

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة محمد البشير الابراهيمي- برج بوعريريج

UNIVERSITE MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI - BORDJ BOUARRERIDJ



Faculté des Sciences et de la Technologie

Département des Sciences de la Matière

Mémoire Présenté en vue de l'Obtention du Diplôme de Master

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des matériaux

Intitulé

Etudes de l'effet de frittage sur les Paramètre physico-chimique des matériaux

Présenté Par :

✚ Torche Ziad

✚ Chebchoub Imed

Le/juin/2022

Jury de soutenance :

✚ <i>Président :</i>	<i>Chikouche Iméne</i>	<i>MCA ,</i>	<i>Univ BBA</i>
✚ <i>Encadreur :</i>	<i>Bouzid Abderrazak</i>	<i>Professeur</i>	<i>Univ BBA</i>
✚ <i>Examineur :</i>	<i>Hamma Amel</i>	<i>MCB</i>	<i>Univ BBA</i>

Table de matière

Introduction générale

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1 introduction	01
I.2 Définition de céramiques	01
I.3 Les différents types de céramiques	01
I.3.1 Les céramiques traditionnelle	01
I.3.2 Les céramiques techniques	01
I.4. Propriétés des céramiques	02
I.4.1 Propriétés thermique	02
I.4.2 Propriétés électriques.....	02
I.4.3 Propriétés chimiques et environnementales.....	04
I. 5. Défauts dans les céramiques	04
I.5.1 Défauts volumiques	04
I.5.2 Défauts surfaciques	05
I.5.3 Défauts ponctuels	05
I.6 Elaboration des céramiques	05
I.6.1. Broyage des poudres.....	06
I.6.1.1. Définition de broyage	06
I.6.1.2. Type de broyage.....	06
I.6.2. La mise en forme	06
I.6.2.1-Compaction sèche des poudres.....	08
I.7 Frittage	09
I.7.1 Les types du frittage	10
I.7.2 Les étapes du frittage.....	11
I.8. Les kaolins	12
I.8.1 Définition	12
I.8.2 Formations de kaolin.....	13
I.8.3. Composition chimique de kaolin	13
I.8.4. Propriétés des kaolins.....	14
I.8.4.1 Capacité d'échange cationique.....	14
I.8.4.2 Cristallinité.....	14
I.8.4.3 Dureté	15
I.8.5 La kaolinite	15
I.8.6 Structure cristalline de la kaolinite	16
I.8.7 les argiles kaolinitiques.....	16
I.8.8. Les gisements de kaolin dans l'est de l'Algérie	17
I.8.8.1- Kaolin de Tamazert	17
I.8.8.2. kaolin de Djbel Debagh	17
I.9 L'alumine	19
I.9.1- Définition	19
I.9.2- Propriétés de L'alumine	20
I.9.3 Elaboration de l'alumine α et γ	20
I.9.4 Structures cristallographiques des phase	21

Table de matière

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1. Introduction	24
II.2. Moyens expérimentaux utilisés	24
II.2.1 Broyage	24
II.2.2 Mise en forme des échantillons par pressage.....	26
II.2.3. Frittage	27
II.3. Caractérisation des échantillons de poudre	28
II.3.1- Granularité.....	28
II.3.1.1. Analyse granulométrique	29
II.3.2Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie.....	30
II.4 La densité.....	31

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Introduction	32
III.2. Matériaux utilisés	32
III.2.1. Le kaolin.....	32
III.3. Préparation des poudres	33
III.3.1. Broyage manuel	34
III.3.2. Broyage automatique	34
III.4 Analyse granulométrique	35
III.5 Mise en forme des échantillons	40
III.5.1Le pressage uniaxiale	40
III.6Le frittage	41
III.7. Détermination de la densité	42
III.8 Préparation de mélange	43
III.8.1-Broyage de mélange	43
III.8.2 Analyse granulométrie.....	44
III.8.3 Pastilles des mélanges.....	46
III.8.4 La densité de mélange.....	47
III.8.5 Calcination.....	48
III.8.6 Analyse granulométrique.....	49
III.8.7. La densité.....	50
III.9. Conclusion	51
Conclusion générale	
Résumé	
Références bibliographiques	
Annexe	

Liste des figures

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Chapitre I : Etude Bibliographique		
Figure 1	Schéma des bandes d'énergie électronique de métaux, semi-conducteur et isolants.	03
Figure 2	Les étapes principales d'élaboration des céramiques.	07
Figure 3	Frittage des particules de céramiques.	09
Figure 4	Séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant le stade final du frittage.	12
Figure 5	Structure cristalline de la kaolinite ((OH) ₈ Al ₄ Si ₄ O ₁₀).	16
Figure 6	Location géologique du kaolin de Djbel Debbagh.	18
Figure 7	Structure cristalline du corindon (Alumine).	19
Figure 8	Représentation du plan basal de l'alumine- α (réseau d'ions oxygène avec les ions aluminium en petits cercles pleins et les sites vides en petits cercles vides) et de ses directions cristallographiques principales.	22
Figure 9	Représentation de la position des cations dans la structure.	23
Chapitre II : Matériels et méthodes		
Figure 1	Broyage de kaolin à l'aide d'un mortier.	24
Figure 2	Broyeur planétaire à billes PM 100.	25
Figure 3	Presse-MAASSEN Die Set-MP 150.	27
Figure 4	Four NABERTHERM (30 à 3000°C) utilisé pour frittage.	28
Figure 5	Granulométrie laser-CILAS 1090.	29
Figure 6	Appareil d'analyse thermogravimétrique (ATG).	30
Chapitre III : Résultats et discussions		
Figure 1	Kaolin de Tamazert (KT3).	32
Figure 2	Broyage de kaolin à l'aide d'un mortier.	34
Figure 3	Echantillons après broyage	35
Figure 4	Distribution granulométrique de l'échantillon de 2 h	35
Figure 5	Distribution granulométrique de l'échantillon de 4 h	36
Figure 6	Distribution granulométrique de l'échantillon de 6 h	37
Figure 7	Distribution granulométrique de l'échantillon de 8 h	38
Figure 8	Distribution granulométrique de l'échantillon de 10 h	38
Figure 9	Taille des grains en fonction de temps de broyage.	39
Figure10	Pastilles avant le frittage.	40
Figure11	Pastilles après le frittage.	41
Figure12	La densité en fonction de temps de broyage.	42
Figure13	Echantillons du mélange après broyage.	44
Figure14	Distribution granulométrique de mélange (C5AlC95Ka).	44
Figure15	Distribution granulométrique de mélange (C10AlC90Ka).	45
Figure16	Distribution granulométrique de mélange (C15AlC85Ka).	45
Figure17	Pastilles de mélange avant le frittage.	46
Figure18	Pastilles de mélange après le frittage.	46
Figure19	Représente la densité en fonction de temps.	47
Figure20	Représente Kaolin après calcination	48
Figure21	Représente Mélange 15% (C15Al85Ka) après calcination	48
Figure22	Distribution granulométrique de mélange 15% (C10Al90Ka) après calcination	49
Figure23	Distribution granulométrique de Kaolin après calcination	49

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Chapitre I : Etude Bibliographique		
Tableau1	Propriétés de l'alumine.	20
Chapitre II : Matériels et méthodes		
Tableau1	Caractéristique de Presse-MAASSEN Die Set-MMP 150.	26
Chapitre III : Résultats et discussions		
Tableau1	La composition chimique du kaolin.	33
Tableau2	Représente les résultats de l'analyse granulométrique.	39
Tableau3	La densité des échantillons après le frittage.	42
Tableau4	Représente la quantité de mélange kaolin-alumine.	43
Tableau5	Représente la densité de mélange.	47
Tableau6	Représente la densité avant et après le frittage.	50

Remerciement

*Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au niveau de l'université Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi Bordj Bou Arreridj, et nous tenons tout d'abord à remercier Monsieur **Bouzid Abderrazak** en tant qu'encadrant, toujours à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation du rapport,*

Nous tenons également à remercier tous les membres du département sciences des matières à l'Université de Bordj Bou Arreridj.

Nos sincères remerciements à tous les enseignants que nous avons rencontrés pendant cette période de recherche effectuée et qui a accepté de répondre à nos questions gentil.

*Nous tenons à remercier **Ziani Issam**, ingénieur de laboratoire à l'Université de BBA, et aussi à nos collègues **Mozaache Maroua** et **Beddiaf Djamila** qui nous ont soutenues tout au long de notre processus.*

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à.

Mes chers parents Foudil et Souad

Pour leurs sacrifices,

Leurs encouragements et leurs soutient moral.

Mes sœurs Souha et Rahma

Tous mes amis (e) et tous ceux que j'aime.

Tous ceux qui m'ont aidé et encouragé.

Ziad Torche

Dédicace

A ma très chère mère

*Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le
Symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et
Exemple du dévouement qui n'a pas cessé de 'encourager et
de prier pour moi.*

A mon cher père :

*Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour
Et nuit pour mon éducation et mon bien être.*

A ma chère Grande mère Mes frères et ma sœur

Imed Chebchoub

Introduction général

Introduction général

Introduction général

La fabrication et l'utilisation des céramiques traditionnelles remontent à plus de 5000 ans : produites en façonnant de l'argile puis en la chauffant pour la figer, elles étaient essentiellement des argiles utilisées pour la construction (briques, tuiles..).

La valorisation des matières premières locales constitue un défi majeur pour nos chercheurs, C'est ainsi que ce travail de master vient afin d'étudier l'élaboration de nouveaux matériaux basés sur le kaolin local de la région de Tamazert et aussi certaines de ses composition renforcées par l'alumine par des procédés de métallurgie des poudres sans et avec une étape de calcination.

Ce mémoire comporte trois chapitres :

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique relative aux céramiques en général et au kaolin et l'alumine en particulier. En effet, il comprend d'abord la présentation des différentes étapes pour l'élaboration des divers types des céramiques. Les principaux aspects concernant ces matériaux, à savoir sa structure, ses propriétés mécaniques, thermiques et électriques. la composition chimique de kaolin et leur propriétés, et enfin, les propriétés et l'élaboration de alumine est exposée.

Dans le deuxième chapitre en commence par la présentation des principaux Moyens expérimentaux utilisés pour la fabrication comme broyage et mise en forme par pressage, frittage etc...

La partie expérimentale est donnée dans le troisième chapitre. On y trouve aussi un aperçu sur les techniques expérimentales ainsi que l'ensemble des résultats obtenus lors de ces essais réalisés.

Chapitre 01 :

Etude Bibliographique
Etude Bibliographique

I.1 Introduction

Ce chapitre présente une étude bibliothèque sur les céramiques en général et les matériaux utilisés le kaolin et l'alumine en particulier.

I.2 Définition de céramiques

Une céramique est un matériau inorganique et non métallique, poly cristalline présentant une structure complexe de grains et de joints de grains. Cependant le terme céramique d'origine grec qui signifie poterie, qualifie avant tout une technique de fabrication, qui partant d'un choix des matières premières de bases permet d'aboutir à un matériau massif. L'élaboration de ces matériaux passe par de différentes étapes aussi importantes les unes que les autres, qui permettent aux produits finaux d'acquérir des propriétés physiques, mécaniques et chimiques bien définies [1].

Le phénomène de céramisation commence à être compris, et les chercheurs ont entrepris d'analyser et de modéliser les étapes de la fabrication. Grâce aux connaissances scientifiques acquises, il est possible de réaliser des modèles mathématiques permettant de visualiser et de simuler les étapes d'élaboration pour comprendre et maîtriser la fragilité du matériau [2].

I.3 Les différents types de céramiques

On distingue deux types des céramiques :

I.3.1. Les céramiques traditionnelles

Les céramiques traditionnelles sont issues de matières premières naturelles (argile, kaolin, quartz) et généralement mise en œuvre par coulée, exemples : la faïence, terres cuites (briques de construction), porcelaines (vaisselle, objets décoratifs) [5].

I.3.2. Les céramiques techniques

Les céramiques techniques regroupent les matériaux développés récemment dans les laboratoires de recherche en raison de leurs propriétés chimiques ou physiques exceptionnelles. Elles sont obtenues le plus souvent par frittage (traitement thermomécanique) [5].

I.4 Propriétés des céramiques

Toutes les céramiques présentent des caractéristiques similaires dues à la nature de ces liaisons ionique ou covalente :

- Haut module d'élasticité
- Faible réactivité chimique, bonne tenue à la corrosion
- Haute température de fusion
- Conductibilité thermique généralement faible
- Fluage par plasticité le plus souvent négligeable, tout au moins à l'ambiante
- Bonne résistance à l'usure
- Charge de rupture pouvant être élevée, etc....

Leur grand défaut est leur fragilité. Cette fragilité se manifeste de diverses manières :

- Absence de ductilité : les céramiques sont rarement déformable plastiquement.
- Une faible ténacité : c'est-à-dire leur inaptitude à résister à la propagation des défauts critiques : le facteur K_{IC} des céramiques n'est généralement que de quelques $\text{MPa} \sqrt{\text{m}}$.
- Un dernier inconvénient de cette fragilité est la rupture par chocs thermiques, qui est un problème crucial pour les céramiques fonctionnant à des températures variables [5].

I.4.1 Propriétés thermiques

Les céramiques sont caractérisées par leur capacité à résister à haute température. La température de fusion des céramiques est très élevée 2050°C . La chaleur spécifique, la conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique augmentent avec la température [5].

I.4.2 Propriétés électriques

La physique du solide permet de distinguer trois familles de matériaux en fonction de leur structure électronique, suivant comment sont organisées et remplies d'électrons leurs bandes de valence et de conduction [6] (Figure I). Il existe des céramiques dans chaque famille [7].

Chapitre I : Etude Bibliographique

Les matériaux conducteurs sont caractérisés par une structure électronique où les électrons ne sont pas liés à un atome en particulier. Ils sont de bons conducteurs électriques. Le graphite, habituellement inclus dans les matériaux céramiques, ainsi que quelques carbures, se comportent, du point de vue électronique, comme des métaux. [5]

Les matériaux semi-conducteurs caractérisés par l'existence d'un domaine d'énergies interdites entre les bandes de valence et de conduction. L'énergie minimale nécessaire à un électron excité pour passer de la bande de valence à la bande de conduction s'appelle l'énergie de « gap » E_g , ou largeur de bande interdite. Pour les semi-conducteurs, celle-ci est inférieure à 3 eV. A température nulle (0 K), la bande de valence est complètement remplie et la bande de conduction vide. A une température plus élevée, le gain d'énergie d'origine thermique permet aux électrons d'atteindre la bande de conduction. Le matériau devient alors conducteur. [5]

La présence d'impuretés dans le matériau perturbe le réseau cristallin et peut introduire des niveaux d'énergie intermédiaires dans la bande interdite. [5]

Un matériau isolant électrique peut être considéré comme un semi-conducteur ayant une largeur de bande interdite d'au moins 3 eV. L'alumine est un matériau isolant : son énergie de gap est égale à 9,6 eV [7]. Les charges présentes dans le matériau sont alors des trous dans la bande de valence et des électrons dans la bande de conduction. [5]

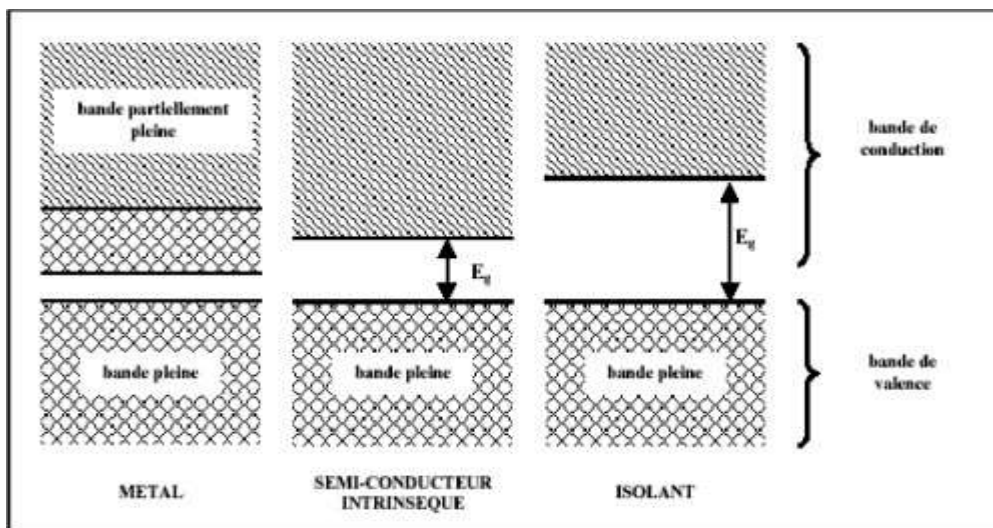


Figure I-1 : Schéma des bandes d'énergie électronique de métaux, semi-conducteur et isolants [7].

I.4.3 Propriétés chimiques et environnementales

Les céramiques présentent généralement une très grande inertie chimique et résistent bien aux attaques de substances agressives, à l'oxydation et aux agressions climatiques. Ce caractère de matériaux neutres et inertes fait qu'elles ne présentent pas de danger pour l'homme et pour la nature. On les utilise d'ailleurs largement pour les équipements sanitaires, médicaux ou alimentaires. On appelle inertie chimique la capacité à résister aux attaques chimiques. Les céramiques oxydes étant déjà oxydées, elles résistent beaucoup mieux aux effets corrosifs que certains métaux [8].

I. 5. Défauts dans les céramiques

Les matériaux fragiles tels que les céramiques sont imparfaits et contiennent des défauts. Ceux-ci sont à l'origine de la dégradation de leurs propriétés physiques et de la rupture. Ils sont distribués d'une manière aléatoire dans le matériau. Parfois ces défauts sont désignés par le terme "défaut de Griffith" et présentent une forme et une géométrie bien définie. Ils sont souvent assimilés à des formes elliptiques qui concentrent les contraintes au point de courbure le plus petit. [1]

On peut classer les défauts dans les céramiques en trois catégories :

- Défauts volumiques
- Défauts surfaciques
- Défauts ponctuels

1.5.1 Défauts volumiques

Parmi les défauts de volume les plus répandus dans les céramiques, on peut citer :

- **Pores** : Ils sont assimilés à des cavités discrètes dans le volume [1].
- **Inclusions** : Ce sont des corps étrangers avec une composition différente de la composition de base des céramiques. Les effets de ces inclusions sur le matériau dépendent de leurs propriétés physiques (élastique, thermique, électrique,...) [1].

• **Inhomogénéité du matériau:** Caractérisé par des irrégularités microstructurales en relation avec la non-uniformité de la distribution des constituants primaires, les additives ou la seconde phase. [1].

• **Taille de grain :** La taille des grains peut être considérée comme un défaut si un grain ou un cluster de grain présente des tailles significativement plus grandes que la distribution normale de la taille des grains [1].

1.5.2 Défauts surfaciques

Ce sont par exemple les surfaces libres (perturbation du voisinage des atomes de surface qui ont perdu certains de leurs voisins) et les interfaces entre grains ou entre phases différentes. Elles peuvent être cohérentes, semi cohérentes (c'est-à-dire cohérentes « presque partout » moyennant un réseau de défauts) ou incohérentes interfaces incohérentes et les surfaces libres (forte perturbation du voisinage des atomes) [5].

Cette énergie d'interface joue un rôle considérable dans la formation et l'évolution de la structure des matériaux [5].

1.5.3 Défauts ponctuels

Ce sont des perturbations du réseau à l'échelle atomique. Parmi les défauts atomiques dans les céramiques on trouve :

- Les lacunes (sites vacants sur le réseau).
- Les interstitiels (atomes situés entre les atomes du cristal), les atomes d'une espèce chimique différente en solution de substitution (dans le réseau) ou d'insertion (interstitiels).
- Les défauts électroniques on trouve les paires électron/trou. [5].

Parmi les propriétés influencées par les défauts ponctuels on trouve le comportement mécanique à chaud, les propriétés de percolation et de transport (diffusion de matière, de chaleur), ainsi que la conductivité électrique [5].

1.6 Elaboration des céramiques

L'art de céramiste consiste à réaliser dans la même opération le matériau et la pièce, alors que le métallurgiste produit d'abord des lingots qui, dans un second temps, sont mis en forme. En général, le cycle d'élaboration d'un produit céramique comprend trois étapes principales : la

Préparation de la poudre, la mise en forme puis un traitement thermique appelé frittage. Chacune de ces étapes peut être une source potentielle de défauts [2].

1.6.1 Broyage des poudres

1.6.1.1. Définition de broyage

Le broyage est un procédé qui consiste à réduire le minéral concassé d'une granulométrie de 0 à 200 mm à un produit de 0 à 20 mm [9].

Le but du broyage est d'augmenter la réactivité de la poudre (surface spécifique) en vue de son frittage. Les principaux mécanismes de broyage sont la rupture par impact et l'usure par frottement (attrition) [8].

1.6.1.2. Type de broyage

- **Broyage sec** : Il est surtout utilisé depuis plus de 70 ans, un broyage qui diminue les frais de séchage des produits broyer, quand la roche doit être séchée ou calcinée avant d'être transportée toutefois, un séchage est indispensable pour emmener le taux d'humidité à environ 2% [2].

- **Broyage humide** : Les broyeurs opèrent sur les pulpes minérales et remplacent les concasseurs secondaires et les broyeurs à barres dans des installations de minerais non ferreux en effectuant une réduction de taille avec une production d'un minimum de fines afin de faciliter les traitements ultérieurs. Dans les broyeurs on ajoute généralement, pour les minerais non ferreux, quelques boulets d'acier de 100 et 125 mm de diamètre soit 2 à 10 % de la charge broyant [9].

1.6.2. La mise en forme

La mise en forme est un thème essentiel dans la fabrication des céramiques (figure I-2). Les propriétés intrinsèques des céramiques, fragilité, dureté et très haut point de fusion, limite l'utilisation des méthodes classiques [2].

