficient de couplage électromécanique	$k=8,5\%$
Magnétisme	Aucun
Radioactivité	Aucune

Tableau II-8: Caractères distinctifs du quartz

II-3-3 Caractéristiques structurales du quartz:

Le quartz cristallise dans le système rhomboédrique. La taille des cristaux varie entre les spécimens pesant une tonne et les minuscules particules qui étincellent à la surface des roches. Le quartz se trouve également dans des formes massives contenant des particules de taille variable, de texture grossière et de texture cryptocristalline (grains invisibles à l'œil nu mais visibles au microscope). Ce minéral a une dureté de 7 et une densité relative de 2,65. Certains spécimens ont un aspect vitreux, d'autre un aspect laiteux (luisant). Certaines variétés sont transparentes, d'autres sont translucides. Lorsqu'il est pur, le quartz est incolore, mais il est souvent coloré par des impuretés.

Le quartz a une propriété appelée effet piézo-électrique, il délivre en effet un courant électrique lorsqu'il est soumis à une pression dans certains sens des cristaux. Grâce à cette propriété, les cristaux de quartz sont utilisés dans d'importantes applications inhérentes à l'industrie de l'électronique pour le contrôle de la fréquence des ondes radio. Le quartz possède également la propriété optique de faire osciller la lumière polarisée et sert à la polarisation des microscopes.

Les cristaux de quartz subissent des transformations de leur structure lorsqu'ils sont chauffés. Le quartz ordinaire ou bas, chauffé à une température de 573 °C, est converti en quartz haut, dont la structure cristalline et les propriétés physiques sont différentes. Cependant, lorsqu'il est refroidi, le quartz haut retourne à l'état de quartz bas. Entre 870° et 1 470 °C, le quartz existe sous une forme appelée tridymite, et au-dessus de 1 470 °C, la forme stable est connue sous le nom de cristobalite. À environ 1 710 °C, le quartz fond.

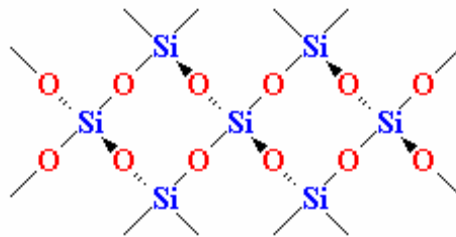


Figure II-3 : Forme cristalline de la silice [48]

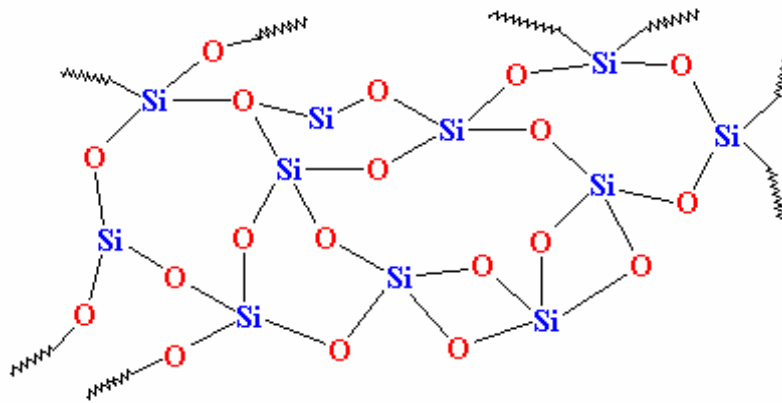


Figure II-4 : Forme amorphe de la silice [48]

II-3-4 Utilisations et spécifications industrielles :

Dans l'industrie, la silice est destinée à quatre (4) secteurs principaux : la verrerie, la fonderie, le bâtiment et l'électro-métallurgie.

D'une manière générale, trois (3) ensembles de paramètres sont à prendre en compte pour définir la qualité de la silice :

- sa granularité qui se définit par la courbe ou l'histogramme granulométrique et par l'indice de finesse
- sa composition chimique (teneur en silice et en autres éléments) qui reflète sa minéralogie
- la régularité de ces caractéristiques physico-chimiques.

Les différentes formes de calcédoine et les nombreuses variétés cristallines de quartz sont utilisées comme gemmes et autres matériaux d'ornement. Le cristal de roche pur est utilisé dans les équipements optiques et électroniques. Sous forme de sable, le quartz est très utilisé dans la fabrication de verre et de briques siliceuses, ainsi que pour le ciment et le mortier. Le quartz de terre est utilisé comme abrasif pour la taille de pierres, le décapage au jet de sable et la taille de verre. Le quartz en poudre est utilisé dans la fabrication de porcelaine, de savons dégraissants, de papier de verre et de farine de bois. De grands volumes de quartz sont utilisés comme fondants pour les opérations de fonte. La majeure partie du cristal de quartz de qualité supérieure, qui constitue une matière première essentielle de l'industrie de l'électronique, est importée du Brésil, le seul pays disposant d'importants gisements de ce minéral en quantités industrielles. Les cristaux de quartz peuvent également être fabriqués synthétiquement.

II-4- Diagrammes de phases des matériaux :

Les diagrammes ternaires des systèmes donnant des solutions solides ont été traités en détail à propos des métaux et leurs alliages. Une description détaillée de toutes les formes de diagrammes que l'on peut rencontrer lors de l'étude des produits céramiques serait fastidieuse.

On représente quelques diagrammes ternaires :

a- Le système ternaire kaolin/feldspath/quartz :

Ce diagramme est d'un intérêt primordial pour l'étude de la céramique et en particulier pour celle des porcelaines, il comporte quatre domaines.

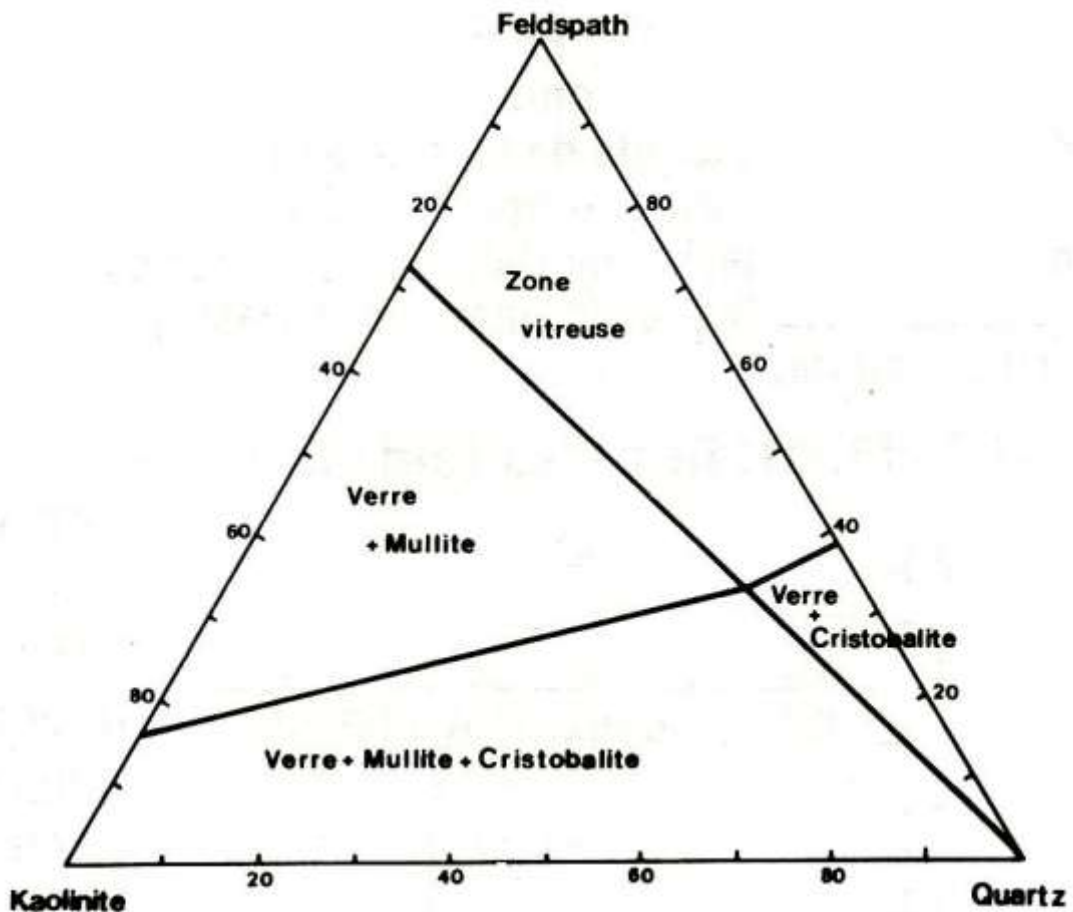


Figure II-5 : Répartition des phases dans le système Feldspath/ Kaolin/ Quartz.[35]

b- Le système ternaire $\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{CaO}$:

Le système ternaire $\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{CaO}$ a été étudié au début du siècle par Rankin et ses collaborateurs. Ils ont construit un premier diagramme dont l'établissement a demandé plus de sept mille mesures, et qui depuis cette époque a été, plusieurs fois, légèrement modifié. [49]

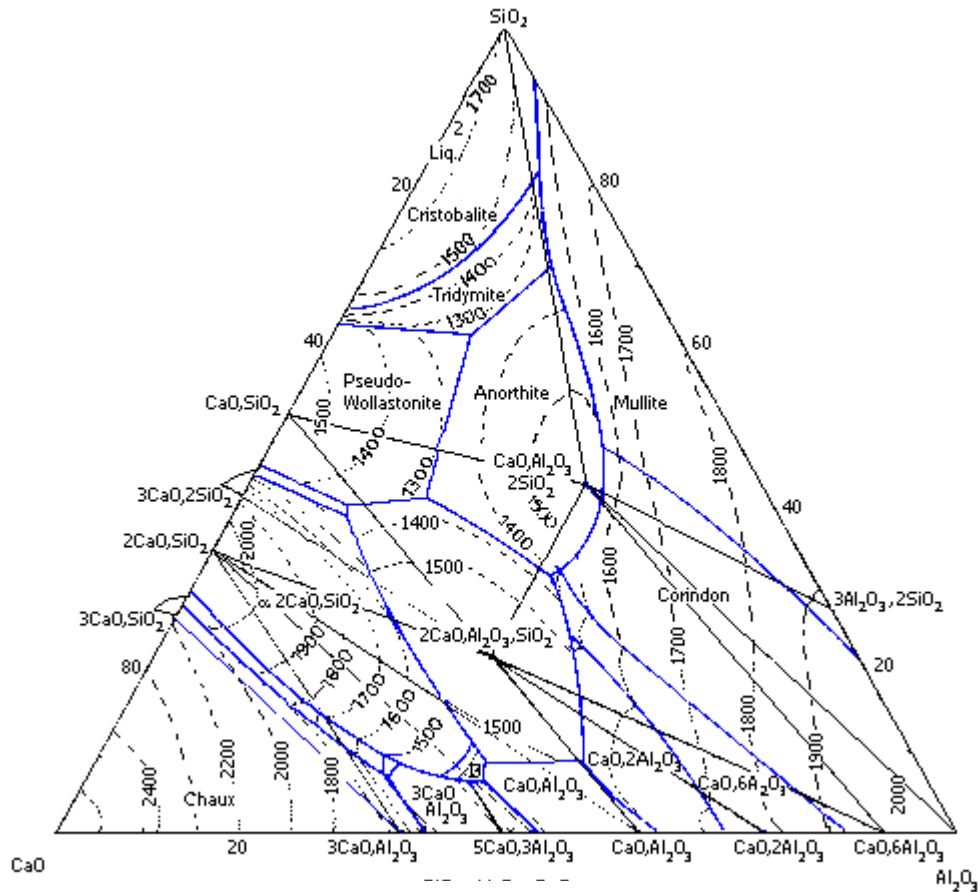


Figure II-6 : Diagramme des phases du système $\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{CaO}$. [49]

La connaissance de ce système ternaire est indispensable à l'étude des céramiques.

II-4- Conclusion :

Les trois matériaux de choix à savoir le Kaolin, le Feldspath et le Quartz offrent d'énormes possibilités d'emploi. Les possibilités font que ces matériaux sont largement répandus et sont très utilisés dans de nombreux domaines industriels, ou ils peuvent remplir un même rôle : comme on peut tous les trouver dans le domaine de filtration ainsi que dans l'isolation thermique sous forme de briques ou de matières pulvérulentes isolatrices.

Chaque domaine exige une structure, un poids, une épaisseur et des caractéristiques bien définies.

Enfin, sur plan économique notre pays et à un prix accessibles. Cela en fait exemple de choix pour l'emploi des ces matières, ou peut dire que ces matériaux sont disponibles en gisements dans locales pour une étude finalisée.

Chapitre III

*Techniques d'élaboration et de
caractérisations*

Chapitre III : Techniques d'élaboration et caractérisations :

Introduction :

Pour l'utilisation d'un matériau, il faut qu'il soit testé sur un ensemble de propriétés ; ces propriétés peuvent être physico-chimique, structurales, mécaniques, magnétiques, électriques et autres.

Les propriétés de la porcelaine électrotechnique sont fonction de celles de leurs constituants et par conséquent de la nature minéralogique de ceux-ci. L'analyse des constituants de base de la matière pour la fabrication de la porcelaine est inévitable, car elle nous renseigne sur les structures et les propriétés qu'elle peut avoir. Les essais expérimentaux relatifs à la fabrication des isolateurs en porcelaine électrotechnique à partir des matières premières le kaolin, le feldspath et le quartz, ont pour objectifs de :

- ❖ Déterminer les différentes phases d'une porcelaine par diffraction des rayons X ;
- ❖ Déterminer les propriétés physico-chimiques ;
- ❖ Mesures diélectriques (rigidité, résistivité....)

III-1- Procédés de fabrication des produits céramiques :

Le schéma principal de fabrication de céramique utilisé dans notre travail comprend un nombre limité d'opérations présentées telles que :

Matières premières → Broyage → Tamisage → Dosage → Mélange
→ Mise en forme → Séchage → Cuisson

III-1-1- Présentation des matériaux :

Les matériaux utilisés dans cette étude sont :

- ***Quartz*** : le rôle du quartz dans un tesson céramique est d'augmenter la résistance mécanique ;
- ***Le feldspath*** : joue le rôle d'un dégraissant
- ***Le kaolin*** de la région de Guelma, désigné par DD3 : joue le rôle d'un plastifiant et diminue le coefficient de dilatation et améliore la résistivité au choc thermique ;

III-1-1-1- Propriétés des matériaux :

Matériaux	densité	Humidité (H ₂ O%)
Kaolin	0,83	5
Feldspath	1,145	0,6
Quartz	1,44	0,5

Tableau III-1 : Propriétés des matières premières.**III-1-1-2- Composition chimique :**

La technique usuelle d'investigation qui a été mise en œuvre pour la composition chimique est la méthode par fluorescence X.

La composition chimique des matériaux locaux utilisés dans la confection des céramiques électrotechniques en pourcentage massique présentée dans le tableau N° III-1 :

Composition chimique	MgO	Fe ₂ O ₃	MnO	TiO ₂	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PF
kaolin (en %masse)	0,27	0,47	0,952	0,136	2,896	0,196	41,75	37,368	15
feldspath (en %masse)	0,3	0,73	0,017	0,147	1,138	0,65	71,19	13,533	12
quartz (en %masse)	0,38	0,48	0,064	0,34	0,529	0,842	92,95	2,086	02

Tableau III- 2 : Les compositions chimiques des matériaux locaux : kaolin, feldspath, quartz.**III-1-2- Granulométrie :**

L'analyse granulométrie est un paramètre qui fournit une indication sur la régularité ou l'uniformité d'un produit et la finesse de son grain, elle sert à déterminer la distribution pondérale des particules d'un échantillon suivant leurs dimensions ; et parmi les techniques utilisées pour réaliser cette analyse on a :

a- Le tamisage par voie sèche

Cette technique consiste à partir les grains de l'échantillon en une série de tamis de classes dimensionnelles de plus en plus petites à travers des ouvertures de mailles plus réduites.

Matériels utilisés :

- Tamis
- Balance électronique de précision 10^{-3}

Mode opératoire :

Peser 200 g de chacun des matériaux à l'aide d'une balance électronique, puis placer les tamis en superposé selon l'ordre décroissant des ouvertures des tamis.

$$M_i = M_r + M_p \quad \text{III.1}$$

Où :

M_i : la masse initiale de la poudre

M_r : la masse de résidu de la poudre

M_p : la masse passant de la poudre

$$R\% = \frac{M_r}{M_i} \times 100 \quad \text{III.2}$$

Avec :

R : rendement pondéral de refus en % ;

Rendements cumulés des résidus et des passants :

$$\Phi_R = \frac{\sum_{i=i}^j M_r}{\sum M_r} \times 100 \quad \text{III.3}$$

$$\Phi_P = 100 - \Phi_R \quad \text{III.4}$$

Où :

Φ_R : Rendement cumulé du résidu.

Φ_P : Rendement cumulé du passant.

J : j^{ieme} fractions.

III-1-3- Broyage :

C'est une opération qui consiste à réduire les dimensions des grains de la matière première à une granularité assez fine, atteignant quelques micromètres.

L'opération de broyage est réalisée soit grâce à un broyeur planaire à billes équipé de deux jarres à l'intérieur desquelles, il existe un certain nombre de billes en agate qui sert à broyer la matière ; soit manuellement avec un mortier munit d'un pilon.

