

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

**Etude de l'effet des conditions d'élaboration sur les
propriétés finales des matériaux céramiques**

Présenté Par :

Mezaache Maroua

Beddiaf Djamila

Jury de soutenance :

Président	:	HAMMA Amel,	MCB,	Université BBA
Encadreur	:	BOUZID Abderrazake,	Professeur,	Université BBA
Examineur	:	CHIKOUCHE Imene,	MCA,	Université BBA

Remerciement

Louange à dieu le tout puissant qui nous a donné le courage, la volonté, l'espérance et la patience pour finaliser ce travail.

Ce travail a été réalisé à l'université Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi Bordj Bou Arreridj, département de sciences de la matière, Faculté des Sciences et technologies, sous la direction de Professeur Abderrezak BOUZID.

Nos remerciements les plus sincères vont bien sur à Monsieur Abderrezak BOUZID qui a dirigé ce travail. Tout au long de cette année, il a su être toujours à notre écoute et nous orienter dans la bonne direction. Pour tout cela, sa confiance, le grand sérieux qu'il nous a témoigné et son soutien enfin de mémoire, nous le remercions vivement.

Nous adressons mes sincères remerciements spécialement à Monsieur Issam ZIANI, ingénieur de laboratoire à l'Université Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi, pour tout son aide scientifique qu'il porté à ce travail, et pour ces conseils pratiques concernant les expériences.

Nous tenons aussi à remercier Dr Amel HAMMA et Imene CHIKOUCHE d'accepter de juger ce travail.

Nous tenons à remercier nos collègues de promotion, pour leur collaboration et pour les bons moments partagés tout au long de notre formation. Nous espérons pouvoir continuer à collaborer avec eux.

En fin, et sans oublier nos familles, parents, frères et sœurs, qui nous ont toujours soutenu durant nos années d'études autant financièrement que moralement.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*A ma Mère Fadhila qui par sa présence seule, apaise le cœur et
donne le gout de vivre♡.*

A mon père Abderrezak ♡.

*A mes très chères sœurs « Lwiza et Imane♡ » qui ont fait de moi ce que
je suis aujourd'hui*

A mes frères « Akram et Ayham♡ ».

*Je dédie ce travail tout spécialement aux plus chères personnes à ma
vie qui étaient toujours présentes pour moi*

« Mouna, Hadjer, Imen, Imad Eddine et Lazher♡ ».

Sans oublier mon binôme : « Djamilia♡ ».

Enfin, à tous ceux qui par un mot m'ont donné la force.

Mezaache Maroua

Dédicace

Je dédie les de mes efforts pour faire ce modeste travail : à ma raison d'être, mes chers parents : ♥ A la lumière de mon cœur et l'éclairage de mes yeux, à la source de la tendresse, à mon père (Nasser Eddine) que dieu l'accueille en son vaste paradis ♥ A la personne qu'il me pousse vers l'avant et qu'il me donne l'espoir ma mère (Hadria) ♥ A mes frères : Khalil, Youcef, Yaakob, Ilyas. ♥ A ma sœur : Hadjer. Et tous les petites de ma famille. Et mon binômes de la vie ma sœur et ma jumelle Marwa. ♥ A mes très chères amies : Lazher Thlijen, Imad Eddine ben Youssef, ♥ A toute la promo de 2ème année master chimie des matériaux 2022 ♥

Beddiaf Djamila

Liste des figures

Liste des figures

Figure	Titre	Page
Chapitre I		
Figure 1	Microstructure typique d'une surface céramique polie qui illustre les grains monocristallins, joints de grains et pores	3
Figure2	Organigramme représentant Les différentes étapes d'élaboration des céramiques	5
Figure 3	Représentation des couches tétraèdres	12
Figure 4	Représentation des couches octaèdres	12
Figure 5	Représentation schématique de la structure de la kaolinite	14
Figure 6	Représentation schématique de la structure d'une argile de type TOT	15
Figure 7	Représentation schématique de la structure d'une argile de type TOTO	15
Chapitre II		
Figure 1	Broyeur planétaire à billes PM 100	23
Figure 2	Presse-MAASSEN Die Set-MP 150	24
Figure 3	Illustration des étapes de compactage et évolution de la porosité	25
Figure 4	Four de 1100°C	26
Figure 5	Principe générale de la granulométrie	27
Figure 6	Granulométrie laser-CILAS	28
Figure7	SETARAM (ATD-ATG)	29
Chapitre III		
Figure 1	Les roches d'argiles	31
Figure 2	Organigramme représentant la préparation d'argile	34
Figure 3	Pré-broyage d'argile à l'aide d'un mortier	32
Figure 4	Quelques poudres après broyage	35
Figure 5	Distribution granulométrique de l'échantillon de 2 h	36
Figure 6	Distribution granulométrique de l'échantillon de 4 h	37
Figure 7	Distribution granulométrique de l'échantillon de 6 h	38
Figure 8	Distribution granulométrique de l'échantillon de 8 h	39
Figure 9	Distribution granulométrique de l'échantillon de 10 h	40
Figure10	Taille des grains en fonction de temps de broyage	41
Figure11	Distribution granulométrique de l'échantillon de 20 h	42
Figure12	Courbe d'analyse thermique différentielle et thermogravimétrique de l'argile.	43
Figure13	Des échantillons avant le frittage	44
Figure14	Des pastilles après le frittage	46
Figure15	La densité en fonction de temps de broyage	47
Figure16	Quelques échantillons de mélange après le broyage	49
Figure17	Distribution granulométrique de mélange (C5AlC95Ar)	50
Figure18	Distribution granulométrique de mélange (C10AlC90Ar)	51
Figure19	Distribution granulométrique de mélange (C15 Al C85 Ar)	52

Liste des figures

Figure20	Pastilles de mélange avant le frittage	53
Figure21	Pastilles de mélange après le frittage	54
Figure22	résultats de la densité avant et après le frittage	55
Figure23	Quelques poudres après calcination	56
Figure24	Pastilles après la calcination	57
Figure25	Pastilles après le frittage	57

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Chapitre I		
Tableau1	Classification des principaux groupes de minéraux argileux et de leurs espèces.	13
Tableau2	Surface spécifique des particules argileux.	18
Tableau3	Capacité d'échange de cations (C.E.C) et surface spécifique totale (Sst) de quelques argiles.	19
Tableau4	Propriétés de l'alumine.	21
Chapitre III		
Tableau1	Représente les résultats de l'analyse granulométrique.	41
Tableau2	Résultats de pressage.	45
Tableau3	Résultats de calculs (la densité).	47
Tableau4	Résultats de calculs (la densité).	54
Tableau5	Résultats après et avant le frittage.	58

Table des matière

Introduction générale.....	1
Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
I-1- Définition de céramiques.....	2
I-2- Structure des céramiques.....	2
I-3- Propriétés générales des céramiques.....	3
I-3-1- Propriétés thermique.....	3
I-3-2- Propriétés électriques.....	3
I-3-3- Propriétés chimiques et environnementaux.....	4
I-4- Elaboration des céramiques.....	4
I-4-1- Matières premières.....	6
I-4-1-1- Préparation par voie solide	6
I-4-2- Mélange, Broyage.....	6
I-4-3- Calcination.....	6
I-4-1-2- Préparation des matériaux par voie chimique.....	6
I-4-4- Mise en forme.....	7
I-4-5- Frittage.....	7
a- Frittage en phase solide.....	8
b- Frittage en phase liquide.....	8
I-4-6- Finitions.....	8
I-5- Les argiles.....	9
I-5-1- Généralités	9
I-5-2- Définition.....	9
I-5-3- Origine.....	10
I-5-4- Utilisation possible des argiles.....	10
I-5-4-1- Matériaux réfractaires.....	10
I-5-4-2- Matériaux de construction.....	10
I-5-4-3- Médicament.....	11
I-5-5- Structure cristalline des argiles	11
a- La couche tétraédrique.....	11
b- La couche octaédrique.....	12
I-5-6- Classification des minéraux argileux.....	12
I-5-6-1- Selon la structure chimique.....	12

Table des matière

a-Les monophylites.....	13
1- la famille de la kaolinite(T-O ou 1 :1).....	13
2- la famille de l'illite(T-O-T ou 2 :1).....	14
3- la famille de chlorites(T-O-T-O ou 2 :1 :1).....	15
b-Les polyphillites(ou argiles inter stratifiées).....	16
c-Les argiles fibreuses.....	16
I-5-6-2- Selon la couleur.....	16
a- Verte	17
b- Blanche	17
c- Jaune	17
d- Rose	17
e- Rouge	17
I-5-7- Propriétés des argiles.....	17
I-5-7-1- Forme et surface spécifique.....	18
I-5-7-2- Capacité d'échange cationique.....	19
I-5-7-3- Capacité de gonflement et d'adsorption.....	19
I-6- L'alumine.....	20
I-6-1- Production industrielle de l'alumine.....	20
I-6-2- Propriétés de l'alumine.....	20
I-6-3- Structures et génération des différentes variétés d'alumine.....	21
Chapitre II : MATERIELS ET METHODES	
II-1- Moyens expérimentaux utilisé.....	22
II-1-1- Le broyage.....	22
II-1-1-1- Principe de fonctionnement du broyeur.....	22
II-1-2- Pressage.....	23-24
II-1-3-Le frittage des échantillons.....	25
II-2- Caractérisation des échantillons de poudre.....	26
II-2-1- Granulométrie.....	26-27
II-2-2- Analyse thermogravimétrique et thermique différentielle.....	28
II-2-3- La densité.....	29-30
Chapitre III : RESULTATS ET DISSCUTIONS	
III-1- Matériaux utilisés.....	31
III-1-1- L'argile rouge.....	31

Table des matière

III-2- Préparation de la poudre.....	32
III-2-1- Composition chimique de l'argile rouge	33
III-2-2- Broyage manuel.....	34
III-2-3- Broyage automatique.....	34
III-2-4- Analyse granulométrique.....	36-42
III-2-5- Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie.....	43
III-2-6- Préparation des pastilles.....	44
III-2-7- Le frittage.....	45-46
III-2-8- La densité.....	47
III-3- Préparation de mélange.....	48
III-3-1- Broyage de mélange.....	49
III-3-2- Analyse granulométrique.....	50-52
III-3-3- Pastilles de mélange.....	53
III-3-4- La densité de mélange.....	54-55
III-4- Calcination.....	55-56
III-4-1- Pastilles après la calcination.....	57
III-4-2- Frittage des pastilles après la calcination.....	57
III-4-3- La densité.....	58
Conclusion.....	59
Conclusion générale et Perspectives.....	
Références bibliographiques.....	
Résumé.....	

Introduction
générale

Introduction générale :

L'argile est une matière première utilisée depuis la haute antiquité [1]. L'abondance naturelle et la disponibilité immédiate des argiles expliquent leurs grandes utilisations à travers les temps [2].

Au début du 18^{ème} siècle, le concept d'argile a été évalué à partir des premières analyses chimiques réalisées sur le kaolin. De nos jours l'utilisation des argiles, notamment celles qui sont riches en SiO_2 et Al_2O_3 , connaît un nouvel essor dans la construction, dans la céramique industrielle et artisanale, dans l'industrie pharmaceutique et dans la poterie. Les matériaux argileux constituent souvent des mélanges naturels complexes de minéraux dont la granulométrie et les propriétés physico-chimiques sont très variables. Les critères de choix des utilisateurs sont moins liés à la composition chimique globale des matériaux argileux qu'à leurs comportements pendant les différentes étapes de l'élaboration des céramiques.

Dans la perspective de valoriser les matières premières locales, s'inscrit notre travail qui a pour objectif, l'élaboration de nouveaux matériaux céramiques.

C'est dans cette optique, que le présent travail sur l'élaboration d'un matériaux céramique à base de matières premières locales de l'argile rouge extraite de région de Medjana située au nord de Bordj Bou Arreridj, et de l'alumine dans le but d'améliorer la qualité du produit(céramique).

Ce mémoire est scindé en trois chapitres :

- Le premier chapitre présente quelques rappels, des définitions, des notions de bases sur les céramiques, les argiles et les alumines.
- Le deuxième chapitre est consacré à la description des techniques expérimentales utilisées.
- Le troisième chapitre, est dédié à la présentation des résultats obtenus à partir de l'élaboration des matériaux à base d'argile et des composites (Argile alliée à l'alumine), et à l'étude détaillée de l'évolution de la granulométrie en fonction du temps de broyage, la mise en forme par pressage ainsi qu'au frittage à haute température, et enfin l'évolution de la densité.

Enfin, le travail est clôturé par une conclusion générale et des perspectives.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce premier chapitre, a pour but de présenter et de définir les céramiques en général et plus particulièrement l'argile et l'alumine. En effet, il comprend d'abord la présentation des différentes étapes d'élaboration des céramiques.

I.1. Définition de céramiques

La racine grecque du mot céramique est kéramos qui signifie argile. Les céramiques sont des matériaux inorganiques, composés d'oxyde, de carbures de nitrures et de borure. Les céramiques présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente. Elles sont mise en forme à partir d'une poudre de granulométrie adaptée qui est agglomérée. Dans une deuxième étape la densification et la consolidation de cet agglomérat sont obtenues par un traitement thermique appelé frittage [3].

Les céramiques sont parmi les matériaux les plus utilisés par l'homme, et sont obtenus par cuisson à haute température. Les céramiques sont formées d'un ensemble de grains consolidés à la suite d'un traitement thermique approprié. Si, pendant des millénaires, elles ont été réalisées par application de règle et de recettes transmises par la tradition et améliorées peu à peu, elles ont gardé un « rôle passif » (briques réfractaires, récipients ou revêtements) jusqu'à l'application de la science des céramiques [4].

Le phénomène de céramisation commence à être compris, et les chercheurs ont entrepris d'analyser et de modéliser les étapes de la fabrication. Grâce à la connaissance scientifique acquise, 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 [4].

I.2. Structure des céramiques

La céramique est un objet formé d'un matériau inorganique poly cristallin, présentant une microstructure complexe : microcristaux bien ordonnés (grains) reliés par des zones moins ordonnés (joints de grains), qui a été élaboré par une technologie particulière appelée technologie céramique [5].

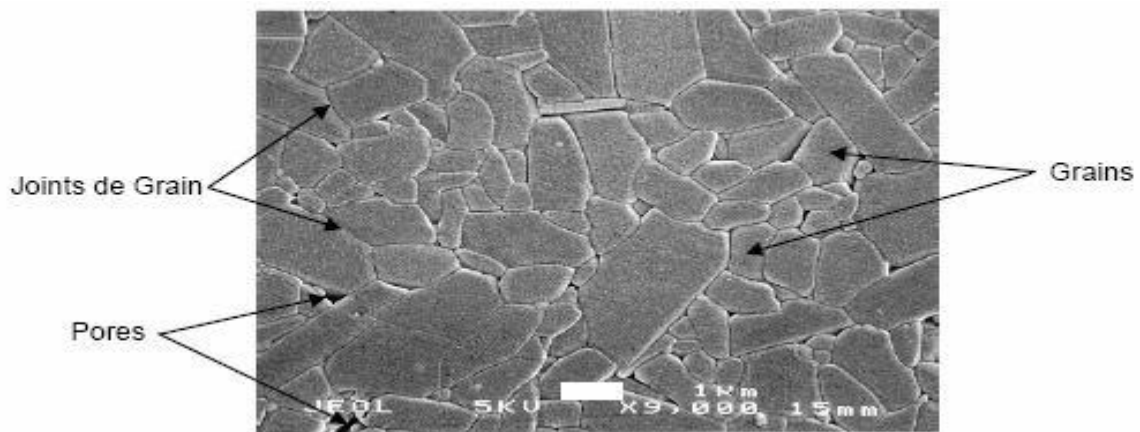


Figure I.1 : microstructure typique d'une surface céramique polie qui illustre les grains monocristallins, joints de grains et pores [6].

I.3. Propriétés générales des céramiques

I.3.1. Propriétés thermiques

Lorsque les céramiques sont traitées thermiquement, l'argile se transforme, et, après refroidissement, elle est alors constituée uniquement d'une phase amorphe ou d'un mélange d'une phase amorphe et de phases cristallisées. Le choix, souvent empirique, des matières premières et du cycle de cuisson dépend des propriétés d'usage recherchées pour les produits finaux : par exemple, une faible conductivité thermique, une forte résistance mécanique ou même certains aspects esthétiques (couleur). La cuisson des produits céramiques dans un four industriel est longue et nécessite plusieurs étapes. Cependant, depuis les années 70, il est question de réduction du temps de cuisson, non seulement pour des raisons de rentabilité (diminution du stockage, économie de personnel ...), mais aussi pour diminuer la quantité d'énergie utilisée. Pour cela il est important de connaître les transformations structurales et microstructurales des matières premières lors d'un traitement thermique, car elles induisent une évaluation de leurs propriétés thermo physiques. Or, la capacité calorifique détermine le besoin énergétique d'un procédé de cuisson. En outre, la distribution de température dans une pièce en régime permanent est contrôlée par la conductivité thermique et, en régime transitoire, par la diffusivité thermique [7].

I.3.2. Propriétés électriques

Les céramiques sont d'excellents isolants électriques et peuvent servir de support à des éléments de circuits électriques. Ce sont elles, en particulier, qui constituent les isolateurs

des lignes à hautes tension. Dans certaines conditions, comme des températures extrêmement basent, certaines céramiques deviennent supraconductrices [8].

I.3.3. Propriétés chimiques et environnementales

Les céramiques présentent généralement une très grande inertie chimique et résistent bien aux attaques aux substances agressives, à l'oxydation 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.4. Elaboration de céramiques

Le terme céramique ne recouvre pas un type de composition chimique, mais un matériau généralement poly cristallin et très bien densifié obtenu suivant un mode de mise en œuvre particulier, il est souvent synonyme dans le public d'objets usuels : carrelages, sanitaires, vaisselle. Dans le cas des céramiques techniques notamment pour l'électronique, la maîtrise de l'élaboration permet d'obtenir des propriétés performantes et utiles pour des applications très diverses (tenu mécanique, propriétés électriques, diélectrique, magnétique, etc...) [9].

