

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la technologie

Département Génie Mécanique

Mémoire

Présenté pour obtenir

LE DIPLOME DE MASTER

FILIERE : *Génie Mécanique*

Spécialité : **Génie des matériaux**

Par

- *Zouaoui Fatma*
- *Belalit Amina*

Intitulé

*Etude comparative des propriétés mécaniques et optiques d'Alumine et
de Spinelle* □

Soutenu le : 06/07/2022

Devant le Jury composé de :

| <i>Nom & Prénom</i> | <i>Grade</i> | <i>Qualité</i> | <i>Etablissement</i> |
|------------------------------|--------------|---------------------|----------------------|
| <i>Dr. Hocine Ziani</i> | <i>MCB</i> | <i>Président</i> | <i>Univ-BBA</i> |
| <i>Dr. Salim Benaissa</i> | <i>MRA</i> | <i>Encadreur</i> | <i>CDTA</i> |
| <i>Dr. Mouhamed Bentoumi</i> | <i>MCA</i> | <i>Co-Encadreur</i> | <i>Univ-BBA</i> |
| <i>Mr. Walid Dairi</i> | <i>MAA</i> | <i>Examineur</i> | <i>Univ-BBA</i> |

Année Universitaire 2021/2022



Remerciements

Nous remercions Allah, le tout puissant, le miséricordieux, de nos avoir donné la santé et tout dont nous nécessitassions pour l'accomplissement de cette mémoire.

Nous tiens à remercions tous les membres de familles pour la patience, les encouragements, l'agentillesse et le soutien qu'ils ont prodigué tous au long de ce travail.

Au cours de mes travaux, j'ai été encadré par Dr. Benaissa. Salim mon encadreur , aussi Dr.Bentoumi. Mohamed mon co-encadreur . Je leur adresse mes respectueux remerciements pour leurs disponibilités et pour m'avoir fait bénéficier de leurs connaissances scientifiques et de leurs conseils.

A cette occasion, je salue leurs qualités humaines et les remercie pour avoir accepté d'encadrer ce travail de thèse.

Nos vifs remerciement à tous les membres de jury de nous avoir honoré en acceptant de juger et évaluer ce modeste travaille.

Ma gratitude et mes remerciements vont aussi aux techniciens de laboratoires de matériaux non métallique a IOMP-Sétif.

Merci...



Dédicace

C'est avec un grand plaisir que Je dédie ce modeste travail:

À Ma mère qui a été pour moi une lumière qui me guide vers le bon chemin.

À Mon cher père qui a été mon soutien pour atteindre ce niveau.

À mes sœurs et mes frères qui n'ont pas hésité à m'aider et m'encourager.

À toute la famille,

À tous les amis, Amina, Nesrine, Rebiha, Assia, Fatima, Ihsen, Rayen et Chahra Qui m'ont apporté affection et soutien lors de la réalisation de ce travail.

A toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail .

A tous les étudiants du génie mécanique.



Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents que dieu les garde qui sont sacrifiant pour mon bonheur et ma réussite pendant mes études.

A ma chère sœur et frères qui m'ont encourager.

A ma grande famille chacun par son nom.

A tous mes amies : Fatma, Nesrine, Fatima, Rebiha, Ihssen, Rayan et chahra

Qui m'ont apporté affection et soutien lors de la réalisation de ce travail.



Liste des figures

| Titre | pag |
|--|-----|
| CHAPITER I | |
| Figure I.1 : Les différentes familles de la céramiques traditionnelles | 5 |
| Figure I .2 : Les différentes applications des céramiques techniques | 6 |
| Figure I.3 : Principe de la méthode de tirage Czochralski | 8 |
| Figure I. 4 : Illustration de diverses étapes du procédé CVD | 9 |
| Figure I.5 : Principe du dépôt PVD | 10 |
| Figure I .6 :Shéma de principe d'un montage de frittage SPS | 12 |
| Figure I.7 : Principales étapes du procédé Bayer | 14 |
| Figure I .8: Structure du spinelle en 3D | 16 |
| Figure I.9:Sélection d'applications et de composants spinelles ransparents | 18 |
| CHAPITER II | |
| Figure II.1 : L'alumine poly-cristalline | 21 |
| Figure II.2 : Le spinelle MgAl ₂ O ₄ | 22 |
| Figure II.3: Produits utilisés pour le nettoyage des échantillons. | 23 |
| Figure II. 4 : Machine de polissage. | 24 |
| Figure II.5 : Diffractomètre (Bruker AXS) | 25 |
| Figure II.6: Le profilomètre | 26 |
| Figure II.7 : Principe de fonctionnement d'un profilomètre mécanique. | 26 |
| Figure II.8 : Spectrophotomètre UV-Visible utilisé. | 27 |
| Figure II .9: Réfractomètre d'Abbé utilisé. | 27 |
| Figure II.10 :Microduromètre instrumenté de type Zwick Zhu 2.5 | 28 |
| Figure II.11: Dispositif souffleur de sable | 29 |
| Figure II.12 : Un microscope optique de type MEIGI TECHNO MT 8500. | 30 |
| Figure II.13 : Montage de mesure de la densité. | 31 |
| Figure II.14: Schéma représenté une empreinte Vickers et de la fissuration. | 32 |
| Figure II.15: Illustration schématique de la courbe charge – déchargement | 33 |
| Figure II .16: Les différentes bandes d'énergie. | 35 |
| Figure II .17: Exemple de détermination du gap d'énergie par l'extrapolation à partir de la variation de $(\alpha h\nu)^2$ en fonction de $h\nu$. | 36 |