Matériels et matériaux utilisés :

- Un mortier et un pilon
- Matériaux locaux : kaolin, feldspath et quartz

Procédé :

Les poudres sont broyées manuellement avec un mortier munit d'un pilon, on doit broyer les poudres avec la même finesse.

III-1-4- Préparation des mélanges :

Tous les produits ont été finement broyés, puis on prépare les mélanges de matériaux locaux dans des compositions de différentes proportions qui sont données dans le tableau III-2 [21] :

	Porcelaine 1	Porcelaine 2	Porcelaine 3
Kaolin	45 %	45 %	50 %
Quartz	20 %	25 %	25 %
Feldspath	35 %	30 %	25 %

Tableau III-3: Les principales compositions mise en œuvre de porcelaine.

On calcule les proportions pondérales de la composition chimique des mélanges préparés, les résultats sont regroupés dans le tableau :

Composition chimique	MgO	Fe ₂ O ₃	MnO	TiO ₂	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PF	densité	Humidité (H ₂ O%)
P1 (en %massique)	0,302	0,562	0,447	0,180	1,807	0,484	62,294	21,97	11	1,973	2,52
P2 (en %massique)	0,306	0,550	0,449	0,190	1,776	0,493	63,325	21,39	10,85	1,984	2,52
P3 (en %massique)	0,291	0,514	0,448	0,182	1,719	0,500	59,61	20,72	10,75	1,983	2,525

Tableau III-4 : La composition chimique des mélanges préparés.

III-1-5- Mise en forme :

Pour la mise en forme, on peut utiliser la technique du coulage qui consiste à injecter une barbotine contenant le moins d'eau possible (35%) dans des moules en plâtre. Le coulage sous racle pour former des feuilles de céramique.

III-1-6- Traitement thermique :

A) Séchage :

Après le moulage les pièces subissent un séchage qui peut être défini par l'élimination des trois premiers types d'eau et les autres produits liquides qui ne détruisent pas la structure cristalline.

Pendant le séchage, l'eau peut diffuser et s'évaporer à travers les espaces laissés par les particules minérales, ou les canaux capillaires formés par celles-ci. La vitesse de diffusion de l'eau dépend de plusieurs facteurs et qui sont :

- La température de séchage.
- La nature minéralogique de la matière.
- La grosseur et la forme des particules et donc des capillaires.
- Le pourcentage d'eau que renferme la matière.

B) Cuisson :

Pour améliorer les quantités d'un matériau deux voies sont possibles : la première consiste à choisir judicieusement la composition chimique et le traitement thermique associé, car ils permettent l'obtention d'un matériau avec les propriétés voulues, pour cela on a utilisé différentes composition et températures de traitement.

La cuisson des matériaux s'effectue sous air dans un four tubulaire selon le cycle thermique représenté sur la figure III-1 :

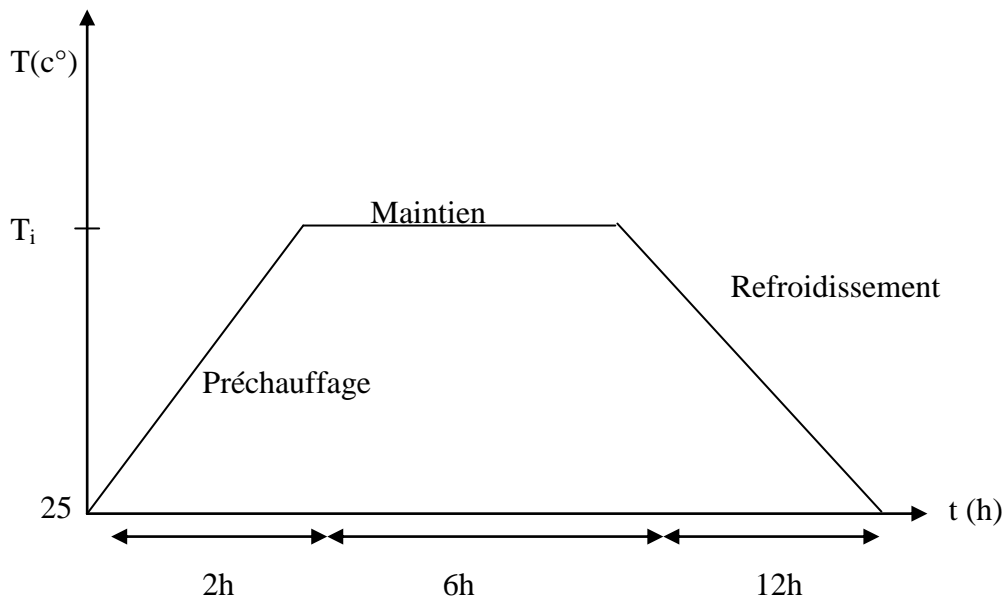


Figure III-1 : Représentation du cycle de cuisson

Dans une étape les échantillons sont réchauffés avec une vitesse de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ à partir de la température ambiante, jusqu'à la température voulue choisie de 1250 et 1500°C , il est maintenu pendant 6 heures de temps. L'échantillon obtenu est refroidi lentement jusqu'à la température ambiante,

porcelaines	m_i	m_f	Δm	T	t	$\% \Delta m$
P1	4,309	3,838	0,471	1500	6h	10,9
P1₁	2,022	1,805	0,217	1250	6h	10,7
P1₂	2,875	2,568	0,307	1500	6h	10,67
P1₃	1,348	1,225	0,125	1500	6h	9,27
P1₄	1,254	1,088	0,166	1400	6h	13,23
P1₅	2,565	2,247	0,291	1500	6h	11,34
P2	2,256	2,000	0,256	1250	6h	11,34
P2₃	1,160	1,030	0,130	1450	6h	11,20
P2₄	2,362	2,093	0,269	1450	6h	11,38
P2₅	1,932	1,723	0,209	1450	6h	10,8
P2₁	1,529	1,366	0,163	1450	6h	10,66
P3	2,768	2,586	0,182	1500	6h	6,57
P3₁	1,486	1,262	0,224	1250	6h	15,07
P3₂	2,777	2,411	0,366	1500	6h	13,17
P3₃	2,578	2,280	0,298	1450	6h	11,55
P3₄	2,138	1,840	0,298	1400	6h	13,93

Tableau III- 5 : Différentes compositions des échantillons cuits à différentes températures.

III-2- Caractérisations physico-chimiques :**III-2-1- Mesure de la porosité ouverte (absorption de l'eau) :**

Cette méthode permet de déterminer la capacité d'absorption d'eau par le matériau.

Le principe sur lequel est basée cette méthode est la mesure du volume d'eau absorbé par le matériau immergé pendant 1 heure dans l'eau. Après avoir pesé l'échantillon (M_0), on le prend dans l'eau pour bouillir pendant 1 heure, à la fin on le pèse de nouveau (M_1).

La porosité est calculée par la formule suivante :

$$Abs\% = \frac{M_1 - M_0}{M_0} \cdot 100 \quad \text{III.5}$$

Où :

Abs : porosité ouverte en %

III-2-2- Mesure de la rigidité diélectrique des isolants solides en tension alternative :**Introduction :**

Les isolants solides ont pour fonction essentielle « l'isolation » c'est-à-dire qu'ils doivent s'opposer au passage du courant électrique entre les conducteurs.

On appelle claquage d'un diélectrique la destruction de ses propriétés isolantes sous l'influence d'un champ électrique extérieur. La valeur du champ appliqué qui donne naissance à un courant incontrôlable à travers le matériau (perforation) est appelée la rigidité diélectrique. On la définit en pratique comme étant le rapport entre la tension à laquelle se produit une perforation. Dans des conditions d'essais spécifiées, et la distance entre les deux électrodes auxquelles est appliquée cette tension.

La structure des matériaux isolants ainsi que le type de leur préparation préliminaire (séchage, traitement thermique etc...) constituent des critères essentiels pour la connaissance de leur comportement au claquage.

But :

Le but de notre travail est de déterminer la rigidité diélectrique des solides par la méthode de variation progressive de la tension alternative 50 Hz jusqu'au claquage.

a- Equipement :

- système de modules WBS 4,4 /100 en alternatif.
- palmer.
- dispositif d'essai IPE 3 à cinq électrodes.
- résistance d'affaiblissement.

b- Manipulation :**b-1 Mesure de la tension de claquage :**

Pour la mesure de la tension de claquage d'un isolant, on utilise le schéma d'essai suivant.

L'échantillon est à introduit dans un dispositif constitué d'un système de 5 électrodes plongées dans un bain d'huile pour éviter le contournement de l'objet à étudier.

Les électrodes 1, 2, 3, 4 et 5 seront reliées l'une après l'autre au circuit d'essai (bornes A et B). La montée à vitesse dU/dt constante de la tension jusqu'à la disruption du diélectrique est obtenue à l'aide de l'appareil de commande SG1. Cette série de mesure est à effectuer 5 fois. La même procédure est à réaliser pour 5 valeurs différentes de la vitesse de progression de la tension. Les valeurs de ces vitesses se déterminent en chronométrant le temps qui s'écoule entre l'instant d'action sur le bouton poussoir de la montée de tension et l'instant de perforation du matériau isolant (se munir d'une montre électronique pour la mesure du temps). Les valeurs des vitesses à choisir sont repérées par des numéros 1, 2, 3, 4 et 5 au niveau du bouton de réglage de la variation de la tension de l'appareil de commande SG1.

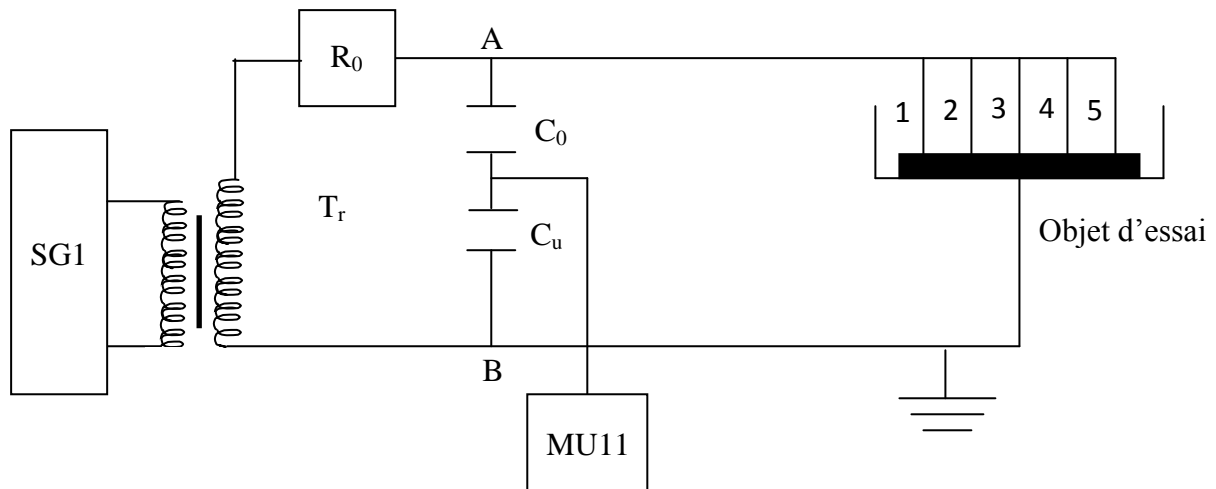


Figure III-2: Circuit de mesure de la tension de claquage.

SG1 : Appareil de commande automatique et manuelle du transformateur HT.

Tr : Transformateur HT.

C_0 : Capacité HT ($C_0 = 0,1 \text{ nF}$).

C_u : capacité BT ($C_u = 707 \text{ pF}$).

R_0 : résistance d'affaiblissement ($R_0 = 106 \text{ k}\Omega$)

MU11 : Voltmètre de crête (Ucr) AC/DC.

III-2-3- Mesure des pertes diélectriques des isolants solides :

Introduction:

Lorsqu'un diélectrique est soumis à un champ électrique, il se produit à l'échelle moléculaire diverses modifications qui ont pour effet de créer un champ électrique propre à l'intérieur de la substance, s'opposant au champ électrique extérieur appliqué. Cette caractéristique des matériaux isolants solides et liquides porte le nom de permittivité relative ϵ_r .

Tout isolant soumis à un champ électrique alternatif est traversé par des courants de conduction et d'absorption qui donnent lieu à des pertes diélectriques. En outre, si une isolation solide n'est pas

parfaitement homogène et comporte de petites inclusions d'air ou de gaz des décharges partielles se produisent à l'intérieur de ces vacuoles, donnant lieu à un angle ϕ inférieur à 90° . Son complément δ est appelé angle de pertes. La tangente de cet angle de la permittivité relative par son facteur de dissipation.

But : Le but de cette manipulation est de déterminer par la méthode du pont de Schering, les propriétés diélectriques d'un isolant solide, à savoir sa capacité C , sa permittivité relative ϵ_p et son facteur de dissipation $\text{tg } \delta$.

a- Equipement :

- Pont de mesure (type 2809) de C et de $\text{tg } \delta$;
- Indicateur de zéro (type 5516) ;
- Condensateur étalon (type 3320, 1000 pF) ;
- Cellule de mesure pour les isolants solides (type 2914) ;
- Régulateur de température (type 2966) ;
- Transformateur d'isolation LTS002

b- Description et principe de mesure :

Le pont de mesure fonctionne en conjugaison avec un comparateur de courant. Les enroulements primaires N_1 et N_2 constituent les branches inférieures du pont, respectivement du côté C_1 et du côté C_N , et servent à l'équilibrage grossier de C_1 . L'enroulement auxiliaire N_{24} sert à l'équilibre de $\text{tg}\delta$ et l'enroulement N_{25} sert à l'équilibrage fin de C_1 (fig.III-3).

Les enroulements N_1 , N_2 , N_{24} , et N_{25} sont tous sur le même noyau, mais sont enroulés dans des sens différents.

L'indicateur de zéro type 5516 est relié à l'enroulement N_1 . Lorsque les flux magnétiques dans les deux branches sont égaux, ils s'annulent (valeur minimale sur l'indicateur de zéro), le pont est équilibré.

Le transformateur de courant de la branche C_N engendre une tension analogue au courant parcourant cette branche. Cette tension assure la génération du courant d'équilibrage de $\text{tg}\delta$.

A l'état d'équilibre, le flux magnétique du côté de C_1 est égal à celui du côté C_N , il en résulte la condition d'équilibre suivante :

$$C_X N_1 = C_N (N_2 + k \alpha - N_{25})$$

III.6

Où :

k est le facteur de conversion ;

α est le potentiomètre de réglage fin de C_X ;

c- Manipulation :

c-1- Détermination de la capacité, facteur de dissipation et la constante diélectrique (C , $\text{tg}\delta$, et ϵ_p) d'un isolant solide:

- 1- Réaliser le montage de la figure 2, en utilisant la cellule de mesure type 2914. (pour éliminer l'influence de la résistance du câble entre l'alimentation de courant et l'objet d'essai, raccorder le condensateur étalon à la borne de l'objet d'essai).
- 2- Relier V à la terre avec la barrette de mise à la terre.
- 3- Introduire l'échantillon dans la cellule de mesure. On procédera de préférence à des mesures sur cinq (5) échantillons différents, de diamètre minimum de 75 mm, dont on calculera la valeur moyenne par la suite.
- 4- Resserrer les électrodes à l'aide du bouton rotatif, jusqu'à exercer une pression de 2 N/cm² indiquée sur le manomètre incorporé au socle.
- 5- Recouvrir la cellule avec la couche en verre, de sorte que l'interrupteur de sécurité coupe automatiquement la haute tension dès que l'on enlève la cloche de verre de l'appareil.
- 6- Vérifier que le sélecteur de tension d'alimentation (33) est mis sur la bonne tension.
- 7- Sélectionner l'application linéaire « LIN » ou logarithmique « LOG » (20) sur l'indicateur zéro.
- 8- Sélectionner le niveau de sensibilité (22) de 1 à 6 pour une opération linéaire et de 4 à 6 pour une opération logarithmique.
- 9- Régler la fréquence à 50 Hz sur le sélecteur (24).
- 10- Connecter la prise de terre (25).
- 11- Afficher la température d'essai désirée sur le régulateur de température.

- 12- Vérifier que le sélecteur de tension sur le régulateur de température est mis sur la bonne tension.
- 13- Activer la touche POWER sur le régulateur de température.
- 14- Actionner la touche POWER (26) sur l'indicateur zéro.
- 15- Mettre l'appareil sous tension, et le laisser chauffer pendant 3 minutes.
- 16- Vérifier la valeur de C_N réglée sur l'interrupteur de codage (5), qui doit correspondre à celle du condensateur étalon. La corriger le cas échéant.
- 17- Calculer la valeur maximale attendu du courant d'essai à partir de la formule $I_X = U\omega C_X$, ou bien déterminer cette valeur à partir du monogramme (fig.III-3). Mettre le sélecteur (11) en regard de la gamme de courant correspondant.
- 18- Activer l'alimentation de tension d'essai et augmenter cette tension à la valeur souhaitée.
- 19- Commencer à équilibrer en réglant alternativement la décade C_X (9 et 10) sur l'indicateur de zéro, jusqu'à obtenir la valeur de lecture minimale sur celui-ci.
- 20- Dès que l'indicateur de zéro indique une valeur minimale, relever les valeurs de C_X , $\text{tg}\delta$.
- 21- Calculer la valeur de ϵ_{rX} par l'équation :

$$\epsilon_{rX} = \frac{C_X}{C_0} = \frac{C_X}{\epsilon_0 \frac{S}{d}} \quad \text{III.7}$$

$$\epsilon_{rX} = 0.5647 C_X d \quad \text{III.8}$$

Avec :

C_X : Capacité exprimée en pF, mesurée avec la cellule,

d : Epaisseur de l'éprouvette en cm,

S : Surface des plaques en cm^2 ,

C_0 : capacité à vide exprimée en pF,

ϵ_0 : permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12}$ F/m).