Les différentes étapes d'élaboration des céramiques sont résumées dans l'organigramme suivant :

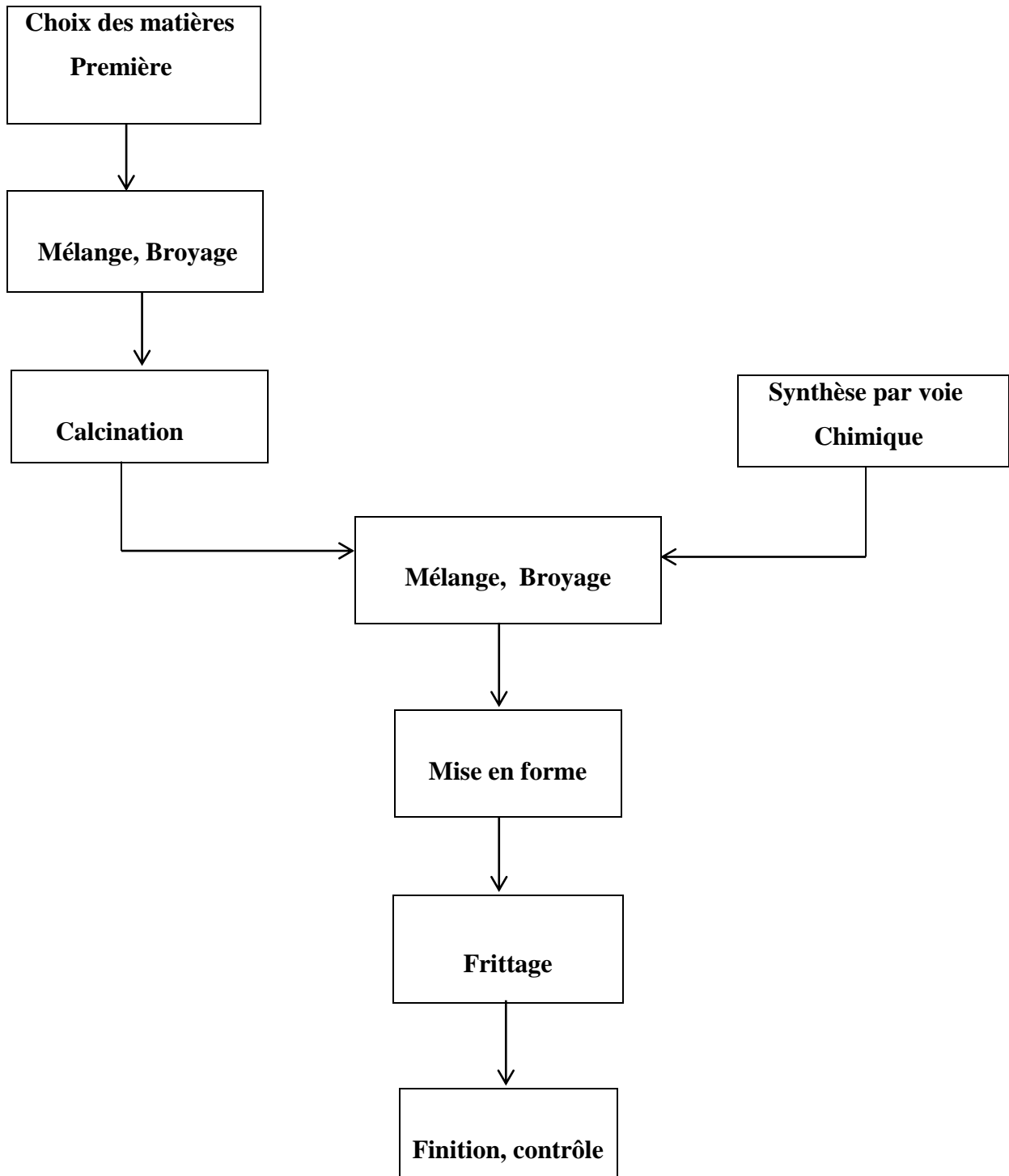


Figure II.2 : Organigramme représentant Les différentes étapes d'élaboration des céramiques

I.4.1. Matières premières

Le cycle de préparation des poudres pour céramiques consiste à mélanger des matières premières pulvérulentes, puis à les calciner (chamotte). Il existe deux méthodes pour la préparation de la matière première :

I.4.1.1. Préparation par voie solide

Les matières premières de base sont pulvérulentes, elles sont constituées d'oxydes, de carbonates, de nitrates, ... etc. Une poudre idéale peut être décrite comme étant formée de grains de petite taille (de l'ordre de 1 μ m), ne s'agglomérant pas, de forme régulière, avec une répartition de taille très étroite, et de pureté ainsi que de dopage contrôlés [9].

I.4.2. Mélange, broyage

Il s'agit d'une des phases essentielles du cycle de fabrication d'une céramique. Elle a pour effet de broyer les matières premières mais surtout de mélanger les divers constituants : matériaux de base, chamottes, liants organiques, ajouts divers. C'est également au cours de cette opération que sont dispersés les agglomérats grains dont sont généralement formées les poudres minérales. Le broyage est effectué en milieu humide [9].

I.4.3. Calcination

Cette opération a pour but de transformer un mélange de poudres en un matériau de composition et de structure cristalline bien définies. Elle consiste à faire subir aux matériaux Pulvérulents un cycle thermique, éventuellement sous atmosphère contrôlée, au cours duquel ils vont, par des phénomènes de diffusion en phase solide, réagir, et former la phase cristalline recherchée [9].

I.4.1.2. Préparation des matériaux par voies chimiques

La méthode la plus utilisée de préparation de poudres par voie chimique est la préparation par voie chimique sous la pression atmosphérique normale. Elle regroupe un ensemble de techniques de synthèse dont l'idée consiste à former des précipités ou des gels à partir d'une solution homogène contenant les cations désirés, puis à calciner ces précipités pour former la phase et la microstructure recherchées.

Dans la majorité des cas ces méthodes de synthèse permettent d'obtenir des poudres dont les caractéristiques (finesse, pureté, filtrabilité, reproductibilité,...) sont nettement supérieures à celles obtenues par calcination [9].

I.4.4. Mise en forme

Le choix de la méthode de mise en forme (coulage ; extrusion ; pressage isostatique) dépend essentiellement de la structure géométrique du composant à réaliser, par exemple :

L'extrusion permettant l'obtention de pièces longues à symétrie axiale (barreaux d'antennes par exemple) ou de plaques relativement peu épaisses (substrats pour circuits Hybrides par exemple). Le pressage isostatique pour obtenir des céramiques de microstructure très homogène et dense [9].

I.4.5. Frittage

Les céramiques sont des matériaux présentant des températures de fusion élevées (rendant impossible le coulage), une grande fragilité (façonnage par déformation impossible) et une grande dureté (rendant difficile l'usinage). Lors de la phase de frittage, l'échantillon mis en forme se densifie avec une perte de la porosité, tout en gardant sa forme.

Ce traitement thermique est réalisé à une température inférieure à la température de fusion, afin de conserver une certaine tenue mécanique. On peut alors définir simplement le frittage comme étant la consolidation par action de la chaleur d'agglomérat granulaire plus au moins compacte, avec ou sans fusion d'un ou plusieurs constituants. Lors de la cuisson, l'augmentation de la densité de la pièce s'opère par retrait volumique. Au cours du traitement, si l'agitation thermique est suffisante pour permettre la diffusion de la matière, deux phénomènes coexistent simultanément : le soudage des grains et le grossissement, responsable de la réduction de surface. On distingue communément trois étapes dans le frittage qui se produisent successivement pendant la montée en température et le palier de frittage :

- Réarrangement et collage des particules, quelques fois favorisés par la présence d'une phase liquide.
- Densification et élimination des porosités intergranulaires,
- Grossissement des grains et élimination progressive des porosités fermées.

Il existe deux types de frittage :

- En phase liquide lorsqu'une partie de la matière atteint la fusion, on a alors des phénomènes de viscosité et de mouillabilité qui entrent en jeu,

- En phase solide lorsqu'il n'y a pas de fusion, ce sont alors uniquement les défauts ponctuels qui interviennent.

Pour améliorer la densification, le traitement thermique est souvent réalisé sous pression [10].

a. Frittage en phase solide

Au cours de ce type de frittage, tous les constituants restent à l'état solide et la densification résulte alors de la soudure et du changement de la forme des grains. La densification, lorsqu'elle a lieu au cours du frittage en phase solide.

b. Frittage en phase liquide

Ce procédé d'élaboration est utilisé depuis le début du 20^{ième} siècle. Plusieurs études ont été réalisées sur les principes du frittage en phase liquide, mais, il reste des zones d'ombre à cause de la complexité du système étudié. 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 minérale argileuse évolue alors de façon individuelle, les interactions n'intervenant qu'au-delà de cette température. La présence d'alcaline 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 [10].

Compte tenu de la complexité des interactions entre phases dans les céramiques, la présence d'un liquide est souvent difficile à mettre en évidence étant donné que plusieurs mécanismes peuvent alors être en compétition. La compréhension des phénomènes impliqués dans le frittage en phase liquide nécessite une bonne maîtrise de l'influence du cycle thermique, du temps de palier et de la granulométrie des poudres sur la microstructure et les propriétés du produit final [10].

I.4.6. Finitions

Pour que le produit issu du frittage soit prêt pour l'utilisation, il doit subir encore plusieurs transformations spécifiques à chaque cas, lui permettant de devenir un composant.

Ces opérations peuvent consister en des usinages; des poses d'électrodes, (par trempage, peinture ou sérigraphie suivie de cuisson), des poses de connexions (par soudure électrique, soudure à la vague.) [9].

I.5. Les argiles

I.5.1. Généralités

L'argile est une matière première utilisée depuis longtemps dans les différentes activités de la vie humaine. Le mot argile provient du mot grec « Argos » ou de latin « argilo » qui veut dire blanc.

Les argiles sont des roches constituées d'une variété de minéraux très fins, plus ou moins bien définis, et dont la forme est généralement aplatie. Ils sont constitués par des minéraux spécifiques dits : argileux, mais on trouve aussi des espèces dont les plus fréquents sont la silice, des silicates non phylliteux, des oxydes, des hydroxydes cristallisés ou amorphes et des carbonates [11].

Les minéraux argileux sont surtout des silicates d'alumine, dont la forme cristallographique se traduit par l'existence d'empilements de feuillets ou agrégats fibreux, dont la dimension moyenne est de 2 μ m [2].

Ils possèdent certaines caractéristiques qui les distinguent en tant que groupe. L'analyse chimique montre que l'argile est composée essentiellement de silice, d'alumine, d'eau et souvent de quantités non négligeables de fer (Fe), magnésium (Mg), et de faibles quantités de sodium (Na), et de potassium (K) [12].

Les argiles sont caractérisées par une structure feuilletée (phyllosilicates) ou une structure fibreuse (sépiolite et palygorskite). Grâce à diverses propriétés physico-chimiques comme la grande surface spécifique, la plasticité, la capacité d'adsorption d'eau et de gonflement, la faible perméabilité, les argiles peuvent être utilisées dans de nombreux domaines comme la fabrication de matériaux de construction, la cosmétique, la dépollution des eaux ou le stockage des déchets y compris les déchets nucléaires [13].

I.5.2. Définition

Dans la littérature, on trouve fréquemment deux termes « argiles » et « minéraux argileux » (en anglais clays and clay minerals) qui ne sont pas synonymes.

L'argile est un terme introduit par les géologues et les pédologues pour caractériser des particules dont la taille est inférieure à 2 microns.

Les minéraux argileux contiennent des « argiles » et des matériaux minéralogiques comme le quartz, etc. Mais le terme argile prend également un sens plus précis dans le vocabulaire minéralogique. On parle alors de minéraux argileux [1].

I.5.3. Origine

Les minéraux argileux proviennent de l'érosion de roches silicatées en particulier de la désagrégation des minéraux composants du granite : mica et feldspath. Les minéraux argileux les plus communs : la kaolinite, l'halloysite, la montmorillonite, l'illite, la vermiculite sont de très fines particules, elles peuvent soit resté sur place (argiles résiduelles, ex : argiles à silex, argiles de décalcification) soit être transportés sur de longues distances par les cours d'eau jusqu'au fond de la mer (ex : argiles des fonds océaniques) [14].

En fonction des roches mères (granite, gneiss ou shistes) et du climat, les minéraux argileux résultant sont différents. En climat froid, l'altération est faible, les minéraux argileux sont identiques ou peu différents des minéraux de la roche (illite et chlorite), ils sont hérités de la roche d'origine. En climat chaud et humide, l'hydrolyse est poussée, la kaolinite se forme en milieu drainé, les smectites en milieu confiné. En climat tempéré, humide, l'altération est modérée, il apparaît des interstratifiés, des illites et des chlorites dégradés, de la vermiculite [14].

I.5.4. Utilisation possible des argiles

L'argile est nécessaire pour la fabrication des objets utilisés dans la vie quotidienne. Elle est utilisée comme matériaux réfractaires, matériaux de construction, médicament :

I.5.4.1. Matériaux réfractaires

L'argile a des propriétés physico-chimiques très particulières. A une température au-dessous de 2054°C, sa propriété physique ne change rien ; grâce à cette propriété, l'homme utilise l'argile comme matière de base pour réaliser un four [15].

I.5.4.2. Matériaux de construction

L'argile est nécessaire pour la fabrication des objets utilisés dans la vie quotidienne. Les argiles sont classées en fonction de leur origine et de leur composition. A l'état naturel, l'argile est sous forme d'une pâte, facile à manipuler et à l'état sec, elle est sous forme d'un solide roché et imperméable. L'homme utilise l'argile comme briquette, matière première des arts, ciment, décoration,....[15].

I.5.4.3. Médicament

L'homme utilise l'argile comme matière première des produits cosmétiques, des médicaments et des produits sol-gel. Les argiles présentent une grande diversité de composition. Elles ont une bonne composition médicale.

Les hommes utilisent l'argile comme :

- Shampooining naturel ou pour protéger la peau aux rayons des soleils,
- Dentifrice
- Médicament qui calme la faim
- Médicament qui calme les diarrhées
- Huile de massage [15].

I.5.5. Structure cristalline des argiles

Les minéraux argileux se caractérisent principalement par une structure en feuillets dans la plus part des cas, d'où leur appellation de phyllosilicates. Ces feuillets sont constitués de deux types de couches, octaédrique et tétraédrique, dont les sommets sont occupés par les ions O^{2-} et OH . Ces ions chargés négativement ont tendance à se repousser et forment une charpente où peut être logée des cations qui assurent la stabilité électrostatique de l'ensemble de la structure.

La représentation structurale des minéraux argileux peut être schématisée comme une unité associée une feuille et un espace interfoliaire. Généralement le feuillet est formé par deux types de couches :

a. La couche tétraédrique

Cette couche formée par un atome centrale A, en principe le silicium, entouré de quatre atomes d'oxygène (figure I.3). Chaque tétraèdre est lié aux autres tétraèdres voisins en partageant trois angles. L'association de six tétraèdres forme une cavité hexagonale.

L'épaisseur de la couche tétraédrique est de 4.6\AA [16].

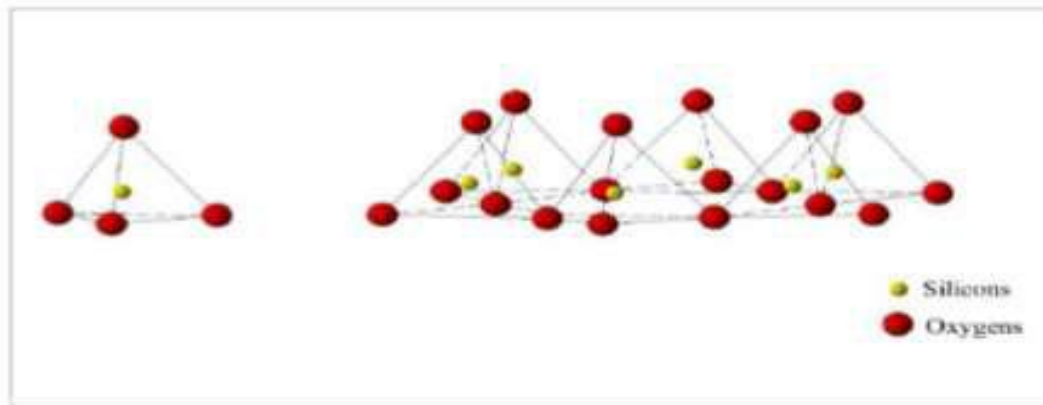


Figure I.3 : Représentation des couches tétraédres [17].

b. La couche octaédrique

Cette couche est formée par un atome centrale A, souvent l'aluminium, entouré par des atomes d'oxygènes et des groupements hydroxydes (figure I.4). Chaque octaédrique est connecté aux autres octaèdres voisins en partageant uniquement les arrêts entre eux.

L'épaisseur de cette couche octaédrique est de 5.05 Å [16].

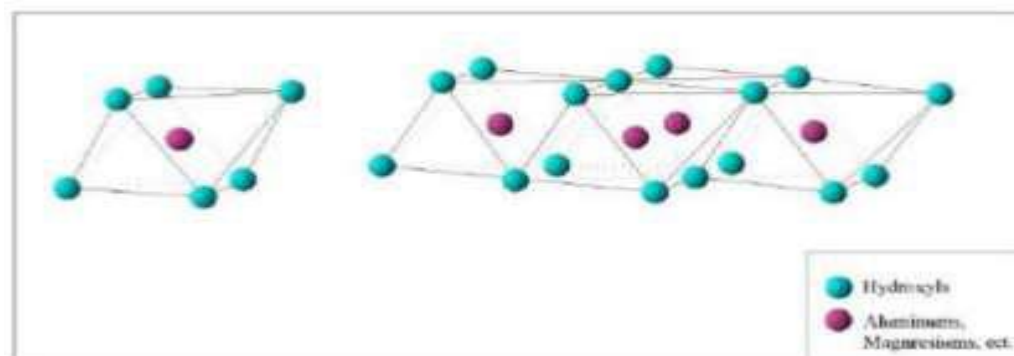


Figure I.4 : Représentation des couches octaèdres [17].