| CHAPITER III | |
|---|----|
| Figure III.1 : Spectres d'analyse par diffraction de rayons x des échantillons du spinelle et d'alumine. | 39 |
| Figure III. 2 : Variation de la rugosité de surface des deux nuances Spinelle et Alumine. | 40 |
| Figure III. 3 : Densité relative du spinelle et alumine poly-cristalline. | 41 |
| Figure III.4:Variation de la diagonale d'empreinte du spinelle et d'alumine poly-cristalline en fonction de la charge d'indentation | 41 |
| Figure III.5: Variation de la diagonale d'empreinte de spinelle et d'alumine poly-cristalline en fonction de la charge d'indentation | 42 |
| Figure III.6: Variation de la dureté en fonction de la charge | 42 |
| Figure III.7 : Courbes charges-décharges de l'échantillon de crown pour les différentes charges d'indentations appliquées. | 43 |
| Figure III.8: Variation du module d'Young en fonction de la charge | 43 |
| Figure III.9: Variation de K_{IC} en fonction de la charge d'indentation. | 44 |
| Figure III.10: Spectres de transmission optique en ligne (RIT) de spinelle et d'alumine poly-cristalline avant sablage 90°. | 45 |
| Figure III.11: Spectres de transmission optique en ligne (RIT) de spinelle et d'alumine poly-cristalline après sablage 90°. | 46 |
| Figure III.12: Spectres de transmission optique en ligne(RIT) de spinelle avant et après sablage 90° | 46 |
| Figure III.13: spectres de transmission optique en ligne (RIT) d'alumine poly-cristalline avant et après sablage 90° | 47 |
| Figure III.14: Spectres de transmission optique en ligne (RIT) de spinelle avant et après sablage 45° | 47 |
| Figure III.15: Spectres de transmission optique en ligne(RIT) d'alumine poly-cristalline avant et après sablages 45° | 48 |
| Figure III.16: Largeur de la bande interdite : a- spinelle, b- alumine poly-cristalline | 48 |
| Figure III.17: Variation de l'indice de réfraction d'alumine en fonction du spectre d'émission | 50 |
| Figure III.18:Variation de coefficient de diffusion optique en fonction de la longueur d'onde pour les deux nuances. | 51 |
| FigureIII.19: Variation de coefficient de diffusion optique en fonction de la longueur d'onde pour le spinelle et l'alumine polycristtalline après 45° | 51 |
| Figure III.20: Micrographies d'état de surface de : a- spinelle avant sablage, b- spinelle après sablage, c- alumine avant sablage, d- alumine après sablage. | 52 |

Liste des Tableaux

| Titre | pag |
|--|-----|
| Tableau I.1 : Tableau récapitulatif comparant les propriétés thermiques, les propriétés mécaniques, les caractéristiques géométriques et les techniques de synthèses de différents types de matériaux (verres, monocristaux et céramiques) | 13 |
| Tableau I. 2 : Les principales propriétés de l'alumine Al ₂ O ₃ (céramique oxydée) | 15 |
| Tableau I.3: Les principales propriétés du spinelle MgAl ₂ O ₄ | 17 |
| Tableau II. 1 : Analyse de l'alumine BMA15 selon la fiche technique du fournisseur. | 22 |
| Tableau II.2 : Propriétés du spinelle S30CR selon la fiche technique de Baikowski . | 22 |
| Tableau III.1 : Rugosité de surface de spinelle et d'alumine poly-cristalline. | 39 |

Liste des abréviations

| | |
|----------------------------------|---|
| HEM | Method – Heat Exchanger |
| CZ | Méthode Czochralski |
| Al ₂ O ₃ | Oxyde d'aluminium ou l'alumine |
| MgAl ₂ O ₄ | Oxyde de magnésium et d'aluminium ou spinelle |
| CVD | Dépôt chimique en phase vapeur |
| PVD | Dépôt physique en phase vapeur |
| SPS | Spark Plasma Sintering ou frittage flash |
| HP | Pressage à chaud |
| HIP | Hot Isostatic Press |
| CFC | Cubique à face centrée |
| Hv | Durté Vickers |
| E | Module de young |
| K _{1c} | La ténacité |
| R _a | La régosité aréthmétique |
| R _q | La régosité quadratique |
| AFM | Microscope à force atomique |
| ISE | Institut Supérieur de l'environnement |
| RIT | Transmission optique en ligne |
| DRX | Diffraction desc rayons x |