22- calculer l'indice de perte ϵ_{rX} , $\text{tg}\delta$.

Refaire les mêmes mesures avec le quatre autres échantillons et calculer la moyenne pour chacune des grandeurs déterminées et commenter les résultats obtenus.

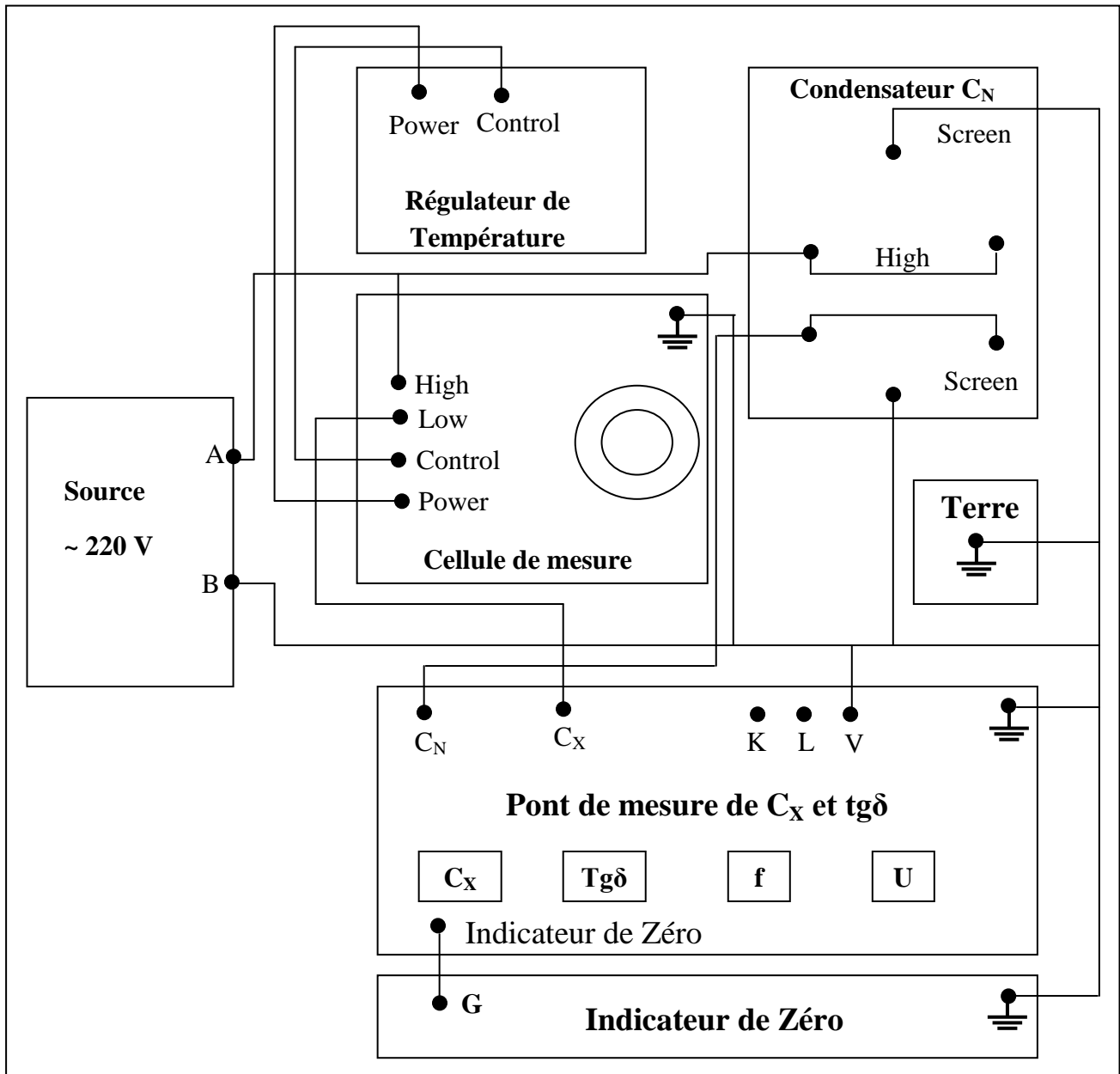


Figure III-3: Circuit de mesure de capacité, facteur de dissipation et la constante diélectrique.

III-2-4-Mesure de la résistivité ρ :

Le montage montré sur la figure III-4, nous a permis d'évaluer la résistivité d'isolement de la porcelaine électrotechnique. Cette méthode consiste à mesurer le courant résultant de l'application d'une tension constante sur le matériau à tester, puis et à l'aide des relations on déduit la résistance et par suite la résistivité.

A- Appareillage :

Le montage est constitué de différents éléments suivants :

- Micro ampère mètre M 2042 (I)
- Voltmètre M 2005 de Boverly Comp (U-BBC) ;
- Source de tension continue 319 VFR 5000-0.1 ;
- Deux électrodes de 0.5 mm de diamètre.

B- Manipulation :

Les différentes étapes de mesure des échantillons de diamètre « d » et d'épaisseur « e » sont :

- Placer l'échantillon comme il est montré sur le schéma ;
- Relier le générateur de courant électrique (source de tension continue) au voltamètre M 2005 ;
- Placer la première électrode qui reliée au voltamètre sur une face de l'échantillon
- Placer la deuxième électrode sur la deuxième face de l'échantillon qui est reliée avec le micro – ampèremètre M 204 ;
- Noter les valeurs de l'intensité du courant (I en A) traversant l'échantillon sur le micro – ampèremètre.

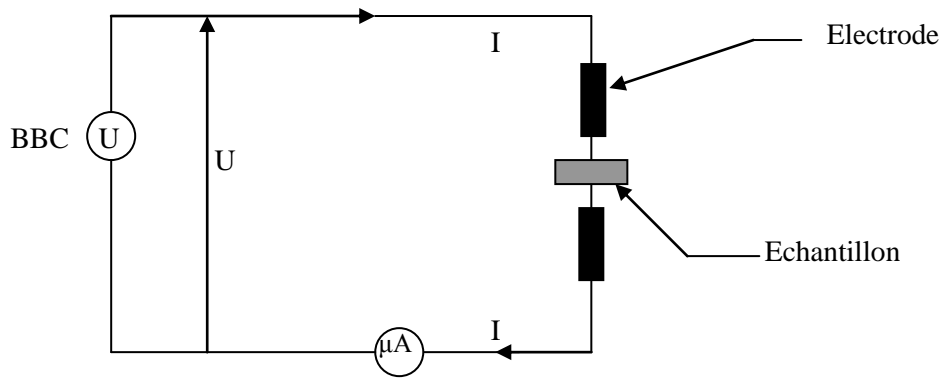


Figure III-4 : Montage pour la détermination de la résistivité d'isolement.

III-3-Traitement chimique :

III-3-1 Attaque acide :

a) Préparation de l'acide sulfurique :

Solution d'acide sulfurique à 70 % préparée avec de l'acide sulfurique concentré. Ajouter soigneusement l'acide sulfurique à l'eau, en refroidissant la solution en la maintenant bien homogène pendant l'addition par agitation de la solution.

b) Mode opératoire :

- Peser avec précision ($\pm 10^{-3}$ g) les échantillons cuits à 1500°C avant de les immerger dans la solution acide.
- Immerger les échantillons verticalement dans la solution d'essai (H_2SO_4 70 %, $d = 1,84$) à une hauteur de 25 mm, dans le récipient.
- Couvrir le récipient et maintenir pendant 15 jours à 25°C.
- Après une semaine, retirer les échantillons, les essuyer avec le papier absorbant. Ensuite peser et examiner ces échantillons avec un microscope optique, afin de détecter visuellement les changements sur les deux demi-faces des échantillons immergées par rapport à la demi-surface non immergée.
- Remettre les échantillons dans la solution acide et cela pendant une autre semaine, peser et examiner les parties immergées des échantillons.

III-3-2 Attaque basique :**Réactifs utilisés :**

- Solution d'hydroxyde de sodium titre à 200g/l.

Mode opératoire :

On procède de la même manière que pour l'attaque acide, et cela pour une même durée, et on notera les observations dues à l'attaque chimique.

III-4-Analyse par diffraction des rayons X :

L'utilisation des méthodes de rayons X est un outil très performant et universel pour déterminer la structure des cristaux. Pratiquement tous les domaines de la physique du solide ont recours à l'une ou l'autre des méthodes de caractérisation par rayons X.

L'échantillon est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode de cuivre. Le rayonnement émis est défini par un système de fentes (dites fentes Soller) et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. Ce dernier est étalé sous forme de plaquette sur une porte d'échantillon qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan, permettant ainsi d'augmenter le nombre d'orientations possibles des plans réticulaires. Les particules étant orientées au hasard, il y aura toujours une famille de plan donnant lieu à la diffraction, de telle sorte que l'on obtiendra simultanément tous les faisceaux susceptibles de diffracter : ces faisceaux forment des cônes de demi-angle au sommet 2θ .

Un détecteur ou compteur (Geiger-Müller ou compteur à scintillation) mesure l'intensité du rayonnement X diffracté dans certaines directions. Il tourne autour du même axe mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence θ , l'angle mesuré par le déplacement du compteur sera donc 2θ .

L'enregistrement réalisé est la courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction des angles de diffraction. L'un des principaux intérêts de cette méthode est la mesure précise d'intensité et la possibilité d'effectuer des estimations semi-quantitatives, en considérant que le pourcentage d'une espèce minérale est proportionnel à l'aire des pics enregistrés sur le diffractogramme. Ces valeurs sont utilisées dans l'établissement des diagrammes d'équilibre.

III-5-Analyse Thermique Différentielle et thermogravimétrie (ATD et ATG):

Les changements de structure s'accompagnent de réactions exothermiques ou endothermiques que l'on peut caractériser par des mesures de température.

Ces mesures peuvent être directes lorsque les effets thermiques sont importants, comme cela a déjà été vu dans le cas de la solidification.

Appareillage :

- Analyseur de type SETARAM TG_DTA92

La figure III-5 schématise le principe de fonctionnement d'un analyseur thermique différentiel. La différence de température ΔT entre l'étalon et l'échantillon est amplifiée et reliée à la voie Y d'un enregistreur. La voie X est reliée la température T ou au temps t.

L'étalon est choisi de telle sorte à ne pas avoir de point de transformation dans le domaine de température étudié (pyros, ni, Pt, etc).

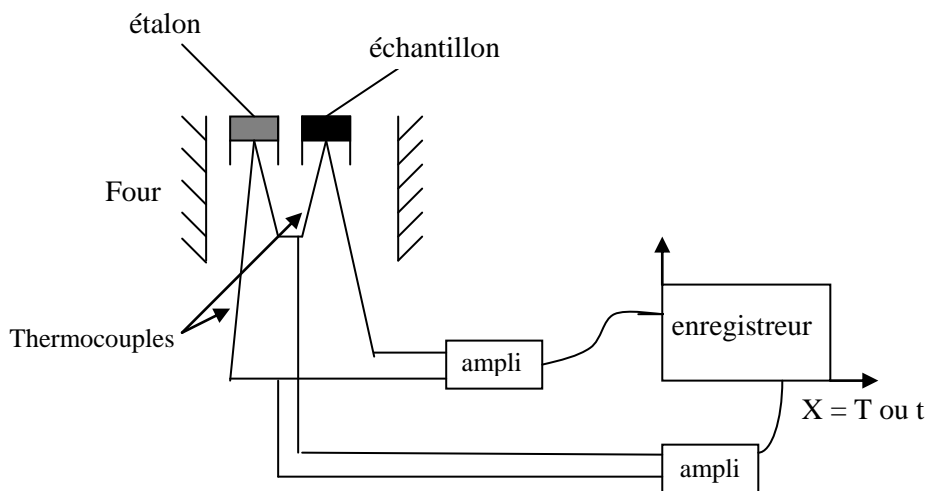


Figure III-5 : Analyseur thermique différentiel.

III-6- Conclusion :

L'étude menée au troisième chapitre nous permet de conclure que le procédé de fabrication, les caractéristiques et les propriétés des matériaux sont déterminées au moyen de techniques énormes et très multiples ayant pour objectifs d'améliorer ces dernières et contrôler les produits (pendant et à la fin de phase de fabrication), elles peuvent être très simples comme elles peuvent être très complexes et très poussées.

En effet, l'amélioration des propriétés des matériaux conduits à l'utilisation des techniques toujours plus sophistiquées et appareillages plus complexes, par contre le contrôle industriel se sert d'essais technologiques plus simples et plus économiques.

Chapitre IV
Résultats et discussions

IV- Résultats et discussions :

Après les différentes étapes d'élaboration des échantillons et leur traitement, les mesures qui ont été fait sur les échantillons choisis au départ, avant et après traitement donnent les résultats suivants :

IV-1 Composition chimique :

La composition chimique des échantillons après le traitement thermique en pourcentage massique est présentée dans le tableau IV-1 suivant :

Composition chimique	MgO	Fe ₂ O ₃	MnO	TiO ₂	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PF
P1 (%)	0,392	0,602	0,509	0,195	2,145	0,852	68,441	26,13	0,734
P2 (%)	0,396	0,613	0,516	0,168	2,139	0,83	68,528	26,125	0,685
P3 (%)	0,394	0,610	0,524	0,167	2,134	0,901	67,645	25,623	0,619
P (%)	0,46	0,93	-	0,3	0,326	2,842	67,24	25,315	0,59

Tableau IV-1: Composition chimique des échantillons en % massique.

P est une céramique diélectrique utilisée par SONALGAZ dans les câbles électrique à haute tension.

Dans les céramiques électrotechniques et diélectriques, l'inconvénient c'est qu'il ya dans la composition chimique de matière magnétique (Fe₃O₄) est en quantités faible. Ainsi que CaO, K₂O ne sont pas importants. Les pertes au feu ne sont pas importantes, elles sont de l'ordre de 0.64%.

IV-2 Granulométrie :

Selon la technique d'analyse et la méthode de calcul, on obtient les résultats d'analyse granulométrie de Kaolin, Feldspath et Quartz, les valeurs sont regroupées dans les tableaux suivants :

IV-2-1 Analyse granulométrique du Kaolin :

Diamètre de la maille (μm)	Résidu (g)	R%	Rendement de résidu (%)	Rendement de passant (%)
>710	72,71	36,35	36,35	63,65
710-500	38,62	19,31	55,66	44,34
500-250	53,85	26,92	82,58	17,42
250-150	26,32	13,16	95,74	4,26
150-75	6,53	3,26	99	1
<75	1,64	0,82	99,82	0,18

Tableau IV-2: Analyse granulométrique du kaolin.

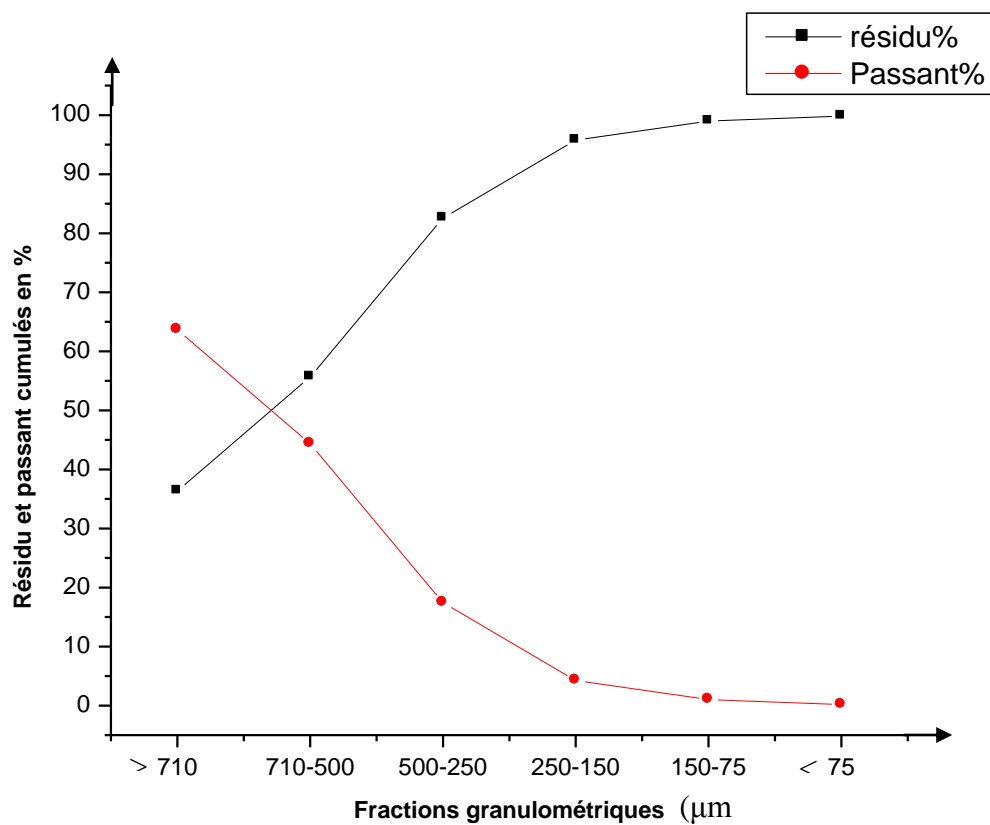


Figure IV-1 : Analyse granulométrique de Kaolin.