I.5.6. Classification des minéraux argileux

1.5.6.1 Classification selon la structure chimique

La classification des minéraux argileux est basée sur plusieurs paramètres tels que la combinaison de feuillets (T/O ou 1/1 ; T/O/T ou 2/1 ; T/O/T/O ou 2/1/1), le type de cations dans l'octaèdre, la charge de la couche et le type d'éléments dans l'espace interfoliaire (cations, molécules d'eau,...).

En ce qui concerne les argiles interstratifiées, il existe d'autres critères tels que le mode d'empilement, la composition chimique et le type d'espèces argileuses.

Tableau I.1 : Classification des principaux groupes de minéraux argileux et de leurs espèces [28].

Groupe de minéraux Argileux	Espèce Minérale	Structure T= couche de tétraèdres O=couche d'octaèdres
Kaolinite	Kaolinite Halloysite Dickite	Minéraux à 2 couches T : O T : O
Smectites Illite Vermicule Micas	Montmorillonite Saponite Beidellite Nontronite Illite Vermicule Muscovite Biotite	Minéraux à 3 couches T : O : T T : O : O
Chlorites	Chlorites	Minéraux à 4 couches T : O : T : O T : O : T : O

Le tableau I.1 présente la classification des principaux groupes des minéraux argileux et de leurs espèces.

Les principaux critères de classification recommandés par l'Association Internationale Pour l'Etude des Argiles (AIPEA) sont basés sur les paramètres suivants :

- La combinaison de feuillets,
- Le type de cations dans l'octaèdre,
- La charge de la couche,
- Le type de matériel dans l'espace interfoliaire (cations, molécules d'eau,...) [18].

a. Les monophyllites

Elles sont constituées d'une seule catégorie de feuillets.

1. La famille de la kaolinite (T/O ou 1/1)

La formule générale du groupe des kaolinites est $(Si_2)(Al_2)O_5(OH)_4$. Les argiles sont dites kaolinites, s'ils ont un taux d'alumine supérieur à 37%. Le feuillet élémentaire est composé par l'alternance d'une couche de silice tétraédrique et d'une couche d'alumine octaédrique.

La distance interatomique dans les deux structures est environ de 7 Å. La liaison entre la couche de silice et la couche d'alumine se fait par substitution de certains $(OH)^-$ par des oxygènes O^{2-} . Dans les couches de l'alumine un ion Al^{3+} sur quatre est remplacé par un ion Mg^{2+} , c'est qui assurent des liaisons assez fortes entre les feuillets. En général, les kaolins sont colorés de teinte blanche [19].

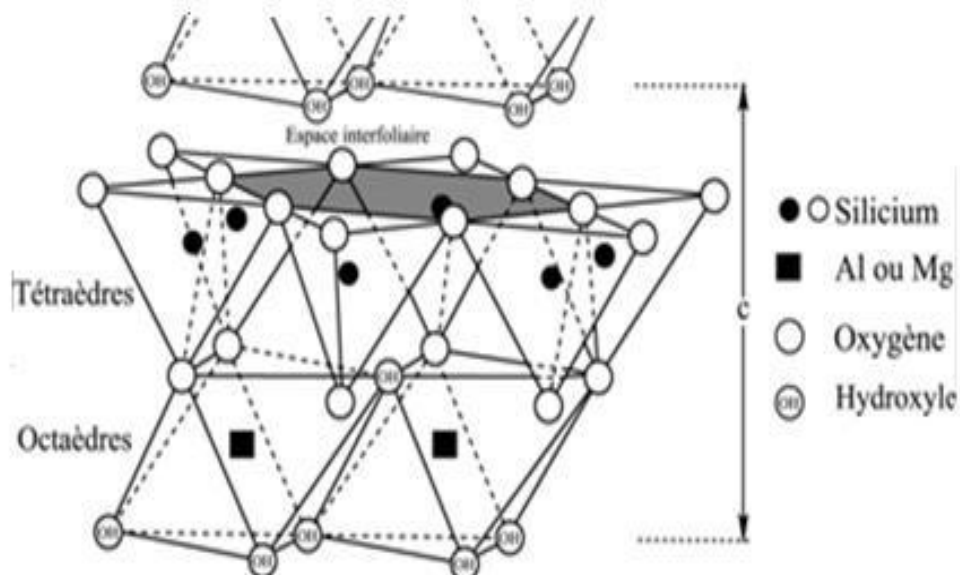


Figure I.5 : Représentation schématique de la structure de la kaolinite [20].

2. La famille de l'illite (T/O/T ou 2/1)

Ce type correspond aux illites, smectites et vermiculites; il comporte trois couches : deux couches tétraédriques de silice, encadrant une couche octaédrique alumineuse; mais cette couche octaédrique a une composition différente suivant les argiles, de sorte qu'il convient de distinguer deux types : le première type est dioctaédrique telles que les illites et les smectites (montmorillonites, saponites, beidellites et les nontronites) et le second type est trioctaédrique (cas des vermiculites)[21].

La couche est dite trioctaédrique si tous les sites octaédriques sont occupés par des cations divalents et dioctaédrique si seuls deux octaèdres sur trois sont occupés par des cations trivalents.

La plupart des espèces de ce groupe sont des minéraux présentant des substitutions tétraédriques ou octaédriques, ou les deux simultanément et conduisent de ce fait à des feuillets chargés avec compensation des charges par l'intermédiaire de cations interfoliaires [22].

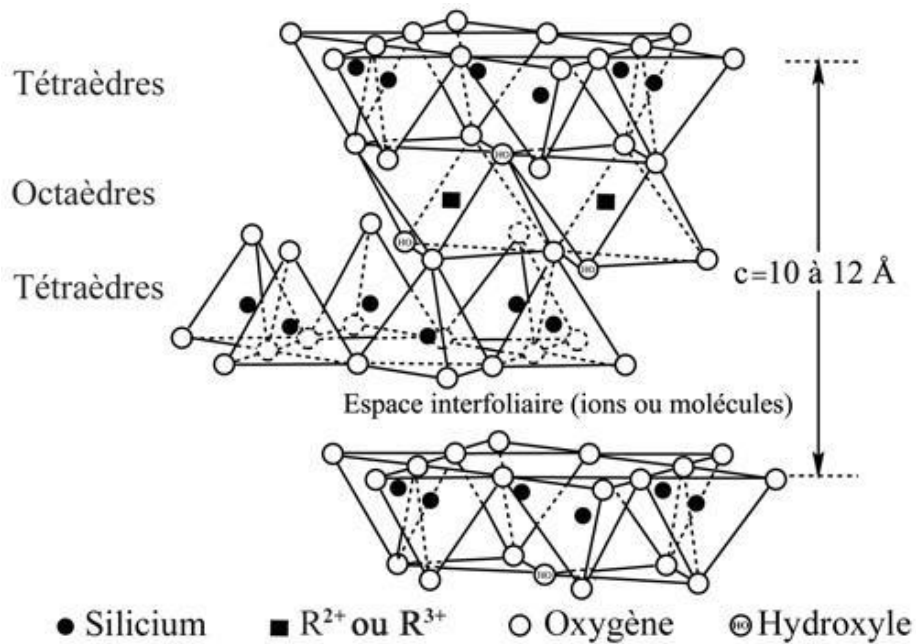


Figure I.6 : Représentation schématique de la structure d'une argile de type TOT [20].

3. Famille des chlorites (T/O/T/O ou 2/1/1)

Cette famille est constituée d'une couche d'octaèdre encadrée par deux couches tétraédriques et inter feuillet constitué par une couche d'octaèdre; les feuillets d'une épaisseur de 14 \AA sont assez fortement liés entre elles pour les chlorites vrais. Les pseudochlorites peuvent présenter des phénomènes de gonflement notables [23].

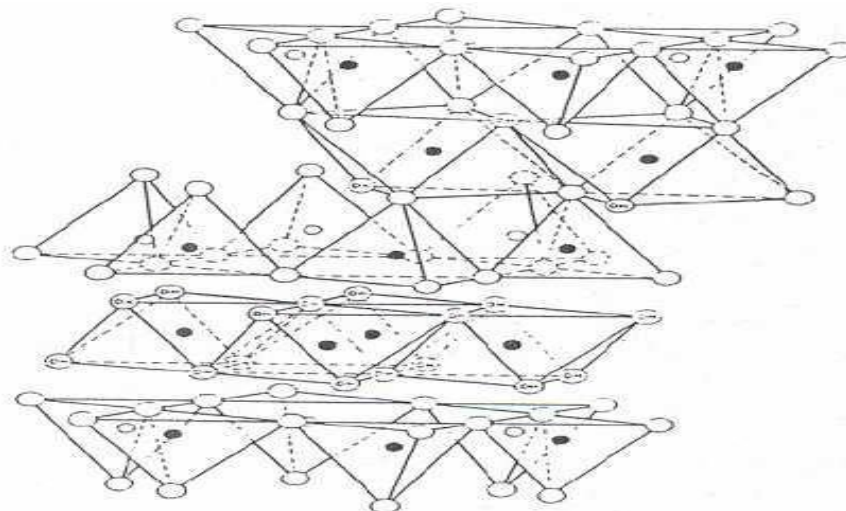


Figure I.7: Représentation schématique de la structure d'une argile de type TOTO [20].

b. Les polyphillites (ou minéraux argileux inter stratifiés)

Les minéraux inters stratifiés se caractérisent par la superposition, selon un empilement vertical. De deux (ou plus) types de feuillets. Il s'agit de minéraux fréquents en milieu naturel.

Ces minéraux sont constitués par la superposition de feuillets qui sont soit :

- De nature différente (illite-smectite, vermiculite-smectite, etc.....) ;
- De même nature mais qui diffèrent par leurs remplissage interfoliaires (cas de la montmorillonite hydratée où l'espace interfoliaire peut contenir une, deux, trois ou quatre couches d'eau) [24] ;
- Par la nature et le remplissage interfoliaire : illite-smectite avec des feuillets de smectite dans des états d'hydratation variables.

Parmi ces minéraux, les interstratifiés illite-smectite sont les plus étudiés [25].

Si on considère un minéral interstratifié qui contient deux types de feuillets A et B, on peut envisager essentiellement trois types d'interstratifiés :

- **Ségrégués** : une particule donnée présente des séquences AAABBB ;
- **Réguliers** : une particule donnée comporte alors des séquences ABABAB...AB;
- **Aléatoires** : tous les cas intermédiaires, entre les deux premiers cas décrits précédemment [26].

c. Les argiles fibreuses

Les argiles fibreuses se caractérisent par des feuillets argileux discontinus, elles présentent une structure de base en ruban, proche du talc en composition mais avec une structure en chaînes comme dans les pyroxènes ou les amphiboles. Les tétraèdres sont reliés entre les chaînes [27].

1.5.6.2. Classifications selon la couleur

Les argiles ne sont pas identifiées par leur couleur. Une couleur peut être attribuée à plusieurs types d'argiles, la couleur verte par exemple est retrouvée chez la montmorillonite, illite ou encore le chlorite,...La variation de couleur constatée est fonction de la concentration en oxyde de fer [29].

a. Verte

Les argiles vertes présentent une faible teneur en fer, ce sont généralement les montmorillonites, les illites et les smectites [30].

b. Blanche

Ces argiles ne contiennent aucune substance colorée. Leur formation n'a donc pas été perturbée, elle a été uniforme. On retrouve le plus souvent des kaolinites mais également des smectites [30].

c. Rose

Ces roches argileuses ne sont pas retrouvées au naturel, telles quelles. Il s'agit d'un mélange d'argile rouge et d'argile blanche. Ce mélange a pour but d'augmenter la concentration en oligo-éléments de l'argile blanche tout en diminuant la concentration en fer de l'argile rouge [31].

d. Rouge

Généralement des illites, ces argiles sont riches en oxyde de fer. Très reminéralisantes, elles sont idéales en usage externe pour les peaux irritées, fatiguées ou ternes qu'elles adoucissent et purifient [32].

e. Jaune

Ces illites riches en oxyde de fer et magnésie vont apaiser de nombreuses douleurs (articulaires, musculaires) et tonifier la peau. Appliquées en masques, la peau et les cheveux normaux l'apprécient tout particulièrement [32].

I.5.7. Propriétés des argiles

Les minéraux argileux se caractérisent par plusieurs propriétés physico-chimiques dont les principales sont :

- Formes et surfaces spécifiques,
- Capacité d'échanges cationiques,
- Capacité de gonflement et d'adsorption,

I.5.7.1. Forme et surface spécifique

La fine taille des argiles leur confère une surface spécifique importante par rapport au volume des particules. La surface relative augmente avec la diminution du diamètre. La surface des argiles est supérieure à celle des minéraux de même taille mais de formes différentes. Le rapport épaisseur/largeur est de l'ordre de 20 pour les argiles. Les propriétés des argiles sont principalement contrôlées par leurs surfaces.

Les particules d'argiles présentent des surfaces spécifiques très importantes et peuvent de ce fait attirer un grand nombre de molécules d'eau et d'ions, et exercer entre elles d'importantes forces d'interactions. Ces forces influent amplement sur le comportement mécanique des argiles.

L'intensité de la charge électrique est liée à la surface spécifique de la particule.

Tableau I.2 : indique les valeurs caractéristiques des surfaces des grandes familles argileuses. La surface totale comprend la surface externe, comprise entre les particules argileuses, et la surface interne, correspondant à l'espace inter foliaire. Les smectites ont les surfaces totales maximales [23].

Tableau I.2 : Surface spécifique des particules argileux [23].

Argile	Surface interne m ² /g	Surface externe m ² /g	Surface totale m ² /g
Smectite	750	50	800
Vermiculite	750	<1	750
Illite	5	25	30
Kaolinite	0	15	15
Chlorite	0	15	15

I.5.7.2. Capacité d'échanges cationiques

La capacité d'échange cationique (CEC) est le nombre de charge positive compensent la charge superficielle. Elle correspond à la quantité de cations pouvant être mobiles et échangées dans la structure. Elle est définie par le nombre de cations monovalents possible de substituer aux cations compensateurs pour compenser la charge négative de 100 grammes

d'argile. Elle s'exprime généralement en milliéquivalents (1 meq = 96.5 C). Les principales causes de cette CEC sont externes et internes à la structure cristalline de l'argile [33].

Les mesures expérimentales de cette capacité d'échange effectuées pour la montmorillonite [Olphen, 1971] et pour la kaolinite [Samson, 1954] ont mis en évidence l'influence du pH de l'eau du sol sur cette propriété.

Le tableau I.3 regroupe, les valeurs de surface spécifique et de la capacité d'échange des différentes familles d'argile pour une solution neutre (pH = 7) [34].

Tableau I.3 : Capacité d'échange de cations (C.E.C) et surface spécifique totale (Sst) de quelques argiles [23].

Argile	C.E.C (meq/100g)	Sst (m ² /g)
Montmorillonite Na ⁺	150	800
Montmorillonite Ca ⁺	80	300
Illite	40-10	40-60
Kaolinite	3-15	5-20
Élément non argileux	-	1-3

I.5.7.3. Capacité de gonflement et d'adsorption

Généralement, toutes les argiles possèdent une capacité de former facilement des complexes lamellaires par l'insertion des molécules d'eau ou organique dans l'espace interfoliaire. Ce phénomène est appelé gonflement, le degré de gonflement ou degré d'hydratation varie d'une famille argileuse à une autre [35].

Les smectites, les vermiculites et les minéraux interstratifiés sans parmi les argiles qui se caractérisent par une capacité d'expansion beaucoup plus importante que celles des autres espèces argileuse. L'incorporation d'eau est réversible à la pression atmosphérique et dépend de la température et de l'humidité relative (la pression de vapeur d'eau) de l'air. Plus l'air est humide, plus l'argile pourra incorporer de l'eau jusqu'à sa limite de saturation. La plupart des phyllosilicates possédant de telles propriétés de gonflement sont classés dans la famille de smectites [36].

I.6. L'alumine (Al_2O_3)

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.

A l'état naturel, l'alumine se trouve dans la bauxite sous forme d'hydrate : monohydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})$) et trihydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})_3$). On la trouve aussi comme minerai, le corindon dit aussi alumine- α [37].

Le procédé le plus utilisé pour extraire l'alumine de la bauxite est le procédé de Bayer, il est basé sur la dissolution de l'alumine provenant de la bauxite [38].

I.6.1. Production industrielle de l'alumine

Pour produire de l'alumine, il faut essentiellement :

- De la bauxite de qualité correcte à un coût acceptable.
- De la soude caustique.
- De l'énergie.
- La capacité technique et une main d'œuvre compétente.
- Et surtout, une capacité financière très importante pour construire la raffinerie et éventuellement les infrastructures de transport liées (pour, selon les cas amener la bauxite, la soude, ou pour évacuer l'alumine). Les investissements nécessaires sont de l'ordre de 1 à 2 milliards de dollars selon la dimension envisagée [39].

I.6.2. 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.

Tableau I.4 : Propriétés de l'alumine [40].

Propriété	Valeur
Point de fusion	2054± 6°C
Point d'ébullition	3000°C
Coefficient de dilatation à 25°C	7.1 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Conductivité thermique à 25°C	0.46 J.cm ⁻¹ .s ⁻¹ .K ⁻¹
Chaleur spécifique à 25°C	0.753 J.g ⁻¹ .K ⁻¹
Résistivité à 14°C	10 ¹⁹ Ω.cm

I.6.3. Structures et génération des différentes variétés d'alumine

L'alumine cristallise sous différentes formes, l'une stable (α -Al₂O₃), les autres métastables (γ , δ , θ , κ , ε , η , χ -Al₂O₃) [41].

- **La phase alpha :**

À une structure rhomboédrique. Les ions O²⁻ forment un empilement hexagonal compact. Les ions Al³⁺ occupent 2/3 des sites octaédriques. Les paramètres de cette cellule hexagonale unité sont : $a_0 = 4.7589\text{Å}$, $C_0 = 12.951\text{Å}$, $\alpha=\beta=90^\circ$ et $\gamma=120^\circ$. Cette phase est stable au-delà de 1150°C [42].

- **Les phases eta, delta et theta :**

sont aussi composées d'un sous réseau d'oxygène en empilement cubique compact, avec des distributions différentes d'une phase à l'autre des ions Al³⁺ dans les sites interstitiels octaédriques et tétraédriques, qui s'ordonnent progressivement avant d'évoluer vers la phase alpha [42].