La mise en forme des poudres sert à créer un compact de résistance suffisante pour qu'il soit manipulable (on parle de résistance à vert), de forme proche de la forme finale (sachant que le frittage entraîne en général des variations dimensionnelles) et avec une porosité réduite par rapport à l'empilement de particules (permettant une diminution de temps de frittage pour parvenir à une densité proche de la densité théorique). La mise en forme est le plus souvent réalisée par compactage de la poudre dans une matrice, de géométrie homothétique de la

Chapitre I : Etude Bibliographique

pièce finale. La densification durant le compactage est produite par différents phénomènes. A basse contrainte (inférieure à quelques dizaines de MPa), le réarrangement de particules est responsable de la densification. Les particules bougent, ce qui réduit les plus grosses porosités. Une distribution de taille de particules large et une forme sphérique permettent d'avoir un meilleur réarrangement. Lorsque les contraintes appliquées deviennent suffisamment importantes, les particules qui sont bloquées les unes par les autres commencent à subir des déformations plastiques, si elles sont ductiles, ou se fragmentent si elles sont fragiles. La déformation plastique permet le rapprochement entre les particules, l'augmentation du nombre de contacts et des surfaces de contact et donc le remplissage des porosités inter particulaires. On peut théoriquement parvenir à une densité relative de 1. La fragmentation entraîne une nouvelle phase de réarrangement et donc un surcroît de densification, qui ne permet cependant pas en général d'atteindre des densités relatives supérieures à 0,7. La compaction de poudres peut être effectuée en matrice fermée ou en condition isostatique. D'autres méthodes utilisées plus marginalement sont le moulage par injection et le laminage [13].

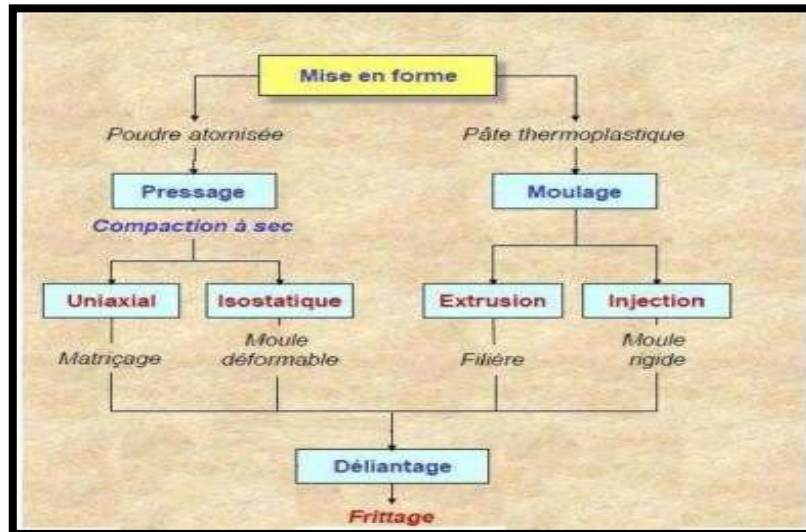


Figure I- 2 : Les étapes principales d'élaboration des céramiques [2].

1.6.2.1. Compaction sèche des poudres

a- Pressage uniaxial

Le pressage à sec des céramiques est une méthode fondamentale pour produire des composants de haute qualité. L'opération consiste en la compaction et la mise en forme simultanées d'une poudre ou de granules dans une matrice rigide (pressage uniaxial) ou moule flexible (pressage isostatique) dans le but d'avoir un produit cru qui peut être manipulé après, sans risque de cassure ni de déformation. Le pourcentage d'eau utilisée est faible (3 à 9%), par conséquent, les produits élaborés sèchent rapidement et le retrait après séchage sera moindre. [2].

Le pressage à sec est largement utilisé dans la production des réfractaires, du fait de son économie et de sa capacité à fournir de meilleures réfractaires avec une fabrication en grande série. Il est très utilisé surtout dans le cas de certains produits spéciaux. [2].

Le moule d'un pressage uniaxial est constitué de deux pistons pénétrant dans une matrice, généralement en acier trempé ou en alliage carbures de tungstène –cobalt. On peut réaliser ainsi des pièces de complexité variable, généralement de quelque millimètre d'épaisseur. Le pressage uniaxial permet d'appliquer une pression dans une seule direction (pressage dit à double action). En général, l'aptitude d'une poudre au pressage se caractérise en premier lieu par la variation de la densité relative d'un échantillon en fonction de la pression appliquée, la mesure de la densité s'effectuant soit au cours du pressage proprement dit, soit après extraction de l'échantillon du moule [2].

b- Le pressage isostatique :

Le pressage isostatique est employé pour la réalisation de pièces difficiles à obtenir en pressage uniaxial: pièces présentant une direction allongée (tubes), pièces de forme complexes et/ou de volume important. Cette méthode de pressage offre l'avantage de conduire à une répartition homogène de la pression au sein de la pièce et est donc également utilisée pour élaborer des pièces nécessitant une densité en cru élevée et très uniforme (billes de roulement et de broyage, prothèses médicales) [3].

1.7 Frittage

Le frittage peut être considéré comme une opération qui consiste à transformer un matériau mis en forme en une céramique (dense ou poreuse) présentant une certaine tenue mécanique. Il s'agit d'une consolidation s'effectuant sans fusion. La consolidation due au développement de ponts (ou de cous) entre les grains, est souvent accompagnée d'une densification (élimination des pores) et d'un grossissement des grains (diminution du nombre de grains) [11].

Le Frittage transforme la poudre comprimée en un solide cohérent par l'effet de la température.

Des liaisons chimiques entre les particules sont formées et les vides ou pores entre les particules sont plus ou moins comblés. Les températures normalement appliquées sont inférieures à la température de fusion du constituant principal. Il y a souvent un constituant mineur qui forme une phase liquide et rend la diffusion de matière plus facile en accélérant le taux de frittage. Les propriétés d'une céramique frittée sont fortement liées aux défauts microscopiques tels que les pores (frittage incomplet), agglomérats (dus à la matière première ou au procédé de mise en forme) ou des impuretés chimiques (dans la matière première) ou dues à une contamination dans le processus [12].

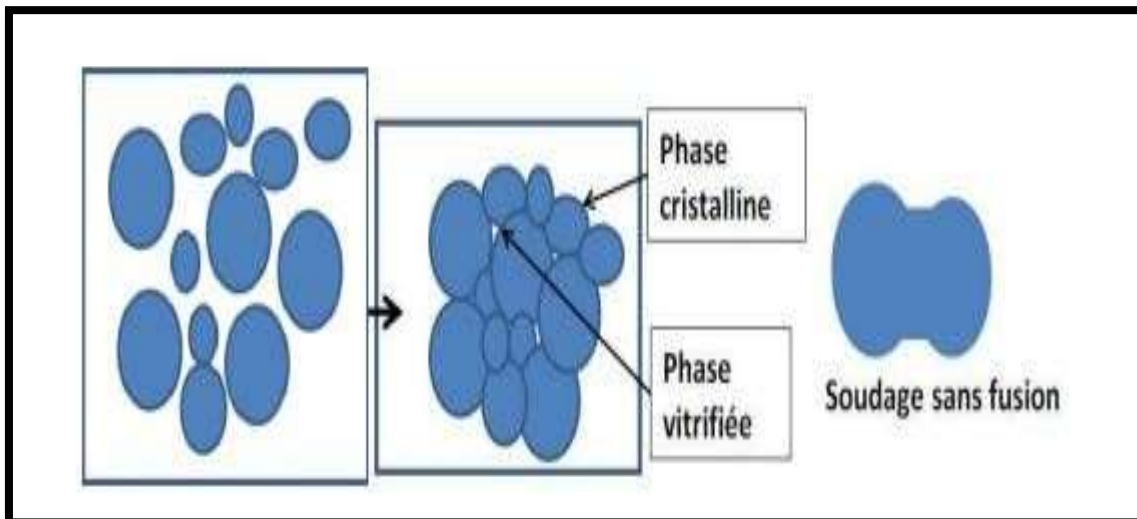


Figure I-3 : Frittage des particules de céramiques [15].

1.7.1 Les types du frittage

a- Frittage en phase solide

Le frittage en phase solide est un procédé utilisé pour l'élaboration de pièces en céramique. Également utilisé en métallurgie des poudres, il permet la réalisation de pièces à microstructures (densité, taille des grains...), avec des microstructures contrôlées (densité, granulométrie...) et intervient après la synthèse et la mise en forme des poudres [14].

b- Frittage avec phase liquide

Ce procédé d'élaboration est utilisé depuis le début du 20^{ème} siècle... Pour ce qui est des mélanges de matières premières argileuses, il y a d'abord une étape de pré-frittage jusqu'à 950°C. Chaque minéral argileux évolue alors de façon individuelle, les interactions n'intervenant qu'au delà de cette température. La présence d'alcalin ou d'alcalino-terreux dans les formulations initiales peut modifier fortement la température d'apparition d'une phase liquide dans les céramiques au cours du frittage.

Cette dernière, même en très faible quantité, va accentuer fortement les phénomènes de densification. [3].

c- Frittage réactif

Ce type de frittage se réalise en provoquant une réaction chimique entre les différentes poudres d'un mélange à haute température. Il est aussi possible de produire un frittage réactif entre la poudre et un liquide ou un gaz [13].

d- Frittage sous pression mécanique

Le frittage sous contraintes est effectué quand on veut obtenir une densification plus complète ou utiliser une température plus basse. Pour appliquer la pression on peut mettre en œuvre la compaction en matrice ou la compaction isostatique. Les contraintes appliquées activent la diffusion aux contacts particulaires à des températures relativement basses par rapport au frittage conventionnel et peuvent, pour les métaux, entraîner une déformation plastique. Les dislocations ainsi créées accélèrent encore les phénomènes de diffusion. [13].

1.7.2 Les étapes du frittage

Le frittage est généralement décrit en trois étapes : étape initiale, étape intermédiaire et étape finale. Chaque étape est décrite par un modèle géométrique schématique qui permet de représenter l'état de la microstructure [14].

a- Phase initiale : construction et croissance du pont

La première étape est constituée par la formation et la croissance de ponts entre les particules. L'apparition de contacts entre les grains est initiée par une étape préalable de mise en forme des poudres, le plus souvent par compaction, Leur croissance est ensuite amorcée par les gradients (de pression et de concentration) formés qui vont.

La croissance des poudres est alors initiée par les gradients (de pression et de concentration) formés qui vont permettre l'activation des mécanismes de diffusion afin de faire converger la matière.

Cette étape se poursuit jusqu'à atteindre la surface du pont. Cette étape se poursuit jusqu'à ce qu'une densité relative du matériau soit atteinte. [14]

b- Stade intermédiaire : élimination de la porosité ouverte

Le deuxième stade de frittage est particulièrement associé à la densification du compact et s'accompagne d'un grossissement de grains et de l'arrondissement de pores. Les pores quasi cylindriques forment un réseau interconnecté. À la fin du 2ème stade, les pores deviennent sphériques et sont principalement situés en périphérie des joints de grains, et l'élimination de petits grains entraîne une coalescence de pores attachés aux coins des joints de grains, au fur et à mesure que la densification du compact progresse. Les gros pores croissent aux dépens des plus petits, en utilisant les joints de grains comme trajectoires de transport [13].

c- Etape finale : élimination de la porosité fermée

Une fois les pores isolés, la dernière étape du frittage consiste à "éliminer la porosité fermée".

Porosité fermée. Bien que les mécanismes de diffusion restent généralement inchangés, certaines difficultés apparaissent à ce stade et peuvent les affecter. En effet, le grossissement granulaire qui se produit à ce stade du frittage entre en compétition avec la densification par le

Déplacement des joints de grains. Cependant, le taux de densification augmente avec la taille des grains et un taux de densification plus élevé peut être atteint.

L'étape finale du frittage représente donc une étape limitant pour l'obtention de matériaux denses si la croissance des grains n'est pas maîtrisée. [14].

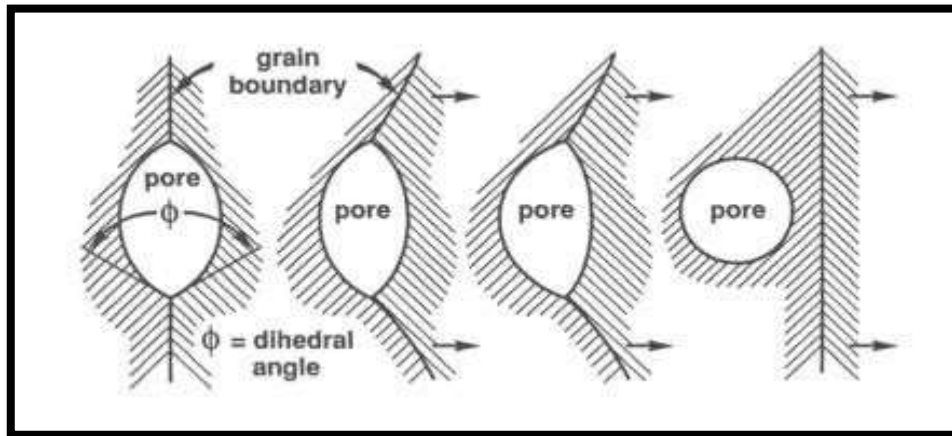


Figure I-4 : Séquence de la séparation du pore et de joint de grain, durant les tade final du frittage[14]

I.8 Les kaolins

I.8.1 Définition

Le terme kaolin, d'origine chinoise, vient de « KAOLING », non d'une ville chinoise situées à proximité de yaochao- Fu dans la province de Jingdezhen, dans les environs de laquelle était exploitée cette fameuse matière base de la porcelaine chinoise à partir de 210 avant J-C. La découverte en Europe de matière semblable à permis la fabrication de la porcelaine dure comparable à la porcelaine chinoise. Par la suite le nom de kaolinite à été réservé à la partie cristalline du kaolin et de certaines argiles [16]. Dans l'industrie, les argiles constituées en majorité de kaolinite sont appelées argiles kaolinitiques, le terme « kaolin » étant réservé au produit issu de la purification de ces argiles, et dans les quels la proportion de kaolinite dépasse 80% en masse. La phase principale constituant le kaolin est la kaolinite ou l'hallyosite Les kaolins ne se trouvent plus purs dans la nature mais le plus souvent on les trouve mélangés avec d'autre minéraux détritique (quart, micas, etc.)

Ils forment alors des sables kaoliniques. Souvent, les kaolins bruts sont directement utilisables en l'état, mais ils peuvent être également enrichis en kaolinite par élimination de tout ou d'une partie de certains composés par des techniques telles que la lévigation (Permettant de séparer les constituants d'une poudre avec un courant liquide) [27].

I.8.2 Formations de kaolin

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques, sous l'influence de processus physiques et chimiques impliquant l'eau de la surface de l'écorce terrestre. Certaines substances, une fois dissoutes dans l'eau, augmentant le caractère acide de celle-ci, accélérant ainsi la décomposition des minéraux primaires. Helgeson et Mackenzie [17]. Ont montré que la dissolution du gaz carbonique atmosphérique peut, lors de l'hydrolyse tripler les vitesses de décomposition des feldspaths potassiques et la formation de la kaolinite. Si le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite [18].

I.8.3 Composition chimique de kaolin

La formule chimique du kaolin est $(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O)$ ce qui correspond aux teneurs massiques suivantes: 36.53% d' Al_2O_3 , 46.50% de SiO_2 et 13.95% de H_2O ; sa masse molaire est de 258 g. Ces rapports changent selon le degré de pureté du kaolin. On considère le meilleur type du kaolin celui qui contient 45.5% en pourcentage massique d'alumine, et qui est rare dans la nature [26].

I.8.4 Propriétés des kaolins

La kaolinite présente une structure de type 1:1 de type di octaédrique, avec une équidistance d'environ 7 Å entre feuillets consécutives.

I.8.4.1 Capacité d'échange cationique

La capacité d'échange cationique (CEC) est définie par le nombre de charges échangeables par une masse donnée d'argile. Elle s'exprime en milléquivalents par 100 g d'argile. Cette caractéristique est fonction de la nature de l'argile, de ses caractéristiques cristallographiques, de la nature de ses cations et du pH du milieu. Pour une kaolinite idéale la valeur de la CEC à un pH donné va dépendre uniquement du degré de dissociation des différents sites amphotères situés sur les faces latérales [20]. Cette propriété est importante dans le comportement rhéologique des suspensions.

I.8.4.2 Cristallinité

L'indice de cristallinité est un paramètre prédominant dans le secteur industriels des kaolins, il peut déterminer à partir des diagrammes de diffraction des rayons-X (DRX), des courbes d'analyses thermiques différentielles (ATD) ou de spectres infrarouges (IR) et de résonance magnétique nucléaire (RMN). Les indices calculés par la diffraction des rayons X, sont les plus couramment employés pour définir la cristallinité des échantillons [21]. Aparicio et Galan (1999) [21]. Ont étudié l'influence des minéraux associés à la kaolinite sur le calcul de l'indice de cristallinité. Une relation significative est connue entre la cristallinité de la kaolinite et sa teneur en fer. Delineau (1994) [22]. a étudié l'état du fer dans les kaolins; il a mis en évidence la présence d'une partie du fer dans la structure de la kaolinite, ce qui augmente les imperfections de la structure kaolinite.

Les relations entre les propriétés cristallographiques et les propriétés morphologiques de la kaolinite ont été étudiées par Aparicio et al. (2004) [23]. En montrant que la cristallinité diminue avec l'augmentation de la surface spécifique, ainsi qu'en mettant en évidence l'importance des surfaces latérales des microcristaux.

I.8.4.3 Dureté

La kaolinite est tendre, avec une dureté entre 1 et 2 sur l'échelle de Mohs, ce qui signifie que les kaolins relativement purs ne sont pas abrasifs. Cette propriété est très importante pour beaucoup d'applications industrielles. Puisque le kaolin est plus tendre que presque tous les matériaux avec lesquels il entre en contact, l'usure et l'abrasion des broyeurs et d'autres équipements industriels sont minimales [24]. Dans ce sens, il faut bien tenir compte que la présence de quartz résiduel dans un kaolin industriel modifie bien évidemment la dureté réelle en mettant en risque les équipements [25].

I.8.5 La kaolinite

La kaolinite est un phyllo silicates de type 1:1 di octaédrique qui est constitué d'un empilement régulier de feuillets composés d'une couche tétraédrique siliceuse en alternance avec une couche octaédrique alumineuse. On la trouve soit sous forme hydratée ou non. La kaolinite di octaédrique non hydratée a une distance basale qui varie de 7,1 à 7 Å et de formule structurale $2[\text{Si}_2\text{O}_5 \text{Al}_2 (\text{OH})_4]$. Chaque tétraèdre est relié aux tétraèdres voisins par trois de ses sommets, le quatrième sommet étant lié à la couche octaédrique sous-jacente. Cette dernière est formée par la superposition de deux plans anioniques qui délimitent trois types de sites octaédriques non équivalents désignés A, B et C, qui sont disposés suivant une géométrie hexagonale. L'eau de ces sites reste vacante afin d'assurer la neutralité électrique du feuillet. La position des sites vacants permet de différencier la Kaolinite des autres minéraux appartenant à cette même famille. Ainsi, une Kaolinite idéale est caractérisée par un empilement de feuillets où tous les sites B sont libres alors que, par exemple, la dickite est constituée par une alternance de feuillets inoccupés de type B et de type C. En tous les Kaolins comprennent quatre variétés cristallographiques: la kaolinite idéale, la nacrite, la dickite et le métahalloysite [27].

I.8.6 Structure cristalline de la kaolinite

La kaolinite se trouve dans la nature sous forme de feuillets constitués par l'association d'une couche octaédrique Al sous-jacente à une couche hexagonale de tétraèdre de Si. Les sommets des octaèdres, qui ne sont pas reliés aux tétraèdres de silicium sont occupés par des ions hydroxydes (OH^-) (Figure 5). Elle cristallise dans le système triclinique, dont les paramètres cristallins sont : $a = 5.119 \text{ \AA}$ $b = 8.932 \text{ \AA}$ $c = 7.391 \text{ \AA}$ [26].

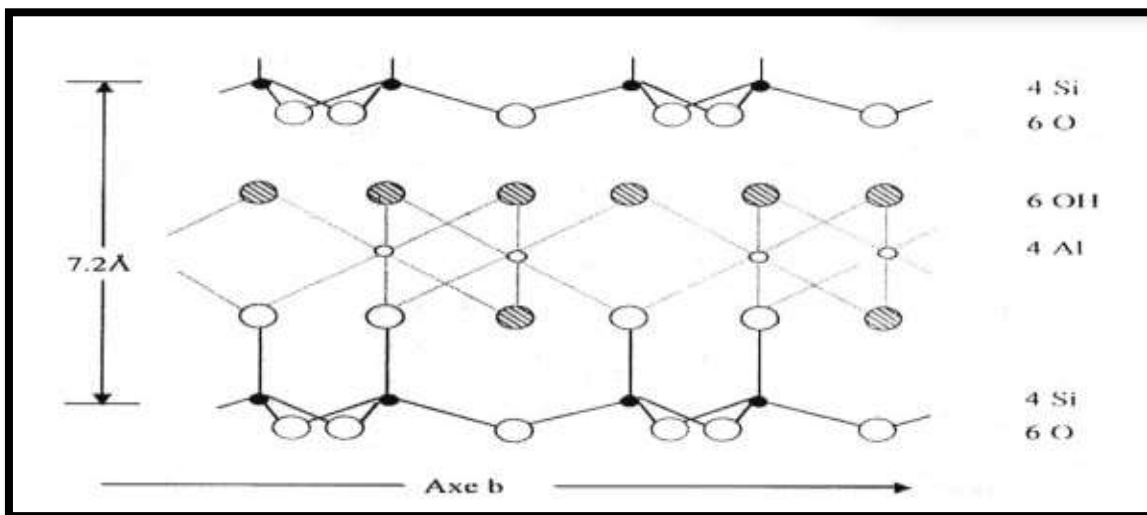


Figure I-5 : structure cristalline de la kaolinite $((\text{OH})_8\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10})$ [19].

I.8.7 Les argiles kaolinitiques

Les argiles kaolinitiques, moins pures que les kaolins, sont très fréquentes dans la nature. Leurs compositions sont très variables: elles peuvent contenir à côté de la kaolinite, du quartz, des micas, des feldspaths, de la calcite et divers détritits. Elles sont généralement colorées par les impuretés qu'elles contiennent (à la cuisson, les oxydes ferriques lui donnent la coloration rouge). [26].

Seules les catégories d'argiles, appelées argiles réfractaires, contenant peu d'impuretés et constituées de kaolinite et de quartz peuvent être utilisées pour l'élaboration des matériaux réfractaires. L'analyse granulométrique permet de classer les argiles: celles qui sont les

Fractions des sols les plus fines qui constituent les fractions argileuses et parmi elles se trouvent les argiles réfractaires [26].