IV-2-2 Analyse granulométrique du Feldspath :

Diamètre de la maille (μm)	Résidu (g)	R%	Rendement de résidu (%)	Rendement de passant (%)
>710	-	-	0	100
710-500	-	-	0	100
500-250	26,33	13,16	13,16	86,84
250-150	141,45	70,72	83,88	16,12
150-75	27,15	13,57	97,45	2,55
<75	5,06	2,53	99,98	0,02

Tableau IV-3: Analyse granulométrique du Feldspath.

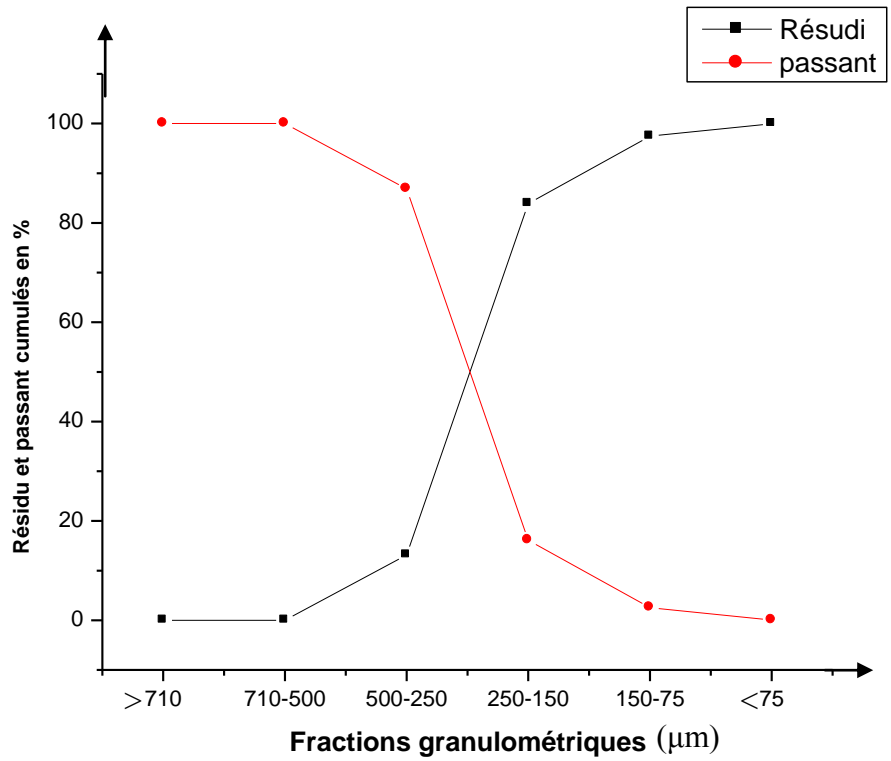


Figure IV-2 : Analyse granulométrique de feldspath.

IV-2-3 Analyse granulométrique du Quartz :

Diamètre de la maille (μm)	Résidu (g)	R%	Rendement de résidu (%)	Rendement de passant (%)
>710	25,12	12,56	12,56	87,44
710-500	49,61	24,80	37,36	62,64
500-250	79,10	39,55	76,91	23,09
250-150	24,83	12,41	89,32	10,68
150-75	14,15	7,07	96,39	3,61
< 75	7,16	3,58	99,97	0,03

Tableau IV- 4: Analyse granulométrique du Quartz.

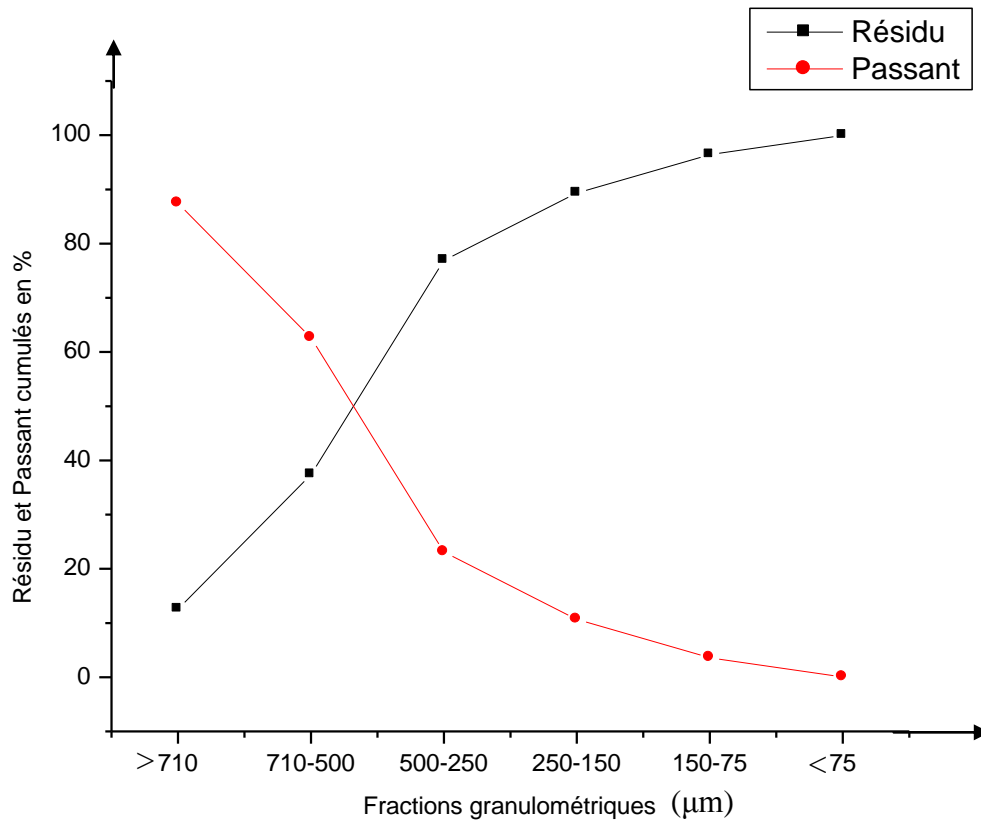


Figure IV-3 : Analyse granulométrique de Quartz.

D'après les résultats obtenus, on peut dire que :

Les rendements des refus cumulés augmentent avec la diminution de la taille des grains des fractions granulaires, tandis que les rendements des passants cumulés diminuent avec la diminution des dimensions des grains avec les tranches granulométriques. On remarque que la fraction dominante est celles dont les dimensions des particules sont comprises entre 100N-200N, pour un rendement de refus correspondant à 99,18% pour le Kaolin, 99,46% pour le Feldspath et 96,404% pour le Quartz.

IV-3- Le Retrait :

Au cours de la cuisson et pendant 1 heure les pièces subissent un retrait de quelque % ou se produit, les résultats regroupé dans les tableaux suivants :

a) Retrait de masse :

Température(c°)	25	200	400	800	1200	1500	Δm (g)
P1	2.565	2.402	2.372	2.300	2.286	2.274	0.291
P2	2.768	2.690	2.662	2.628	2.599	2.586	0.182
P3	2,777	2,604	2,569	2,476	2,434	2,411	0.366

Tableau IV-5 : Retrait de masse de porcelaine à différentes températures au cours de la cuisson

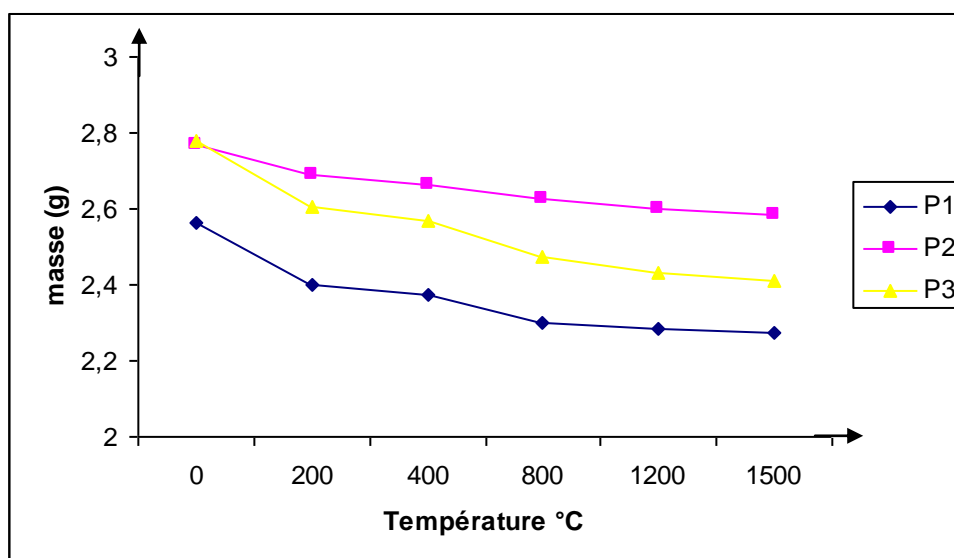


Figure IV-4 : Courbe de variation de masse des échantillons en fonction de la température de cuisson.

b) Retrait de Longueur :

Température(c°)	25	200	400	800	1200	1500	ΔL (cm)
P1	5,2	5,15	5,12	5,05	4,78	4,7	0.5
P2	5,31	5,29	5,23	5,16	4,99	4,81	0.5
P3	5,29	5,21	5,18	5,11	4,85	4,76	0.53

Tableau IV-6 : Retrait de longueur de porcelaine à différentes températures au cours de la cuisson

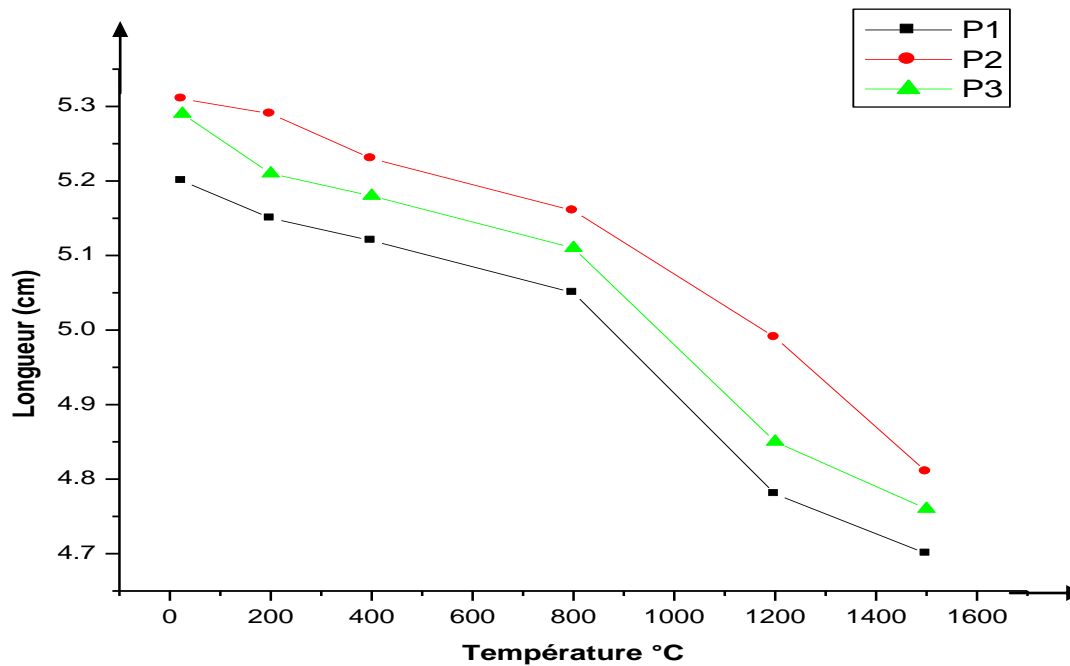


Figure IV-5 : Courbe de variation de longueur des échantillons en fonction de la température de cuisson

c) Retrait de Largeur :

Température(c°)	25	200	400	800	1200	1500	Δe (cm)
P1	0,6	0,59	0,58	0,57	0,55	0,54	0.06
P2	0,55	0,54	0,53	0,53	0,51	0,51	0.04
P3	0,7	0,69	0,68	0,66	0,65	0,65	0.05

Tableau IV-7 : Retrait de largeur de porcelaine à différentes températures au cours de la cuisson

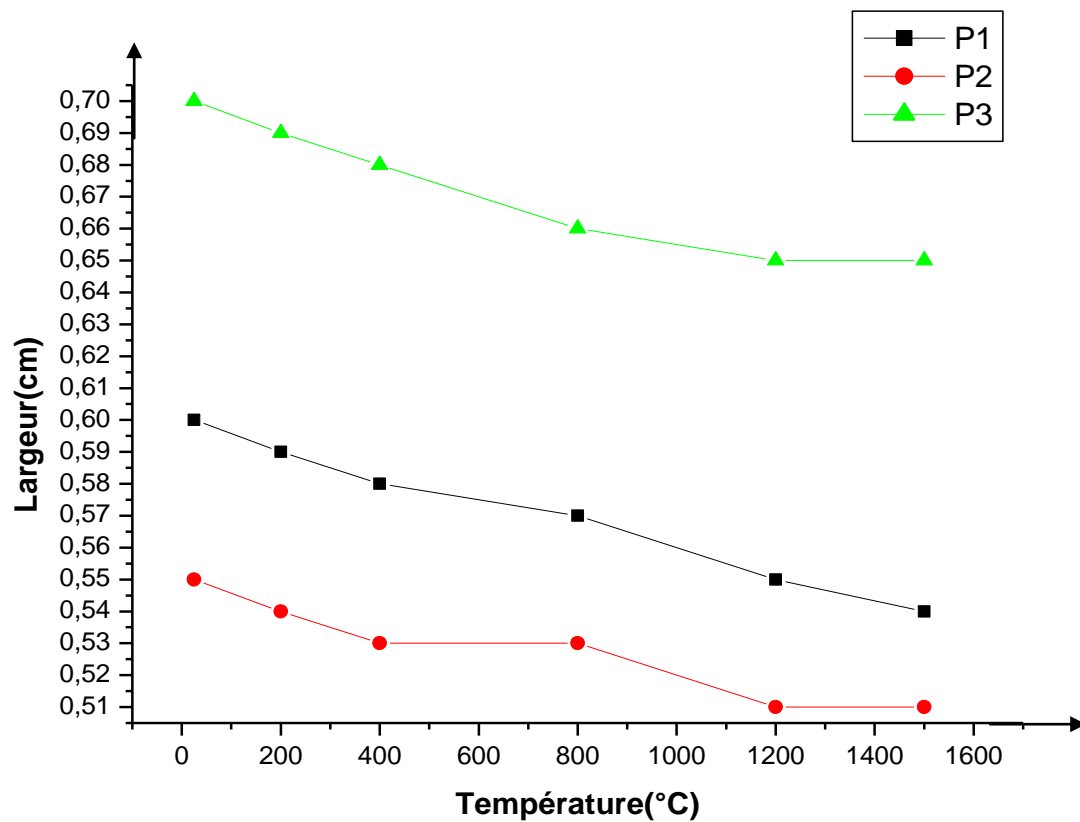
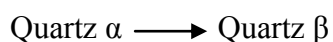


Figure IV-6 : Courbe de variation de largeur des échantillons en fonction de la température de cuisson.

On constate au cours de la cuisson que les échantillons subissent une diminution pour les trois paramètres (poids, longueur et diamètre),
Ces variations sont dues à la cuisson et plus précisément à l'effet de la température sur l'aspect des échantillons et peuvent être expliquées de la façon suivante :

Les minéraux argileux, c'est les dépôts de l'eau zeolithique et de l'eau de constitution qui créent les pertes en poids ; puis ce sont les retraits consécutifs après cristallisations et la présence possible d'une matrice de nature amorphe ou vitreuse, qui provoquent les changements des dimension (les retrait ou les dilatations).

Les autres variations sont dues aux transformations allotropiques du Quartz, soit à l'influence des minéraux associés, c'est le cas principalement pour les terres illitiques qui bien souvent contiennent du calcaire dont la dissociation s'effectue entre 700 et 900°C. On constatera lors du refroidissement, la transformation du quartz à 573°C



L'eau zeolithique pour la quelle les molécules sont généralement insérées dans la structure de silicates ou silico-aluminates et dont l'extraction demande une énergie plus grande que celle mise en jeu dans un simple séchage. Le départ de celle-ci se fait d'une manière continue au cours du chauffage mais les dernières molécules quittent la matière à environ (170°C et 180°C).

L'eau de constitution, provenant de la présence de groupements d'hydroxydes dans la structure des silicates, volatilisée entre 430°C et 600°C.

Les décompositions des carbonates en dégageant du CO₂ entre 600°C et 800°C.

Les matières minérales volatiles tels que les sulfures, les métaux lourds pour les quels la combustion se fait à T > 500°C (ou à 1000°C).

Les matières organiques (qui proviennent de la dégradation des végétaux et des matières d'origine animale) qui sont calcinées dans le four à haute température (>400°C).

Conclusion :

La différence de la granulométrie favorise le compactage des matériaux et diminue la porosité fermée.

Le retrait des échantillons augmente en fonction de la température de traitement thermique.

La variation de retrait pour les trois paramètres est due à l'influence de la température de traitement, la finesse de matériaux et le pourcentage de l'eau de constitution.