- **La phase kappa :**

A une structure orthorhombique, avec des plans compacts d'ions O²⁻, les ions Al³⁺ occupant des sites tétraédriques et octaédriques [42].

CHAPITRE II

MATERIELS ET METHODES

Cette partie décrit les différentes matières utilisées ainsi que le protocole suivi pour l'élaboration des matériaux étudiés. Dans ce chapitre également, nous décrivons les techniques de caractérisation utilisées pour évaluer la taille des grains, la granulométrie ainsi que l'analyse thermique différentielle et thermogravimétrique, et enfin le suivi de l'évolution de la densité.

II.1. Moyens expérimentaux utilisé

II.1.1. Le broyage

Pour la préparation des poudres, on a utilisé un broyeur à billes de type RETSCH-PM 100, modèle de table pratique avec un point de broyage pour bols de 50 à 500 ml et trois bille en zircone de 20mm de diamètre et une vitesse de 350 rotation/ minute.

II.1.1.1. Principe de fonctionnement du broyeur

Les bols de broyage sont disposés excentriquement sur la roue solaire du broyeur planétaire à billes. La roue solaire tourne dans le sens contraire à celui de la rotation des bols de broyage. Les billes de broyage situées dans le bol subissent une déviation résultant de mouvements de rotation superposés, responsables de ladite force de Coriolis. Les différences de vitesse entre les billes et les bols de broyage entraînent une interaction entre des forces d'impact et de friction libérant des énergies dynamiques importantes. La combinaison de ces forces se traduit par le degré de broyage élevé et très efficace des broyeurs planétaires à billes [43].





Figure II .1 : Broyeur planétaire à billes PM 100

II.1.2. Pressage

Le MP 150 peut être équipé d'une interface série. De plus, une limitation de pression programmable individuellement est disponible pour régler la pression maximale souhaitée. Un pompage supplémentaire n'augmente alors pas la pression au-delà de la valeur réglée. Ceci est particulièrement utile si l'échantillon doit toujours être pressé avec la même pression. Cela rend chaque processus de pressage facile à contrôler et reproductible.

- Vanne manuelle pour une réduction de pression contrôlée, maintient la pression stable pendant plusieurs heures.
- Protection intégrée contre les éclats.
- Valve de contrôle de pression intégrée.
- On commande les matrices de presse séparément, avec monomètre (MP 150) au affichage numérique de la pression (MP150D) presse jusqu'à 15 tonnes.

- Résolution : 0.5 t / 0.01 t.
- Largeur entre pistons : 150 mm
- Largeur libre min /max : 52 mm / 142 mm
- Diamètre de broche : 36 mm
- Cours de la broche : 90 mm
- Démentions (H min /max. * L * P) : 436/ 526* 370 * 300 mm
- Poids : 43 kg
- Alimentation MP150 D : 12 V

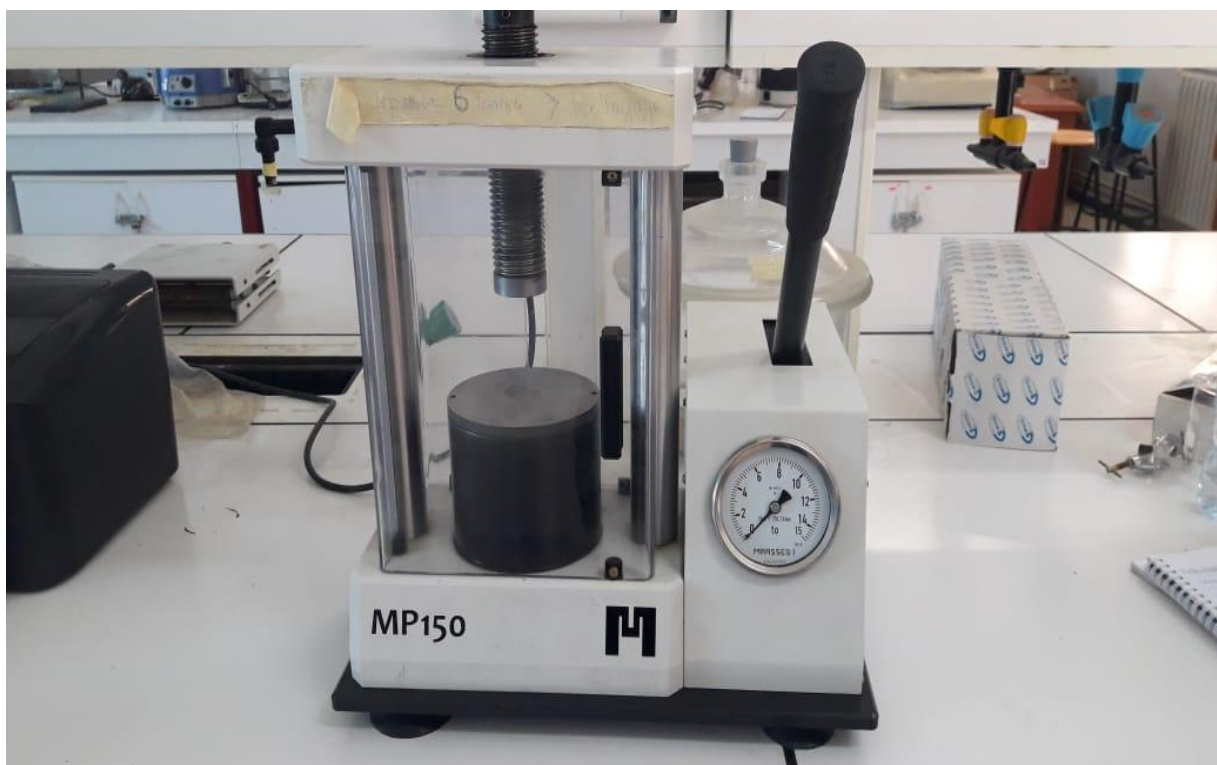


Figure II.2 : Presse-MAASSEN Die Set-MP150

La poudre est comprimée dans une presse qui préfigure la forme définitive de la pièce frittée, le produit issu de la compression est appelé (pièce à vert) ou (cru) la compression permet de mettre en contact les particules de poudre et d'augmenter les points de contact entre les grains sous l'action d'une pression, par glissement, écrasement des agglomérats et fragmentation des grains les plus durs, cette étape donne une tenue mécanique au produit avant frittage[44].

Il existe une méthode de mise en forme : le pressage encore appelé compactage qui peut se faire de manière axiale ou isostat. Le pressage uniaxial est réalisé par l'intermédiaire d'une presse elle permet d'assurer la tenue mécanique de la pièce [45].

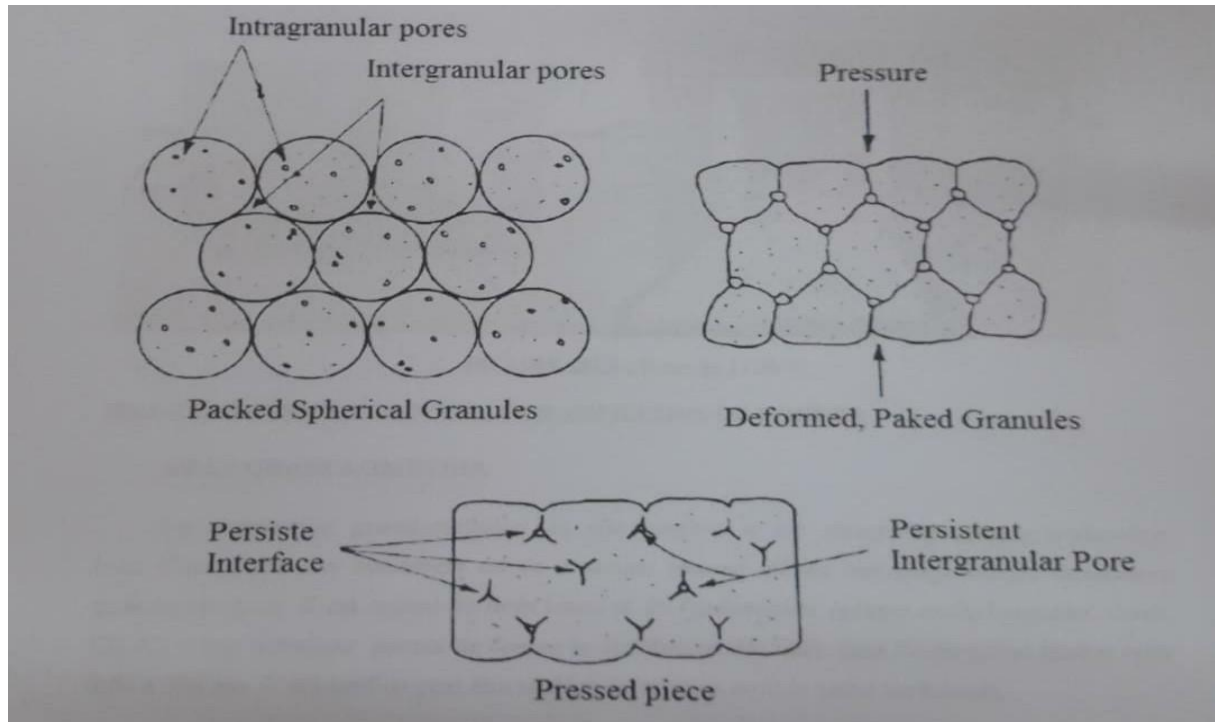


Figure II.3 : Illustration des étapes de compactage et évolution de la porosité [46].

II.1.3. Le frittage des échantillons

Le four Nabertherm est le bon choix pour une utilisation quotidienne en laboratoire. Ce four a plusieurs caractéristiques :

- ✓ Température maximale 1100°C
- ✓ Chauffage par deux côtés grâce à des plaques chauffantes en céramique (chauffage par trois côtés sur le four).
- ✓ Plaques de chauffage céramiques avec éléments chauffants intégrées, protégées contre les projections et les échappements gazeux, faciles à changer.
- ✓ Isolation en matière fibreuse classée non cancérigène.
- ✓ Carcasse en inox à la surface structurée.
- ✓ Enveloppe à double paroi pour des températures extérieures basses et une grande stabilité.

- ✓ Au choix avec porte à battant utilisable comme support ou sans supplément avec porte guillotine, la partie chaude étant la plus éloignée de l'opérateur.
 - ✓ Ouverture réglable de l'arrivée d'air dans la porte.
 - ✓ Cheminée d'évacuation de l'air dans la paroi arrière du four.
- Autres accessoires contrôle et enregistrement des processus avec le progiciel.



Figure II.4 : four de 1100 °C

II.2. Caractérisation des échantillons de poudre

II.2.1. Granulométrie

La distribution granulométrique de poudres a été caractérisée par granulométrie laser Cilas 1090. Cet instrument est de moyenne gamme offrant une plage élargie de mesures granulométriques. Il est équipé de deux lasers et de l'architecture optique multi-longueurs d'onde CILAS. Cette technique permet de donner la distribution des tailles dans l'échantillon étudié **0.04 à 500 μm** . l'échantillon peut être analysé en solution en voie sèche ou humide.

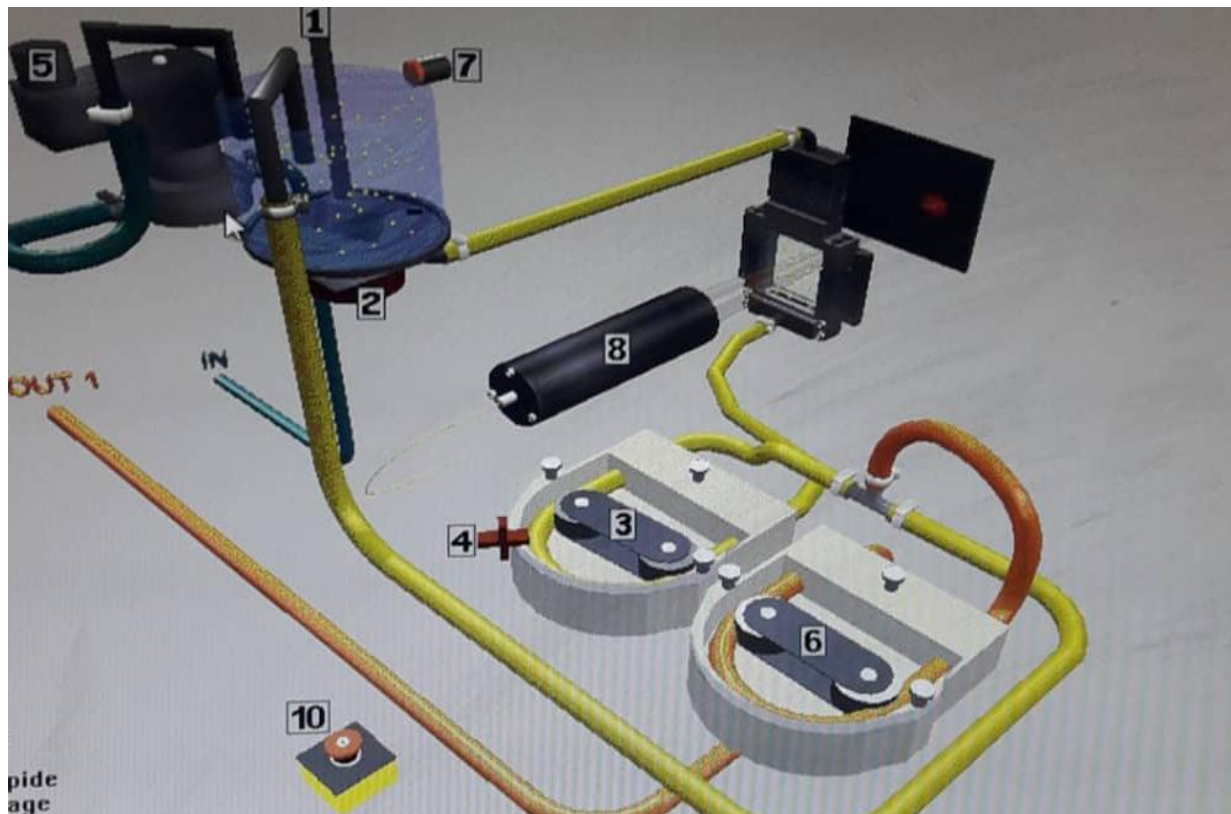


Figure II.5 : principe générale de la granulométrie.

(1) Agitateur, (2) Ultrasons, (3) Pompe, (4) Pompe rapide, (5) Remplissage

(6) Vidange, (7) Cuve pleine, (8) Laser I, (9) Laser 3, (10) stop all.



Figure II.6 : Granulométrie laser-CILAS 1090.

II.2.2. Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie

Cette étude a été effectuée à l'aide d'un appareil SETARAM. Les mesures sont réalisées sans air entre l'ambiante et 1200°C avec une vitesse de montée de 10°C/min. Les analyses thermiques différentielles et thermogravimétrie (ATD et ATG) des poudres ont été réalisées dans le but d'identifier les réactions physico-chimiques relatives au dégagement ou absorptions de chaleur enregistrés, et à évaluer les différentes pertes en masse (ou gain de masse éventuellement) se produisant pendant le traitement thermique. Dans le cadre de cette étude, des creusets en alumine ont été utilisés pour les différentes expérimentations. Les mêmes conditions expérimentales ont été rigoureusement respectées afin de pouvoir exploiter les résultats de façon comparative tant sur le plan qualitatif que quantitatif.

Le montage ATD-ATG couplé a aussi été utilisé pour évaluer les pertes de masse qui se produisent lors du traitement thermique simultanément à l'acquisition des courbes ATD. Dans ces conditions, les mesures ATG apportent des informations complémentaires à celles obtenues par ATD [47].



Figure II.7: SETARAM (ATD-ATG)

II.2.3. La densité

La densité des poudres est mesurée au l'appareil de $KERN_{ABS}$ basé sur le principe d'Archimède du déplacement des fluides et sur la loi de Boyle pour déterminer le volume.

L'appareil est un $KERN_{ABS}$. Le fluide utilisé est l'hélium à cause de sa taille de l'ordre de l'angström qui fait de lui un gaz pouvant pénétrer dans les petits pores, assurant une justesse maximale. Ce pycnomètre permet de déterminer le volume d'une poudre donnée. Connaissant sa masse, il est simple d'en déduire la masse volumique.

La mesure de la densité à cru se fait sur des pièces de forme géométrique simple avec un pied à coulisse et une balance de grande précision. Elle est exprimée en valeur absolue ou relative par rapport à la densité théorique.

La densité apparente des échantillons denses est mesurée par la méthode d'Archimède.

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Dans ce chapitre, les différentes étapes suivies pour élaborer, par voie solide, un matériau à base d'une argile rouge locale extraite d'une carrière de la région de Medjana dans un premier temps, et puis un matériau composite (argile plus alumine) dans une seconde étape.

Il sera question de passer en revue, les matières premières, les détails et conditions de l'élaboration et la discussion des différents résultats.

III.1. Matériaux utilisés

III.1.1. L'argile rouge

La matière première locale utilisée est l'argile de djebel Medjana, prélevée d'une carrière située au nord de Bordj Bou Arreridj (**figure III.1**).