I.8.9 Les gisements de kaolin dans l'est de l'Algérie

Les principales régions algériennes productrices d'argile pour poterie et réfractaire sont les suivantes :

- Kaolin de Tamazight (El-Milia, Jijel),
- Kaolin de Djebel Debbagh (Guelma).

I.8.9.1 Kaolins de Tamazert

Le gisement de Tamazert est situé au Nord-est de l'Algérie dans la daïra d'El Milia (Wilaya de Jijel). Dans la zone existe un socle métamorphique affecté par diverses manifestations tectoniques. Les roches encaissant le gîte de Tamazert sont composées essentiellement de gneiss, de micaschistes et, accessoirement, de granites plus ou moins gneissifiés. Le kaolin de Tamazert est un gisement primaire où la kaolinite représente le résultat direct de l'altération sans transport ultérieur avec la présence de quartz abondant, de muscovite et de reliques de Feldspaths. La zone kaolinisée correspond à l'altération de gneiss feldspathiques intercalés par de schistes micacés. La présence d'autres éléments dans le kaolin, sous forme d'oxydes et de carbonates coïncide avec l'hypothèse de formation par un processus d'altération hydrothermale ou météorique d'après les explications données par Bouzidi et ces collaborateurs dans la thèse intitulée sous « Influence of the kaolin impurities on the fired Product properties » [25].

I.8.9.2 Kaolin de Djebel Debagh

Le kaolin de Djebel Debbagh (Guelma), ou kaolin DD est un kaolin nature, connu et exploité depuis presque un siècle, il est extrait d'un gisement situé à Djebel Debbagh dans la wilaya de Guelma (Algérie). Ce gisement est de nature hydrothermal et à proximité se trouvent des

Chapitre I : Etude Bibliographique

Sources thermales réputées [31], a suggéré altération hydrothermale à des températures plus élevées liées à la lixiviation hypothétique à des éléments principaux, vu dans les sources thermales de la région tandis que d'autre travaux on suggérer d'autres températures de transformation [28,29]. Le Gisement de Djebel Debbagh s'étale sur une superficie de 391 Km². Il se trouve à 17 Km de la ville Hammam Debbagh. Les villes de Guelma et d'Annaba sont respectivement à 35 km au Sud-Est et à 90 Km au Nord-Est.

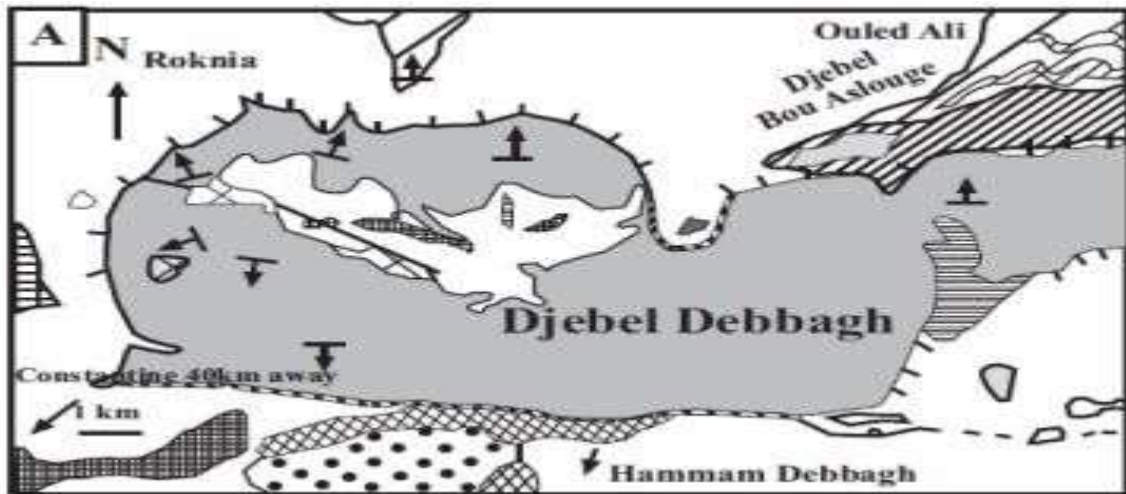


Figure I-6 : Location géologique du kaolin de Djbel Debbagh [27]

Elle se caractérise par des reliefs montagneux, qui occupent environ 60% de la région. Les kaolins de Djbel Debbagh qui se trouvent dans des poches (karst), sont très riches en alumine 36 à 40 %, mais contiennent un taux élevé en oxyde de manganèse (MnO) qui varie de 0,56 à 3% et qui donne une couleur grise pour plus de 80% des réserves du gisement en kaolin. La qualité du kaolin DD varie beaucoup avec les filons d'extractions. Certains filons donnent un kaolin pur avec une concentration d'impuretés d'oxydes métallique inférieurs à 1% en poids et parfois des concentrations inférieurs à 0,5% en poids (kaolin DD 1ere nuance) [30], ce type de kaolin a une apparence très blanche. Les tailles des grains sont inférieures à 2 μ m. Il est considéré comme un produit de bonne qualité [27].

I.9 L'alumine

I.9.1 Définition

L'alumine ou oxyde d'aluminium a pour formule Al_2O_3 , lorsqu'elle est sous la forme anhydre. Elle présente un polymorphisme structural remarquable avec les variétés α -, γ -, δ -, θ κ -, ϵ -, η -, χ - Al_2O_3 . Sa bonne tenue mécanique à haute température, sa dureté élevée, son excellente résistance à l'usure, sa grande résistivité électrique et son inertie chimique importante font de l'alumine un matériau utilisé dans des domaines très variés [32].

On la trouve à l'état naturel dans la bauxite, sous forme hydratée : monohydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})$) et tryhydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})_3$). On la trouve aussi comme minerai sous forme de corindon ou alumine- α (α - Al_2O_3) [5].

L'alumine est un composé très dur : seul le diamant et quelques produits de synthèse ont une dureté supérieure. A température ambiante, elle est inattaquée par les composés chimiques courants. Elle fond à plus de 2000 °C. L'alumine très pure peut être utilisée jusqu'à 1700°C. Elle est étanche aux gaz jusqu'à 1300°C. La combinaison d'un coefficient thermique élevé, d'une faible dilatation thermique et d'une résistance élevée à la compression permet une bonne tenue aux chocs thermiques. On l'utilise donc comme matériau réfractaire, par exemple pour le revêtement de fours ou comme creusets, tubes et gaines de thermocouples soumis à des chocs thermiques. L'alumine offre également une bonne isolation électrique à température élevée et une bonne résistance à l'usure, ce qui permet de l'utiliser comme matériau d'outillage [5].

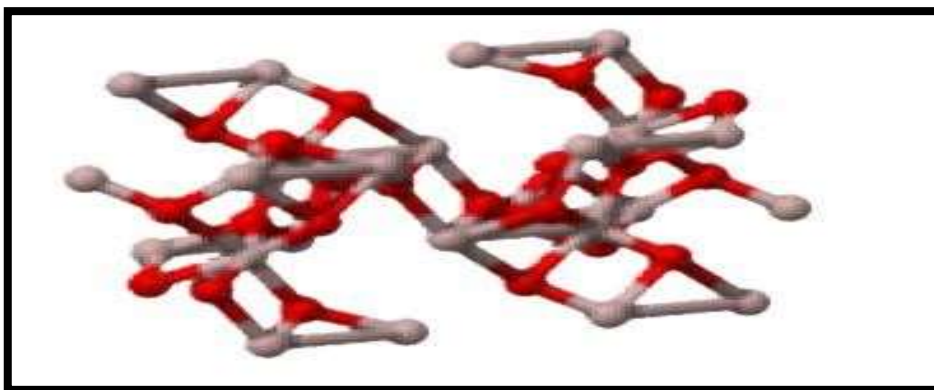


Figure I-7 : Structure cristalline du corindon (Alumine)

I.9.2 Propriétés de l'alumine

De par ses propriétés physiques, l'alumine qui se forme naturellement à la surface de l'aluminium par exposition à l'oxygène de l'air, forme, contrairement à la rouille dans le cas du fer, une couche hermétique protectrice qui empêche le reste de l'aluminium d'être oxydé. [34]

Tableau I-1 : Propriétés de l'alumine [34].

Propriété	Valeur
Point de fusion	$2\ 054 \pm 6\ ^\circ\text{C}$
Point d'ébullition	$3\ 000\ ^\circ\text{C}$
Coefficient de dilatation	à $25\ ^\circ\text{C}$ $7,1\ 10^{-6}\ \text{K}^{-1}$
Conductivité thermique	à $25\ ^\circ\text{C}$ $0,46\ \text{J}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Chaleur spécifique	à $25\ ^\circ\text{C}$ $0,753\ \text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
résistivité	à $14\ ^\circ\text{C}$ $10^{19}\ \Omega\cdot\text{cm}$

I.9.3 Elaboration de l'alumine α et γ

L'alumine est utilisée principalement comme produit intermédiaire dans la production de l'aluminium (plus de 90% de son utilisation). Cependant, ses propriétés (isolante, réfractaire, stable...) et son abondance lui ont permis de se développer dans le secteur industriel pour des applications techniques (prothèses, micro-électronique...). L'alumine peut être obtenue à partir de plusieurs précurseurs tel que la Gibbsite ou la Boehmite, composés minéraux de la Bauxite. Différents procédés de production de l'alumine à partir de ces précurseurs existent dont le plus répandu est le procédé Bayer (breveté en 1887). Ce procédé consiste en la dissolution de l'alumine contenue dans la bauxite par de la soude caustique afin de précipiter l'hydrate d'alumine. L'hydrate d'alumine ainsi obtenu est ensuite calciné pour obtenir l'alumine. [35]

Cependant, le procédé Bayer ne permet pas la fabrication d'alumines ultra pures, il existe donc d'autres techniques pour obtenir de telles poudres. On peut notamment citer le procédé ex-alun, le plus répandu, qui consiste à dissoudre l'hydroxyde d'aluminium (produit par le Procédé Bayer) dans un excès d'acide sulfurique et à le neutraliser à l'ammoniac sous forme $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$, appelée alun d'ammonium. Ce produit est ensuite cristallisé par refroidissement puis calciné pour obtenir un résidu friable d' Al_2O_3 . Les alumines de transition (métastables) sont obtenues par décomposition thermique des hydroxydes d'aluminium. Il existe une variété d'alumines de transition (γ , δ , θ , χ , κ , η) de différentes structures cristallographiques à partir desquelles l'alumine stable α est obtenue par calcination. Les différences entre les séquences de transformation des différents précurseurs permettent d'obtenir cette variété de structures cristallographiques [33].

I.9.4 Structures cristallographiques des phases α et γ

a- Structure cristallographique de l'alumine α

L'alumine α ou corindon cristallise dans le système rhomboédrique. La structure rhomboédrique est généralement représentée dans un repère hexagonal dont le rapport c/a dépend des paramètres l et α de la maille rhomboédrique [36].

Le groupe spatial de la phase α est $R\bar{3}c$. La maille élémentaire, un rhomboèdre de paramètre $a=0,5126$ nm et $\beta=55^\circ 17'$, est défini pour le motif Al_4O_6 . On simplifie parfois cette représentation en considérant le réseau de l'oxygène qui définit une structure hexagonale compacte (les atomes d'oxygène suivent une périodicité ABAB). Dans une telle structure, l'aluminium n'occupe que $2/3$ des sites octaédriques [36], le tiers restant est constitué de sites vacants, ce qui entraîne une légère distorsion de la maille hexagonale (figure 8). Selon la position du site cationique vacant dans la couche, trois types de couches de cations peuvent être définies notées a, b, c. Ainsi, il existe entre deux couches d'atomes d'aluminium, une couche d'oxygène de sorte qu'il faut sept couches d'atomes d'oxygène pour représenter la maille structurale du corindon (figure 8). [36]

La densité théorique d'une mole d'alumine peut être calculée à partir des paramètres de maille : elle a été évaluée à 3,9852 g/cm³ par PHILIPS et al. en 1980 [38], avec $a=0,475923$ et $c=1,299208$ nm [3].

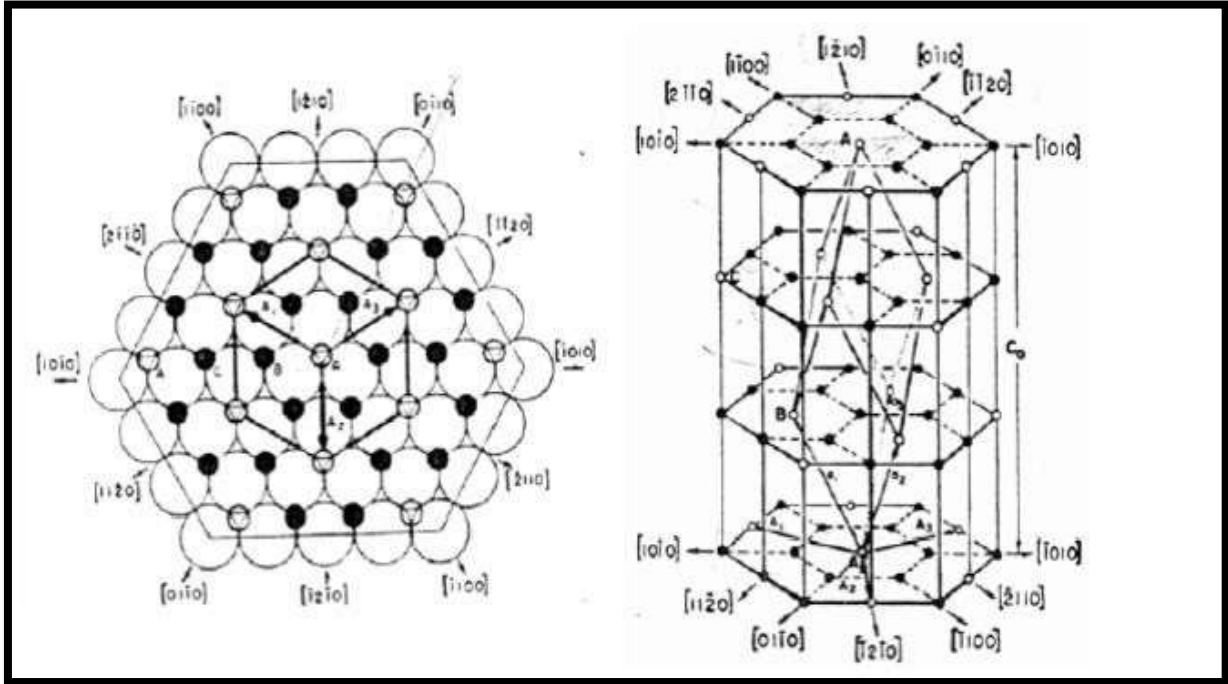


Figure I-8 : Représentation du plan basal de l'alumine- α (réseau d'ions oxygène avec les ions aluminium en petits cercles pleins et les sites vides en petits cercles vides) et de ses directions cristallographiques principales [39]

b- Structure cristallographique de l'alumine γ

La phase métastable γ , de densité théorique $\rho_{\text{th}\gamma} = 3,6$ g.cm⁻³, est obtenue par déshydratation de la Boehmite. Lors de la déshydratation la structure est d'abord quadratique pour ensuite tendre vers une structure cubique (sans jamais atteindre une symétrie cubique parfaite) [35].

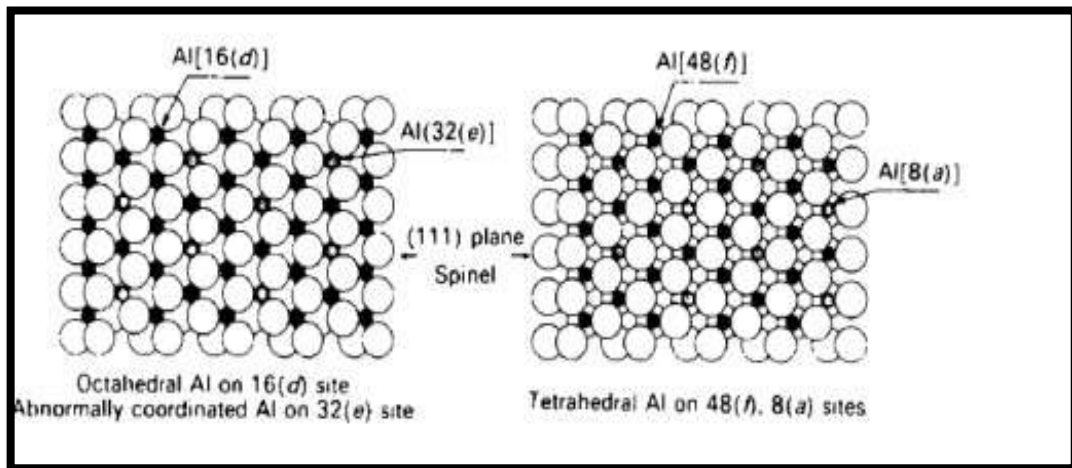


Figure I-9 : Représentation de la position des cations dans la structure [40].

Elle peut être représentée comme un arrangement ordonné ou partiellement ordonné des cations dans les sites interstitiels d'un empilement compact d'anions oxygène dans un système cubique faces centrées. Les ions aluminium sont repartis dans les sites octaédriques 16d (taux d'occupation de 0,58), dans les sites octaédriques 8a (taux d'occupation de 0,84) et dans le site 32 e des positions spéciales du groupe d'espace $Fd3m$ [35].

Chapitre 02 :

Matériels et méthodes
Matériels et méthodes

II.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous aborderons toutes les techniques expérimentales utilisées lors de la préparation des échantillons et le principe de fonctionnement des dispositifs sera présenté. Les principales méthodes permettent la préparation de la poudre, et il s'agira de déterminer et de mesurer certaines propriétés en utilisant des méthodes et techniques de mesure modernes et sensibles.

II.2 Moyens expérimentaux utilisés

II.2.1 Broyage

Pour préparer la poudre, nous utilisons deux méthodes de broyage : la première est un pré-broyage manuel de manière traditionnelle, et la seconde utilise un broyeur planétaire à billes RETSCH - PM 100, un modèle de paillasse pratique avec une pointe de broyage. Pour bols de 50 à 500 ml et six billes de zirconium d'un diamètre de 20 mm et d'une vitesse de 350 tr/min.

A. Broyage manuel

Le kaolin a d'abord été broyé avec une bouillie de céramique et un pilon jusqu'à l'obtention d'une poudre fine.



Figure II.1 : Broyage de kaolin à l'aide d'un mortier.

B. Techniques des broyeurs planétaires à billes

Les mouvements de rotation opposés provoquent le déplacement des billes de broyage qui libèrent alors des énergies de broyage élevées. Les billes de broyage sont d'abord poussées en direction du bol puis détachées de la paroi de ce dernier sous l'effet des forces centrifuges. Cela entraîne des différences de vitesse entre les billes et la paroi du bol, ce qui provoque de fortes forces de frottement sur la mouture. Le mouvement de rotation des billes les fait se détacher de la paroi du bol. Ils décrivent une trajectoire à travers le bol et frappent la mouture sur la paroi opposée du bol, produisant des forces d'impact extrêmes. L'interaction des forces d'impact et de friction produit des niveaux élevés de broyage dans les broyeurs planétaires à boulets. Le matériau pour les bols et les billes doit être choisi de manière à ne pas perturber l'analyse ultérieure. Des garnitures de broyage, réalisées avec des céramiques hautes performances comme le corindon fritté et l'oxyde de zirconium à résistance élevée à l'usure par abrasion, ont une durée de vie élevée pour une abrasion minimale.



Figure II.2 : Broyeur planétaire à billes PM100

II.2.2 Mise en forme des échantillons par pressage

Les pastilles étaient mises en forme par pressage, qui exerçait une pression sur la poudre stockée dans la matrice entre les poinçons selon leur axe unique. Le pressage s'effectuait par mouvement simultané des deux pistons, inférieur et supérieur. Nous avons utilisé une presse de type MASSEN MP 150.

Tableau II .1 Caractéristique de Presse-MAASSEN Die Set -MP150

Dimension	436/538 x 370 x 300mm
Largeur entre les piliers	150mm
Hauteur intérieure min/max	50mm / 142mm
Affichage / Résolution	Analogique, 0,5 tonne
Diamètre de la broche	35mm
Voie de la broche Max.	102mm
Diamètre du cylindre / Voie	105mm / 22mm
Poids net	43,5 kg

La pression minimale d'environ 1 tonne permet aux lignes hydrauliques de se fermer. La presse peut maintenir la charge pendant des heures. La charge maximale est limitée à 15 - 16 tonnes. Pour les moules de plus de 18 mm, vous devez prouver que la pression de surface est suffisamment élevée pour obtenir des granulés solides, la soupape de décharge manuelle permet une diminution progressive de la pression pour éviter les fissures dans vos granulés.



Figure II.3 : Presse-MAASSEN Die Set -MP150.

II.2.3 Frittage

Le frittage est un procédé qui permet de fabriquer des pièces à partir de poudres plus ou moins fines. Le frittage est un procédé qui aboutit à la formation de liaisons solides entre les grains d'un matériau, sans faire fondre ce dernier. Les "soudures" entre grains peuvent conduire ou non à une densification et l'échantillon de porosité. Le four utilisé par Nabetherm GmbH peut atteindre une température maximale de 1100°C, avec des montées et descentes avec des vitesses contrôlées.



Figure II.4 four NABERTHERM (30 à 3000 °C) utilisé pour frittage.

II.3 Caractérisation des échantillons de poudre

II.3.1 Granularité

Par granularité du produit, on entend l'ensemble des facteurs qui caractérisent la forme et la taille des grains. La taille des particules est essentiellement la détermination de la taille des grains et de sa distribution dans un matériau. C'est un élément important dans la mise en forme (ou le moulage) et le traitement thermique (frittage)

II.3.1.1 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique renseigne sur la taille moyenne des grains ainsi que sur leur répartition dans le matériau. La technique utilisée est la diffraction laser, qui se traduit par des franges lorsqu'un faisceau laser illumine une particule. L'intensité et l'angle de diffraction de ces franges dépendent de la taille de la particule. La distribution granulométrique a été déterminée à l'aide d'un test de granulométrie qui offre une large gamme de mesures. L'engin spatial est équipé de deux lasers et d'une architecture optique multi-longueurs d'onde CILAS. Cette technique permet la mesure de tailles comprises entre 0,04 et 500 micromètres. L'échantillon peut être analysé en solution soit par voie sèche soit par voie humide, mais cette dernière a été retenue.