IV-4- Mesure de la porosité ouverte (absorption de l'eau) :

Selon la technique présentée dans le chapitre précédent on obtient les résultats regroupés dans le tableau suivant :

	M_0 (g)	M_1 (g)	ΔM	$\frac{M_1 - M_0}{M_0} \cdot 100$	Température de cuisson (°C)
P	5,124	5,128	0,004	0,078	-
P1	1,151	1,152	0,001	0,087	1500
P1₁	1,165	1,167	0,002	0,172	1250
P2	2,383	2,385	0,002	0,083	1500
P2₂	2,362	2,365	0,003	0,127	1250
P3	1,456	1,457	0,001	0,069	1500
P3₃	2,412	2,415	0,003	0,124	1250

Tableau IV-8 : Absorption de l'eau par les échantillons.

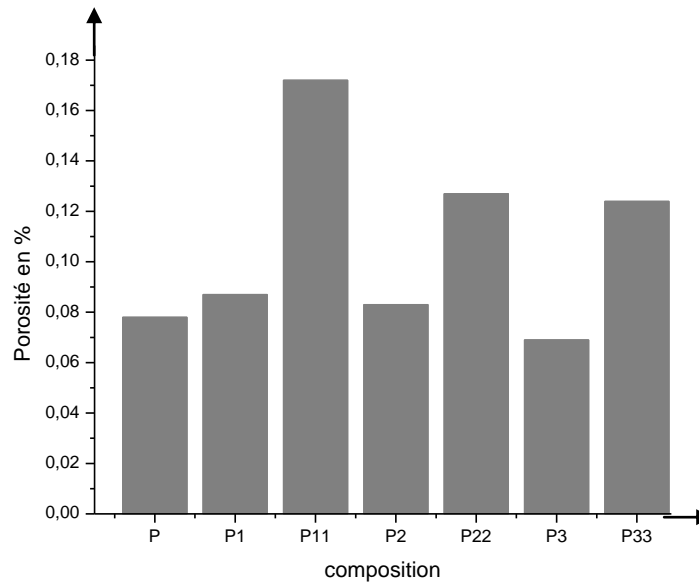


Figure IV-7: Variation de porosité des échantillons.

L'histogramme représenté sur la figure IV-7 est montré la variation de porosité ouverte de différent échantillon cuit à différente température pendant 6h. En peut remarquer que le pourcentage de porosité pour les échantillons P1, P2, P3 cuits à T= 1500°C est moins que celle cuits à 1250°C (P1.1, P2.2, P3.3) P est une céramique diélectrique utilisée par SONALGAZ dans les câbles électrique à haute tension.

IV-5- Observation microscopique (Porosités) :

Les observations au microscope optique sont réalisées au cœur des échantillons après polissage :

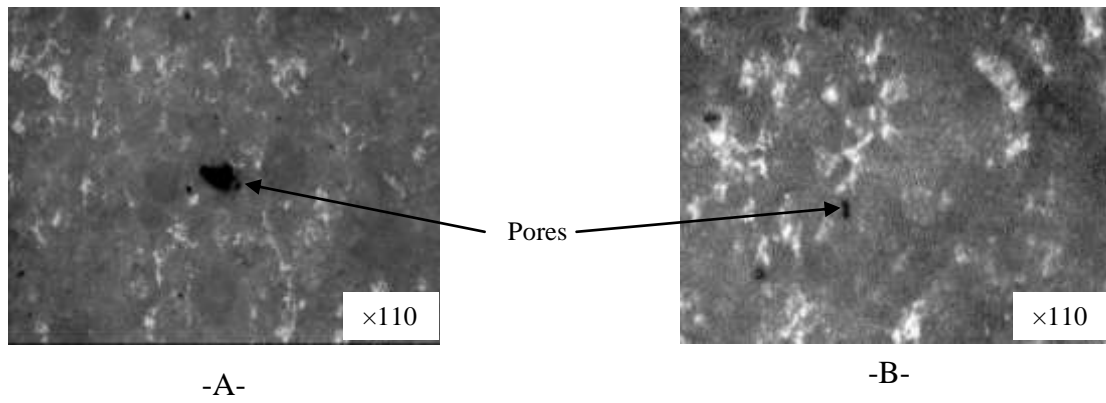


Figure IV-8 : Micrographie de porcelaine P1 cuite : A- à 1250°C et B- à 1500°C .

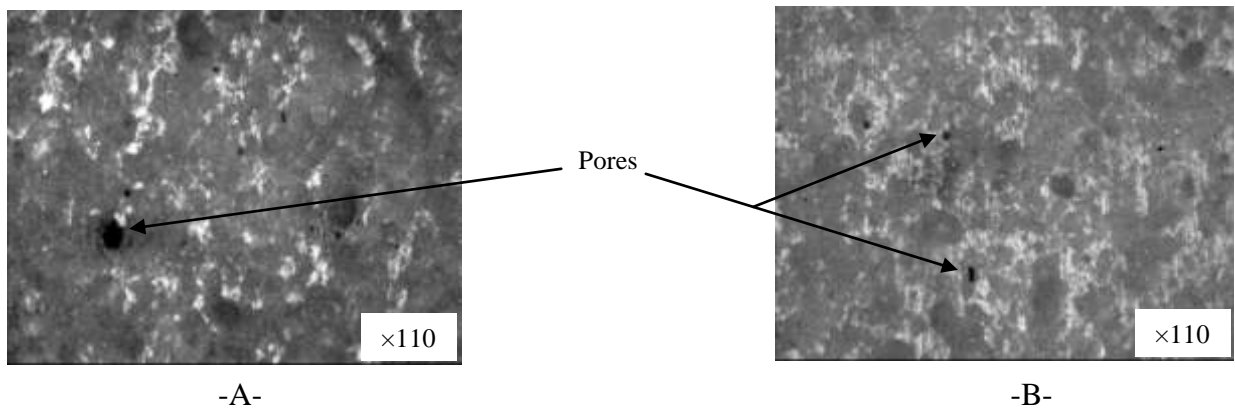


Figure IV-9 : Micrographie de porcelaine P2 cuite : A- à 1250°C et B- à 1500°C .

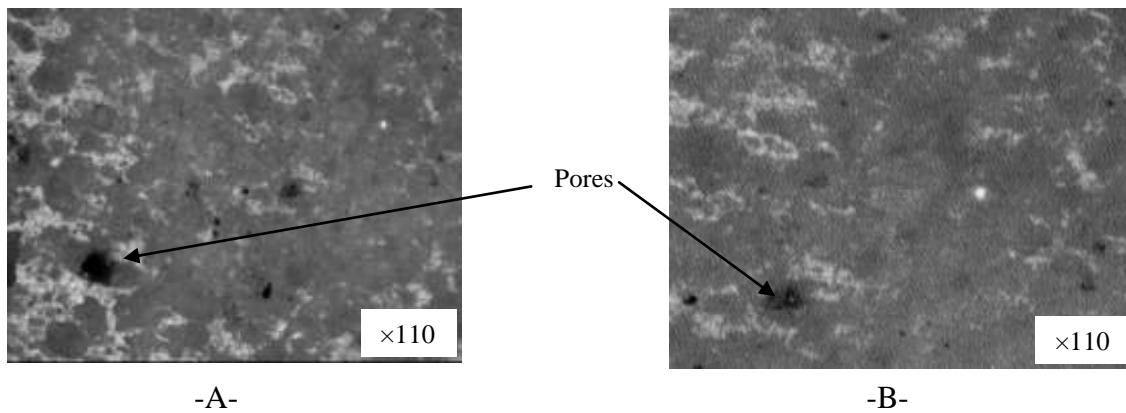


Figure IV-10 : Micrographie de porcelaine P3 cuit : A- à 1250°C et B- à 1500°C.

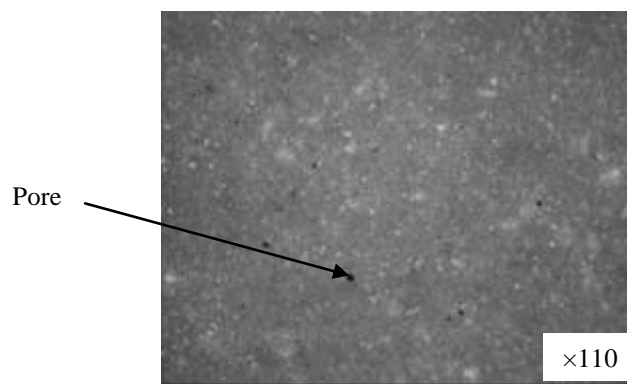


Figure IV-11 : Micrographie de porcelaine étalon (P).

L'observation microscopique à montre qu'à une cuisson à 1250°C, il y a existence de pores alors qu'à 1500°C, il y a diminution du nombre de pores ainsi que leur volume. Par comparaison des matériaux en remarque que les pores de P est moins que de P1, P2, P3.

Conclusion :

La porosité diminue en fonction de la température, cette variation est due plus précisément à l'effet de la température de traitement (où il y a compactage et formation des phases cristallins), la compression et les conditions d'élaboration sur l'aspect des échantillons.

IV-6- Mesure de la rigidité diélectrique (la tension de claquage) :

Selon la manipulation précédente (chapitre III), nous obtenons les valeurs regroupées dans les tableaux [IV-9, 10] suivants :

P1		1	2	3	4	5	Moyen	dU/dt
V₁	t₁(sec)	15,9	14,79	15,63	15,26	14,95	15,306	2,36
	U₁(KV)	35,88	36,76	35,45	37,1	35,7	36,178	
V₂	t₂(sec)	10,23	9,98	11,5	11,04	10,99	10,748	4,87
	U₂(KV)	51,8	52,3	52	51,9	52,5	52,1	
V₃	t₃(sec)	07,45	8,16	7,8	7,6	8,22	7,846	6,79
	U₃(KV)	53,5	53,2	53,1	53,27	53,4	53,294	
V₄	t₄(sec)	04,99	05,27	4,8	5,6	5,3	5,192	10,32
	U₄(KV)	53,6	53,4	53,9	53,7	53,46	53,612	
V₅	t₅(sec)	3,5	3,1	3,6	2,9	3	3,22	16,80
	U₅(KV)	54,12	54,03	54,2	54,13	54,1	54,116	

Tableau IV-9 : Résultats de mesures de la tension de claquage de P1.

Les valeurs de la tension de claquage de P2 et P3 sont :

V₁	U₁(KV)
P2	15,834
P3	16,31

Tableau IV-10 : Résultats de mesures de la tension de claquage de P2 et P3.

On remarque selon les valeurs représentées sur le tableau [IV-9] que la tension de claquage augmente en fonction de l'augmentation de la vitesse de la tension. Par contre le temps de claquage est diminué en fonction de l'augmentation de la vitesse de claquage.

- **La rigidité diélectrique :**

Selon la technique de mesure de la rigidité diélectrique on obtient les résultats suivants :

	R_d (KV/mm)
P1	8,67
P2	8,66
P3	8,59

Tableau IV-11: Résultats de mesure de la rigidité diélectrique des céramiques.

On remarque selon les valeurs représenté dans le tableau IV-11 que la rigidité diélectrique est constante pour les différents échantillons.

IV-7- Détermination de capacité (C), facteur de dissipation ($tg\delta$) et la constante diélectrique (ϵ_p):

Selon la technique de détermination de capacité (C), facteur de dissipation ($tg\delta$) et la constante diélectrique (ϵ_p) on obtient les résultats regroupés dans le tableau IV-9 suivants :

	$tg\delta$	ϵ_r (Fm^{-1})	C_x (F)
P1	1,021	4,671	0,83
P2	1,034	4,807	0,83
P3	1,012	5,031	0,89

Tableau IV-12 : Résultats de mesure de la capacité (C_x), facteur de dissipation ($tg\delta$) et la constante diélectrique et (ϵ_{rx}).

IV-8- Mesure de la résistivité ρ :

Selon la technique de mesure de la résistivité on obtient les résultats suivants :

	I (10^{-9}) A	U (KV)	ρ (10^7) (Ω. Cm)
P1	800	4,3	11,64
P2	830	4,5	11,56
P3	850	4,6	11,54

Tableau IV-13 : Résultats de mesure de la résistivité ρ .

Propriétés	Symbole	Valeur théorique	Valeur pratique	Unité
Constante diélectrique	ϵ	5 à 6,5	4,83	F.m ⁻¹
Pertes diélectrique	$\epsilon \text{ tg}\sigma$	5 à 10	5,89	(%)
Rigidité diélectrique	Rd	6,1 à 13	8,68	V μ M ⁻¹
Résistivité	ρ	10^{14}	$11,58 \cdot 10^7$	Ω . Cm
Facteur de dissipation	$\text{tg}\sigma$	0,8 à 2	1,22	(%)

Tableau IV-14 : Comparaison entre les valeurs pratiques et théoriques des propriétés physiques.

On comparant théorique des propriétés physique (tableau IV-14) de matériau céramique diélectrique et les valeurs obtenue après la réalisation des essais pratique sur nous échantillons on trouve que les résultats sont comprise dans l'intervalle des valeurs théorique, par contre la résistivité et la constante diélectrique sont inférieur a celle obtenue théoriquement.

IV-9- Traitement chimique :**1- Traitement chimique par l'attaque acide :**

Les résultats et les observations sont réunis dans le tableau IV-15 suivant :

	M_i (g)	Après 7 jours	Après 15 jours	Δm
P1	1,348	1,390	1,393	0,045
P2	1,396	1,520	1,517	0,121
P3	1,196	1,289	1,290	0,094

Tableau IV-15 : Résultats de l'attaque acide.

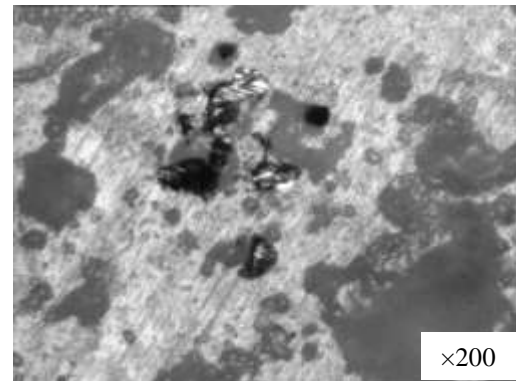
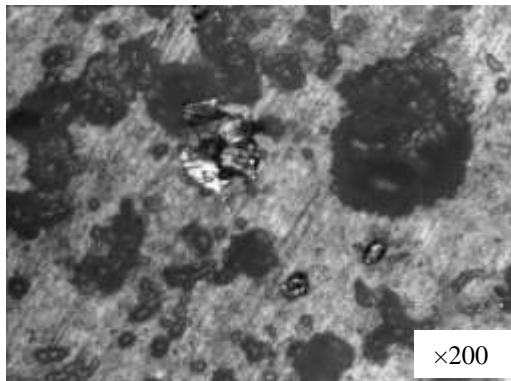


Figure IV-12 : Micrographie de porcelaine P1 cuite à $1500C^\circ$ après l'attaque par l'acide sulfurique.

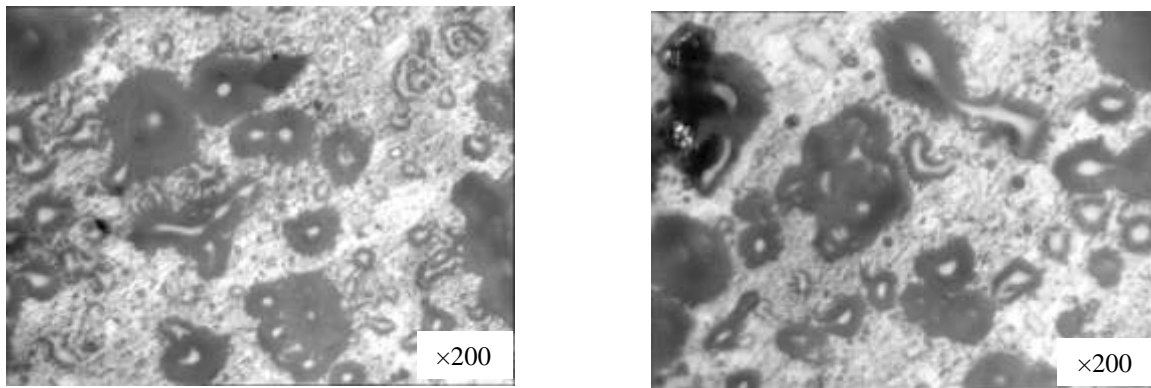


Figure IV-13 : Micrographie de porcelaine P2 cuite à 1500C° après l'attaque par l'acide sulfurique.

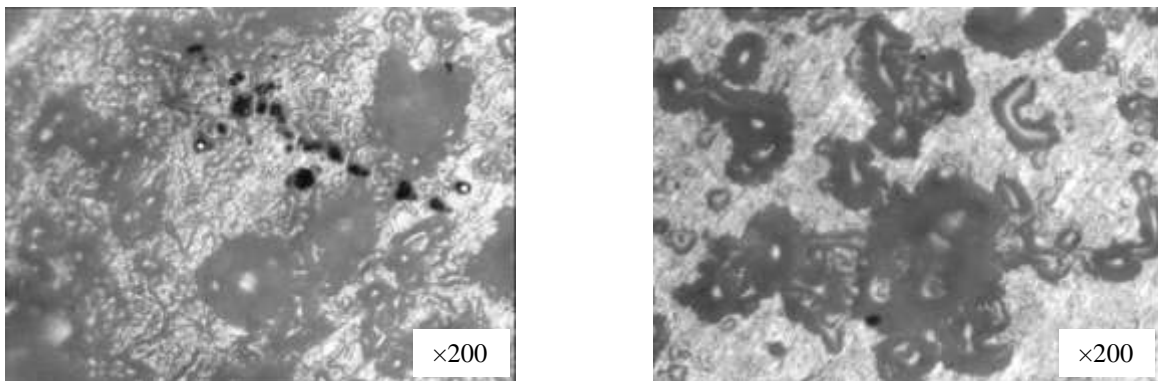


Figure IV-14 : Micrographie de porcelaine P3 cuite à 1500C° après l'attaque par l'acide sulfurique.