Figure III.1 : les roches d'argiles

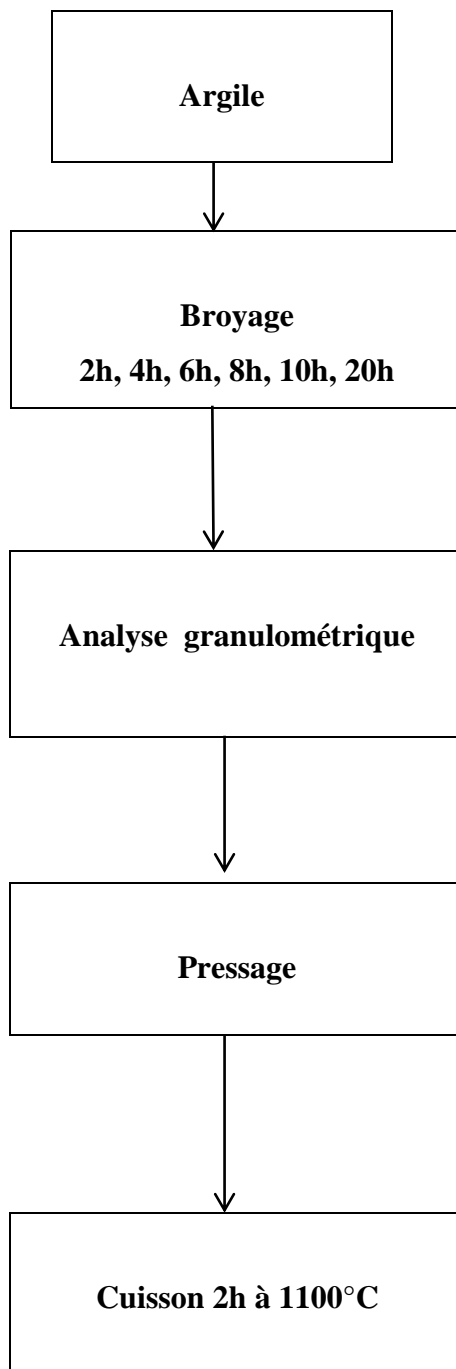
III.2. Préparation de la poudre

Figure III.2 : Organigramme représentant la préparation d'argile.

III.2.1. Composition chimique de l'argile rouge

Dans toutes les analyses chimiques effectuées sur l'argile rouge, quelle que soit leur origine géographique, les éléments chimiques retrouvés sont dans l'ordre de prédominance :

Analyse chimique	Argile
SiO₂	52.64
Al₂O₃	18.31
Fe₂O₃	6.83
CaO	2.16
MgO	7.00
SO₃	0.13
K₂O	3.03
Na₂O	0.62
Cl	0.011
PAF	9.29

- SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, H₂O (éléments dominants) ;
- Mn₃O₄, CaO, Na₂O, P₂O₅ (éléments secondaires) ;
- Cr⁻, Zr⁻, Ti (TiO₂) ; V (éléments accessoires).

Parmi ces éléments, trois jouent un rôle important :

- Du fer qui se trouve sous forme d'hématite de formule chimique Fe₂O₃ qui confère à l'argile la couleur rouge mais aussi sous forme de goethite (Fe₂O(OH)).
- De l'aluminium, sous forme d'alumine dont la formule chimique est Al₂O₃. Elle se présente sous plusieurs formes de gibbsite (Al(OH)₃) et de boehmite (AlO(OH)).
- De la silice de formule chimique SiO₂ qui est souvent sous forme combinée dans les argiles : Kaolinites (Al₂ Si₂O₅(OH)₄) ou les halloysites.

Ces trois éléments chimiques se retrouvent dans les argiles dans des proportions variables avec des prédominances soit du fer, soit de l'alumine. Les autres composés chimiques se retrouvent généralement en faibles proportions [43].

III.2.2. Broyage manuel

L'argile rouge a été broyée initialement (ou pré-broyée) en utilisant un mortier et un pilon en porcelaine, pendant 30min, jusqu'à l'obtention d'une poudre d'une taille fine (Figure III.3).



Figure III.3 : Pré-broyage d'argile à l'aide d'un mortier.

III.2.3. Broyage automatique

A partir de la quantité initiale, cinq échantillons de 20 g ont été pris et broyés une deuxième fois dans un broyeur à bille de type RETSCH-PM 100, modèle de table pratique avec un point de broyage pour bols de 50 à 500 ml et trois billes en zircone de 20 mm de diamètre et une vitesse de 350 rotation/minute, pendant des temps différents à savoir : 2, 4, 6, 8 et 10 heures.



2 heures



4 heures



6 heures



8 heures



10 heures



20 heures

Figure III.4 : Quelques poudres après broyage.

III.2.4. Analyse granulométrique

Afin de suivre l'évolution des fractions volumiques des différentes tailles de grain après l'effet du broyage à des temps divers, une analyse granulométrique détaillée a été effectuée.

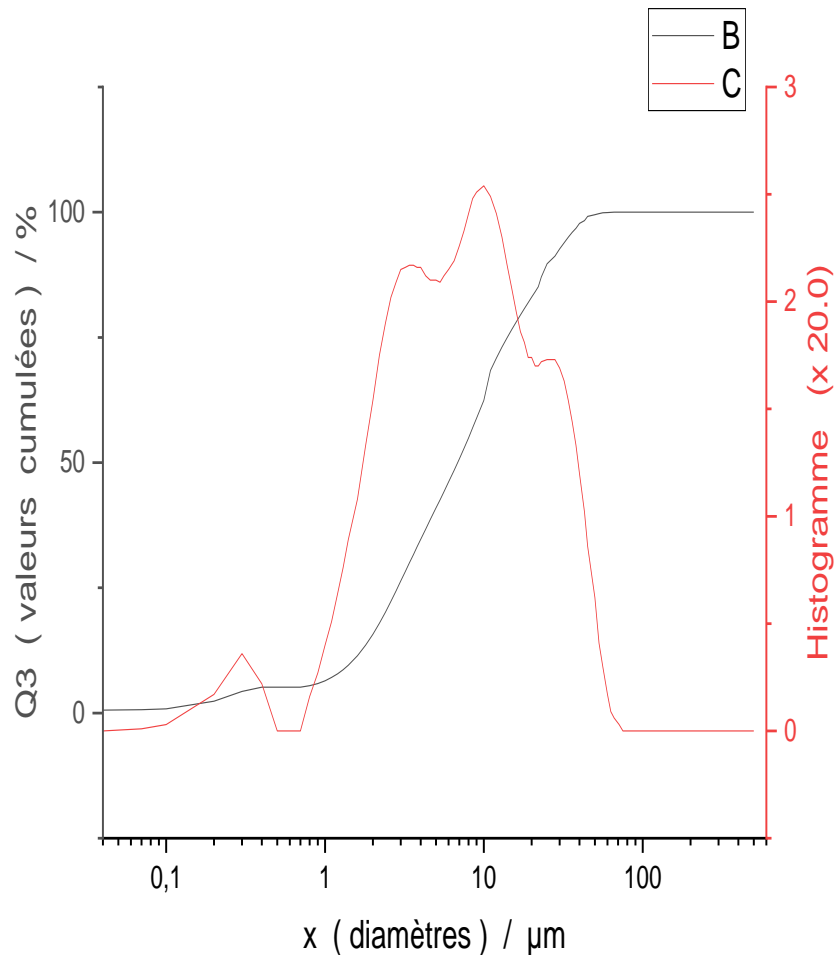


Figure III.5 : Distribution granulométrique de l'échantillon de 2 h.

La figure III.5 : Représente la distribution granulométrique d'échantillon broyé pendant 2 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.45 μm de diamètre à 10%, de 6.84 μm de diamètre à 50% et d'une fraction de 28.39 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyen de 11.03 μm .

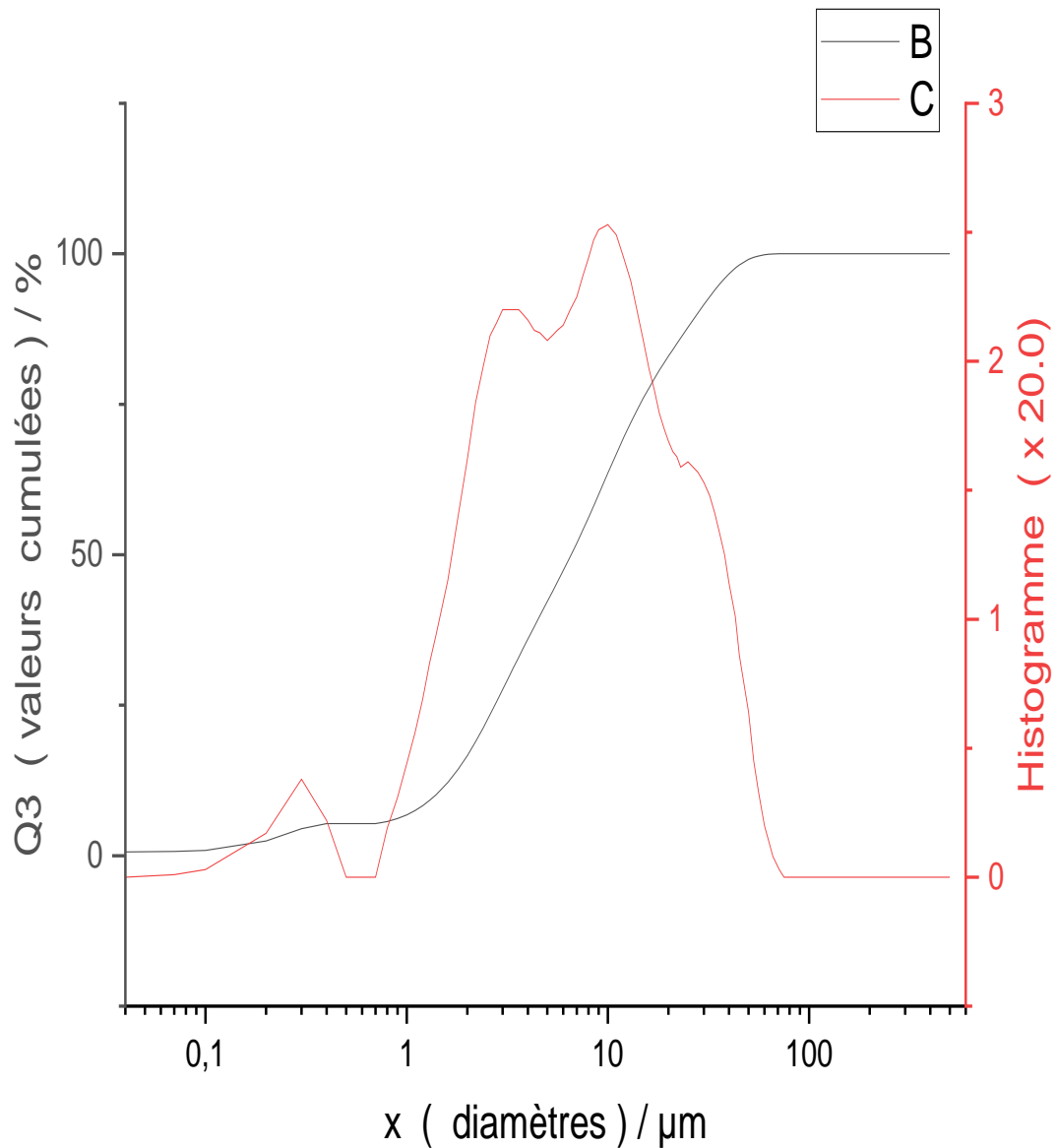


Figure III.6 : Distribution granulométrique de l'échantillon de 4h.

La figure III.6: Représente une distribution granulométriques d'échantillon broyé pendant 4 heures, d'une fraction de taille moyenne de $1.39 \mu\text{m}$ de diamètre de 10%, et de $6.56 \mu\text{m}$ de diamètre à 50% et d'une fraction de $27.77 \mu\text{m}$ de diamètre à 90% en volume et de diamètre moyen $10.76 \mu\text{m}$.

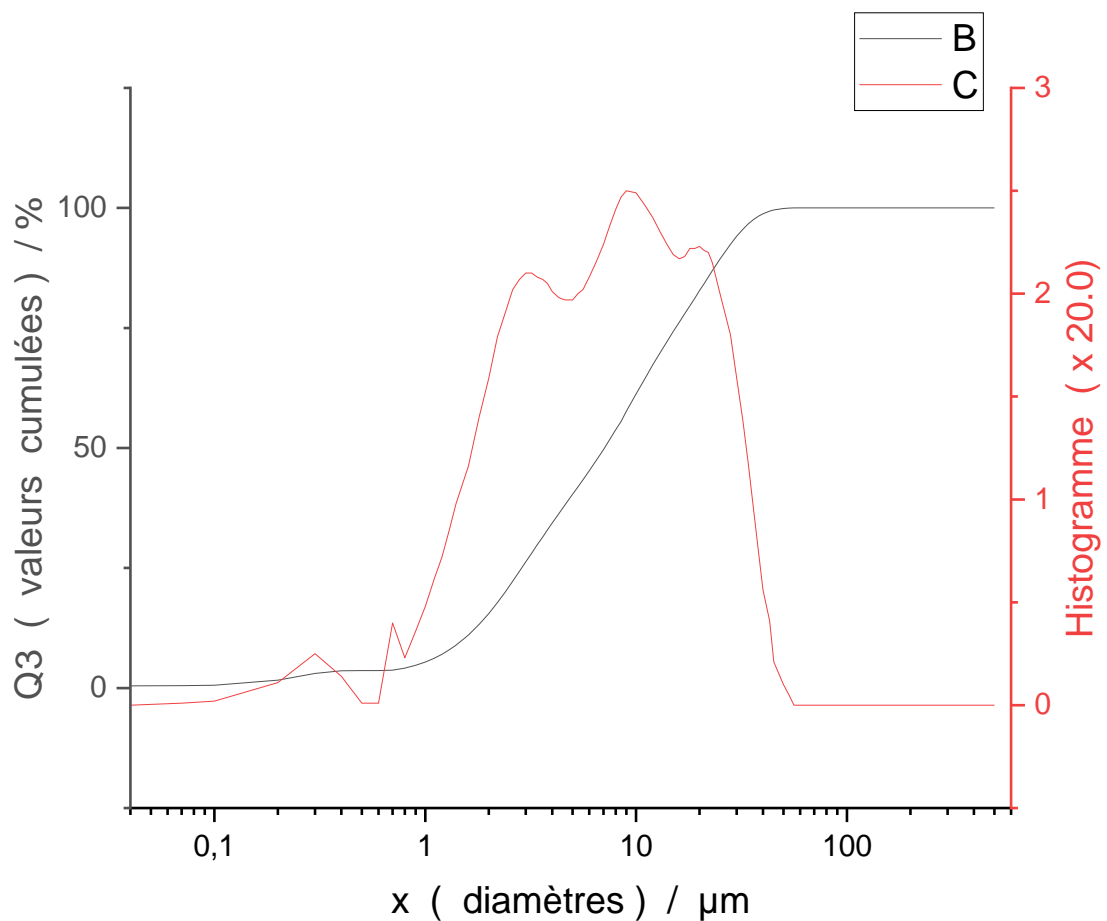


Figure III.7 : Distribution granulométrique de l'échantillon de 6h.

La figure III.7 : Représente une distribution granulométriques d'échantillon broyé pendant 6 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.50 μm de diamètre à 10%, de 7.07 μm de diamètre à 50% et d'une fraction de 25.58 μm de diamètre à 90% en volume et diamètre moyen de 10.52 μm .

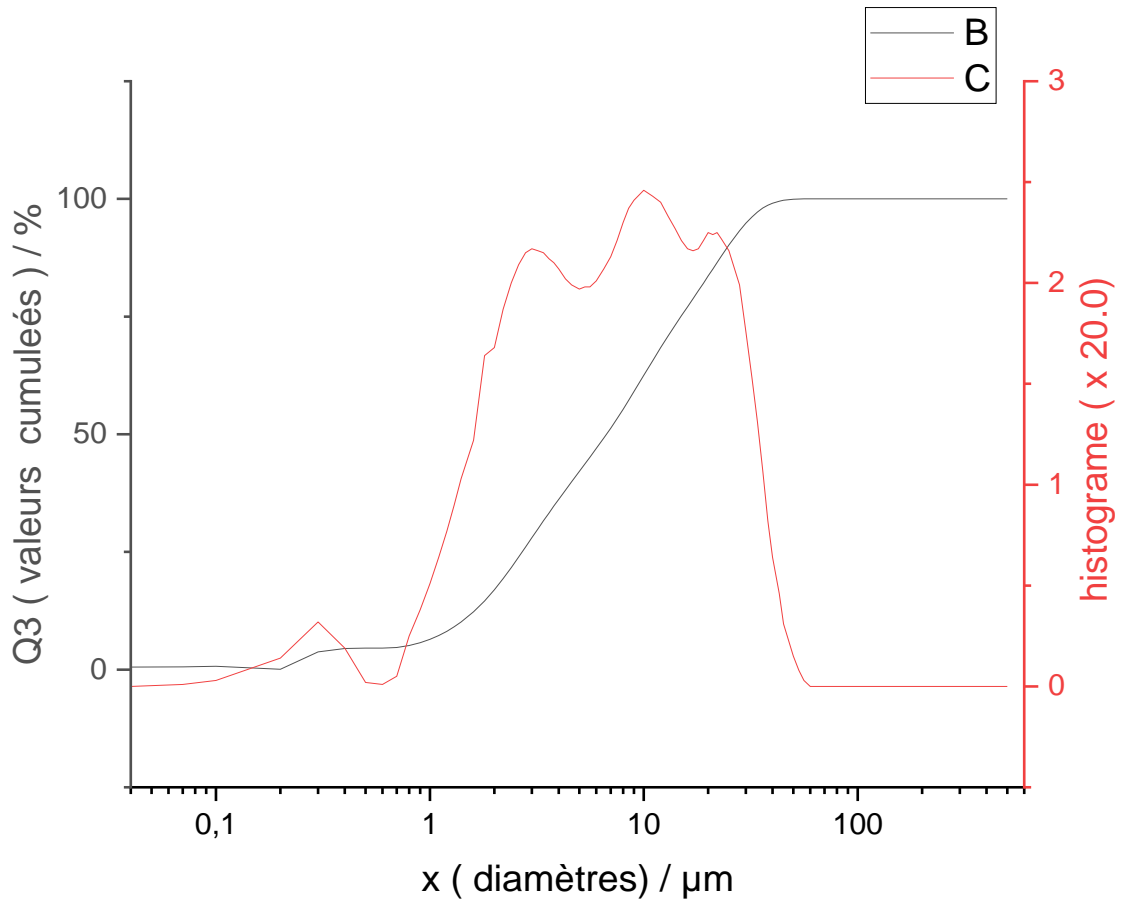


Figure III.8 : Distribution granulométrique de l'échantillon de 8h.

La figure III.8 : Représente une distribution granulométriques d'échantillon broyé pendant 8 heures, une distribution multimodale de plusieurs composées granulométriques d'une fraction de taille moyenne de 1.39 μm de diamètre à 10%, de 6.69 μm de diamètre à 50% et d'une fraction de 24.82 μm de diamètre à 90% en volume et diamètre moyen de 10.12 μm .