Figure II.5 : Granulométrie laser -CILAS 1090.

II.3.2 Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie

Cette étude a été réalisée à l'aide d'un appareil SETARAM TGA 92. Les mesures sont réalisées dans l'air entre l'ambiante et 1600°C avec une vitesse de montée de 5°C/min.

Elle a été réalisée dans le but de déterminer les réactions physiques et chimiques liées à relâcher ou absorber la chaleur enregistrée, (à reformuler) et évaluer les différentes pertes de masse qui se produisent pendant le traitement thermique. L'une des expériences consistait à utiliser des creusets en alumine. Les mesures ont été réalisées avec des masses de 80 mg. Pour chaque mesure, les mêmes masses d'échantillons et de référence ont été utilisées. Les mêmes procédures ont été suivies afin de comparer les résultats qualitativement et quantitativement.

Le montage couplé ATD-ATG a été utilisé pour mesurer les pertes de masse qui se produisent lors du traitement thermique en même temps que l'obtention des courbes ATD. Dans ces conditions, les mesures ATG fournissent des informations supplémentaires sur la cible qui peuvent être utiles en plus des mesures ATD.



Figure II.6 : Appareil d'analyse thermogravimétrique (ATG).

II.4 La densité

La mesure de la masse volumique des échantillons frittés peut être effectuée par deux méthodes :

1- La méthode géométrique :

Les trois paramètres physiques importants sont le volume et la masse des corps ainsi que la densité des substances. La masse et le volume sont reliés entre-deux par la densité

$$\rho = m/V$$

2- Poussée d'Archimède :

La poussée verticale est une force. Elle s'applique à un corps qui est immergé dans un liquide. La poussée verticale du corps est juste égale à la force pondérale du liquide déplacé. La force ascensionnelle agit verticalement vers le haut.

$$\rho = \frac{m_{\text{air}}}{m_{\text{air}} - m_{\text{eau}}} \rho_0$$

Chapitre 03

Résultats et discussions

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons décrire l'ensemble des opérations rentrant dans l'élaboration des matériaux céramiques à base d'un kaolin local, objet de la présente étude, depuis le broyage, le pressage, le frittage, la caractérisation des poudres, et enfin celle des massifs obtenus.

III.2 Matériaux utilisés

III.2.1 Le kaolin

Le kaolin utilisé dans cette étude sous forme des roches de feldspath riches en élément potassium, ce matériau d'un gisement de Tamazert, situé dans le massif montagneux de la région nord est de l'algérois.



Figure III.1: kaolin de Tamazert (KT3)

III. 3. Préparation des poudres

Composition chimique de kaolin

Tableau III 1 : La composition chimique du kaolin

Analyse chimique	Kaolin (%)
SiO ₂	50.91
Al ₂ O ₃	31.59
Fe ₂ O ₃	3.73
CaO	0.00
MgO	0.24
SO ₃	0.02
K ₂ O	3.08
Na ₂ O	0.19
Cl	0.002
PAF	10.25

L'analyse chimique du kaolin montre qu'il est constitué d'une grande proportion de SiO₂ et Al₂O₃ Et d'autres composés comme SO₃, MgO dans de petites proportions et d'autres composés.

La technique d'analyse utilisée est spectrométrie de fluorescence des rayons X qui peut être utilisée pour déterminer la composition chimique d'une grande variété de types d'échantillons

III.3.1 Broyage manuel

Le kaolin a été broyé initialement en utilisant un mortier et pilon en porcelaine jusqu'à l'obtention d'une taille fine.



Figure III.2 : Broyage de kaolin à l'aide d'un mortier

III.3.2 Broyage automatique

Pour la préparation des échantillons, nous avons broyé le kaolin. La matière première sous forme de poudre en utilisant un broyeur planétaire de type Retsch PM100 de bol (50 à 500 ml) et des billes en zircon de diamètre 20 mm et une vitesse de 350 rotation/minute, pendant des temps différents : 2h, 4h, 6h, 8h et 10h.



2heures



4 heures



6heures



8 heures



Figure III.3 : échantillons après broyage *10 heures *

III.4 Analyse granulométrique

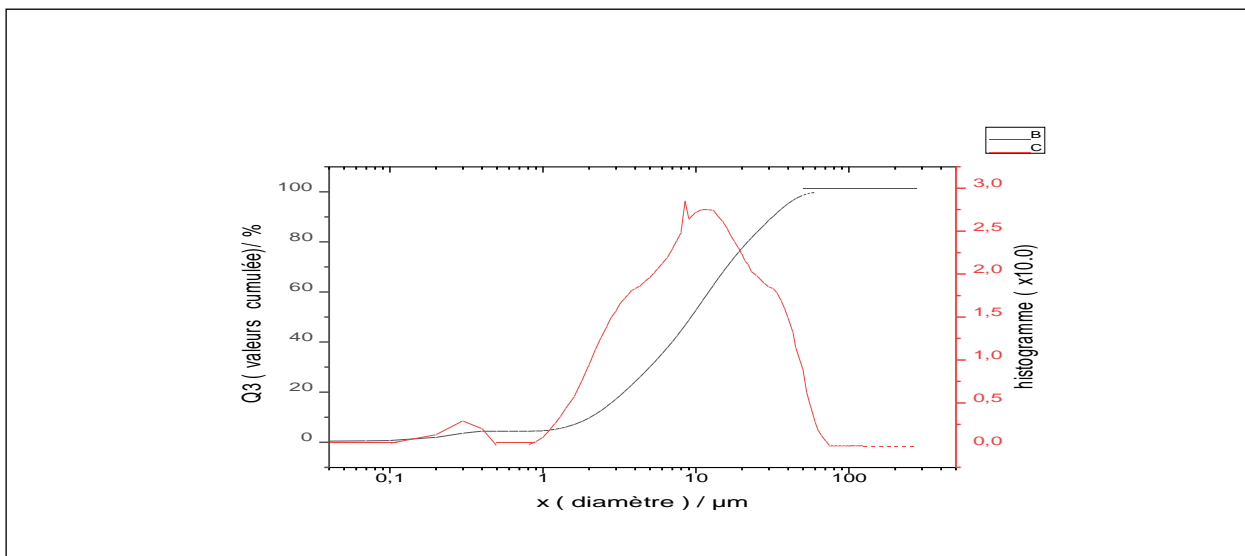


Figure III.4 : Distribution granulométrique kaolin broyé 2h

La figure III .4 correspond à la distribution granulométrique d'échantillon broyé pendant 2 heures, d'une fraction de taille moyenne de 2.04 μm de diamètre à 10%, de 9.28 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 31.75 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 13.26 μm

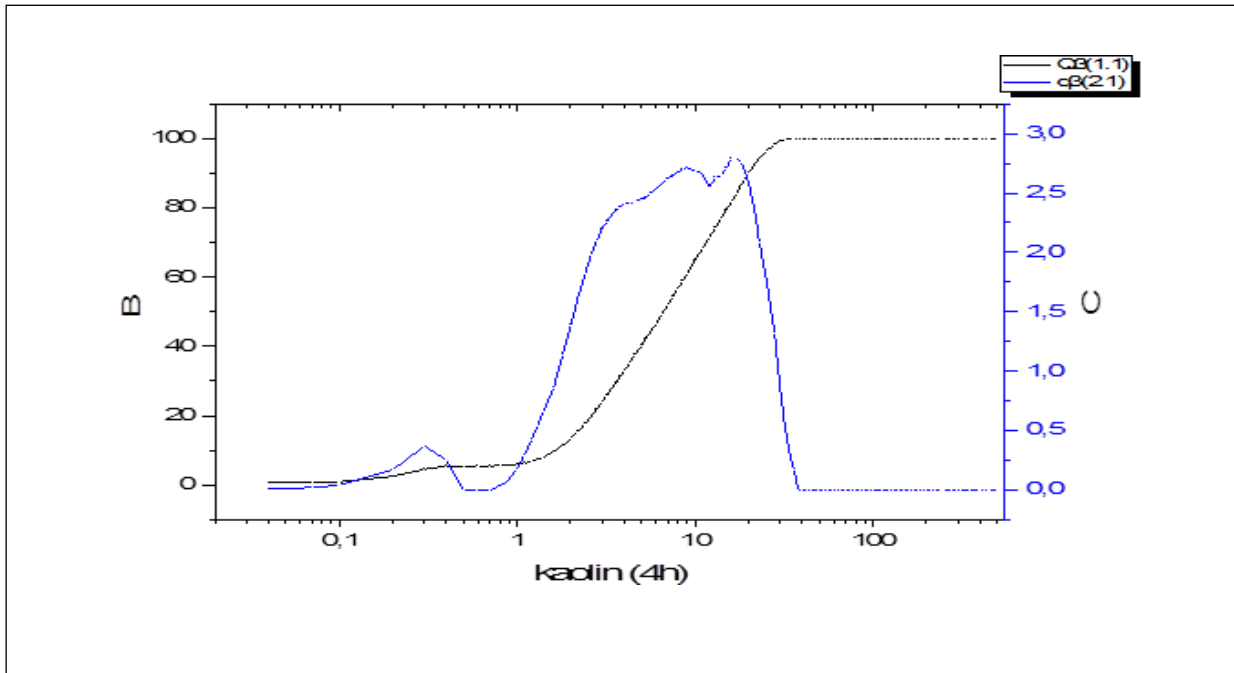


Figure III.5 : Distribution granulométrique kaolin broyé 4h

La figure III .5. Correspond à la distribution granulométrique d'échantillon broyé pendant 4 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.64 μm de diamètre à 10%, de 6.63 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 19.98 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 8.90 μm

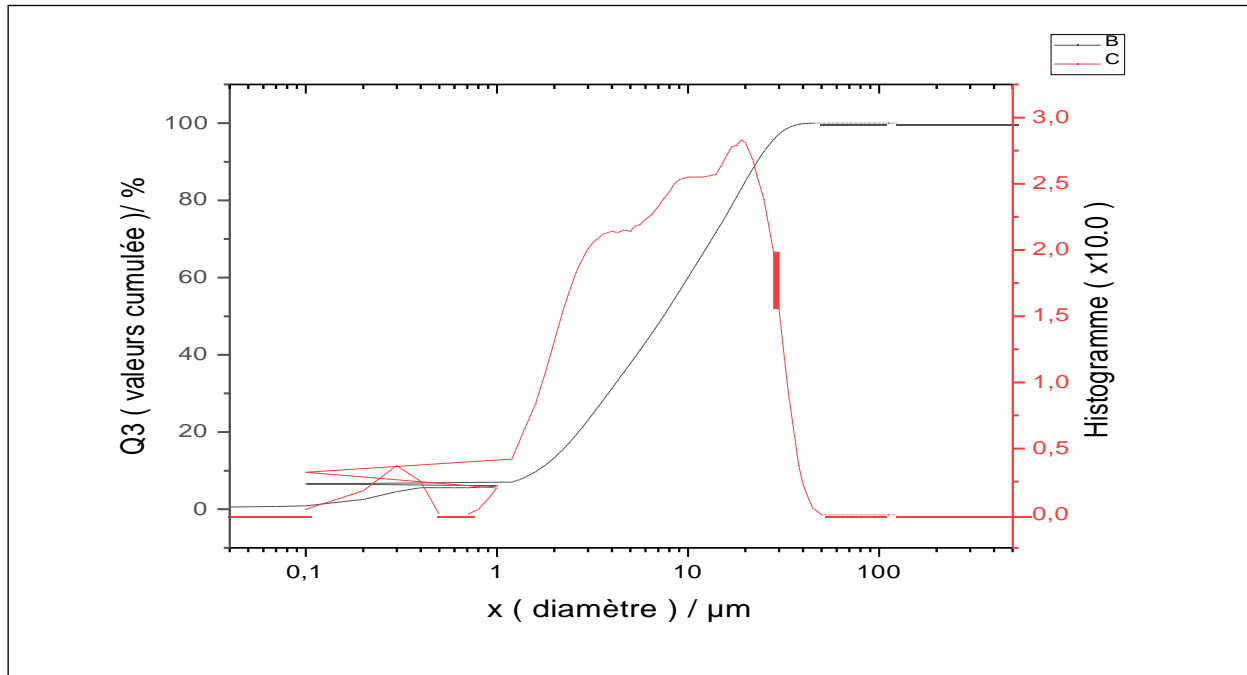


Figure III.6 : Distribution granulométrique kaolin broyé 6h

La figure III.6 correspond à la distribution granulométrique d'échantillon broyé pendant 6 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.62 μm de diamètre à 10%, de 7.44 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 22.98 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 10.09 μm

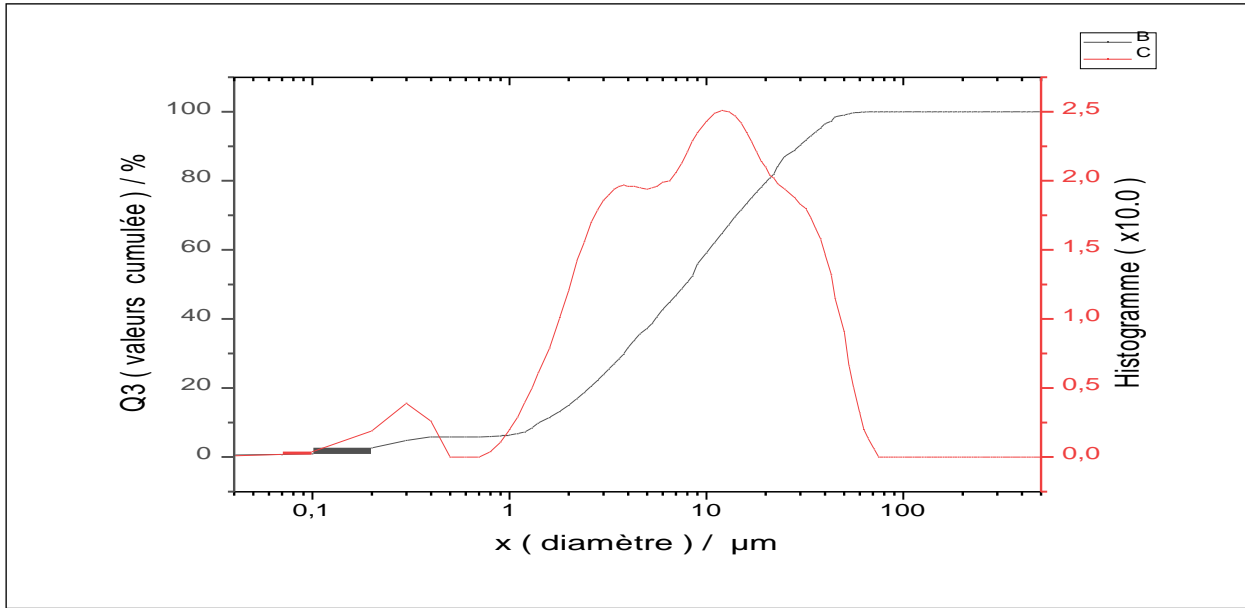


Figure III.7 : Distribution granulométrique kaolin broyé 8h

La figure III.7. Correspond à la distribution granulométrique d'échantillon broyé pendant 8 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.62 μm de diamètre à 10%, de 8.34 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 31.54 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 12.66 μm

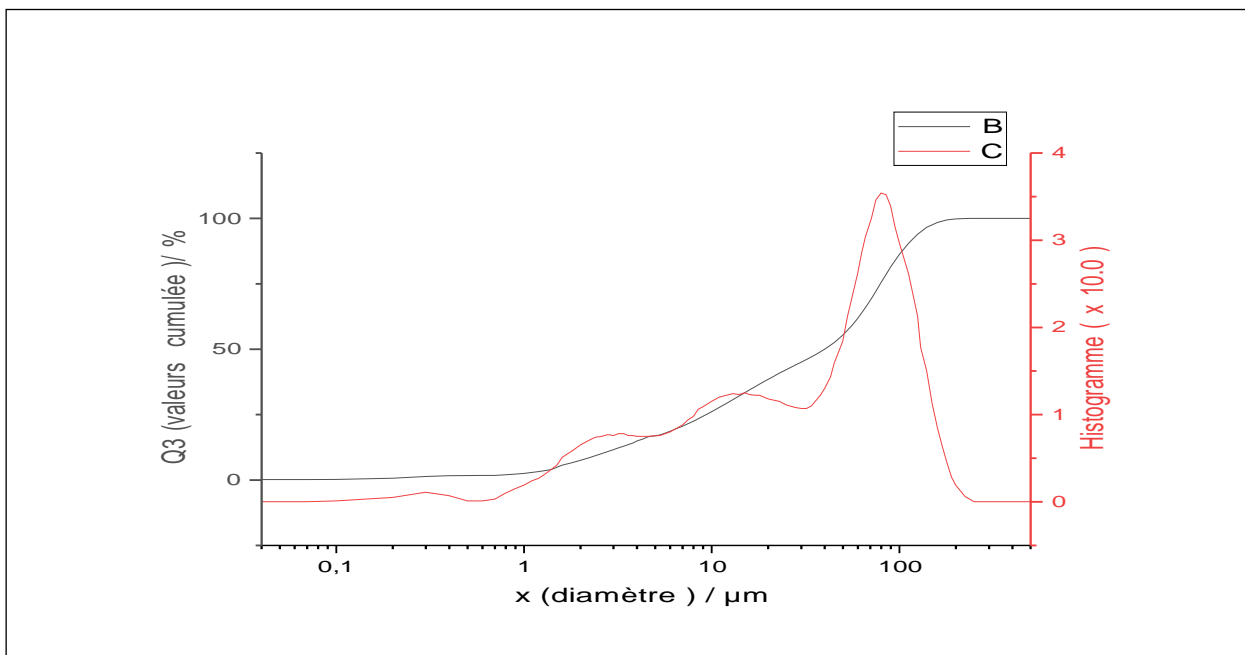


Figure III.8 : Distribution granulométrique kaolin broyé 10h

La figure III.8 : correspond à la distribution granulométrique d'échantillon broyé pendant 8 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.88 μm de diamètre à 10%, de 7.25 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 15.72 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 8.18 μm

Tableau III.2 : Représente les résultats de l'analyse granulométrique

Diamètre (um)	Diamètre à 10%	Diamètre à 50%	Diamètre à 90%	Diamètre moyen
2 Heures	2.04	9.28	31.75	13.26
4 Heures	1.64	6.63	19.98	8.90
6 Heures	1.62	7.44	22.98	10.09
8 Heures	1.62	8.34	31.54	12.66
10 Heures	1.88	7.25	15.72	8.18

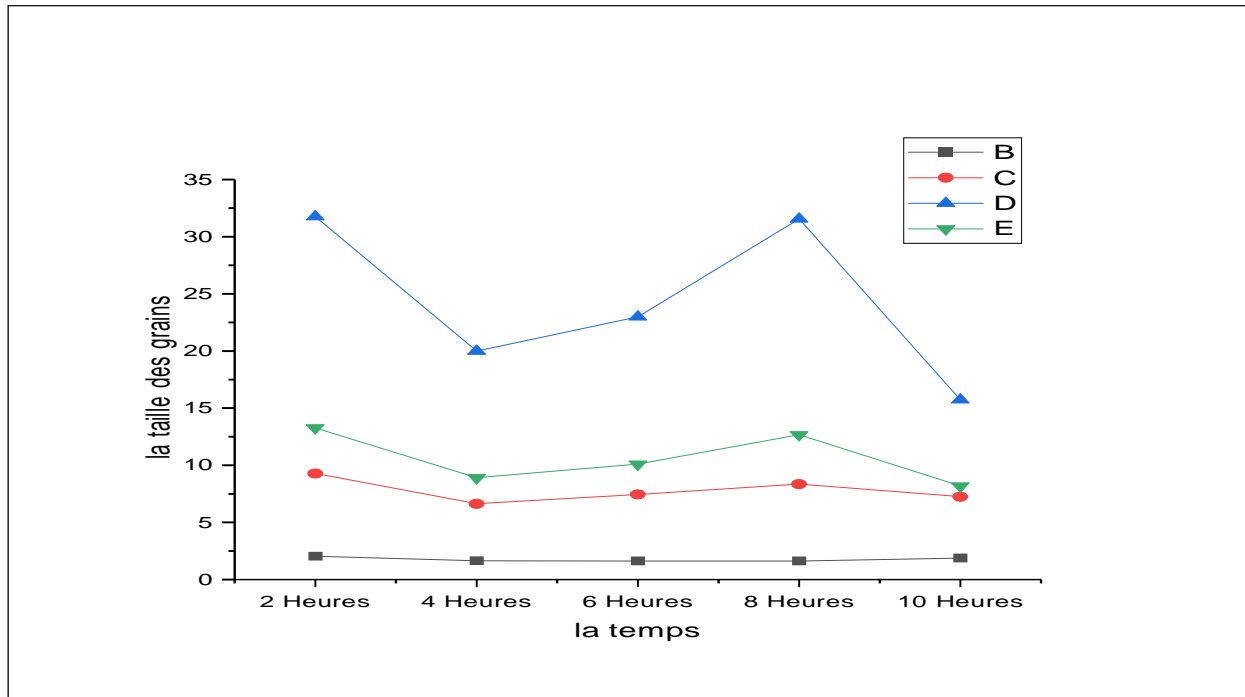


Figure III.9 : Taille des grains en fonction de temps de broyage

La figure III.9 : représente la superposition des courbes des distributions granulométrique en fonction de temps de broyage. En analysant l'évolution des résultats, on remarque une diminution bien marquée de la taille des particules, ce qui montre l'efficacité du broyage réalisé.

III.5. Mise en forme des échantillons

III.5.1. Le pressage uniaxiale

L'échantillon préalablement broyé est ensuite placé sous forme de pastille cylindrique Diamètre 13 millimètres et d'une épaisseur entre 3 et 4 mm, à l'aide d'une presse manuelle de Massen de type MP150. Le pressage effectuée par déplacement d'un seul piston ou par déplacement de deux pistons inférieurs et supérieurs.