D'après les tableaux on voit qu'il y a une légère augmentation des masses des échantillons c'est-à-dire il s'est formé un dépôt de sulfates de fer comme on l'a distingué avec le microscope. D'abord par décapage, et corrosion des surfaces immergées, puis diffusion des cations et des anions en provoquant des précipitations et formation d'une couche passivante sur la partie non immergée.

L'observation microscopique sur les échantillons attaqués par l'acide montre qu'il y a une fusion de chaux sur la surface.

2- Traitement chimique par l'attaque basique :

Les résultats sont récapitulés dans le tableau IV-16 suivant :

	M_i (g)	Après 7 jours	Après 15 jours	Δm_f
P1	0,935	0,953	0,988	0,053
P2	0,981	0,994	1,055	0,074
P3	1,144	1,208	1,273	0,064

Tableau IV-16 : Résultats de l'attaque basique

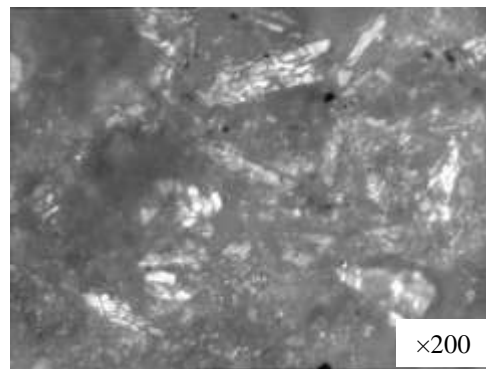


Figure IV-15 : Micrographie de porcelaine P1 cuite à 1500C° après l'attaque par l'hydroxyde de sodium.

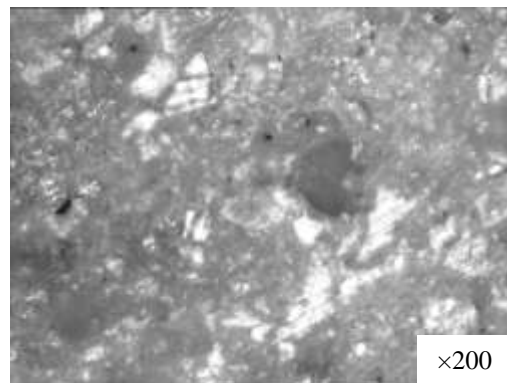


Figure IV-16 : Micrographie s de porcelaine P2 cuite à 1500C° après l'attaque par l'hydroxyde de sodium.

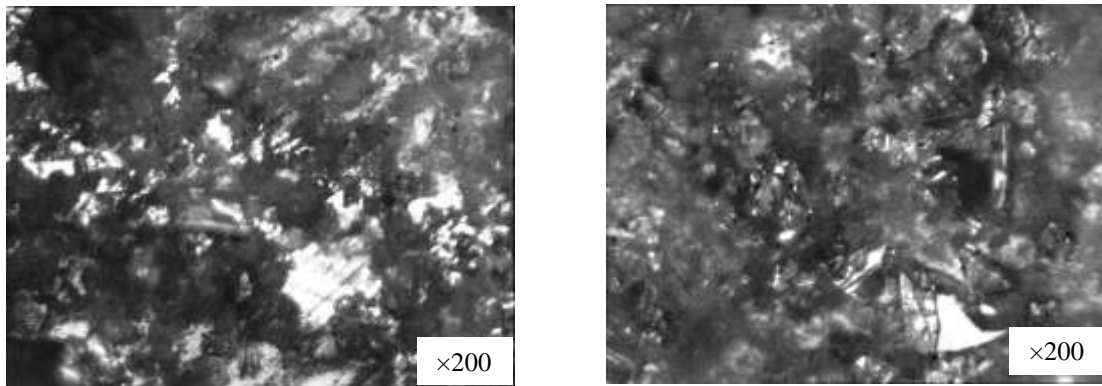


Figure IV-17 : Micrographie de porcelaine P3 cuite à 1500C° après l'attaque par l'hydroxyde de sodium.

Après avoir résumé les résultats de cette attaque dans les tableaux on a remarqué qu'il y a une attaque chimique sur la surface immergée dans la solution basique, d'ailleurs on a vu que les impuretés de la partie immergées ont été décapées par rapport à la partie non immergées ; on a pu constater qu'il y a seulement une légère variation (augmentation) en poids qui est due à la formation d'une couche passivante due à la précipitation de sels d'hydroxydes à la surface.

Conclusion :

Les attaques chimiques acide et basique diminuent les propriétés du matériau, c'est pourquoi les matériaux céramique sont émaillés afin d'augmenter leurs durées de vie

IV-10 - L'Analyse par Diffraction des Rayons X :

IV-10-1 - Résultats de l'Analyse par Diffraction des Rayons X de la porcelaine cru :

L'analyse par diffraction des rayons X montre que le mélange cru répondant à les compositions P1, P2 et P3, avant séchage et cuisson, sont composés en majorité en kaolinite ($2\theta = 12,33^\circ, 20,32^\circ, 50,37^\circ$) et en Quartz ($2\theta = 26,63^\circ, 39,25^\circ, 68,14^\circ$) et proportion moins importante en anorthite ($2\theta = 23,101^\circ, 29,97^\circ, 39,27^\circ$) et orthose ($2\theta = 25,65^\circ, 26,913^\circ, 34,86^\circ$) et d'autres phases qui disparaissent après cuisson pour former d'autres phases.

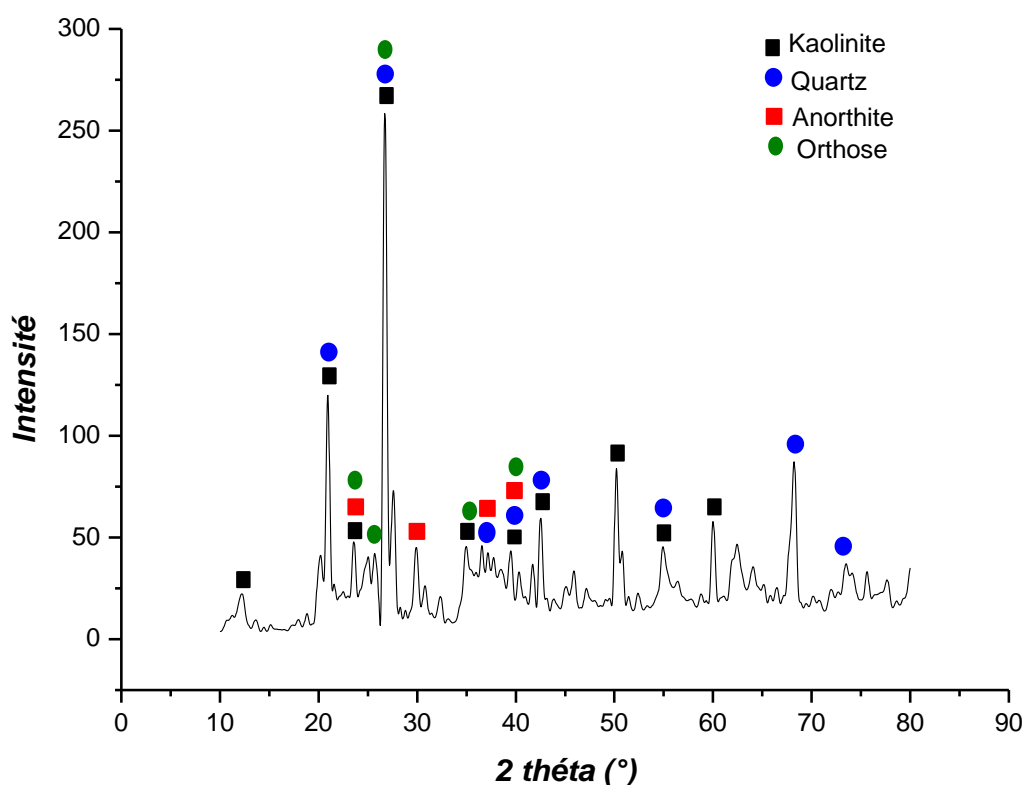


Figure IV-18 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P1 cru.

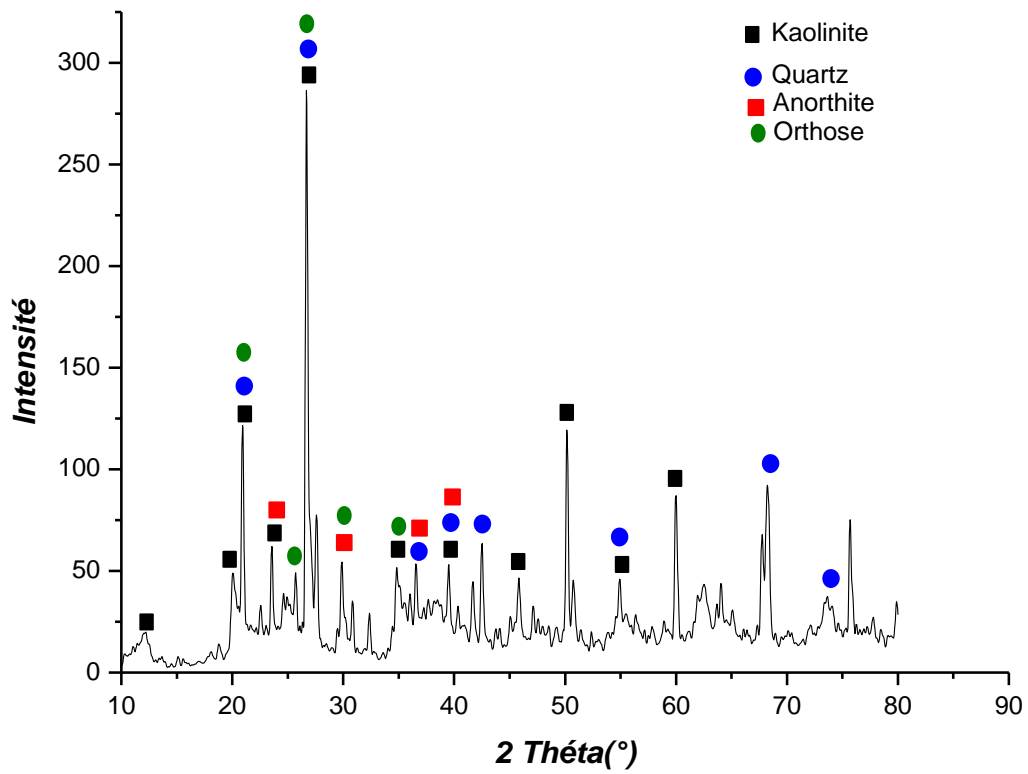


Figure IV-19 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P2 cru.

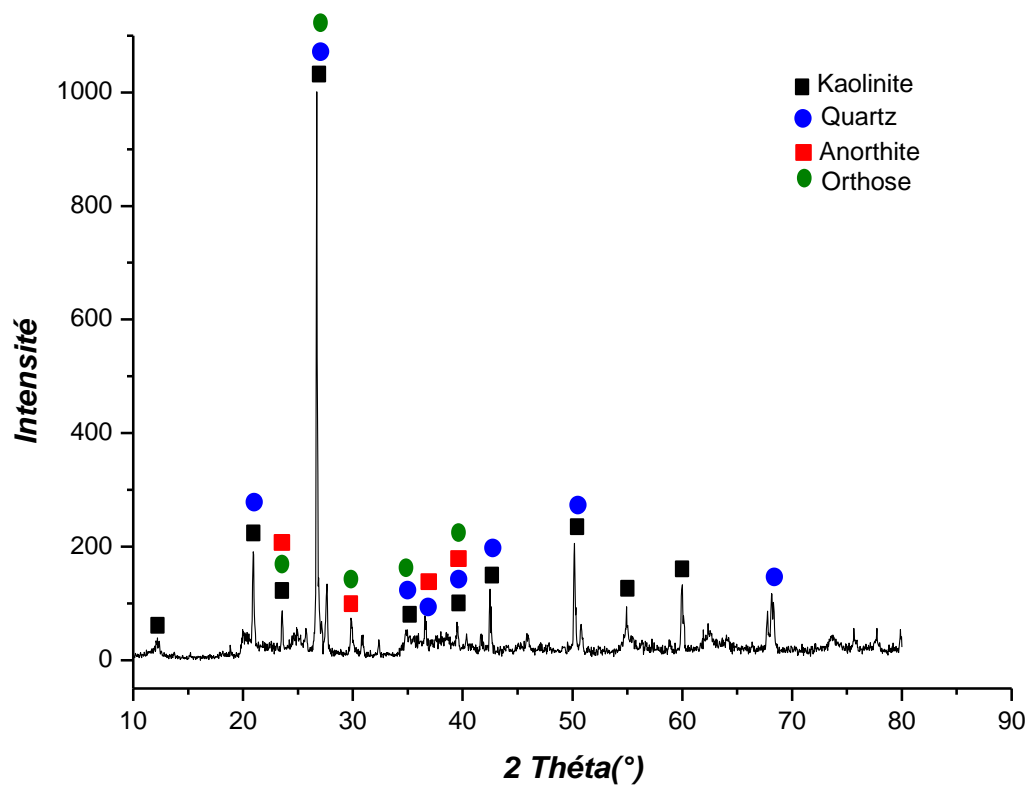


Figure IV-20: Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P3 cru.

IV-10-2- Résultats de l'analyse par diffraction des rayons X de la porcelaine cuite :

L'analyse par diffraction des rayons X de Porcelaine a confirmé la formation de la mullite $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ($2\theta = 16.52^\circ, 26.34^\circ, 40.99^\circ$) qui est une nouvelle phase minéralogique très stable à 1500°C obtenue par recombinaison de la silice et l'alumine, après la fusion complète des matières premières. La deuxième phase qui existe dans la porcelaine est la cristobalite ($2\theta = 21.92^\circ, 31.04^\circ, 48.65^\circ$). L'aspect bombé de la ligne de base du diagramme X, met en évidence l'existence d'une phase amorphe de silice ou d'alumine.

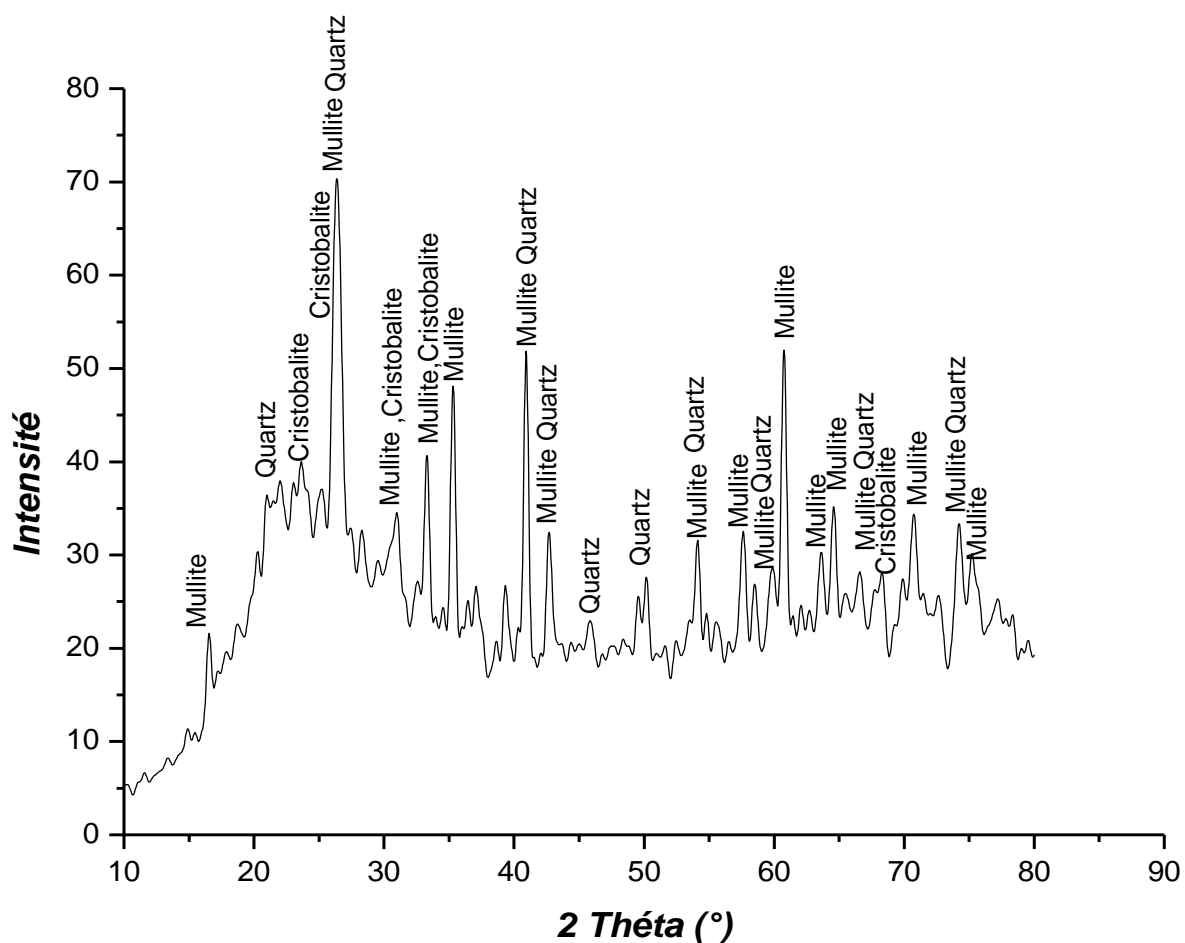


Figure IV-21 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P1 cuit à 1500°C .