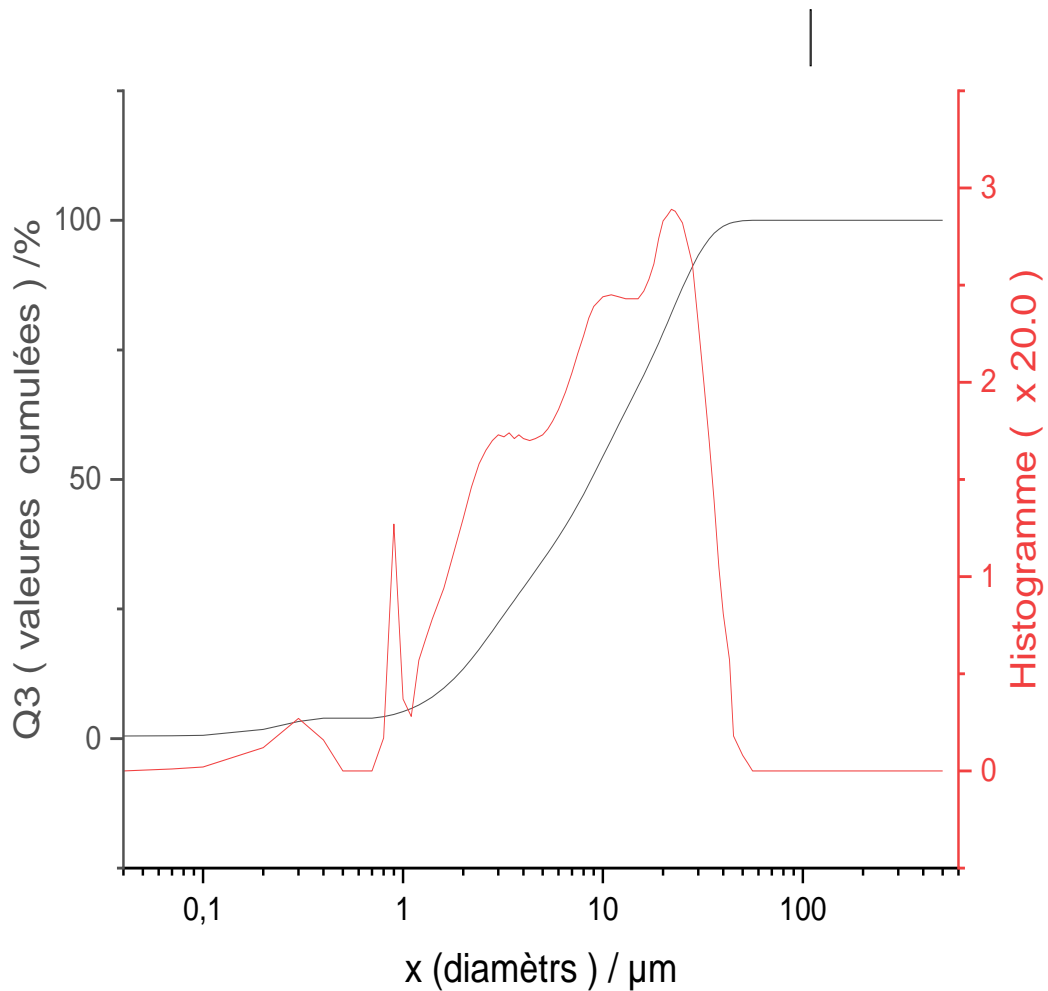


Figure III.9 : Distribution granulométrique de l'échantillon de 10h.

La figure III.9 : Représente une distribution granulométriques d'échantillon broyé pendant 10 heures, d'une fraction de taille moyenne de 1.63 μm de diamètre à 10%, de 8.75 μm de diamètre à 50% et d'une fraction de 27.17 μm de diamètre à 90% en volume et diamètre moyen de 11.85 μm .

Tableau III.1 : Représente les résultats de l'analyse granulométrique.

Diamètre (µm)	Diamètre à 10%	Diamètre à 50%	Diamètre à 90%	Diamètre moyen
2 heures	1.45	6.84	28.39	11.03
4 heures	1.39	6.56	27.77	10.76
6 heures	1.50	7.07	25.58	10.52
8 heures	1.39	6.69	24.82	10.12
10 heures	1.63	8.75	27.17	11.85
20 heures	1.49	9.52	39.25	15.31

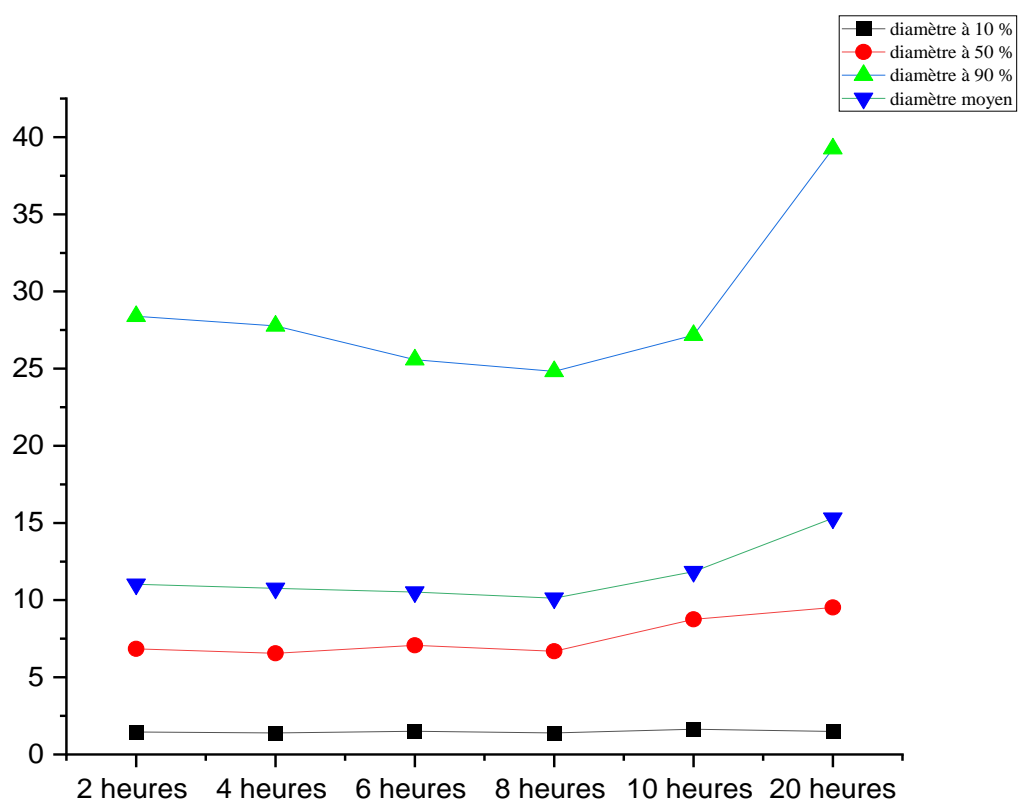


Figure III.10 : taille des grains en fonction du temps de broyage

A partir de l'évolution des tailles des grains avec le temps de broyage, on peut constater que la taille des particules diminue en fonction du temps de broyage entre 2 à 8 heures, après on note qu'elle commence à monter progressivement. Cette évolution peut-être due à une ré-agglomération des grains grâce à des forces attractives faibles. Cette réalité, nous

a poussés à broyer notre poudre à nouveau pendant 20 heures afin de confirmer ou infirmer cette tendance à la montée.

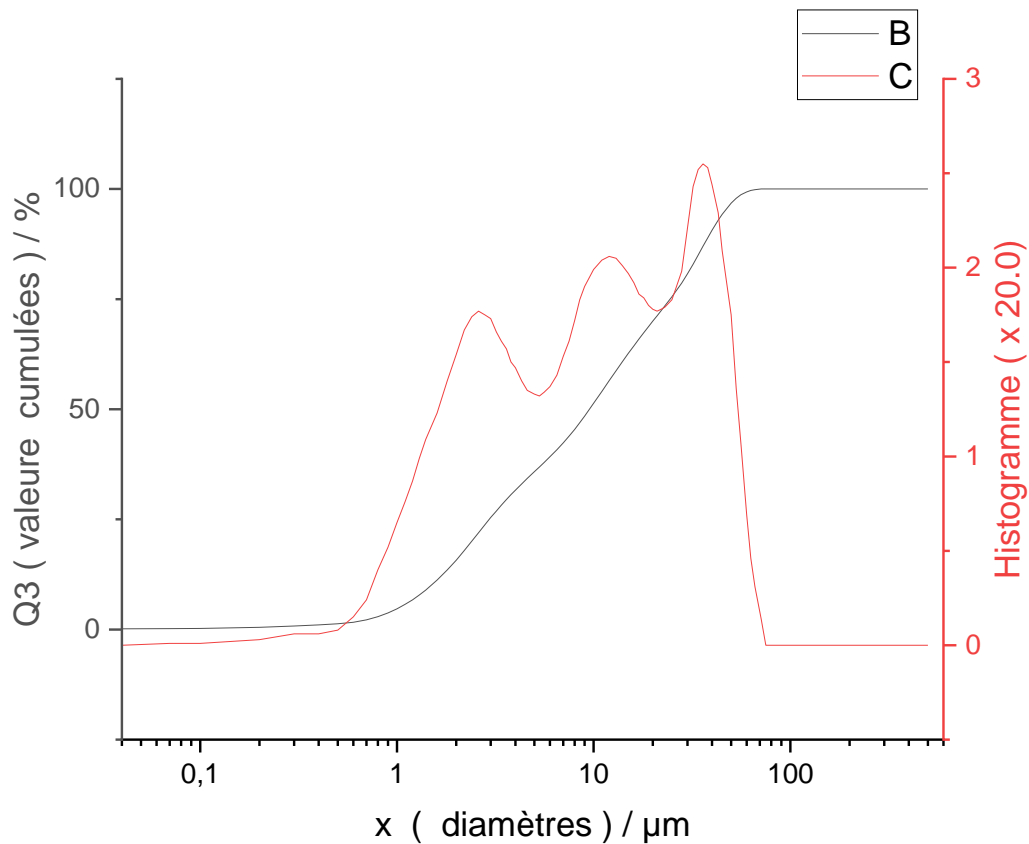


Figure III.11 : Distribution granulométrique de l'échantillon de 20 h.

La figure III.11 : Représente la distribution granulométrique d'échantillon broyé pendant 20 h, une distribution multimodale de plusieurs composées granulométriques d'une fraction de taille moyenne de 1.49 μm de diamètre à 10% , de 9.52 μm de diamètre à 50% , d'une fraction de 39.25 μm de diamètre à 90% , et de diamètre moyen de 15.31 μm .

Il est à noter, que cette tendance a été confirmée avec le broyage pendant 20 heures.

III.2.5. Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie

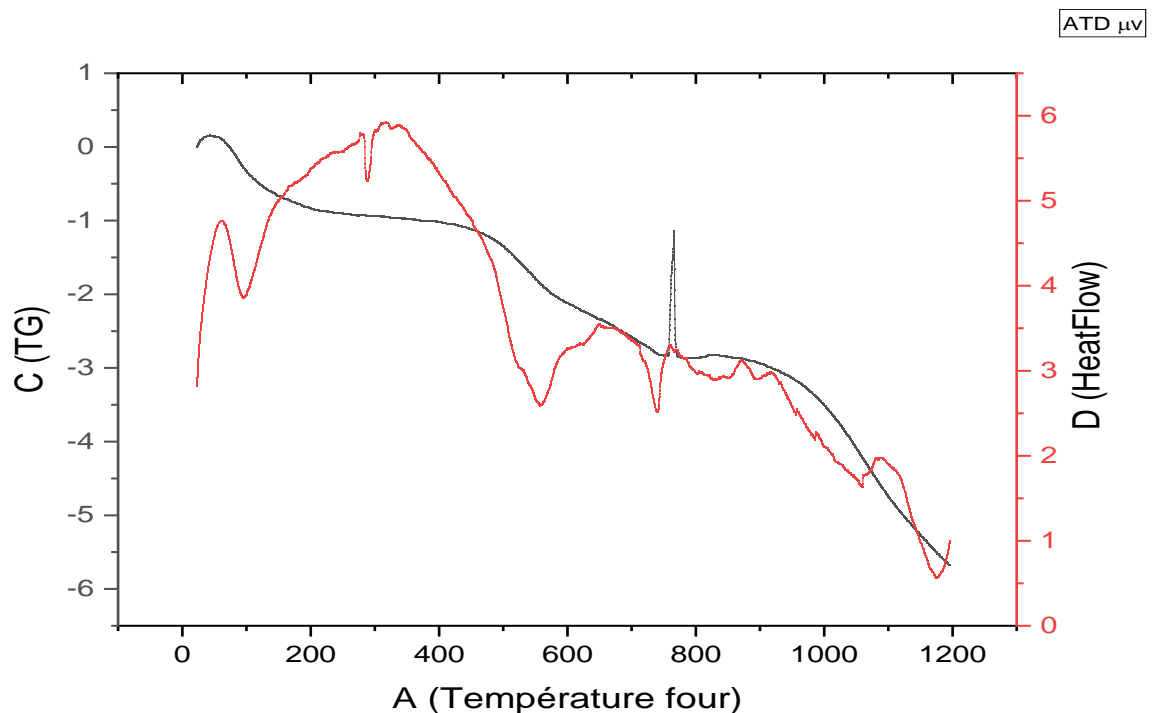


Figure III.12 : Courbe d'analyse thermique différentielle et thermogravimétrie de l'argile.

Le comportement thermique de l'échantillon de poudre (Argile broyée pendant 2 heures) est représenté à travers la courbe d'analyse thermique différentielle (figure III.12).

Nous retenons les observations suivantes :

- Un premier phénomène exothermique situé entre (22 °C et 92 °C), lié au départ à la vaporisation de l'eau libre.
- Les quatre pics endothermiques dans l'intervalle de (91.37 °C - 741.67 °C) montrent le début de la hydratation d'un silicate-magnésien.
- A partir de 768°C jusqu'à 1081 °C les pics exothermiques montrent le début de la cristallisation d'un silicate-magnésien.
- Le dernier pic montre le phénomène endothermique à 1172.69 °C.

III.2.6. Préparation des pastilles

Les échantillons de poudres précédemment broyés sont ensuite mis sous forme de pastilles de 13mm de diamètre et entre 3 et 4 cm d'épaisseur à l'aide d'une presse uniaxial de type **MP150**. Le pressage a été effectué par compression uni axiale, basée sur le déplacement simultané des deux pistons, inférieure et supérieure.



Figure III.13 : Pastilles des échantillons avant le frittage.

Les pressions maximales atteintes pour chacun des échantillons de poudres broyés avec divers temps, sont regroupés au niveau du tableau suivant

Tableau III.2 : Résultats de pressage

La période de broyage	La pression
2 heures	253 bar
4 heures	165.88 bar
6 heures	124.90 bar
8 heures	119.04 bar
10 heures	117.09 bar

D'après le tableau ci-dessus, On a constaté que la pression maximale atteinte par la presse diminue avec le temps de broyage de la poudre. Ce constat peut être expliqué par le fait qu'à chaque fois que la taille des grains d'échantillon est petite, la possibilité que ces petits grains entrent en contact pour former des ponts solides devient plus grande et ainsi ne nécessite pas une grande pression.

III.2.7. Le frittage

Dans cette étape, on a mis les pastilles préparées (2 heures et 4 heures) antérieurement pour frittage (ou cuisson) dans un four à moufle, à une température de 1100°C pendant 2 heures. La vitesse de rampe (montée en température) est de 10°C par minute. Une fois le temps écoulé, on laisse les échantillons refroidir librement.



Figure III.14 : Des pastilles après le frittage.

On constate des fissures et éclatement surfacique des échantillons. L'une des explications possible peut être liée à la composition chimique. Effectivement, la raison de l'apparition de fissures et de gonflement de la surface de l'échantillon est due à la disparition ou à la sortie des impuretés présentes dans la composition chimique de l'argile à une température inférieure à 1100°C.

On expliquer les résultats en faisant le lien avec l'analyse ATG et ATD, comme suit :

- Le premier pic c'est une réaction exothermique, montre le départ d'un composant chimique (H_2O) à une température égale 60.12 °C.
- Le deuxième pic c'est une réaction endothermique, montre le départ de Na_2O à $T= 287.24$ °C
- Dans le troisième pic aussi une réaction endothermique, montre la sortie des impuretés H_2O , CaO , MgO , Cl à une température égale 555.50 °C.
- Le quatrième pic montre le phénomène endothermique, et sortie de H_2O , SiO_2 , MgO , et Cl à $T = 736.68$ °C.
- Pic 5 le départ de H_2O , MgO , Cl à $T = 869.37$ °C, phénomène endothermique.
- Pic 6 c'est la sortie des composants suivants H_2O , SiO_2 , MgO , NaO_2 , et Cl à $T= 1085.96$ °C. Une réaction endothermique.