-les niveaux de pressions maximales pour chaque pastilles :

Échantillon broyé (2 heure) : P= 13,8 tonnes

Échantillon broyé (4 heure) : P= 9,5 tonnes

Échantillon broyé (6 heure) : P= 8.2 tonnes

Échantillon broyé (8 heure) : P= 6.7 tonnes

Échantillon broyé (10 heure) : P= 6 tonnes



Figure III.10 :pastille avant le frittage

On note une diminution de la pression maximale nécessaire au pastillage avec le temps de broyage. Ce fait est du probablement, à la diminution de la taille des grains avec le temps de broyage, ce qui nécessite une pression moindre pour faire rentrer les grains plus facilement en contact entre eux.

III.6. Le frittage

Dans cette étape, nous allons préparer dans un four à moufle jusqu'à atteindre une température de 1100°C. La vitesse de chauffe est de 15°C par minute et le temps de cuisson est de 2 heures. Une fois le temps écoulé, les échantillons peuvent refroidir librement.



Figure III.11 pastille Apres le frittage

On a voulu varier les conditions de frittage (température du pallier et temps de maintien) pour voir son effet sur nos échantillons, mais malheureusement, un seul four existe au niveau du laboratoire et en plus il est très sollicité par plusieurs chercheurs et donc on a pas eu beaucoup de créneaux de travail dessus.

III.7 Détermination de la densité :

Tableau III 3: La densité des enchantions après le frittage

Période de broyage	La densité après le frittage g/l
2 heures	0,912 g/l
4 heures	1,284 g /l
6 heures	1,616 g/l
8 heures	1,998 g/l
10 heures	2,866 g/l

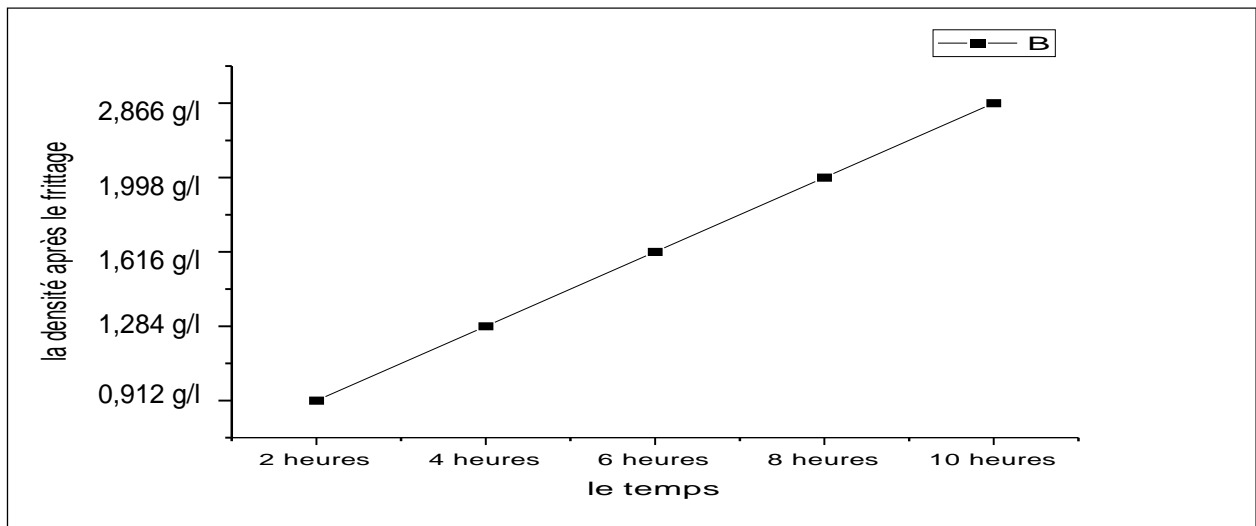


Figure III.12 La densité en fonction de temps de broyage

La figure ci-dessus, montre l'évolution de la densité en fonction du temps de broyage. On remarque une augmentation de la densité après le frittage plus la période de broyage est longue. Ceci est lié à la diminution de la taille des grains qui facilite le réarrangement des grains et ainsi plus de compacité conduisant à une densification meilleure.

III.8 Préparation de mélange

Un bilan complet des procédés utilisés pour l'élaboration du mélange (kaolin-alumine)

Est donné comme suit :

Tableau III 4 Représente la quantité de mélange (kaolin-alumine)

Échantillons pourcentage	Kaolin	Alumine
C5A195Ka	95% (19 g)	5% (1 g)
C10A190Ka	90% (18 g)	10% (2 g)
C15A185Ka	85% (17 g)	15% (3 g)

III.8.1 Broyage de mélange

A partir de la quantité initiale, trois échantillons de 20 g ont été prélevés et broyés une troisième fois dans un broyeur à billes RETSCH-PM 100.



(C5A195Ka)



(C10A190Ka)



(C15A185Ka)

Figure III.13. Echantillon du mélange après broyage

III.8.2 Analyse granulométrie

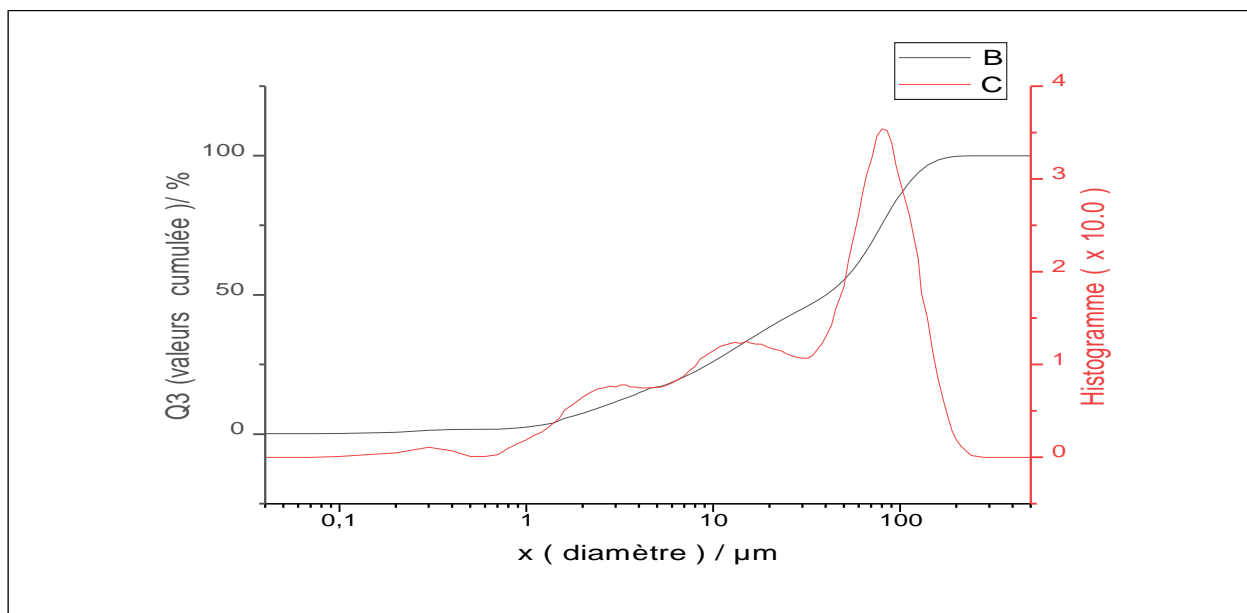


Figure III.14 : Distribution granulométrique de mélange (C5A195Ka)

La figure III.12.: Correspond à la distribution granulométrique de mélange kaolin et alumine pendant 10 heures, d'une fraction de taille moyenne de 2.77 μm de diamètre à 10%, de 40.00

μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 110.40 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 48.97 μm .

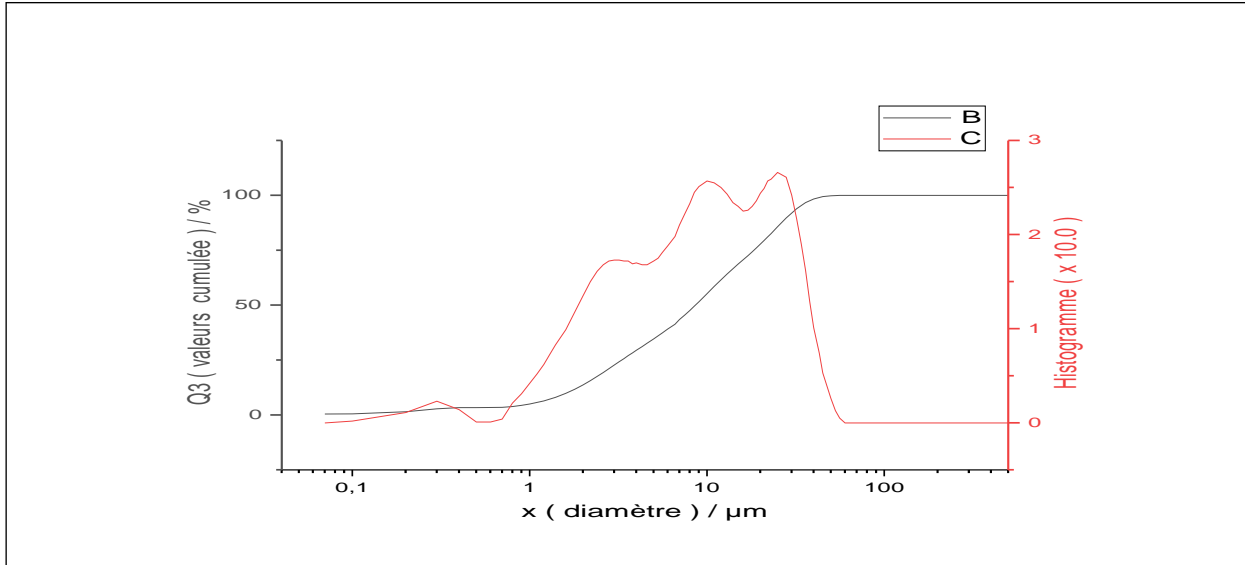


Figure III.15: Distribution granulométrique de mélange (C10Al90Ka)

La figure III.1.3: Correspond à la distribution granulométrique de mélange kaolin et alumine pendant 10 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.61 μm de diamètre à 10%, de 8.59 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 28.22 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 11.99 μm

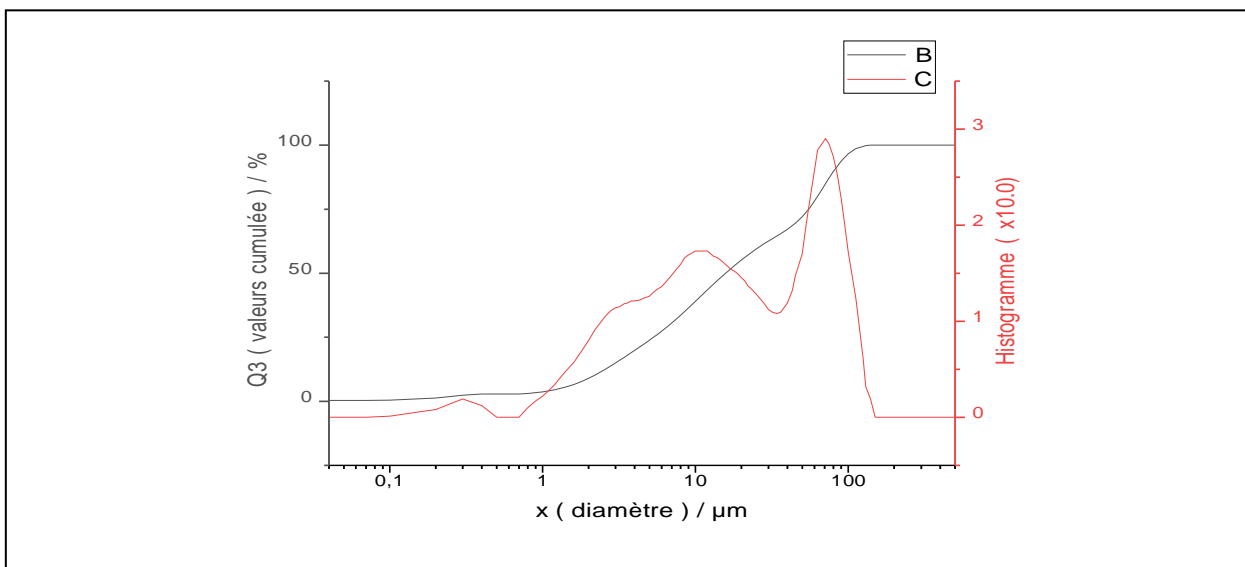


Figure III.16.: Distribution granulométrique de mélange (C15Al85Ka)

La figure III.4: correspond à la distribution granulométrique de mélange kaolin et alumine pendant 10 heures, d'une fraction de taille moyenne de 2.17 μm de diamètre à 10%, de 15.75 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 80.53 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 30.96 μm

III.8.3 Pastilles des mélanges :



Figure III.17 : Pastilles de mélange avant le frittage

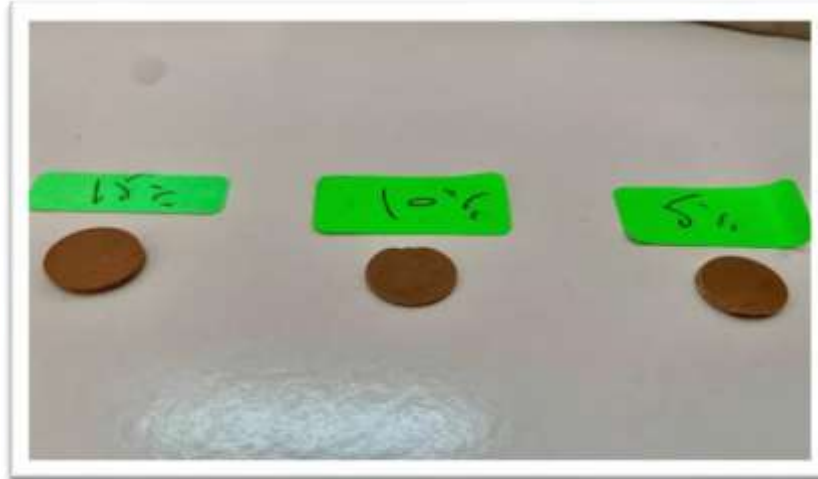


Figure III.18 : Pastilles de mélange après le frittage

On remarque un peu des fissures sur la surface des pastilles à cause des impuretés volatiles ces constats peuvent être confirmé également par les résultats de l'ATD/ATG qui montrent le départ de plusieurs composés du kaolin ce qui provoquerait des fissures et des aspérités au niveau de la surface et aussi en volume.

III.8.4 La densité de mélange :

Tableau III 5 Représente la densité de mélange

échantillons (Kaolin + Alumine)	La densité de mélange
C5A195Ka (5%)	14.660 g/l
C10A190Ka (10%)	7.630 g/l
C15A185Ka (15%)	6.737 g/l

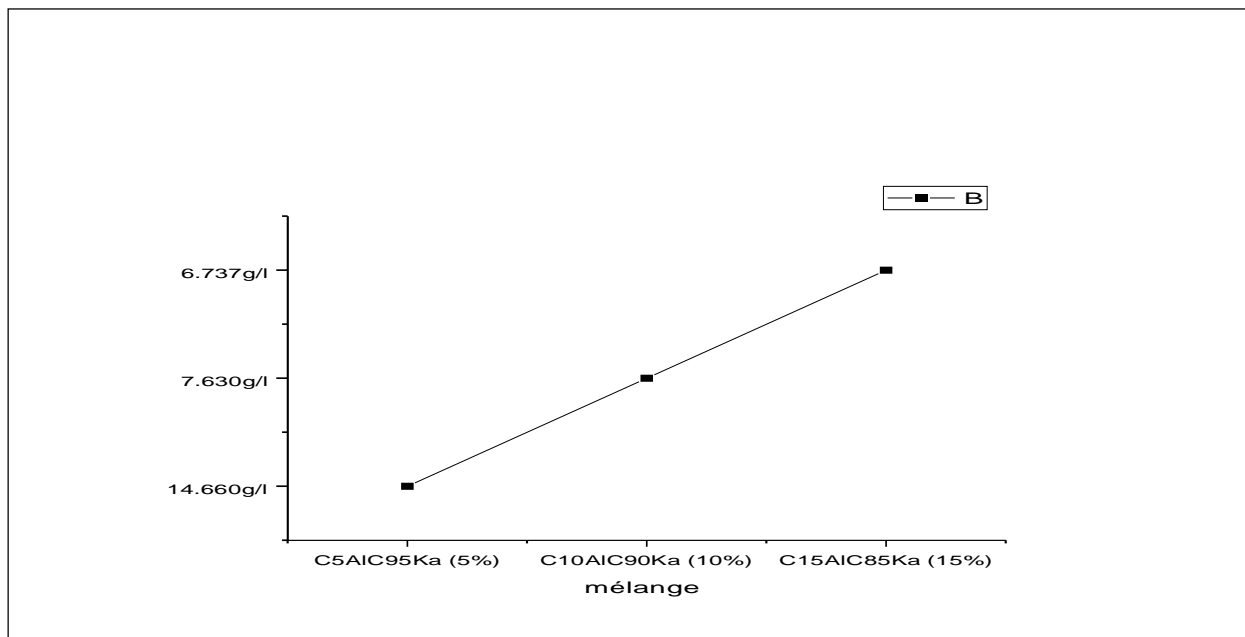


Figure III 19 Représente La densité en fonction de temps

On remarque une diminution de la densité avec l'augmentation de la proportion d'alumine

Dans le mélange (kaolin + alumine)

III.8.5 Calcination

Afin de voir l'origine des fissures, nous avons opté pour une calcination de la poudre. on utilise ce processus (la calcination) pour améliorer la qualité de poudre en permettant le départ facile des composés volatiles et l'évaporation des impuretés à des températures au tour des 750°C.



Figure III.20 Représente le Kaolin après calcination



Figure III.21 Représente le mélange 15% (C15Al85Ka) après calcination

III.8.5.1 Analyse granulométrique

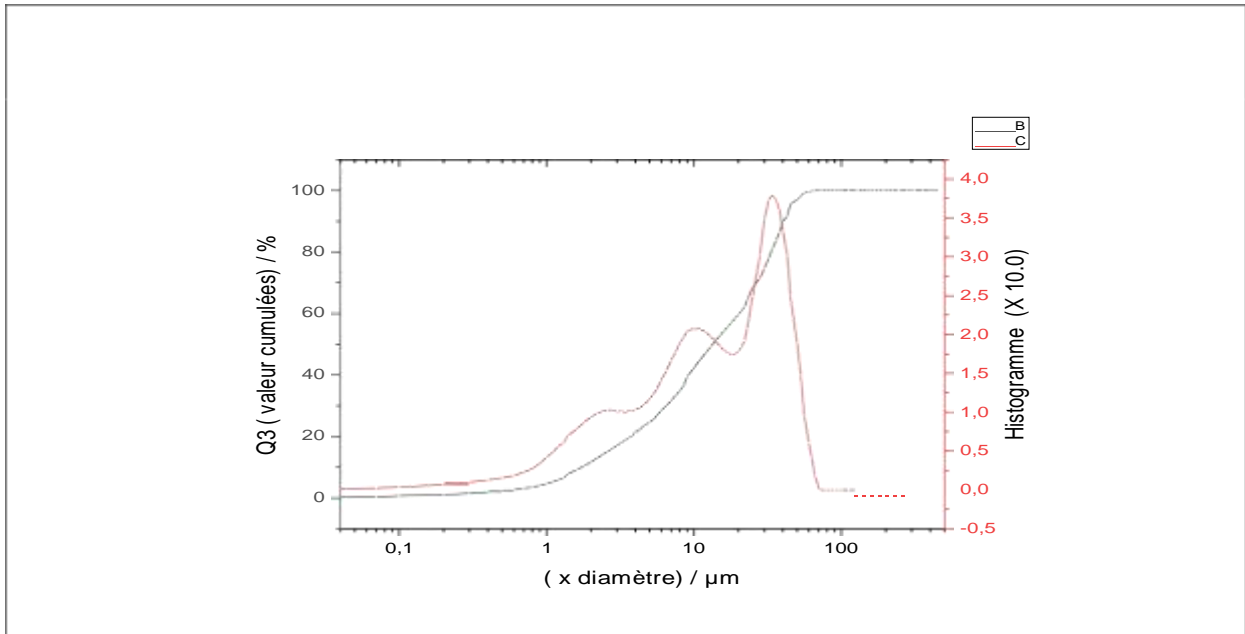


Figure III.22 Distribution granulométrique de mélange 15% (C10Al90Ka) après calcination

La figure III.2.2: correspond à la distribution granulométrique de mélange 15% calciné pendant 10 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.93 μm de diamètre à 10%, de 14.38 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 43.19 μm de diamètre à 90% en volume.

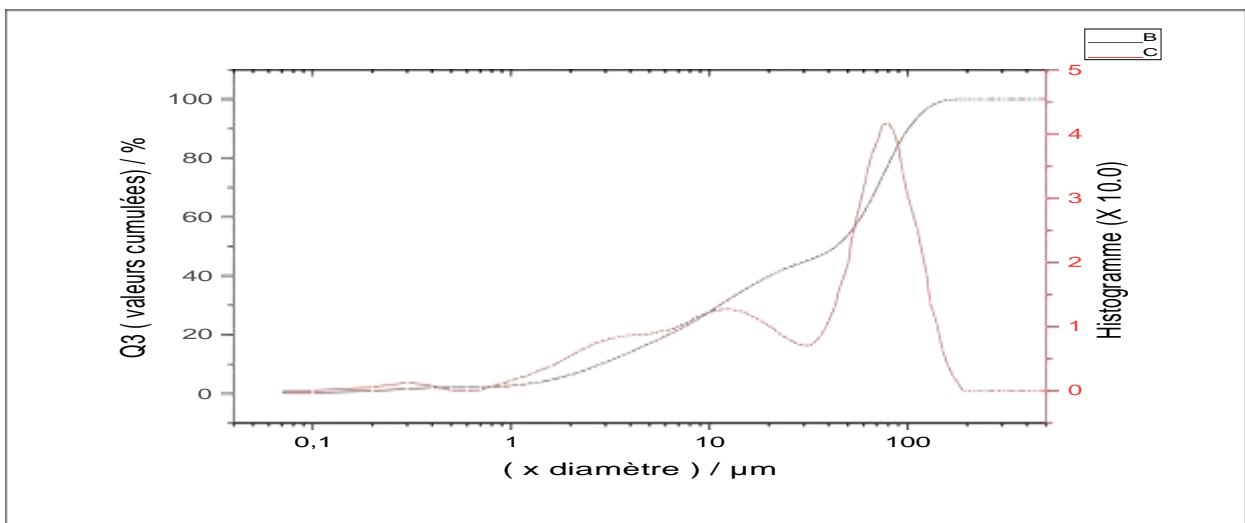


Figure III.23 Distribution granulométrique de Kaolin après calcination

La figure III.2.3: correspond à la distribution granulométrique de Kaolin calciné pendant 10 heures, d'une fraction de taille moyenne de 2.85 μm de diamètre à 10%, de 43.51 μm de diamètre à 50% et d'une fonction de 101.03 μm de diamètre à 90% en volume.