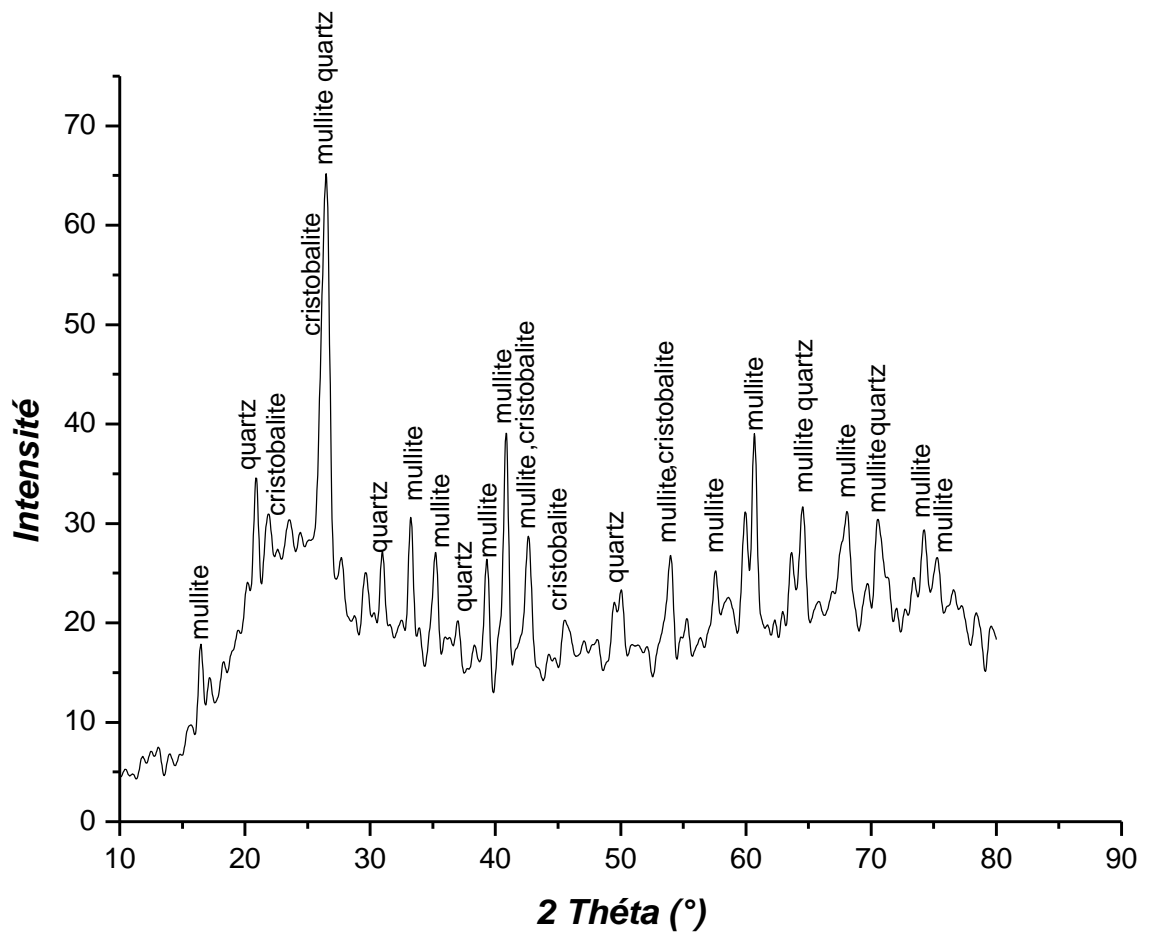


Figure IV-22 : Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P2 cuite à 1500C°.

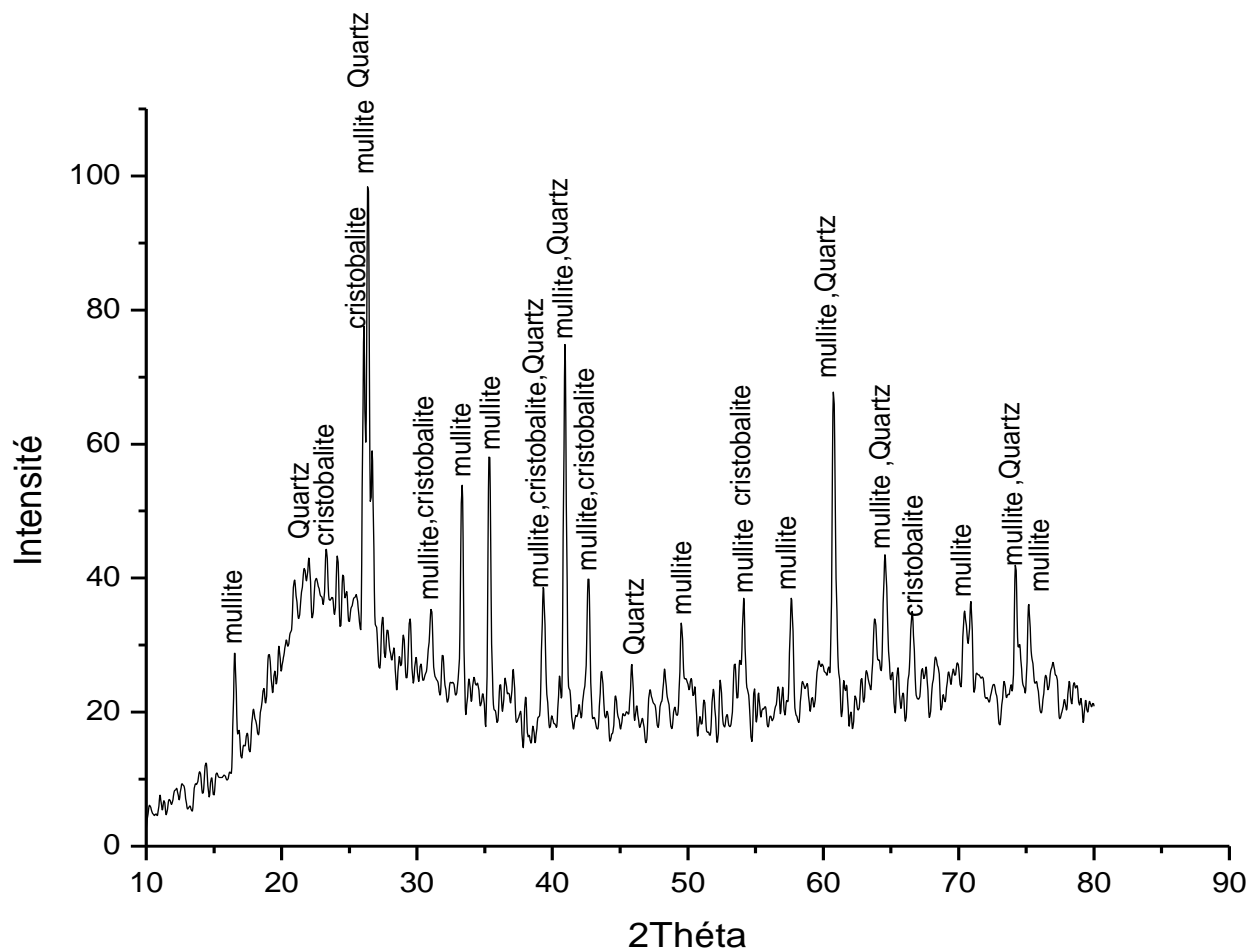


Figure IV-23: Spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon P3 cuite à 1500°C.

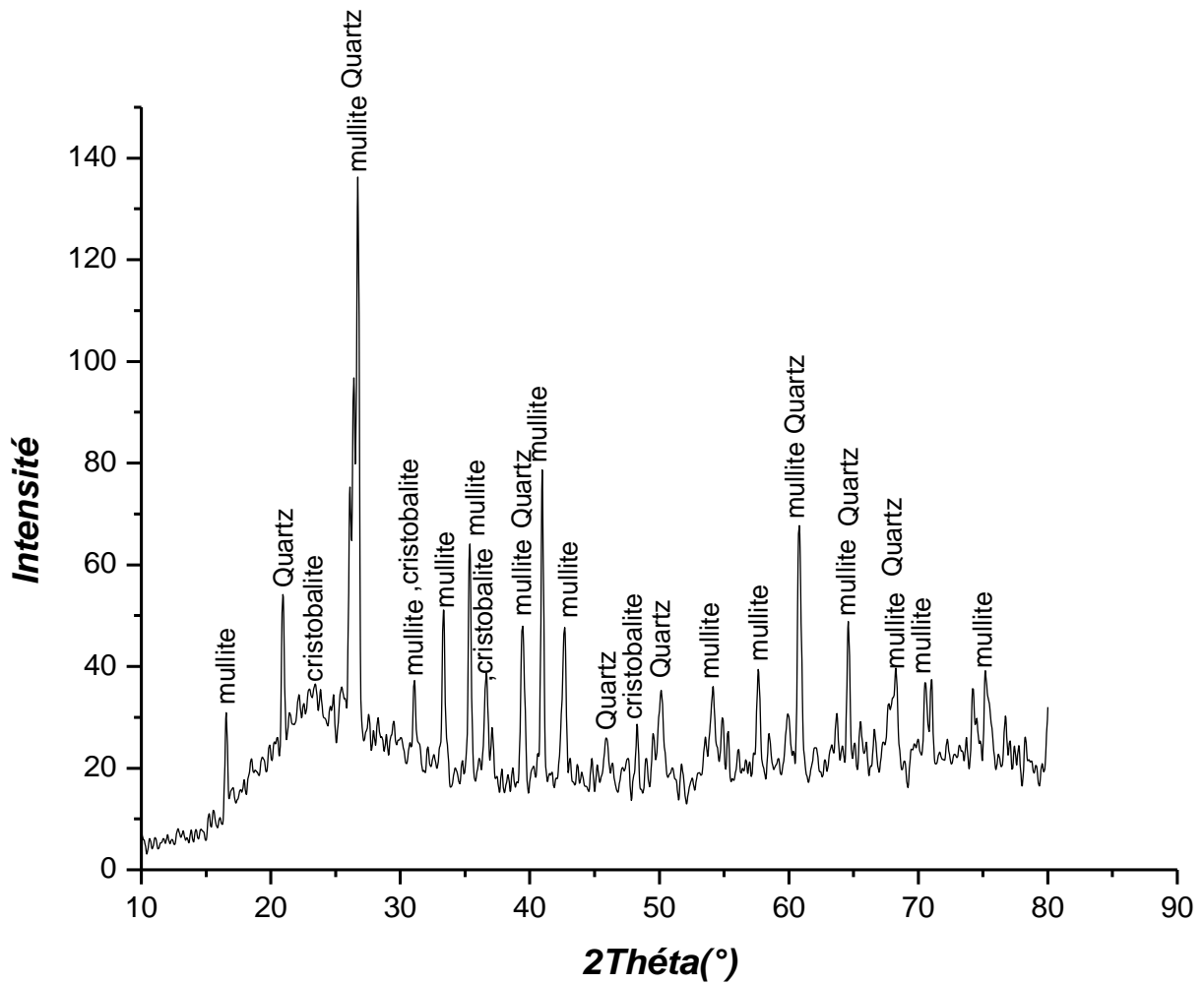


Figure IV-24 : Spectre de diffraction des rayons X d'une céramique étalon P.

Remarque :

On a utilisé comme matériau de référence, une céramique diélectrique utilisée par SONALGAZ dans les câbles électrique à haute tension (P).

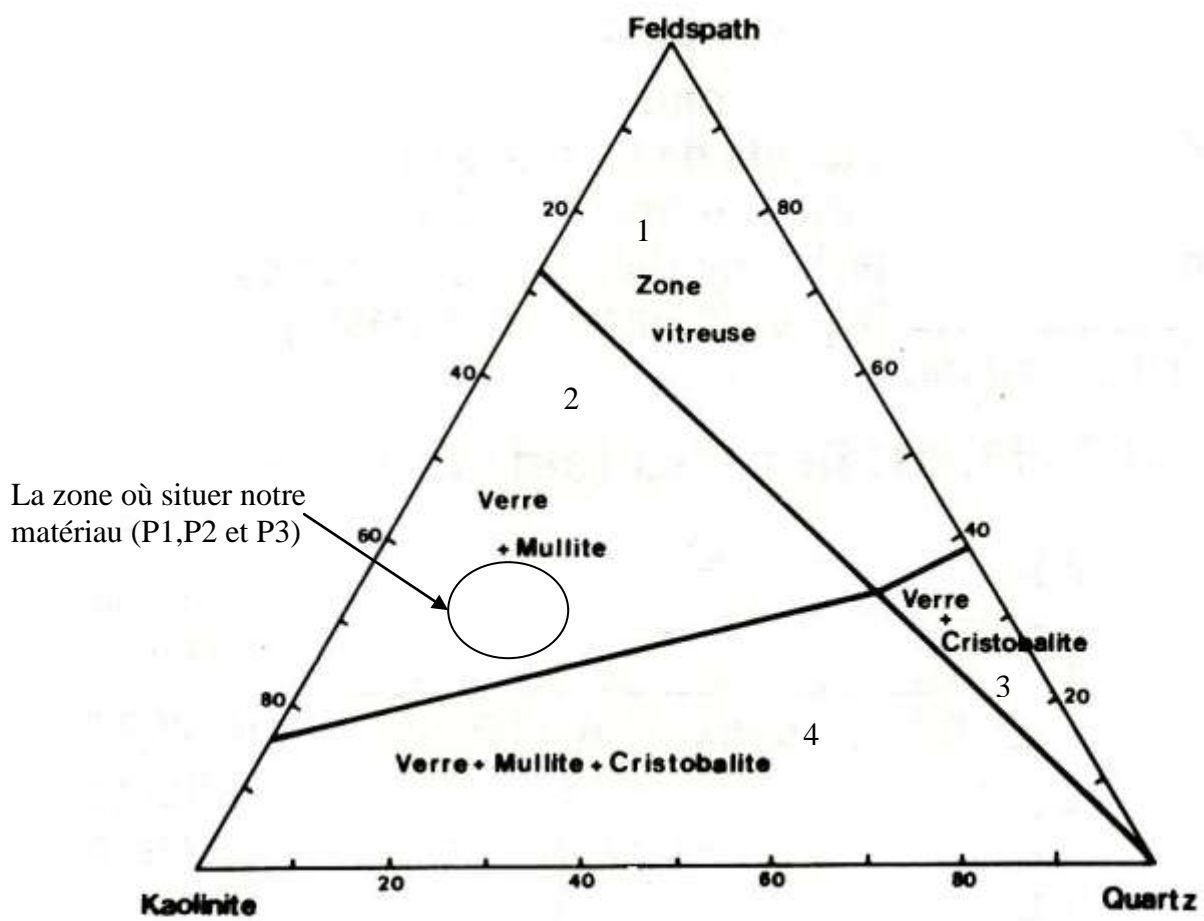


Figure IV-25 : Répartition des phases dans le système Feldspath/ Kaolin/ Quartz.[35]

IV-11- L'analyse Thermique Différentielle et Thermogravimétrie (ATD et ATG) :

1- Analyse Thermogravimétrie :

Selon la méthode d'analyse thermique on obtient les résultats suivants :

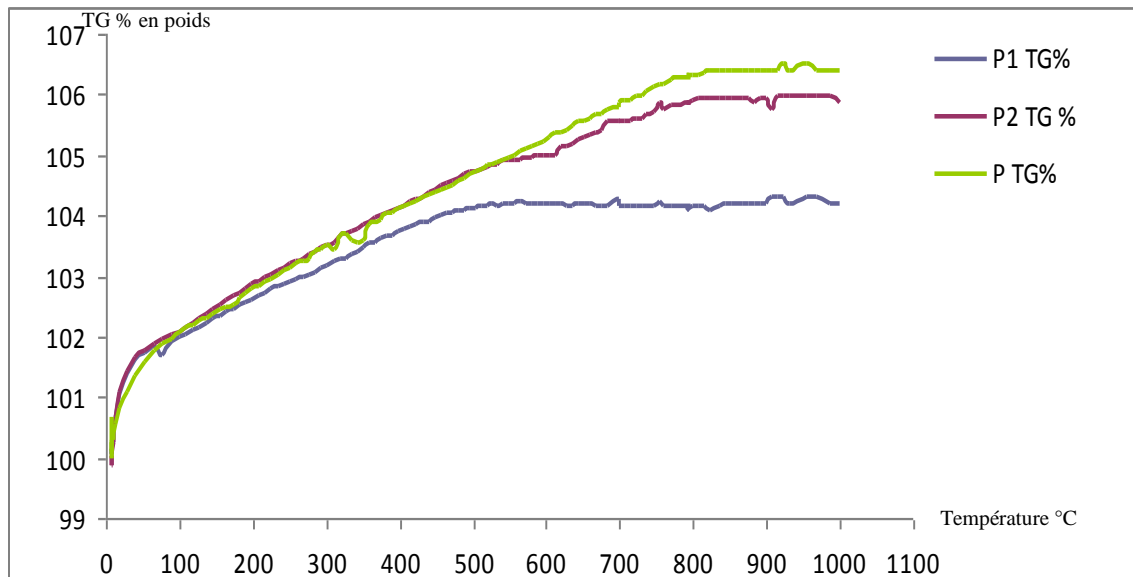


Figure IV-26 : Courbes d'Analyse Thermogravimétrie (primitive TG).