III.2.8. La densité

Nous avons mesuré la densité des échantillons avant et après le frittage à l'aide d'un appareil (balance de précision) KERN_{ABS} basée sur le principe d'Archimède :

Les résultats obtenus pour les différents échantillons sont listés dans le tableau suivant:

Tableau III.3 : résultats de calculs (la densité)

Période de broyage	La densité avant le frittage	La densité après le frittage
2 heures	7.200	6.391
4 heures	7.466	3.296
6 heures	3.590	/
8 heures	9.272	/
10 heures	21.814	/
20 heures	12.134	/

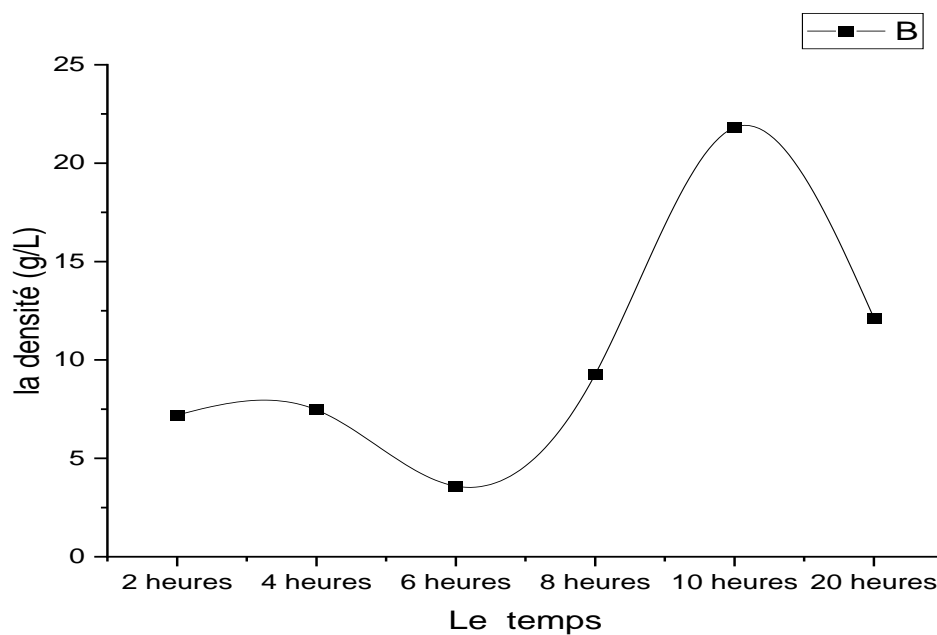
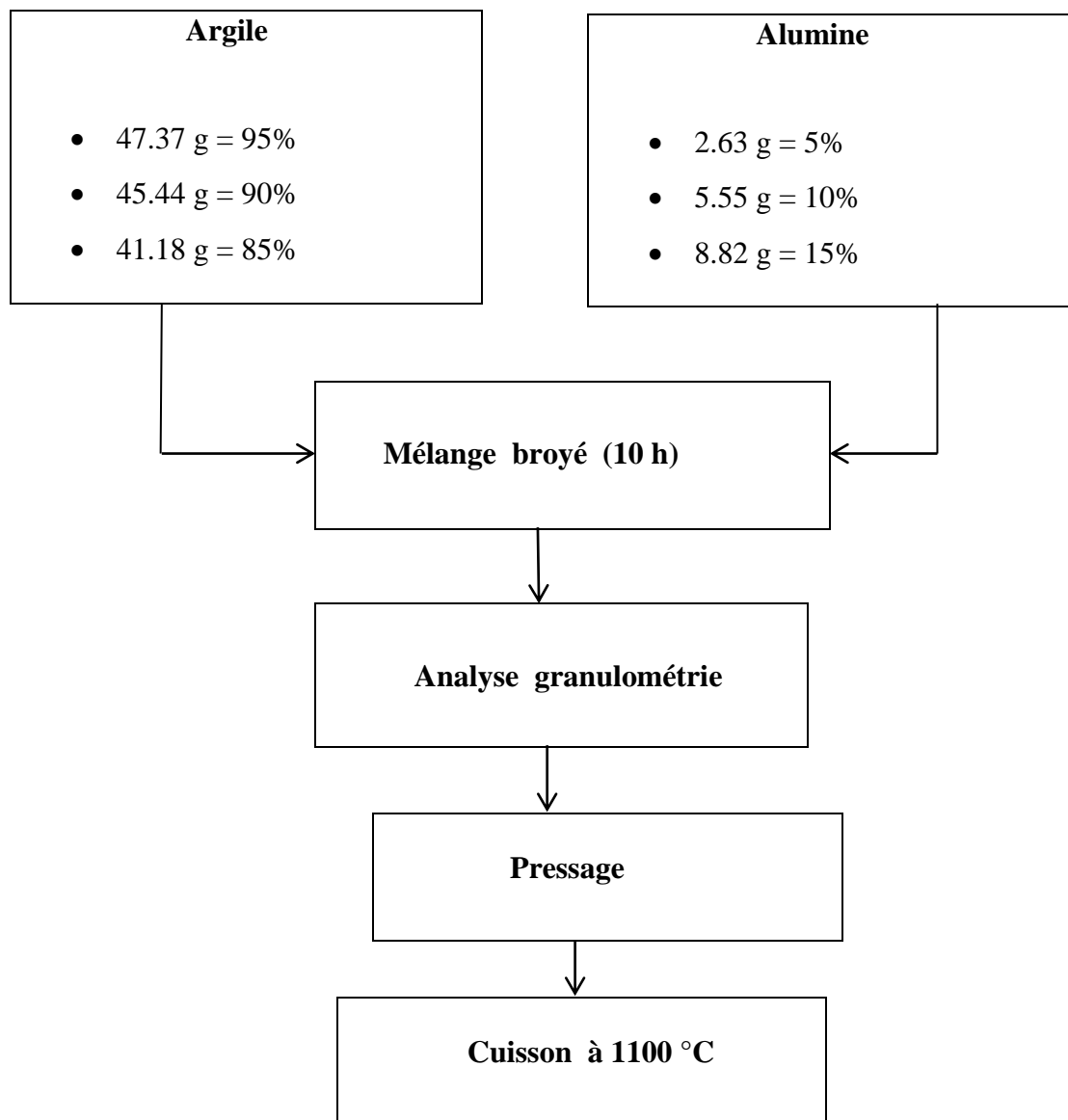


Figure III.15 : La densité en fonction de temps de broyage

D'après l'évolution de la densité pour les échantillons broyés à divers temps, on ne peut rien conclure et aucune tendance n'est dégagée. Ceci peut être dû au fait que les échantillons frittés présentent des aspects surfaciques non plans (gonflement et éclatement) ce qui influence d'une manière négative sur la mesure de la densité notamment par la méthode de la poussée d'Archimède.

III.3. Préparation de mélange

Un flow chart représentant le procédé utilisé pour l'élaboration des composites Argile-Alumine est donné comme suit :



III.3.1. Broyage de mélange

A partir de la quantité initiale, trois échantillons de 50g, selon les dosages prédéfinis, ont été pris et broyés une troisième fois dans un broyeur à bille de type RETSCH-PM 100.

- (C5AlC95Ar : c'est-à-dire 5% d'alumine mélangé avec 95% d'argile)
- (C10AlC90Ar : c'est-à-dire 10 % d'alumine mélangé avec 90% d'argile)
- (C15AlC85Ar : c'est-à-dire 15% d'alumine mélangé avec 85% d'argile)



C10Al90Ar



C5Al95Ar



C15Al85Ar

Figure III.16 : Quelques échantillons de mélange après le broyage.

III.3.2. Analyse granulométrique

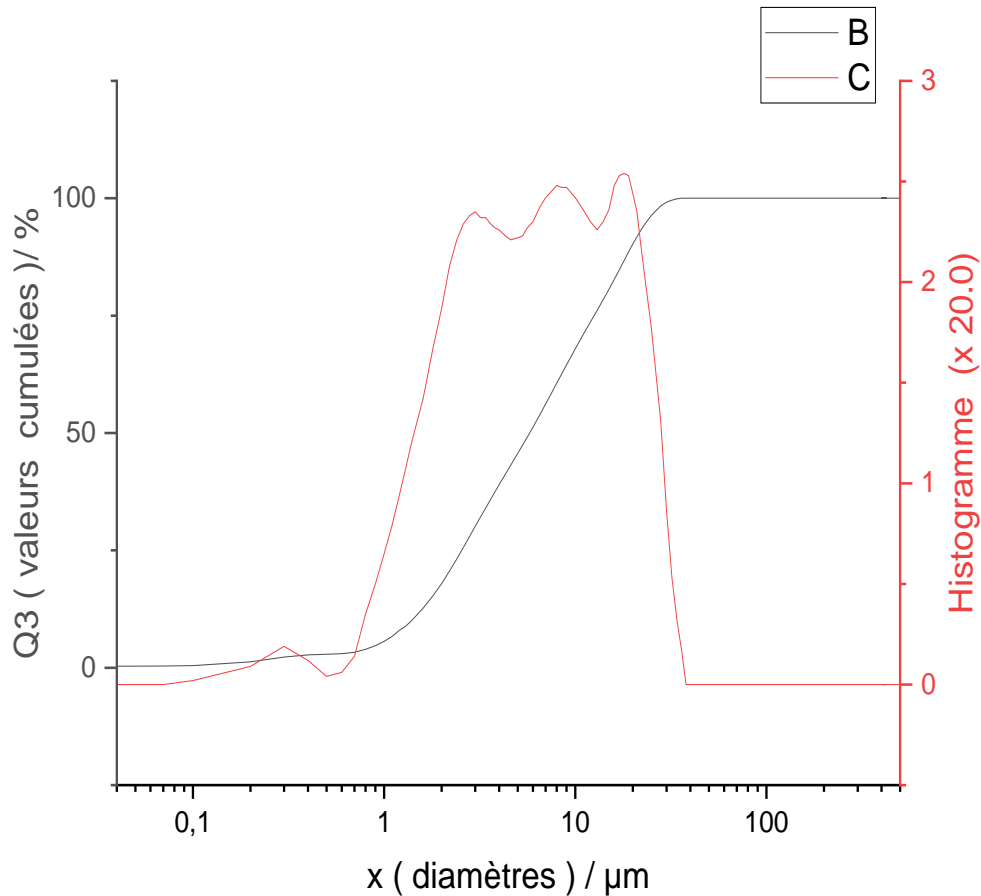


Figure III.17 : Distribution granulométrique de mélange (C5AlC95Ar)

La figure III.17: représente une distribution granulométrique d'échantillon de mélange broyé pendant 10 h, d'une fraction de 1.39 μm de diamètre à 10%, de 5,77 μm de diamètre à 50%, d'une fraction de 19,85 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyenne de 8,37 μm .

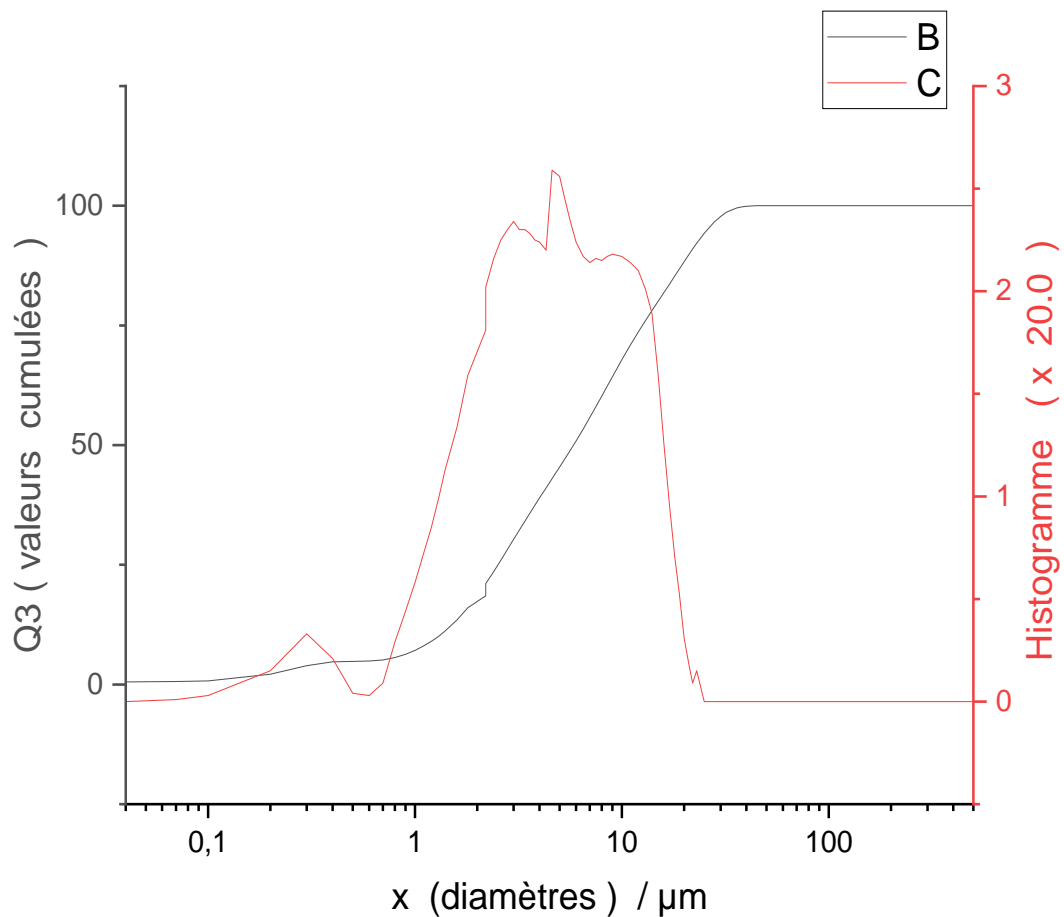


Figure III.18 : Distribution granulométrique de mélange (C10A1C90Ar)

La figure III.18 : représente une distribution granulométrique d'échantillon de mélange broyé pendant 10 h, d'une fraction de 1.29 μm de diamètre à 10%, de 5.83 μm de diamètre à 50%, d'une fraction de 21.24 μm de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyenne de 8.70 μm .

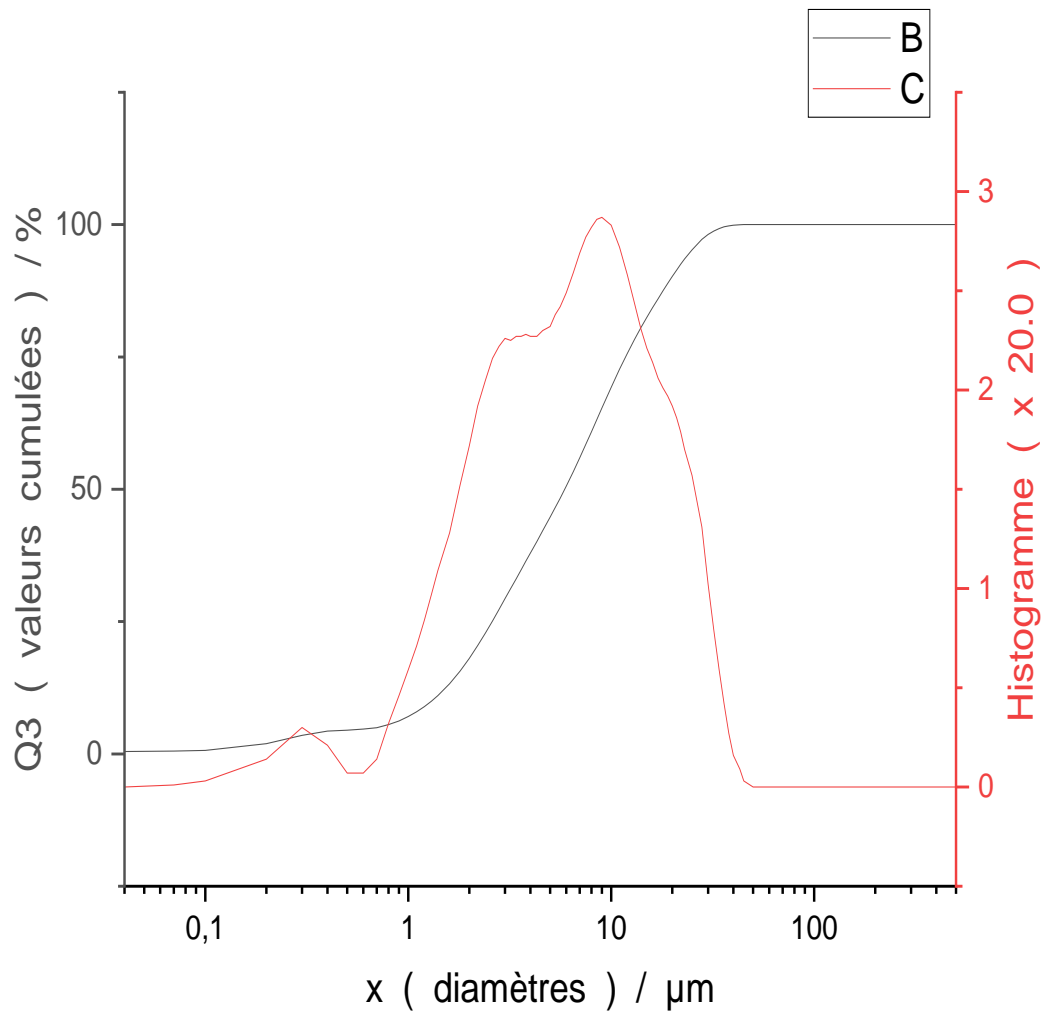


Figure III.19 : Distribution granulométrique de mélange (C15 Al C85 Ar).

La figure III.19: Représente une distribution granulométriques d'échantillon de mélange broyé pendant 10h, d'une fraction de $1.30\mu\text{m}$ de diamètre à 10%, de $5.89\mu\text{m}$ de diamètre à 50%, d'une fraction de $19.83\mu\text{m}$ de diamètre à 90% en volume, et de diamètre moyenne de $8.37\mu\text{m}$.

III.3.3. Pastilles de mélange



Figure III.20 : Pastilles de mélange avant le frittage





Figure III.21 : Pastilles de mélange après le frittage

On remarque un peu de gonflement sur la surface des pastilles, à cause de la sortie des impuretés à une température inférieure à 1100 °C

III.3.4. La densité de mélange

Tableau III.4 : Résultats des calculs

Période de broyage H	La densité avant le frittage	La densité après le frittage
10 heures(C5AlC95Ar)	815	300
10 heures(C10AlC90Ar)	4458	-5919
10 heures(C15AlC85Ar)	11098	-8260

Il est illogique d'arriver à un résultat négatif en ce qui concerne la densité, mais la sortie de l'eau peut en être la cause.