III.8.5.2 La densité :

Tableau. III.6 Représente la densité Avant et après le frittage

	Avant frittage	Après frittage
Mélange 5%	14.660 g/l	1.844 g/l
Mélange 10%	7.630 g/l	1.841 g/l
Mélange 15%	6.737 g/l	1.836 g/l

On constate une augmentation significative de la densité en fonction de l'incorporation l'alumine.

Remarque : Il n'est pas possible de juger de la validité des valeurs de la densité car la présence des fissures en surface rend l'expérience discutable, du fait de la possibilité de pénétration d'eau dans l'échantillon.

III.9. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons réalisé une étude granulométrique détaillée montrant l'efficacité du broyage qui a permis de réduire significativement la taille de la poudre de départ.

Les échantillons massifs ont été élaborés par pressage uniaxial, suivi d'un frittage en phase solide à une température de 1100°C pendant deux heures. Cependant, des fissures ont été révélés sur les échantillons frittés ce qui pourraient être attribuées à la transition de coulée de l'argile de kaolin, ainsi qu'au départ de l'eau corporelle. L'utilisation d'une étape intermédiaire de calcination a été faite avec succès afin de pallier au problème des fissures.

Des essais mécaniques étaient prévus, mais nous n'avons pas pu les faire par manque de temps.

Conclusion General

Conclusion General

L'objectif de cette recherche est de développer des matériaux à base de matières premières local tel que le de Tamazert, ainsi que des mélanges de ce dernier avec l'alumine.

L'élaboration de ce matériau est réalisée par métallurgie des poudres, La détermination de la taille des particules est une étape importante de ce travail.

Les résultats obtenus montrent que le temps de broyage affecte la taille des particules de kaolin, dont la taille diminue avec le temps de broyage, ce qui démontre l'efficacité du procédé de broyage utilisé à savoir le broyage planétaire par voie sèche.

La mise en forme par pressage uniaxial a montré que la pression maximale dépendait fortement de la taille des grains du compact pulvérulent.

Le frittage en phase solide a été conduit durant 2 heures à la température de 1100°C. Les matériaux frittés présentaient des fissures, qui peuvent être attribués à la transformation du kaolin et au départ de certains constituants comme confirmé par les tests ATD/ATG.

Le recours à une étape intermédiaire de la calcination a permis avec succès de pallier au problème des fissures.

La variation des conditions de frittage (température du pallier et temps de maintien) pour étudier son effet sur nos échantillons a été initialement programmée, mais malheureusement, un seul four existe au niveau du laboratoire et en plus il est très sollicité par plusieurs chercheurs et donc on a pas eu beaucoup de créneaux de travail dessus.

Références

- [1] Fatiha TALBI, «Etude des phénomènes de conduction et de rupture diélectrique dans les céramiques à haute teneur en alumine », Thèse Doctorat, TIZI-OUZOU, UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI, (2010), 138 P
- [2] DOGHA Ibtissam et DILMI Nadjat, « Analyse du comportement mécanique d'une céramique par photographie de speckle digital », Thèse Master, m'sila, University Mohamed Boudiaf, 2020, 87 P
- [3] BELHOUCHE HOCINE, « ELBORATION ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A DISPERSOIDES A BASE D'ALUMINE ET DE ZIRCON », Thèse Doctorat, Setif, UNIVERSITE FERHAT ABBAS UFAS, (2008), 161P
- [4] Mme ALLAM née BOUSSAK Hasina, « Effet de la température sur les performances des céramiques contenant la bentonite de Maghnia », BOUMERDES, UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA, 2014/2015, 153P
- [5] Kourat Djedjiga, « Modélisation de la rupture diélectrique dans les céramiques à haute teneur en alumine soumises à des contraintes électriques », Thèse MAGISTER ,TIZI-OUZOU, UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI , 2012 ,54P
- [6].G. Aliprandi, « Matériaux Réfractaires et Céramiques Techniques, Eléments de Céramurgie et de Technologie » (éd.) Septime, Paris, 1979.
- [7]. W.H. Strehlow and E. L. Cook; « Compilation of energy band gaps in elemental and binary compound semiconductors and insulators»; J. Phys. Chem. Ref. Data; Vol. 2 ;No. 1; 1973.
- [8] K. Traoré, T.S. Kabré and P. Blanchart, crystallization from kaolinite and calcite mix. Ceramic International, 29, 377–383 (2003)
- [9] A. Morin (Assistante), I. Lopez (Assistante), J.-L. Coeuriot, P. Millet, EMCOndologie1, P .1–12, (2005)
- [10] K.Okada, N.Otsuka, J.Osaka, Characterization of spinel phase formed in the kaolin-mullite thermal sequence, Journal American Ceramic Society, p.C251-C253, (1986)
- [11] P. Jean. «Etude de quelques matériaux argileux du site de Lembo (Cameron) minéralogie, du comportement au frittage et analyse des propriétés d'élasticité ». Thèse de doctorat de l'université de Lembo, (2001).
- [12] P. BOCH, « Matériaux et processus céramiques », Hermes Science Europe Ltd
- [13] Luis Rafael OLMOS NAVARRETE, « Etude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète », Thèse Doctorat, Grenoble, 2009 ,175 P
- [14] Jérémy CROQUESEL, « Etude des spécificités du frittage par micro-ondes de poudres d'alumine α et γ », Thèse Doctorat, Grenoble, Université de Grenoble, 2015, 237 P

Références

- [15] W. WU, G. Jiang, R. H. Wagoner and G. S. Daehn, Experimental and Numerical Investigation of Idealized Consolidation Part 1: Static Compaction, *Acta Mater.*, 2000, Vol. 48, pp. 4323–4330 (2001)
- [16] P. Richard, M.H. Cheyrezy, Composition of reactive powder concretes. *Cement Concrete Res*; 25(7):1501–11, 1995.
- [17] H.C Helgeson, R.M. Garrels,, and F.T. Mackenzie, Evaluation of irreversible reactions in geochemical processes involving minerals and aqueous solutions - II. Applications: *Geochimica ET Cosmochimica Acta*, v. 33, p. 455-481.
- [18] J. Konta, « Deposits of ceramic raw materials », monograph 1.1.3, *Ceramic Monographs Handbook of Ceramics*, 1979.
- [19] C.Y. CHEN, LAN, G.S. TUAN, W.H., -*Ceramics International*, 26, p. 715-720 (2000).
- [20] He, P., et al., Effects of Si/Al ratio on the structure and properties of metakaolin based geopolymer. *Ceramics International*, Vol. 42(13) 2016. p. 14416-14422.
- [21] Najet, E., Formulation de liant aluminosilicaté de type géopolymère à base de Différentes argiles Tunisiennes. Vol. 1. 2013. p. 182.
- [22] Lee, W.K.W. and J.S.J. van Deventer, The effects of inorganic salt contamination on The strength and durability of geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical And Engineering Aspects*, Vol. 211(2) 2002. p. 115-126.
- [23]. Tchakouté, H.K., et al., Synthesis of sodium waterglass from white rice husk ash as an activator to produce metakaolin-based geopolymer cements. *Journal of Building Engineering*, Vol. 6 2016. P. 252-261.
- [24]. Davidovits, Geopolymer, green chemistry and sustainable development solutions 2005.
- [25] FARDJAOUI Nor-El-Houda, « Synthèse des aluminosilicates de type géopolymères et zéolite LTA à partir des kaolins. Application à l'adsorption des métaux lourds (Cu(II), Cr(VI)) et des colorants textiles (jaune bezanyl, vert nylomine », Thèse de Doctorat, Guelma, Université 8 Mai 1945, (2018) ,124P
- [26] LALMI KHIER, « ETUDE PAR DIFFRACTION DES RX DE MATERIAUX A BASE DE KAOLIN DE KT2 ET DD », Thèse de Magister, CONSTANTINE, UNIVERSITÉ MENTOURI, 77 P

Références

- [27] RABEHI Bahia, «Evaluation des propriétés réfractaires et cimentaires du kaolin de Djebel Debbagh », Thèse de Doctorat, BOUMERDES, UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA, (2013) ,152P
- [28] E.Badogiannis, G. Kakali,, G. Dimopoulou, , E.Chaniotakis, , Tsivilis, S. „Metakaolin as a main cement constituent: exploitation of poor Greek kaolins“. Cement & Concrete Composites 27, 197–203. 2005.
- [29] L.A.P. Oliveira, S. Jalali, J. M. Fernandes and E. Torres. „The use of metakaolin to produce the eco-efficient concrete“ Materials and structures 38, 403-410. (avril 2005).
- [30] S. BONNET. „Matériaux cimentaires à haute déformabilité par incorporation de granulats issus du broyage de pneus usagés“. Thèse de doctorat à l'université de Toulouse III – PAUL SABATIER janvier 2004.
- [31] S .Brault. „Modélisation du comportement à la lixiviation à long Terme de déchets stabilisés à l'aide de liants hydrauliques“. Thèse de doctorat, université paris 6. France, 2001.
- [32].F. Jean-Marie Haussonne«Céramiques pour composants électroniques »Technique de l'ingénieur ; Traité Electronique ; E1820.
- [33] I. Levin and D Brandon. Metastable alumina polymorphs: Crystal structures and transition sequences. J. Am. Ceram. Soc., 81 :1995–2012, 1998.
- [34] BELKHARCHOUCHE Djanet, « ADSORPTION DU BORE PAR LES ALUMINES MODIFIEES », Thèse MAGISTERE, CONSTANTINE, UNIVERSITE MENTOURI, (2010) ,78P.
- [35] Jérémy CROQUESEL, « Etude des spécificités du frittage par micro-ondes de poudres d'alumine α et γ », Thèse de Doctorat, L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE ,2006 ,66P
- [36] Y. JORAND, « Elaboration et caracterisation de composites dispersoides ternaires base alumine-zircone à vocation thermomecanique », Thèse de Doctorat, (INSA de Lyon, GEMPPM), (1991).
- [37] LOUET, N. « Influence du dopage à la silice ou à l'oxyde de calcium sur le frittage et sur l'évolution microstructurale d'une alumine-alpha ultra pure », Thèse de Doc, INSA de Lyon, (2003).
- [38] PHILIPS, D. S. et al. Precipitation in star sapphire. III Chemical effects accompanying precipitation, Phil. Mag., (1980), Vol 42, p. 417-432.
- [39] W. E. Lee, K. P. D. Lagerlof, "Structural and electron diffraction data for sapphire (α -Al₂O₃), Journal of electron microscopy technique, 2 (1985) 247-258.
- [40] R.S. Zhou and R.L. Snyder. Structure and transformation mechanisms of the η , γ and θ transitions aluminas. Acta Crystall. Sect. B, 47 :617–631, 1991.

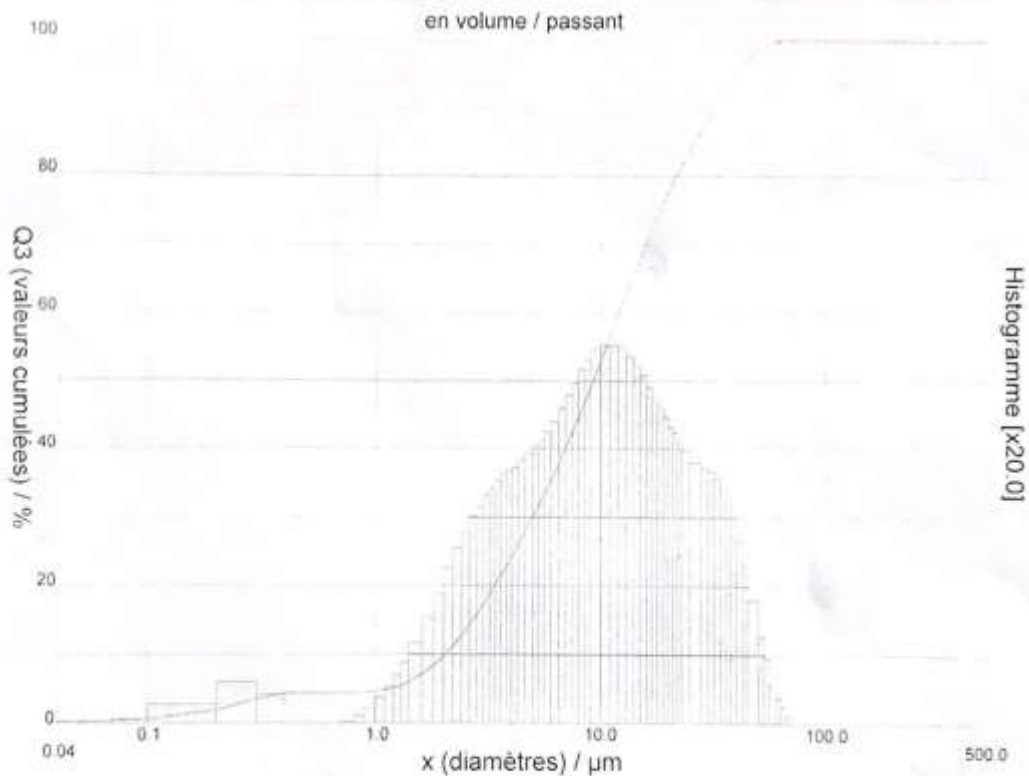


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_2 h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuratation	: 10 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 2.04 μm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 9.28 μm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 31.75 μm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 13.26 μm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 32919.92 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 13:30:56	Dilution automatique	: Non / Non
Index mesure	: 791	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer



DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_2 h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuration	: 10 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 2.04 µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 9.28 µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 31.75 µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 13.26 µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 32919.92 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 13.30.56	Dilution automatique	: Non / Non
Index mesure	: 791	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.46	0.55	0.70	1.99	3.62	4.42	4.42	4.42	4.42	4.43
q3	0.00	0.01	0.03	0.13	0.29	0.20	0.00	0.00	0.00	0.01
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	4.51	4.66	4.90	5.21	5.59	6.03	7.09	8.33	9.70	11.18
q3	0.05	0.10	0.18	0.26	0.34	0.43	0.57	0.76	0.94	1.12
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	12.70	14.23	15.77	17.27	18.75	20.18	21.57	22.92	24.22	26.08
q3	1.26	1.38	1.50	1.57	1.66	1.71	1.76	1.81	1.83	1.86
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	27.86	30.12	31.74	33.31	35.33	37.76	40.11	42.39	44.60	46.76
q3	1.91	1.96	2.01	2.06	2.12	2.19	2.29	2.39	2.48	2.58
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	48.85	52.81	56.44	59.75	62.78	65.52	68.01	70.27	72.32	74.19
q3	2.64	2.72	2.75	2.75	2.74	2.67	2.61	2.53	2.44	2.37
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	75.91	77.49	78.94	80.30	81.55	83.83	86.80	88.57	90.20	91.69
q3	2.30	2.23	2.15	2.11	2.03	1.98	1.89	1.85	1.83	1.78
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	93.03	94.23	95.29	96.61	97.33	98.62	99.12	99.48	99.75	99.87
q3	1.69	1.60	1.49	1.32	1.14	0.89	0.62	0.47	0.28	0.18
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	99.95	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.12	0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population



DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_4h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscurisation	: 9 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.64 µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 6.63 µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 19.98 µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 8.90 µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 41223.32 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 13:57:31	Dilution automatique	: Non / Non
Index mesure	: 792	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.57	0.69	0.89	2.52	4.53	5.50	5.50	5.50	5.50	5.56
q3	0.01	0.02	0.04	0.17	0.37	0.25	0.00	0.00	0.00	0.03
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	5.71	5.97	6.35	6.84	7.42	8.08	9.64	11.45	13.43	15.52
q3	0.09	0.18	0.30	0.42	0.54	0.66	0.86	1.14	1.39	1.62
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	17.66	19.80	21.90	23.95	25.92	27.82	29.64	31.38	33.05	35.40
q3	1.82	1.98	2.10	2.20	2.26	2.32	2.36	2.38	2.41	2.41
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	37.61	40.37	42.31	44.17	46.53	49.31	51.93	54.40	56.73	58.94
q3	2.43	2.45	2.46	2.50	2.53	2.57	2.62	2.65	2.67	2.70
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	61.03	64.86	68.29	71.40	74.24	76.89	79.42	81.85	84.14	86.27
q3	2.71	2.69	2.66	2.65	2.63	2.65	2.71	2.79	2.80	2.76
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	88.24	90.03	91.64	93.07	94.32	96.34	98.36	99.16	99.62	99.87
q3	2.70	2.58	2.44	2.28	2.08	1.79	1.32	0.86	0.53	0.31
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.17	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

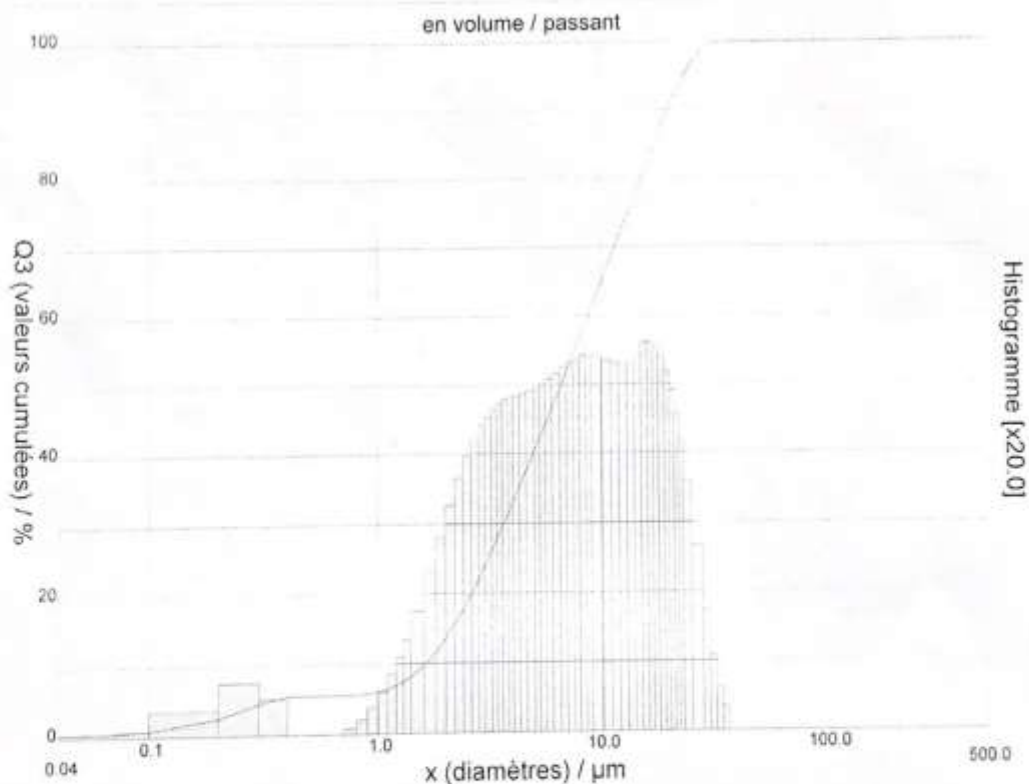


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_4h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuration	: 9 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.64 μm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 6.63 μm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 19.98 μm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 8.90 μm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 41223.32 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 13:57:31	Dilution automatique	: Non / Non
Index mesure	: 792	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer





DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_6 h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuration	: 12 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.62 µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 7.44 µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 22.98 µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 10.09 µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 41173.72 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 14.25.01	Dilution automatique	: Non / Non
Index mesure	: 793	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.59	0.71	0.90	2.55	4.59	5.57	5.57	5.57	5.57	5.65
q3	0.01	0.02	0.04	0.18	0.37	0.25	0.00	0.00	0.00	0.04
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	5.84	6.13	6.54	7.03	7.61	8.26	9.78	11.51	13.38	15.34
q3	0.12	0.20	0.32	0.42	0.54	0.65	0.84	1.08	1.31	1.52
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	17.33	19.31	21.25	23.13	24.93	26.65	28.29	29.85	31.34	33.43
q3	1.69	1.83	1.93	2.01	2.06	2.09	2.12	2.13	2.14	2.13
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	35.39	37.81	39.53	41.16	43.24	45.70	48.04	50.27	52.40	54.45
q3	2.15	2.14	2.18	2.19	2.23	2.27	2.33	2.39	2.44	2.50
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	56.41	60.05	63.34	66.34	69.11	71.69	74.16	76.54	78.82	80.98
q3	2.53	2.55	2.55	2.55	2.56	2.57	2.64	2.72	2.78	2.79
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	83.05	85.00	86.81	88.49	90.03	92.72	95.78	97.23	98.25	98.96
q3	2.83	2.81	2.74	2.67	2.56	2.38	1.99	1.55	1.17	0.86
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	99.43	99.70	99.86	99.97	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.61	0.37	0.23	0.11	0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