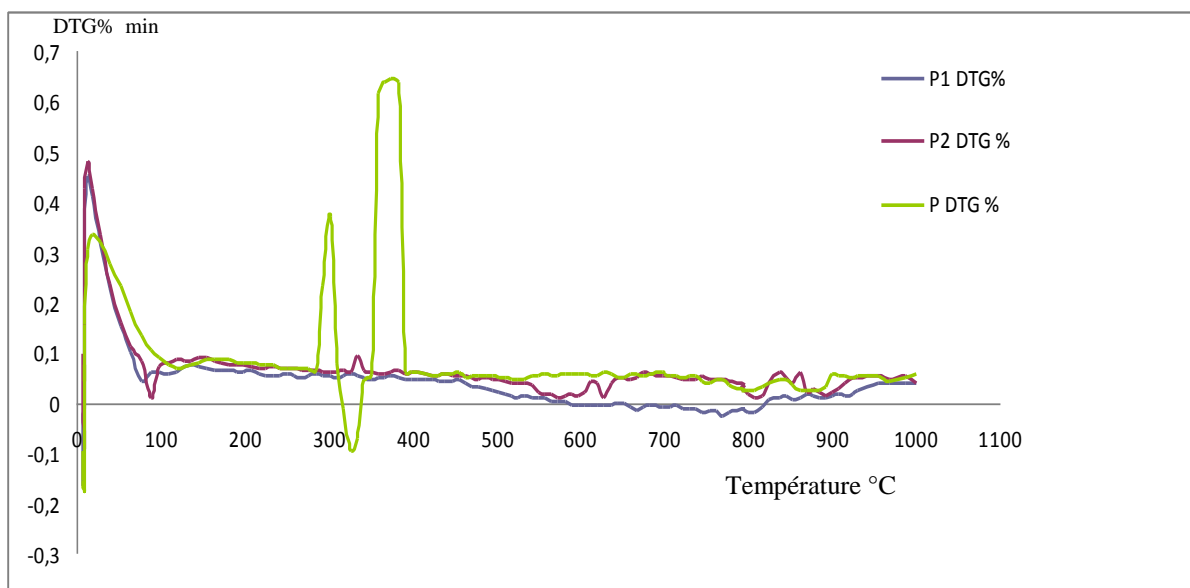


Figure IV-27 : Courbes d'Analyse Thermogravimétrie (différentielle DTG).

Selon les courbes des figures IV-25 et IV-26 on remarque perte de l'eau zeolithique de 20 à 120-140°C suivie d'un départ progressif d'eau jusqu'à 450°C, où s'amorce le départ de l'eau de constitution qui est beaucoup plus lent et se prolonge jusque vers 800 °C, température à laquelle a souvent lieu une dernière perte d'eau de faible importance.

2- Analyse Thermique Différentielle ATD :

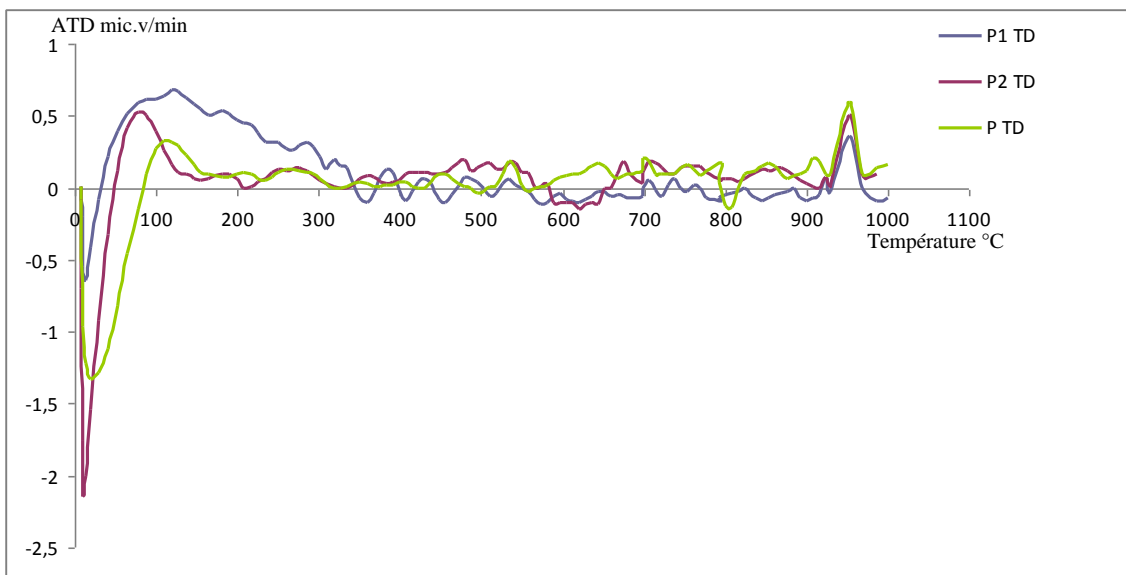


Figure IV-28: Courbes d'Analyse Thermique Différentielle ATD

On remarque sur les courbes de la figure IV-28 :

Une réaction endothermique entre 20 et 100 °C indique en générale la présence d'un minéral contenant l'eau zeolithique.

Une faible réaction endothermique entre 530 et 600°C indique le quartz, le crochet endothermique est modifié par la transformation du quartz à 573°C.

La matière carbonneuse qui brûle à une température plus élevée entre 450 et 620°C donne lieu à un phénomène exothermique important qui est contraire par le phénomène endothermique dû au départ de l'eau de constitution il résulte parfois l'existence de 2 pics de céramique et un autre vers 590-600°C qui se situe après.

A 975°C on constate un effet exothermique brutal dont les causes sont encore imprécises. Certains auteurs l'attribué à une cristallisation d'alumine γ suivait de la formation de la mullite $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$. D'autres l'attribué à la cristallisation de la mullite à partir de la méta-kaolinite.

Conclusion :

- L'analyse gravimétrique suppose une bonne précision pour les trois mesures : poids, température et variation de température. L'ATG montre à quels points ces variations sont les plus importantes.

- L'analyse thermique différentielle permet de déterminer la température de début de transformation, qui est 975°C température à laquelle a subi une transformation de kaolinite au mullite $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$.

Références bibliographiques

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Christian Janot, Bernard Ilschner, « Traité des matériaux N°19 Matériaux émergents, Edition presse polytechniques et universitaires Romandes, 2001.
- [2] Jean Denape « Céramiques à usages mécaniques et thermomécaniques » Traité Matériaux non métalliques - Techniques de l'ingénieur A2010 et A 2011 Paris, 1996
- [3] M.F.Ashby, D.R.H.Jone, « matériaux microstructure et mise en œuvre » Pergamon Presse, Oxford, 1980. Dunod, Paris 1991
- [4] W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, « Introduction à la science des matériaux » traité des matériaux. Deuxième édition, Presse polytechnique et universitaires romandes, 1995.
- [5] R. Bourgois; H.Chauvel ; J.Kessler « Mémotech génie des matériaux » édition Casteilla, Paris 2001
- [6] Michel Du Peux « Science des matériaux » aide-mémoire, Dunod, Paris 2004
- [7] D. Dumora; L. Minjolle « Matériaux isolants céramiques en électrotechnique de l'ingénieur » Paris 1996
- [8] A. Roula, N, Boufafa, I. Moussaoui, N. Bounar « Usual and dielectric properties of Ba-Zr(Al_x - Si_{1-x}) O_3 ceramic high voltage insulators» ,ELECTROCERAMICS X; Toledo (spaine) 2006.
- [9] P.Robert, « Matériaux de l'électrotechnique » traité d'électricité. Troisième édition. Lausanne 1989.
- [10] H.Benane; N.Bouchrite « Contribution à la formation d'une porcelaine électrotechnique pour moyenne et basse tension » Jijel 2001.
- [11] D. Kahiou « Incorporation d'une argile locale dans une barbotine de céramique sanitaire » technologie de la céramique, Boumerdes 1989
- [12] [http// www.sup.adc*](http://www.sup.adc*)
- [13] H. Boyer, M. Norbert, R. Philip : « construction du matériel électrique ». Tome 1, troisième édition. France.
- [14] N.Drozdou et N. Nikoline « Matériaux électriques » édition Ecole Supérieure Moscou.
- [15] G.Aliprandi « Matériaux réfractaires et porcelaines techniques » Editions Septima Paris1979
- [16] Confédération des industries de céramiques de France « l'industrie céramique en France » N° 872, volume 6, 1992

- [17] S. Kanazaki, K. Kurihara, S. Iwai M. Ohachi and H.Tabata, « sintering of mullite silica-ceramics and some properties for insulating substrate material. » Yogyo-Kyukai-Shi, (vol 95), 1987.
- [18] F. Jean-Marie Haussonne, Traité Electronique « Céramiques pour composants électroniques» Techniques de l'ingénieur- E1820, Paris 2002
- [19] J-P/ Boilot et F.Chaput « les voies humides sous la pression atmosphérique normal on voie chimiques » Septima Paris 1994.
- [20] MINES, Revue des ingénieurs, Juillet 1995.
- [21] Jean-Marie Haussonne « Céramique pour l'électronique et l'électrotechnique » paris, 2002.
- [22] M.Aguets ; M.Lanoz, « Haute tension» traité d'électricité. Romandes
- [23]Claude Menguy, « Matériaux Fonctionnels (mesure des caractéristiques des matériaux isolants solides) » Techniques de l'ingénieur D 2310 N°3. Paris 1996
- [24] R. Fournié « Diélectrique bases théoriques » Techniques de l'ingénieur, D213 1986.
- [25] A. Touraine « Chauffage par pertes diélectriques » Techniques de l'ingénieur, D930, Paris 1985.
- [26] Philippe Robert, matériaux de l'électrotechnique, volume 2, édition Georgi, 1979.
- [27] D. Merabet et H. Belcacemi, « valorisation du kaolin de Tamazert », rapport de recherche, N°1, projet code 1062/01/99, université de Bejaia.
- [28] D. Merabet, « les kaolins d'El-Milia-caractérisation et valorisation », rapport de recherche, laboratoire LGERM, Ecole des mines d'Alès 1996.
- [29] Joel Krier et Norbert Broll, ENSAIS laboratoire de métallurgie, « corrosion et matériaux », édition N°4, 1996.
- [30] [http// www.Chez.com/deuns/sciences/DRX](http://www.Chez.com/deuns/sciences/DRX).
- [31] R. BOUAZIZ, A-P. ROLLET, l'analyse thermique tome 1 : les changements de phase, Editions GAUTHIER-VILLARS, 1972.
- [32] R. BOUAZIZ, A-P. ROLLET, l'analyse thermique tome 2 : l'examen des processus chimiques, Editions GAUTHIER-VILLARS, 1972.
- [33] GRANI, Clay minier, Mac-Graco-Hill book Co, New York, 1953.
- [34] W.L.de KEYSER, Bull. C. F. C n°62 MARS 1964.
- [35] C. A. Jounne, « Traité de céramiques et matériaux minéraux », éditions Septima. Paris 1990.

- [36] A. CHAUVEL, C. CHARREAU, « Bulletin de l'association française pour l'étude du sol », n°6, 1972.
- [37] A. Bétékhtine, « Manuel de minéralogie descriptive » édition Mir.
- [38] Caillère Simmone, S. Hénin, M. Remtureau « Minéralogie des argiles » T1 structure et propriété physico-chimique minéraux à 7 A°. Paris, Masson 1982.
- [39] M.M.Mestdagh, L. Vielvoye and A.J.Herbillon « Clay Mineral » 1980.
- [40] D.J. Brookings « Clays and Clay min » 1973.
- [41] H.Kawaguchi-J, « Chemic. SOC Japan, 1966
- [42] N.Guven and WF. Hower « clay.min » 1979
- [43] O.Lietand « contribution à l'étude physico-chimiques cristallographiques et morphologiques des kaolins, » thèse, université de Nancy.1977
- [44] Taibi Yasmina « Influence de la température de traitement sur les propriétés physico-chimiques du système kieselguhr- kaolin » thèse de magister université de Annaba, 2001.
- [45] L. Lecrivain « Céramique et Généralité », Techniques de l'ingénieur, 1987.
- [46] [http// www.Chez.com/deuns/sciences/ceram](http://www.Chez.com/deuns/sciences/ceram).
- [47] Encyclopédie Encarta 2007.
- [48] Lionel.Flandin, « cours verres et céramiques » université de Savoie, France.
- [49] Paul CHAMPION, Léon GUILLET, Philippe POUPEAU « Diagrammes de phases des matériaux cristallins » 2° édition, MASSON 1981.
- [50] Sen Mej, J Yang and all, « Aqueous tape casting processing of flow dielectric constant cordierite-based glass-ceramics: selection of binder. » J. Eur. Ceram. Soc. (vol 26) (2006).
- [51] J.-M. Dorlot, J.-P. Bâillon, J. Masounave « Des matériaux » Editions de l'Ecole Polytechnique de Montréal. » 1986.
- [52] « Cours sur les produits réfractaires » DRA, Réf N°538.
- [53] M. Nemamcha, S Rouaiguia. A. Belbah and B. Belfarhi, « Dielectric properties of aluminosilicates ceramic materials », proceeding of the 1995 IEEE 5th intern. Conf. On conduction and breakdown in solid dielectrics.

Conclusion Générale

CONCLUSION GÉNÉRALE

Les principaux objectifs visés dans ce travail, qu'il est possible de synthétiser et caractériser une céramique électrotechnique du type $\text{CaO Al}_2\text{O}_3 \cdot 6 \text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} - \text{SiO}_2$ dans l'intervalle de température 1250 -1500°C. On a suivi un procédé d'élaboration simple, on a utilisé une pâte crue qui contient de 45 % de kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 25 à 35 % du feldspath et de 20 à 25% de quartz. Elle a subi une cuisson réductrice, à des températures de 1250 à 1500°C durant 6 heures.

Au terme de ce travail, nous avons abouti aux conclusions suivantes :

- L'analyse granulométrique en voie sèche des matériaux, nous a permis de déterminer la distribution pondérale de leurs particules. Le rendement de refus pour le Kaolin est 99,18%, 99,46% pour le Feldspath et 96,404% pour le Quartz.

- Les matériaux locaux sont riches en silice (68% en poids), en alumine (26% en poids) et pauvre en fer, ce qui pourrait les destiner à une utilisation comme adjuvant, dans la fabrication de produits céramiques électrotechniques.

L'étape déterminante dans ce processus est la cuisson, car elle nous a permis d'obtenir un matériau réfractaire qui présente des températures pyroscopique élevées (>1500°C) et à une porosité presque nulle.

- La variation de la porosité ouverte en fonction de la température de cuisson a montré que cette dernière diminue progressivement avec l'augmentation de la température de cuisson (1500°C).

- L'influence de la température au cours de la cuisson sur les échantillons est noté par une diminution dans les trois paramètres : le poids $\Delta m P1=0.291\text{g}$, $\Delta m P2=0.182\text{g}$ et $\Delta m P3=0.366\text{g}$, la longueur ΔL est constante (0,5cm) et le diamètre $\Delta e P1=0,60\text{cm}$, $\Delta e P2= 0,4\text{cm}$ et $\Delta e P3= 0,5$ (cm).

- L'analyse par diffraction des rayons X montre que le mélange cru, est composé en majorité en kaolinite et en Quartz et a proportion moins importante en anorthite et orthose et d'autres phases qui sont disparaissent après cuisson, pour former d'autres phases.

L'analyse par DRX a confirmé la formation de la mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) qui est une phase minéralogique très stable à 1500 C° obtenue par recombinaison de la silice et l'alumine, après la fusion complète des matières premières. La deuxième phase qui existe dans la céramique est la cristobalite.

- La résistance à l'attaque acide est très efficace, en ce qui concerne le décapage et la corrosion d'abord des surfaces puis diffusion des sulfates en provoquant des précipitations puis formation d'une couche passivante ; en revanche l'attaque basique a montré que la majorité des minéraux à la surface des échantillons sont fondus, sauf SiO_2 qui résiste à cette attaque chimique avec un aspect brillant.

-Les valeurs des mesures de la tension de claquage augmente en fonction de l'augmentation de la vitesse de claquage, pour une vitesse $2,36\text{ mm/sec}$ la tension est $\text{UP}_1=15,3\text{KV}$, $\text{UP}_2=15,8\text{KV}$ et $\text{UP}_3=16,3\text{KV}$

- L'analyse thermogravimétrie suppose une bonne précision pour les trois mesures : poids, température et variation de température, L'ATG montre que les variation les plus important sont : 100°C , 300°C , 450°C , .

- L'analyse thermique différentielle permet de déterminer la température de début de transformation, qui est de 975°c température à laquelle le matériau a subi une transformation de la kaolinite en mullite.

Par comparaison, nous avons constaté qu'il a une légère différence entre les différentes propriétés des matériaux élaborés dans notre laboratoire et la porcelaine électrotechnique a utilisés par SONELGAZ pour la conduite des câbles utilisés à haute tension.