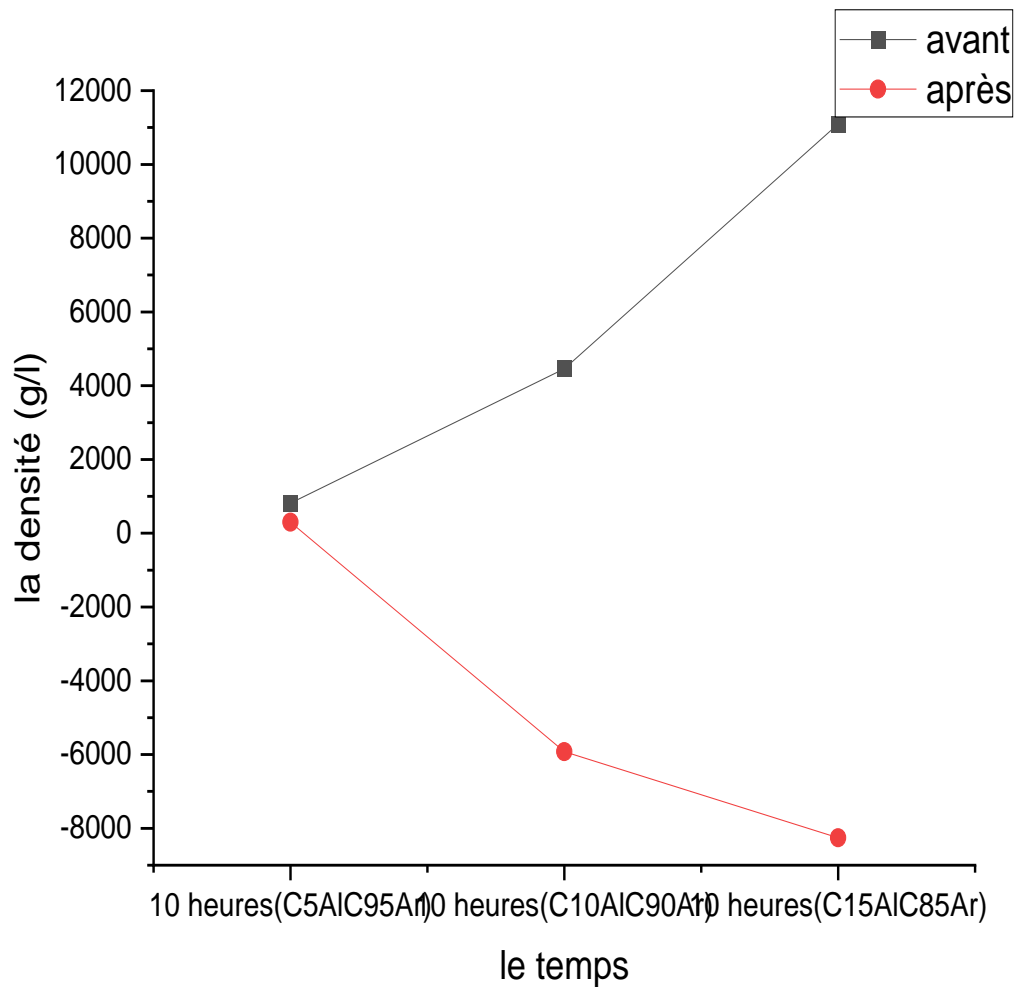


Figure III.22 : Résultats de la densité avant et après le frittage

Nous remarquons que la valeur de la densité change avant frittage et après, car elle augmente avant le frittage et diminue complètement après le frittage.

On peut dire que le frittage affecte la densité du matériau.

III.4. Calcination :

On prépare une poudre d'argile, une poudre de mélange (C15AlC85Ar) broyées pendant 10 h, après le broyage, la poudre passe par une cuisson de 2 h à une température de 750 °C, et en deuxième fois un broyage de 10 h.



Argile



Mélange (C15AlC85Ar)

Figure III.23 : Quelques poudres après calcination.

III.4.1. Pastilles après la calcination :



Figure III.24 : Pastilles après la calcination

III.4.2. Frittage des pastilles après la calcination



Figure III .25: Pastilles après le frittage

On remarque que les pastilles n'a pas changé après le processus de frittage, et cela est dû au processus de calcination, qui à son tour a permis aux éléments volatiles et des impuretés, à des basses températures de partir (se volatiliser) de l'argile sous formes de poudres avant le pressage.

III.4.3. La densité

Tableau III.5 : Résultats après et avant le frittage

Produits	Avant le frittage	Après le frittage
Argile	6485	2852
Mélange(C15AlC85Ar)	8811	5890

On remarque une diminution de la valeur de densité après le frittage
Cette tendance n'est pas normale.

Conclusion

Dans le présent chapitre, une étude détaillée de la granulométrie suite au broyage a été effectuée. Cette dernière a montré l'efficacité du broyage qui a permis de réduire d'une manière significative la taille des grains de la poudre.

Le pressage a montré l'existence d'une valeur maximale de la pression qui varie en fonction de la finesse de la taille des grains de la poudre. Plus la taille des grains est réduite, moins on a besoin de pression pour faire rentrer les grains en contact et obtenir le compact pulvérulent facilement.

Le frittage à 1100°C pendant 2 heures, a permis la consolidation des échantillons cependant des fissures importantes ont été aperçues sur les échantillons finement broyés pendant des temps différents à savoir : 2, 4, 6, 8, 10, 20 h, ce fait peut être attribué à un retrait contrôlé et également aux diverses transformations pouvant avoir lieu au cours du frittage et probablement lié à des départs de certains composants de l'argile comme cela a été confirmé auparavant par l'analyse ATD/ATG.

La calcination de la poudre à 750°C pendant 2 heures a permis l'amélioration des aspects extérieurs des pastilles frittées.

*Conclusion
générale*

Conclusion générale et Perspectives

L'objectif principal consigné à la présente étude était d'élaborer un matériau céramique à base de l'argile rouge et de ses composites (argiles alliés à l'alumine avec des compositions différentes), la réalisation de ce travail a été réalisée avec succès en suivant un procédé classique de métallurgie des poudres.

Une étude détaillée de la granulométrie de la poudre en fonction de la durée du broyage a été effectuée. Cette dernière a montré l'efficacité du broyage qui a permis de réduire d'une manière significative la taille des grains de la poudre.

L'étape du pressage a montré l'existence d'une valeur maximale de la pression qui varie en fonction de la finesse de la taille des grains de la poudre.

Le frittage à 1100°C pendant 2 heures, a permis la consolidation de échantillons, cependant des fissures importantes ont été aperçu sur les échantillons, ce fait peut être attribué à un retrait contrôlé et également aux diverses transformations pouvait avoir lieu au cours du frittage. Pour pallier à ce problèmes, on a réalisé une étape intermédiaire de calcination à une température de 750°C pendant 2 heures, ce processus a permis à la poudre de se séparer des impuretés et composés volatiles et se dégradants à basses températures et ainsi une correction nette des aspects extérieures et obtenir des échantillons sans fissures apparentes. Ces résultats ont été bel et bien corrélés aux diverses manifestations constatés par les essais couplés ATD/ATG à hautes températures.

Par ailleurs, des essais de caractérisations des phases en présence par diffraction des rayons X, et une analyse de la microstructure des matériaux par microscopie électronique à balayage ont été initialement programmés, mais malheureusement (non disponibles au niveau de notre université), les appareils sont tombés en pannes au niveau des universités de Sétif et celle de Laghouat où on a décroché initialement un accord de principe pour faire passer nos échantillons.

Ainsi, on propose comme perspectives à ce travail, une analyse détaillée des phases notamment après introduction de l'alumine et aussi une analyse microstructurale pour estimer avec exactitude le taux de porosité, la tailles des grains ainsi de les fissures (tailles, distribution, nature).

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] CAILLÈRE, S., HENIN, S., et RAUTUREAU, M. Minéralogie des argiles: Classification et nomenclature (Tome 2). *Masson*, 1982, p. 9
- [2] G. Mellot, *Géologie Des Argiles*, Tomel, Masson, 1954.
- [3] KINGERY, W. David, BOWEN, Harvey Kent, et UHLMANN, Donald R. *Introduction to ceramics*. John wiley & sons, 1976.
- [4] AGNIEL, Yvan. Rôle des propriétés des granules pour la fabrication de pièces de poudres céramiques granulées sans défaut de compaction. 1992. Thèse de doctorat. Lyon, INSA.
- [5] GOODMAN, Joseph W. Statistical properties of laser speckle patterns. In: *Laser speckle and related phenomena*. Springer, Berlin, Heidelberg, 1975. p. 9-75.
- [6] LEVIN, Igor et BRANDON, David. Metastable alumina polymorphs: crystal structures and transition sequences. *Journal of the american ceramic society*, 1998, vol. 81, no 8, p. 1995-2012.
- [7] SOUSA, Sidnei José Gomes et HOLANDA, José Nilson França de. Sintering behavior of porous wall tile bodies during fast single-firing process. *Materials Research*, 2005, vol. 8, no 2, p. 197-200.
- [8] NGOH, Francis Etutu. *Heavy Metals Adsorption by Fiber Ash*. 2006.
- [9] KOURAT, Djedjiga. Modélisation de la repture diélectrique dans les céramiques à haute teneur en alumine soumises à des contraintes électriques. 2012. Thèse de doctorat. Ummto.
- [10] BELHOUCHE, Hocine. *ELBORATION ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A DISPERSOIDES A BASE D'ALUMINE ET DE ZIRCON*. 2018. Thèse de doctorat.
- [11] ACADEMIQUE, MASTER. *ELEMINATION D'UN POLLUANT ORGANIQUE PAR ADSORPTION SUR UNE ARGILE NATURELLE*. 2021. Thèse de doctorat. Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem.
- [12] HERNANDEZ, German Montes. Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) et analyse digitale d'images. 2002. Thèse de doctorat. Université Louis Pasteur-Strasbourg I.

Références bibliographiques

- [13] CAILLÈRE, Simonne et HÉNIN, Stéphane. Propositions pour normaliser la nomenclature des minéraux argileux. Bulletin du Groupe français des Argiles, 1957, vol. 9, no 4, p. 77-83.
- [14] SAMAKÉ, Drissa. Traitement des eaux usées de tanneries à l'aide de matériaux à base d'argile. 2008. Thèse de doctorat. Université Joseph-Fourier-Grenoble I.
- [15] FREDY, RADOLALAINA Jean. VALORISATION DES ARGILES: ISOLATION THERMIQUE POUR LA REALISATION D'UN MINI-FOUR.
- [16] CAILLÈRE, Simonne, HÉNIN, Stéphane, et RAUTUREAU, Michel. Minéralogie des argiles: structure et propriétés physico-chimiques. Paris : Masson, 1982.
- [17] ERRAIS, Emna. Réactivité de surface d'argiles naturelles: Etude de l'adsorption de colorants anioniques. 2011. Thèse de doctorat. Strasbourg.
- [18] JEANS, C. V. Eslinger E. & Pevear D. 1988. Clay Minerals for Petroleum Geologists and Engineers. SEPM Short Course Notes no. 22. ix+ 405 pp. Tulsa: Society of Economic Paleontologists and Mineralogists. Price US \$33.00 (paperback). ISBN 0 918985 000. *Geological Magazine*, 1989, vol. 126, no 3, p. 324-324.
- [19] FREDY, RADOLALAINA Jean. VALORISATION DES ARGILES: ISOLATION THERMIQUE POUR LA REALISATION D'UN MINI-FOUR.
- [20] CAILLÈRE, Simonne, HÉNIN, Stéphane, RAUTUREAU, Michel, *et al.* Minéralogie des argiles. 1982.
- [21] DI GIOVANNI, Christian, DISNAR, Jean-Robert, TURPIN, Sarah, *et al.* Estimation de la contribution des matières organiques remaniées au stock organique des sols et sédiments lacustres (bassin lacustre des Peyssières, Hautes-Alpes, France); résultats préliminaires. Bulletin de la Société géologique de France, 1999, vol. 170, no 2, p. 121-129.
- [22] Morel, R. 1989, France. Les sols cultivés, Edition Technique et documentation–Lavoisier, Paris,
- [23] HARRAT, Mohamed. Contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique. 2007. Thèse de doctorat. Ouargla, Université de Kasdi Merbah. Faculté des Sciences et Sciences de l'Ingenieur.

Références bibliographiques

- [24] RHAJEM, H. Ben, TESSIER, D., et PONS, Ch H. Comportement hydrique et évolution structurale et texturale des montmorillonites au tours d'un cycle de dessiccation-humectation: partie I. Cas des montmorillonites calciques. *Clay minerals*, 1986, vol. 21, no 1, p. 9-29.
- [25] AHN, Juno Ho et PEACOR, Donald R. Transmission and analytical electron microscopy of the smectite-to-illite transition. *Clays and Clay Minerals*, 1986, vol. 34, no 2, p. 165-179.
- [26] VELDE, B. Composition and mineralogy of clay minerals. In : *Origin and mineralogy of clays*. Springer, Berlin, Heidelberg, 1995. p. 8-42.
- [27] BOUDCHICHA, Mohamed Réda. Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de Kaolin-dolomite. 2010. Thèse de doctorat. UB1.
- [28] BENGUELLA, B. Valorisation des argiles Algériennes application à l'adsorption des colorants textiles en solution. 2009. Thèse de doctorat. Thèse de Doctorat de l'Université de Tlemcen.
- [29] NOUA, ZERARI. Synthèse bibliographique des métaux lourds et leur piégeage par adsorption sur des argiles.
- [30] MERABET, Djoudi et BELKACEMI, Hayette. Caractérisation minéralogique et chimique du kaolin de Tamazert (Algérie). In : *Annales de Chimie Science des Matériaux*. No longer published by Elsevier, 2003. p. 61-83.
- [31] BELHEND, Roufia. L'étude de la propagation des fissures d'une argile sous dessiccation.
- [32] SÉGALEN, Pierre. Contribution à la connaissance de la couleur des sols à sesquioxydes de la zone intertropicale: sols jaunes et sols rouges. *Cah. Orstom, Sér. Pédol*, 1969, vol. 7, no 2, p. 225-236.
- [33] BERGAYA, F. A. et VAYER, M. CEC of clays: measurement by adsorption of a copper ethylenediamine complex. *Applied clay science*, 1997, vol. 12, no 3, p. 275-280.
- [34] L. Pauling, The structure of chlorites, *Proceedings of the National Academy of Sciences, USA* 16,587(1930).

Références bibliographiques

- [35] B. Velde., Origin and mineralogy of clays, Clays and the environment, Springer, P8-41, 1995.
- [36] M. Tatiana DIATTA., « Matière première argileuses du Sénégal : caractéristique et applications aux produits céramiques de grande diffusion », these de doctorat, Ecole Doctorale Sciences, Technologies et Ingénierie (ED-STI) & Ecole Doctorale, Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique (SI-MMEA), Université Assane Seck De Ziguinchor et l'Université De Limoges, Le 23 Mai 2016.
- [37] F. Jean-Marie Haussonne«Céramiques pour composants électroniques »Technique de l'ingénieur ; Traité Electronique ; E1820.
- [38] I. Levin and D. Brandon, Metastable alumina polymorphs : Crystal structures and transition sequences, J. Am. Ceram. Soc, 81, 1998.
- [39] Philippe Voisin in « Métallurgie extractive de l'aluminium », Techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques, M2 340.
- [40] R. C. Erd: « Supplement to Mellor's Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry », Longman, New York, (1980), vol.5, Part A, section A1, p.7.
- [41] Maria Magdalena Şovar ; «du tri-isopropoxyde aux oxydes d'aluminium par dépôt chimique en phase vapeur : procédé, composition et propriétés des revêtements obtenus » ; thèse de Doctorat, institut national polytechnique de Toulouse.2006.
- [42] Michaël. Decup ; «Impact des procédés industriels de traitement sur les propriétés diélectriques des substrats d'Alumine utilisés dans les modules de commutation haute tension » ; thèse de Doctorat de l'Université Toulouse .2010.
- [43] Imane BENFEDILA, Halima BOUARISSA, Elaboration d'un matériau céramique a base de latérite local, Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi-Bordj Bou Arreridj.
- [44] B. JAFF, W. R. COOK and H. JAFF, Piezoelectric Ceramics. Academic. London, UK, (1971).
- [45] B.V. HIREMATH, A.I.KINGON and J.V.BIGERS, Reaction sequence in the formation Lead Zirconate. Lead Titanate solide solution, J.Am.Ceram.Soc.66,P 790-793, (1983).
- [46] KOLLI MOSTAFA, Elaboration et caractérisation thermomécanique de réfractaires à base de kaolin DD3, Université ferhat abbas-setif ufas (algérie), 2008.

Références bibliographiques

[47] ATHMAN Souad, contribution à l'étude du mécanisme de l'élimination de métaux lourds par adsorption à l'interface solide (argile) / liquide. Application, Thèse de doctorat.

Résumé

L'objectif de la présente étude est d'élaborer des matériaux céramiques à base d'une argile rouge locale, de la région de Medjana au nord de Bordj Bou Arreridj, et d'un mélange de cette dernière avec l'alumine.

Une étude granulométrique détaillée a montré l'efficacité du broyage utilisé qui a permis de réduire la taille de la poudre de départ d'une manière significative, l'effet de la taille des grains sur les pressions de mise en forme lors du pressage uniaxial sous a été faite avant de consolider le matériaux (argile, et composites) lors d'un frittage des poudres à 1100 °C pendant 2h. L'étude de l'évolution de la densité avant et après frittage des diverses matériaux élaborés a été réalisée.

المخلص

تهدف هذه الدراسة إلى تطوير مواد خزفية تعتمد على الطين الأحمر المحلي من منطقة مجانة شمال برج بوعريريج وخط الأخير مع الألمين.

أظهرت دراسة تفصيلية للقياس الحبيبي كفاءة الطحن المستخدم مما جعل من الممكن تقليل حجم مسحوق البداية بشكل كبير، كما تم عمل تأثير حجم الحبوب على ضغوط التشكيل أثناء الضغط أحادي المحور قبل دمج المواد (الطين ومركبات) أثناء تلييد المسحوق عند 1100 درجة مئوية لمدة ساعتين. تم إجراء دراسة تطور الكثافة قبل وبعد تلييد المواد المختلفة المفصلة.

Abstract

The objective of this study is to develop ceramic materials based on local red clay, from the Medjana region north of Bordj Bou Arreridj, and a mixture of the latter with alumina.

A detailed granulometric study showed the efficiency of the grinding used which made it possible to reduce the size of the starting powder significantly, the effect of the size of the grains on the shaping pressures during uniaxial pressing under was made before consolidating the materials (clay and composites) during powder sintering at 1100°C for 2 hours. The study of the evolution of the density before and after sintering of the various elaborated materials was carried out.