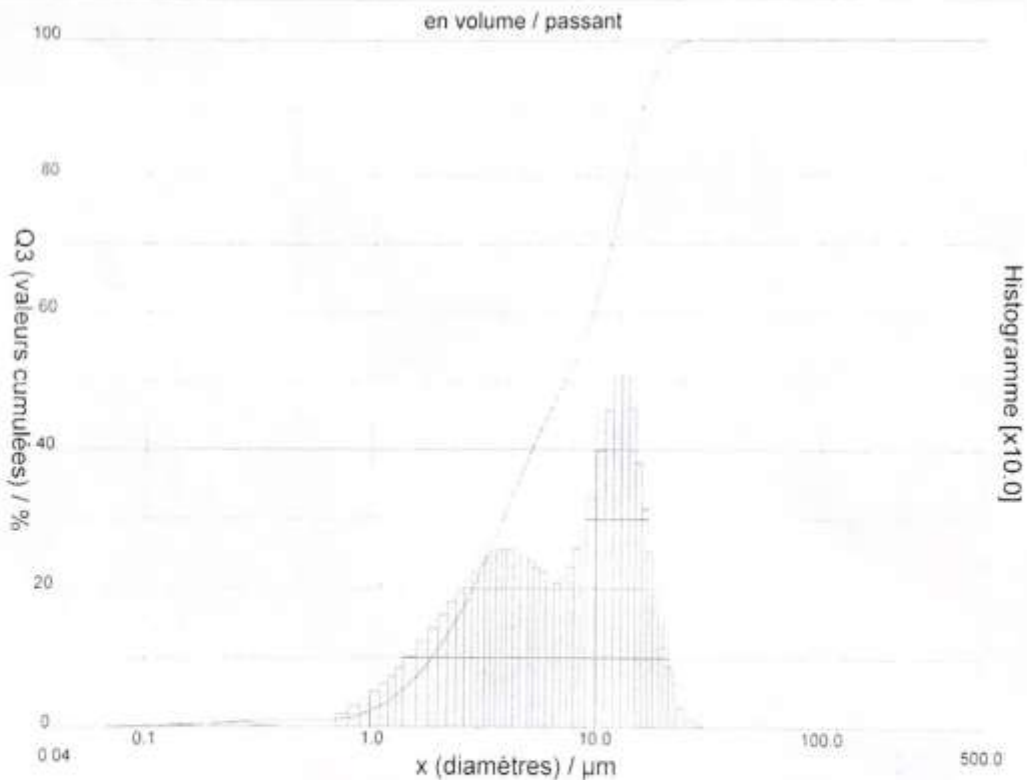


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample10 h	Ultrasons	: 60	s
Sample Name		Obscuration	: 3	%
Sample type		Diamètre à 10%	: 1.88	μm
Commentaires		Diamètre à 50%	: 7.25	μm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 15.72	μm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 8.18	μm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00	
Lieu		Surface spécifique	: 20113.44	cm ² /g
Date : 20/03/2022	Heure : 09:13:35	Dilution automatique	: Non / Non	
Index mesure	: 795	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4	
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer	





DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample10 h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuration	: 3 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.88 µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 7.25 µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 15.72 µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 8.18 µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 20113.44 cm ² /g
Date	: 20/03/2022	Dilution automatique	: Non / Non
Heure	: 09:13:35	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Index mesure	: 795	Nom SOP	: Fraunhofer
Database name	: CilasDB1		

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.17	0.17	0.19	0.50	0.94	1.03	1.03	1.03	1.03	1.36
q3	0.00	0.00	0.00	0.03	0.08	0.02	0.00	0.00	0.00	0.18
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	1.83	2.40	3.05	3.78	4.57	5.41	7.22	9.17	11.19	13.27
q3	0.29	0.40	0.50	0.62	0.72	0.83	1.00	1.22	1.41	1.60
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	15.38	17.49	19.61	21.70	23.77	25.78	27.72	29.58	31.36	33.85
q3	1.78	1.94	2.10	2.22	2.35	2.43	2.49	2.53	2.55	2.53
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	36.14	38.92	40.80	42.52	44.61	46.89	48.97	50.99	53.01	55.12
q3	2.49	2.45	2.37	2.29	2.22	2.09	2.06	2.15	2.30	2.56
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	57.33	62.05	67.21	72.62	78.15	83.25	87.57	90.91	93.49	95.44
q3	2.84	3.29	3.97	4.56	5.07	5.05	4.60	3.80	3.12	2.50
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	96.86	97.90	98.65	99.19	99.56	99.87	99.99	100.00	100.00	100.00
q3	1.93	1.49	1.13	0.85	0.61	0.27	0.08	0.01	0.00	0.00
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

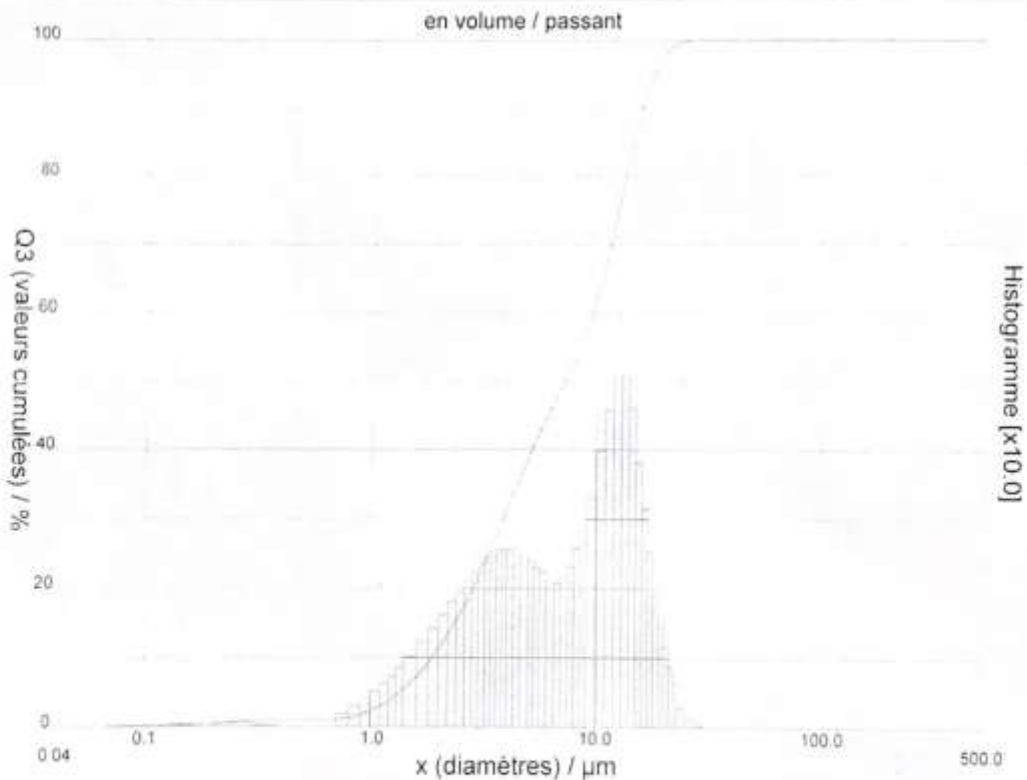


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample10 h	Ultrasons	: 60	s
Sample Name		Obscuration	: 3	%
Sample type		Diamètre à 10%	: 1.88	μm
Commentaires		Diamètre à 50%	: 7.25	μm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 15.72	μm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 8.18	μm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00	
Lieu		Surface spécifique	: 20113.44	cm ² /g
Date : 20/03/2022	Heure : 09:13:35	Dilution automatique	: Non / Non	
Index mesure	: 795	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4	
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer	





DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample10 h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuration	: 3 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.88 µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 7.25 µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 15.72 µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 8.18 µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 20113.44 cm²/g
Date	: 20/03/2022	Dilution automatique	: Non / Non
Heure	: 09:13:35	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Index mesure	: 795	Nom SOP	: Fraunhofer
Database name	: CilasDB1		

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.17	0.17	0.19	0.50	0.94	1.03	1.03	1.03	1.03	1.36
q3	0.00	0.00	0.00	0.03	0.08	0.02	0.00	0.00	0.00	0.18
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	1.83	2.40	3.05	3.78	4.57	5.41	7.22	9.17	11.19	13.27
q3	0.29	0.40	0.50	0.62	0.72	0.83	1.00	1.22	1.41	1.60
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	15.38	17.49	19.61	21.70	23.77	25.78	27.72	29.58	31.36	33.85
q3	1.78	1.94	2.10	2.22	2.35	2.43	2.49	2.53	2.55	2.53
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	36.14	38.92	40.80	42.52	44.61	46.89	48.97	50.99	53.01	55.12
q3	2.49	2.45	2.37	2.29	2.22	2.09	2.06	2.15	2.30	2.56
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	57.33	62.05	67.21	72.62	78.15	83.25	87.57	90.91	93.49	95.44
q3	2.84	3.29	3.97	4.56	5.07	5.05	4.60	3.80	3.12	2.50
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	96.86	97.90	98.65	99.19	99.56	99.87	99.99	100.00	100.00	100.00
q3	1.93	1.49	1.13	0.85	0.61	0.27	0.08	0.01	0.00	0.00
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population



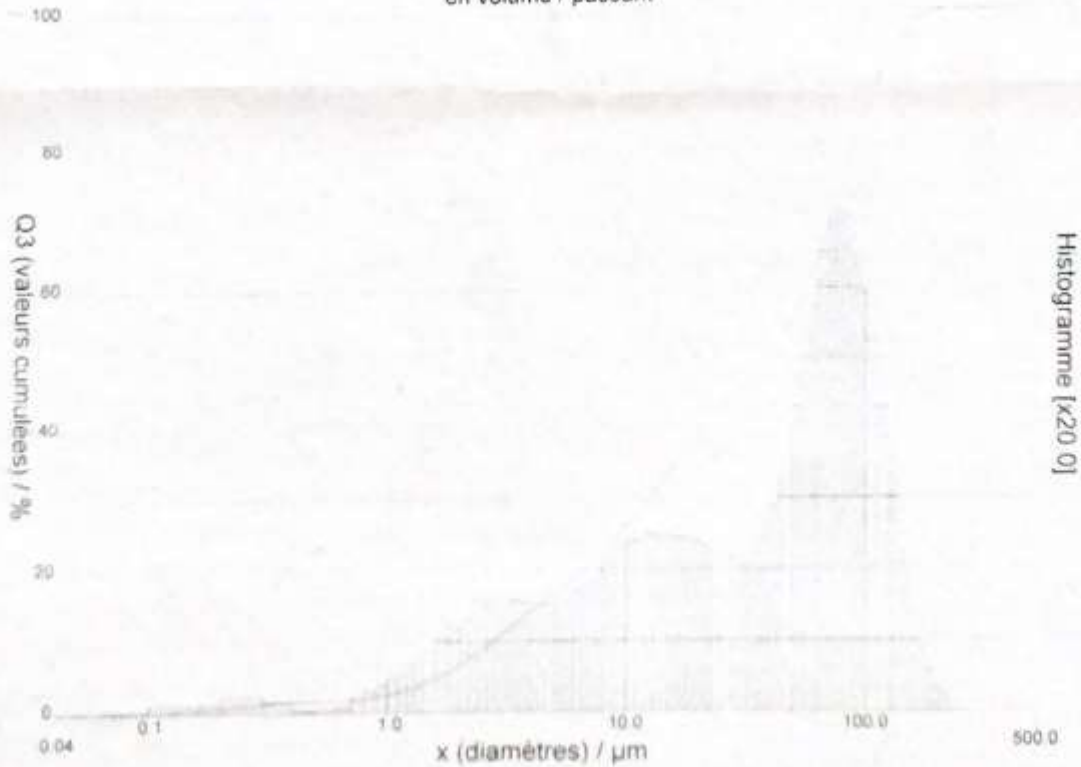
DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	ghailassa 5%	Ultrasons	60	s
Sample Name	:	Obscuracion	9	%
Sample type	:	Diamètre à 10%	2.77	μm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	40.00	μm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	110.40	μm
Agent dispersant	:	Diamètre moyen	48.97	μm
Opérateur	:	Fraunhofer		
Société	:	Densité/Facteur	-----	
Lieu	:	Surface spécifique	-----	
Date 09/05/2022	Heure : 13:06:32	Dilution automatique	Non / Non	
Index mesure	821	Mesure/Rinç	60s/60s/4	
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer	

en volume / passant



DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	ghailassa 5%	Ultrasons	60	s
Sample Name		Obscuration	9	%
Sample type		Diamètre à 10%	2.77	µm
Commentaires		Diamètre à 50%	40.00	µm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	110.40	µm
Agent dispersant		Diamètre moyen	48.97	µm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	-----	
Lieu		Surface spécifique	-----	
Date 09/05/2022	Heure 13:06:32	Dilution automatique	Non / Non	
Index mesure	821	Mesure/Rinç	60s/60s/4	
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer	

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.20	0.21	0.24	0.72	1.38	1.68	1.72	1.76	1.83	2.02
q3	0.00	0.00	0.01	0.05	0.11	0.07	0.01	0.01	0.03	0.10
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	2.28	2.57	2.90	3.25	3.62	4.02	4.85	5.73	6.63	7.54
q3	0.15	0.19	0.24	0.27	0.32	0.37	0.42	0.51	0.58	0.65
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	8.43	9.30	10.12	10.90	11.62	12.31	12.96	13.56	14.13	14.93
q3	0.70	0.74	0.75	0.77	0.76	0.78	0.78	0.76	0.76	0.75
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	15.67	16.59	17.24	17.86	18.67	19.65	20.61	21.56	22.49	23.43
q3	0.75	0.75	0.76	0.77	0.80	0.84	0.88	0.94	0.96	1.06
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	24.34	26.11	27.78	29.34	30.79	32.13	33.39	34.55	35.63	36.65
q3	1.09	1.15	1.20	1.22	1.24	1.23	1.25	1.23	1.22	1.22
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	37.60	38.49	39.33	40.12	40.87	42.23	44.02	45.10	46.11	47.09
q3	1.20	1.18	1.17	1.16	1.15	1.11	1.08	1.07	1.07	1.10
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	48.05	49.02	50.00	51.52	52.58	55.42	57.24	59.14	61.79	63.83
q3	1.15	1.22	1.30	1.43	1.59	1.84	2.13	2.35	2.62	2.85
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	65.90	69.38	72.16	75.51	78.64	81.48	83.98	86.21	90.55	93.98
q3	3.04	3.25	3.46	3.54	3.52	3.39	3.15	2.97	2.61	2.13
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	95.00	96.63	97.76	98.55	99.10	99.47	99.69	99.83	99.93	99.98
q3	1.77	1.50	1.12	0.84	0.62	0.44	0.28	0.19	0.12	0.06
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

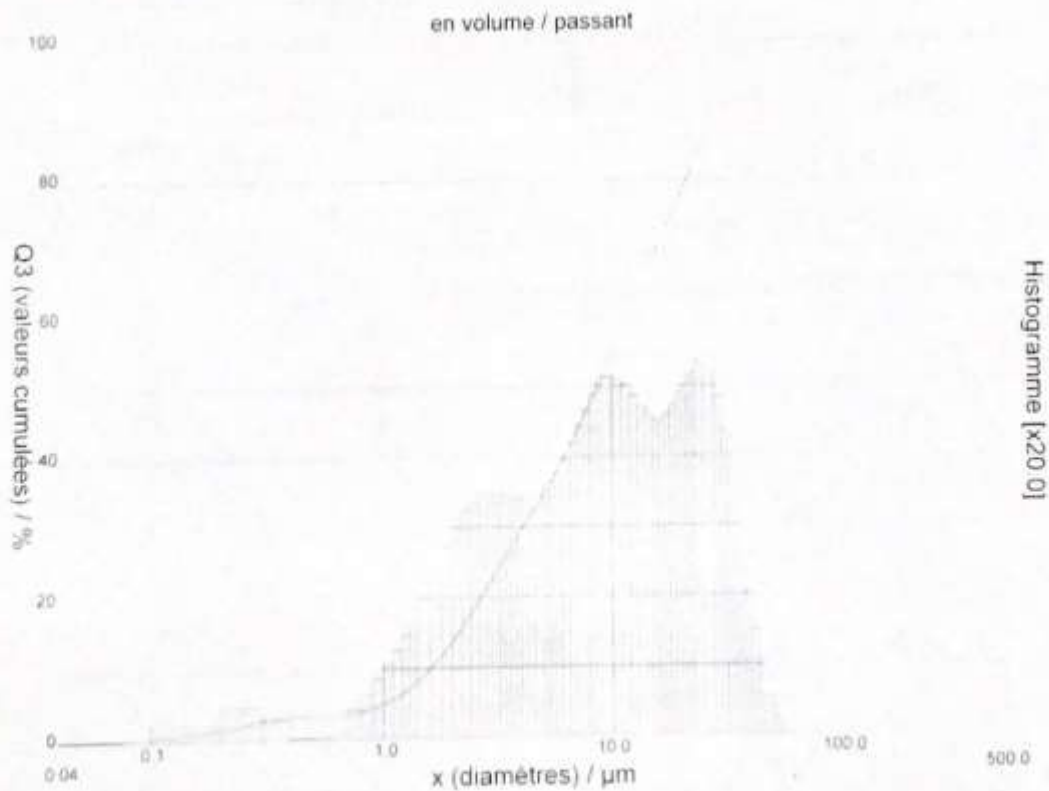


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	ghailassa 10%	Ultrasons	60	s
Sample Name		Obscuration	9	%
Sample type		Diamètre à 10%	1.61	μm
Commentaires		Diamètre à 50%	8.59	μm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	28.22	μm
Agent dispersant		Diamètre moyen	11.99	μm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	-----	
Lieu		Surface spécifique	-----	
Date 09/05/2022	Heure 13:23:45	Dilution automatique	Non / Non	
Index mesure	823	Mesure/Rinç	60s/60s/4	
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer	



DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	ghailassa 10%	Ultrasons	60	s
Sample Name		Obscuracion	9	%
Sample type		Diamètre à 10%	1.61	µm
Commentaires		Diamètre à 50%	8.59	µm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	28.22	µm
Agent dispersant		Diamètre moyen	11.99	µm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	-----	
Lieu		Surface spécifique	-----	
Date 09/05/2022	Heure 13.23.45	Dilution automatique	Non / Non	
Index mesure	823	Mesure/Rinç.	60s/60s/4	
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer	

	Valeurs cumulées caractéristiques										en volume / passant										
x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	0.42	0.45	0.53	1.53	2.82	3.36	3.40	3.43	3.51	3.89	Q3	4.39	5.00	5.68	6.42	7.22	8.06	9.86	11.76	13.70	15.65
q3	0.00	0.00	0.02	0.11	0.23	0.14	0.01	0.01	0.04	0.21	q3	0.31	0.42	0.52	0.62	0.73	0.83	0.99	1.18	1.35	1.50
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30	x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	17.56	19.39	21.13	22.76	24.28	25.70	27.04	28.29	29.48	31.14	Q3	32.69	34.65	36.04	37.40	39.17	41.33	43.45	45.54	47.59	49.62
q3	1.61	1.68	1.72	1.73	1.73	1.72	1.72	1.69	1.70	1.68	q3	1.68	1.72	1.75	1.81	1.88	1.98	2.10	2.22	2.33	2.45
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00	x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	51.58	55.27	58.58	61.55	64.20	66.57	68.73	70.71	72.58	74.37	Q3	51.58	55.27	58.58	61.55	64.20	66.57	68.73	70.71	72.58	74.37
q3	2.51	2.57	2.55	2.50	2.43	2.34	2.30	2.25	2.26	2.30	q3	2.51	2.57	2.55	2.50	2.43	2.34	2.30	2.25	2.26	2.30
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00	x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	76.11	77.82	79.48	81.11	82.68	85.71	89.74	92.02	93.93	95.50	Q3	76.11	77.82	79.48	81.11	82.68	85.71	89.74	92.02	93.93	95.50
q3	2.36	2.44	2.49	2.57	2.59	2.66	2.61	2.42	2.17	1.90	q3	2.36	2.44	2.49	2.57	2.59	2.66	2.61	2.42	2.17	1.90
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00	x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	96.76	97.71	98.42	99.15	99.48	99.86	99.96	100.00	100.00	100.00	Q3	96.76	97.71	98.42	99.15	99.48	99.86	99.96	100.00	100.00	100.00
q3	1.62	1.29	1.01	0.74	0.53	0.26	0.13	0.05	0.00	0.00	q3	1.62	1.29	1.01	0.74	0.53	0.26	0.13	0.05	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0	x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0	x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0	x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

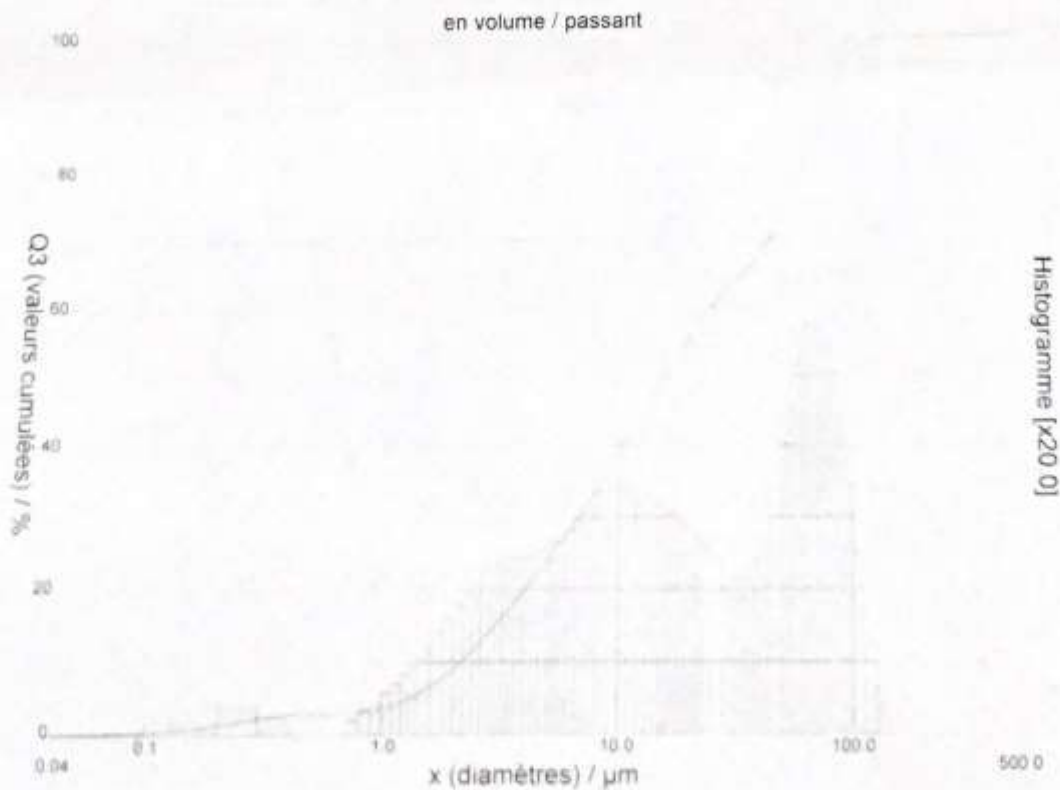
x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	ghailassa 15%	Ultrasons	60	s
Sample Name		Obscuration	8	%
Sample type		Diamètre à 10%	2.17	μm
Commentaires		Diamètre à 50%	15.75	μm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	80.53	μm
Agent dispersant		Diamètre moyen	30.96	μm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	-----	
Lieu		Surface spécifique	-----	
Date 09/05/2022	Heure : 13.15.14	Dilution automatique	Non / Non	
Index mesure	822	Mesure/Rinç.	60s/60s/4	
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer	





DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	ghailassa 15%	Ultrasons	60	s
Sample Name		Obscuracion	8	%
Sample type		Diamètre à 10%	2.17	µm
Commentaires		Diamètre à 50%	15.75	µm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	80.53	µm
Agent dispersant		Diamètre moyen	30.96	µm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	-----	
Lieu		Surface spécifique	-----	
Date	09/05/2022	Heure	13 15 14	
Index mesure	822	Dilution automatique	Non / Non	
Database name	CilasDB1	Mesure/Rinç	60s/60s/4	
		Nom SOP	Fraunhofer	

	Valeurs cumulées caractéristiques										en volume / passant										
x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	0.36	0.38	0.45	1.29	2.41	2.89	2.89	2.89	2.89	3.08	Q3	3.36	3.69	4.08	4.51	4.98	5.48	6.57	7.74	8.96	10.21
q3	0.00	0.00	0.01	0.08	0.19	0.12	0.00	0.00	0.00	0.10	q3	0.17	0.22	0.28	0.34	0.41	0.47	0.57	0.69	0.80	0.91
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30	x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	11.45	12.67	13.85	14.98	16.05	17.08	18.06	19.00	19.89	21.16	Q3	22.36	23.87	24.96	26.01	27.36	28.99	30.57	32.10	33.58	35.03
q3	0.99	1.06	1.11	1.14	1.15	1.18	1.19	1.21	1.21	1.22	q3	1.24	1.26	1.30	1.33	1.36	1.42	1.48	1.54	1.59	1.66
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00	x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	36.42	39.04	41.41	43.57	45.51	47.28	48.89	50.36	51.70	52.95	Q3	36.42	39.04	41.41	43.57	45.51	47.28	48.89	50.36	51.70	52.95
q3	1.69	1.73	1.73	1.73	1.68	1.66	1.62	1.58	1.54	1.52	q3	1.69	1.73	1.73	1.73	1.68	1.66	1.62	1.58	1.54	1.52
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00	x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	54.11	55.18	56.18	57.10	57.96	59.50	61.44	62.55	63.56	64.50	Q3	54.11	55.18	56.18	57.10	57.96	59.50	61.44	62.55	63.56	64.50
q3	1.49	1.45	1.42	1.37	1.34	1.28	1.19	1.12	1.09	1.08	q3	1.49	1.45	1.42	1.37	1.34	1.28	1.19	1.12	1.09	1.08
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00	x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	65.40	66.29	67.17	68.54	69.50	72.07	73.75	75.54	78.09	80.04	Q3	65.40	66.29	67.17	68.54	69.50	72.07	73.75	75.54	78.09	80.04
q3	1.09	1.14	1.19	1.32	1.47	1.70	2.00	2.26	2.57	2.78	q3	1.09	1.14	1.19	1.32	1.47	1.70	2.00	2.26	2.57	2.78
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0	x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	81.95	85.00	87.24	89.76	91.95	93.82	95.37	96.64	98.66	99.62	Q3	81.95	85.00	87.24	89.76	91.95	93.82	95.37	96.64	98.66	99.62
q3	2.85	2.90	2.84	2.71	2.51	2.27	1.99	1.72	1.24	0.61	q3	2.85	2.90	2.84	2.71	2.51	2.27	1.99	1.72	1.24	0.61
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0	x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	99.80	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	Q3	99.80	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.32	0.19	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	q3	0.32	0.19	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0	x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population



DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	ka 20h	Ultrasons	60	s
Sample Name		Obscuration	8	%
Sample type		Diamètre à 10%	1.94	μm
Commentaires		Diamètre à 50%	13.55	μm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	64.48	μm
Agent dispersant	None	Diamètre moyen	23.87	μm
Opérateur		Fraunhofer		
Société		Densité/Facteur	1.00	$\text{g}/\text{cm}^3 / 1.00$
Lieu		Surface spécifique	24178.78	cm^2/g
Date : 11/04/2022	Heure : 10:55:56	Dilution automatique	Non / Non	
Index mesure	814	Mesure/Rinç.	60s/60s/4	
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer	





DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: ka 20h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuracion	: 8 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.94 µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 13.55 µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 64.48 µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 23.87 µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 24178.78 cm ² /g
Date	: 11/04/2022	Dilution automatique	: Non / Non
Heure	: 10:55:56	Mesure/Rinç	: 60s/60s/4
Index mesure	: 814	Nom SOP	: Fraunhofer
Database name	: CilasDB1		

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.33	0.35	0.41	1.17	2.19	2.61	2.63	2.64	2.69	2.96
q3	0.00	0.00	0.01	0.08	0.18	0.10	0.01	0.00	0.02	0.14
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	3.34	3.79	4.30	4.86	5.47	6.11	7.49	8.95	10.45	11.97
q3	0.23	0.30	0.37	0.45	0.53	0.61	0.72	0.87	1.00	1.12
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	13.46	14.90	16.28	17.58	18.80	19.94	21.01	22.01	22.95	24.25
q3	1.20	1.26	1.30	1.32	1.32	1.32	1.31	1.30	1.28	1.26
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	25.45	26.91	27.94	28.91	30.16	31.64	33.08	34.49	35.89	37.29
q3	1.25	1.23	1.24	1.23	1.27	1.30	1.36	1.43	1.52	1.62
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	38.67	41.37	43.96	46.43	48.77	50.98	53.05	54.98	56.78	58.47
q3	1.69	1.80	1.90	1.99	2.05	2.09	2.10	2.10	2.08	2.07
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	60.04	61.51	62.87	64.13	65.29	67.35	69.91	71.36	72.65	73.82
q3	2.03	2.01	1.95	1.90	1.83	1.73	1.58	1.47	1.40	1.35
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	74.93	75.97	77.00	78.55	79.61	82.39	84.07	85.72	87.82	89.31
q3	1.36	1.35	1.41	1.50	1.63	1.85	2.02	2.10	2.13	2.14
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	90.69	92.75	94.19	95.70	96.92	97.86	98.55	99.04	99.71	99.94
q3	2.08	1.98	1.84	1.64	1.41	1.15	0.89	0.67	0.41	0.15
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	99.97	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.05	0.03	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

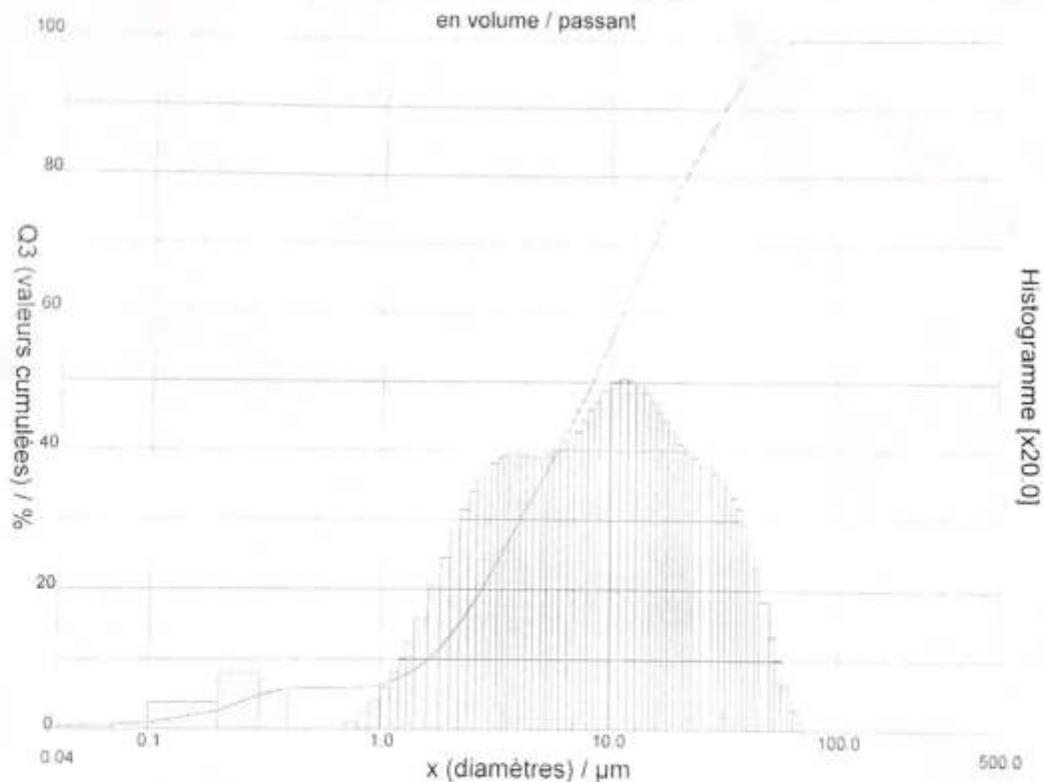


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	Sample_8 h	Ultrasons	60 s
Sample Name		Obscurisation	13 %
Sample type		Diamètre à 10%	1.62 μm
Commentaires		Diamètre à 50%	8.34 μm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	31.54 μm
Agent dispersant	None	Diamètre moyen	12.66 μm
Opérateur		Fraunhofer	
Société		Densité/Facteur	1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu		Surface spécifique	42142.55 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 14:32:57	Dilution automatique	Non / Non
Index mesure	794	Mesure/Rinç.	60s/60s/4
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer





DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_8 h	Ultrasons	: 60	s
Sample Name	:	Obscuration	: 13	%
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.62	µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 8.34	µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 31.54	µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 12.66	µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:	
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00	
Lieu	:	Surface spécifique	: 42142.55	cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 14:32:57	Dilution automatique	: Non / Non	
Index mesure	: 794	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4	
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer	

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.62	0.75	0.95	2.70	4.86	5.89	5.89	5.89	5.89	5.97
q3	0.01	0.02	0.04	0.19	0.39	0.26	0.00	0.00	0.00	0.04
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	6.15	6.43	6.81	7.28	7.82	8.43	9.85	11.46	13.19	15.02
q3	0.11	0.20	0.29	0.40	0.50	0.61	0.79	1.01	1.21	1.42
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	16.86	18.70	20.50	22.24	23.90	25.49	27.01	28.45	29.81	31.73
q3	1.56	1.70	1.79	1.86	1.90	1.94	1.96	1.97	1.96	1.96
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	33.51	35.70	37.24	38.70	40.56	42.73	44.80	46.79	48.72	50.60
q3	1.95	1.94	1.95	1.96	1.99	2.00	2.06	2.13	2.21	2.29
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	52.42	55.89	59.11	62.07	64.78	67.26	69.52	71.57	73.44	75.15
q3	2.35	2.43	2.49	2.51	2.50	2.47	2.42	2.35	2.28	2.21
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	76.72	78.18	79.53	80.80	81.99	84.18	87.07	88.78	90.35	91.77
q3	2.14	2.10	2.04	2.02	1.98	1.94	1.88	1.83	1.80	1.73
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	93.05	94.21	95.23	96.52	97.23	98.53	99.05	99.42	99.72	99.85
q3	1.65	1.58	1.47	1.32	1.15	0.91	0.66	0.50	0.32	0.20
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	99.94	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.14	0.06	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

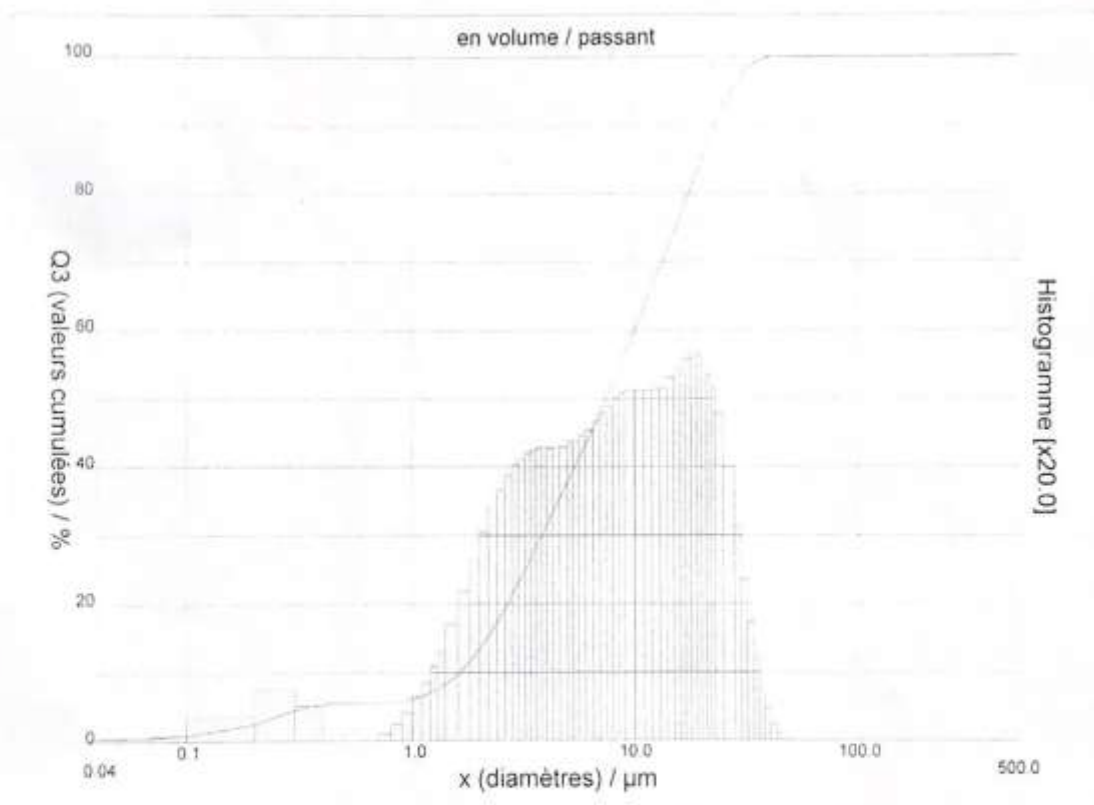


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_6 h	Ultrasons	: 60	s
Sample Name	:	Obscuration	: 12	%
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.62	μm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 7.44	μm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 22.98	μm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 10.09	μm
Opérateur	:	Fraunhofer	:	
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00	
Lieu	:	Surface spécifique	: 41173.72	cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 14.25.01	Dilution automatique	: Non / Non	
Index mesure	: 793	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4	
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer	



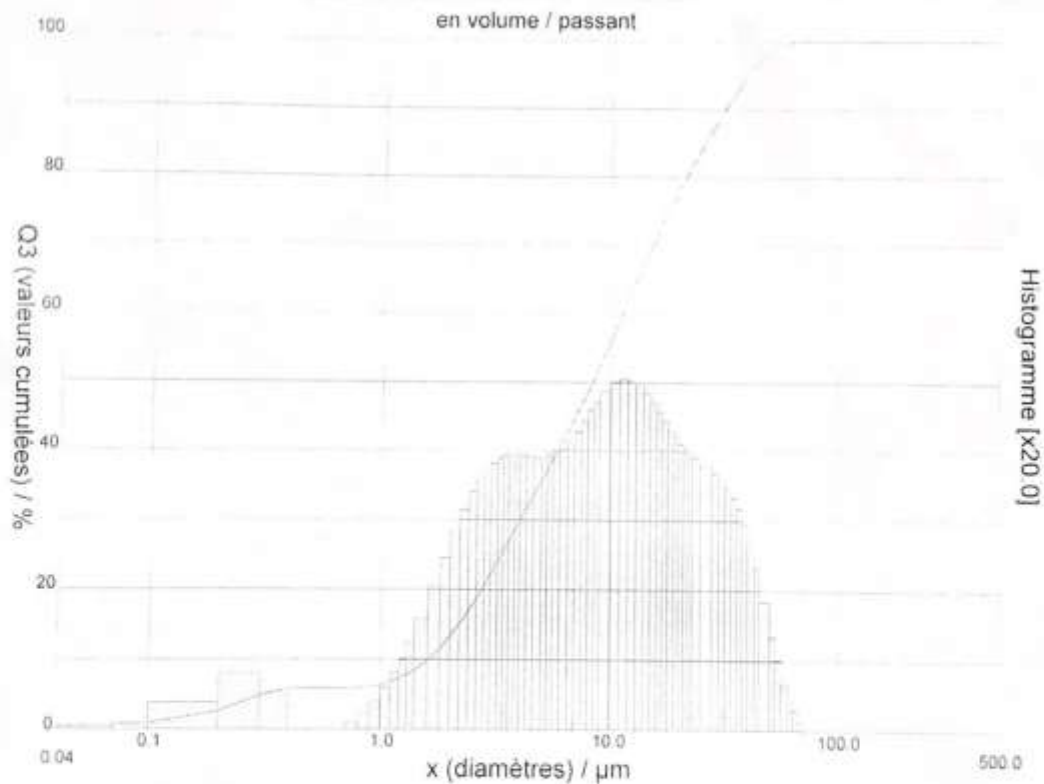


DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 μm - 500.00 μm / 100 Classes

Ref échantillon	Sample_8 h	Ultrasons	60 s
Sample Name		Obscuration	13 %
Sample type		Diamètre à 10%	1.62 μm
Commentaires		Diamètre à 50%	8.34 μm
Liquide	Water	Diamètre à 90%	31.54 μm
Agent dispersant	None	Diamètre moyen	12.66 μm
Opérateur		Fraunhofer	
Société		Densité/Facteur	1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu		Surface spécifique	42142.55 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 14:32:57	Dilution automatique	Non / Non
Index mesure	794	Mesure/Rinç.	60s/60s/4
Database name	CilasDB1	Nom SOP	Fraunhofer





DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

CILAS 1090 Liquide

Gamme : 0.04 µm - 500.00 µm / 100 Classes

Ref échantillon	: Sample_8 h	Ultrasons	: 60 s
Sample Name	:	Obscuration	: 13 %
Sample type	:	Diamètre à 10%	: 1.62 µm
Commentaires	:	Diamètre à 50%	: 8.34 µm
Liquide	: Water	Diamètre à 90%	: 31.54 µm
Agent dispersant	: None	Diamètre moyen	: 12.66 µm
Opérateur	:	Fraunhofer	:
Société	:	Densité/Facteur	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Lieu	:	Surface spécifique	: 42142.55 cm ² /g
Date : 15/03/2022	Heure : 14:32:57	Dilution automatique	: Non / Non
Index mesure	: 794	Mesure/Rinç.	: 60s/60s/4
Database name	: CilasDB1	Nom SOP	: Fraunhofer

Valeurs cumulées caractéristiques en volume / passant

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.62	0.75	0.95	2.70	4.86	5.89	5.89	5.89	5.89	5.97
q3	0.01	0.02	0.04	0.19	0.39	0.26	0.00	0.00	0.00	0.04
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	6.15	6.43	6.81	7.28	7.82	8.43	9.85	11.46	13.19	15.02
q3	0.11	0.20	0.29	0.40	0.50	0.61	0.79	1.01	1.21	1.42
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	16.86	18.70	20.50	22.24	23.90	25.49	27.01	28.45	29.81	31.73
q3	1.56	1.70	1.79	1.86	1.90	1.94	1.96	1.97	1.96	1.96
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	33.51	35.70	37.24	38.70	40.56	42.73	44.80	46.79	48.72	50.60
q3	1.95	1.94	1.95	1.96	1.99	2.00	2.06	2.13	2.21	2.29
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	52.42	55.89	59.11	62.07	64.78	67.26	69.52	71.57	73.44	75.15
q3	2.35	2.43	2.49	2.51	2.50	2.47	2.42	2.35	2.28	2.21
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	76.72	78.18	79.53	80.80	81.99	84.18	87.07	88.78	90.35	91.77
q3	2.14	2.10	2.04	2.02	1.98	1.94	1.88	1.83	1.80	1.73
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	93.05	94.21	95.23	96.52	97.23	98.53	99.05	99.42	99.72	99.85
q3	1.65	1.58	1.47	1.32	1.15	0.91	0.66	0.50	0.32	0.20
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	99.94	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.14	0.06	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diamètres / µm Q3 : cumulé / % q3 : densité population

Résumé

L'objectif de cette recherche est de développer des matériaux à base de matières premières local tel que le de Tamazert, ainsi que des mélanges de ce dernier avec l'alumine.

L'élaboration de ce matériau est réalisée par métallurgie des poudres, La détermination de la taille des particules est une étape importante de ce travail.

Les résultats obtenus montrent que le temps de broyage affecte la taille des particules de kaolin, dont la taille diminue avec le temps de broyage, ce qui démontre l'efficacité du procédé de broyage utilisé à savoir le broyage planétaire par voie sèche.

La mise en forme par pressage uniaxial a montré que la pression maximale dépendait fortement de la taille des grains du compact pulvérulent.

Le frittage en phase solide a été conduit durant 2 heures à la température de 1100°C. Les matériaux frittés présentaient des fissures, qui peuvent être attribués à la transformation du kaolin et au départ de certains constituants comme confirmé par les tests ATD/ATG.

Le recours à une étape intermédiaire de la calcination a permis avec succès de pallier au problème des fissures.

Abstract

The objective of this research is to develop materials based on local raw materials such as Tamazert, as well as mixtures of the latter with alumina. The elaboration of this material is carried out by powder metallurgy. The determination of the size of the particles is an important step of this work.

The results obtained show that the grinding time affects the size of the kaolin particles, whose size decreases with the grinding time, which demonstrates the effectiveness of the grinding process used, namely dry planetary grinding.

Uniaxial press forming showed that the maximum pressure was strongly dependent on the grain size of the powder compact.

Solid phase sintering was conducted for 2 hours at the temperature of 1100°C. The sintered materials showed cracks, which can be attributed to the transformation of the kaolin and the departure of some constituents as confirmed by ATD/ATG tests.

The use of an intermediate calcination step successfully addressed the cracking problem.