Table des matières

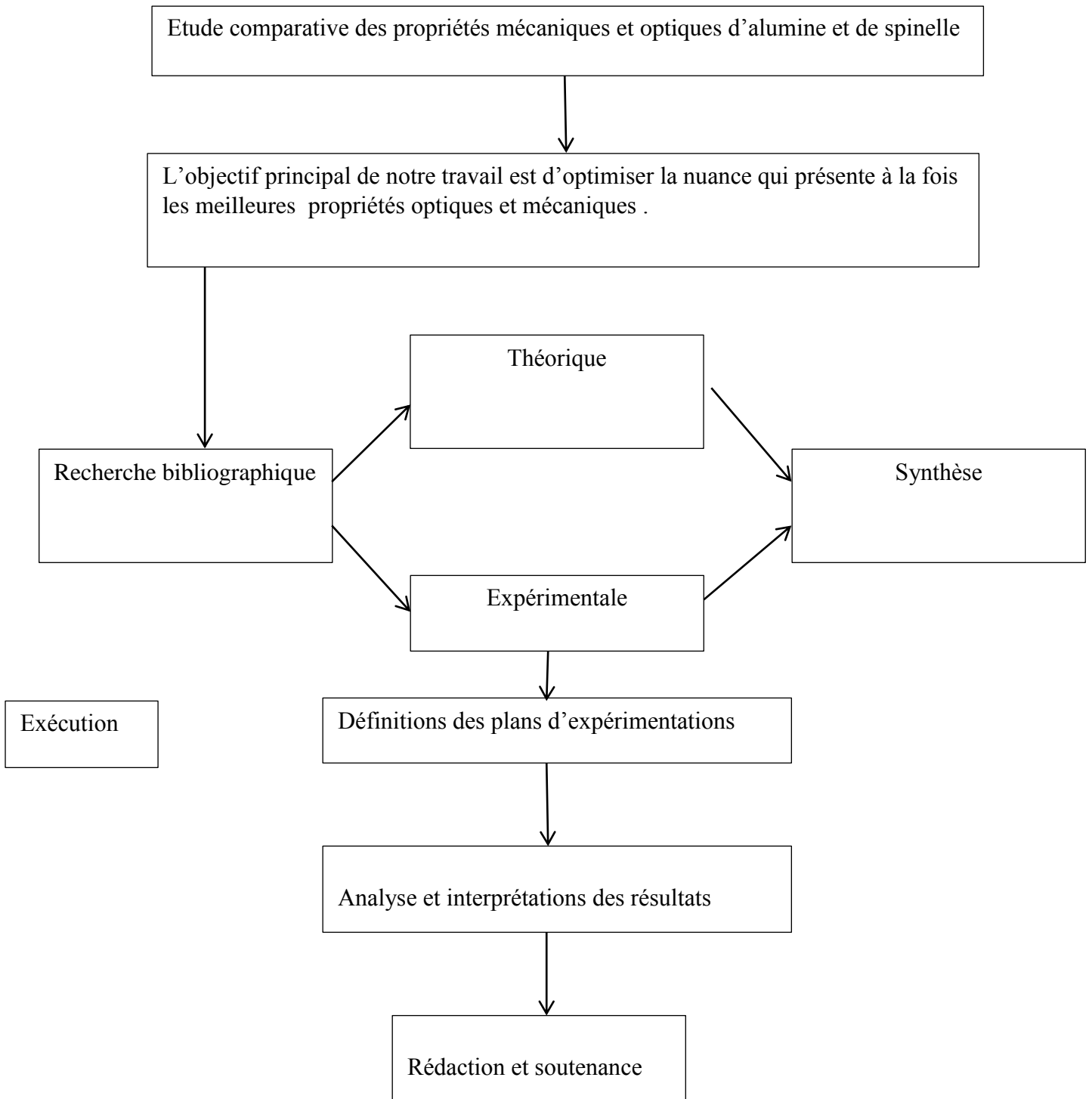
| Titre | pag |
|---|------------|
| Remerciements | |
| Dédicace | |
| Liste des figures | |
| Liste des Tableaux | |
| Sommaire | |
| Introduction Générale | 1 |
| Chapitre I Céramiques Transparentes | |
| I.1.Généralités sur les céramiques | 3 |
| I.1.1.Introduction | 3 |
| I.1.2.Histoire de la céramique | 3 |
| I.1.3.Définition | 4 |
| I.1.4.Les types des céramiques | 4 |
| I.1.4.1.Les céramiques traditionnelles | 4 |
| I.1.4.2.Les céramiques techniques | 6 |
| I.5.Les céramiques transparentes | 6 |
| I.5.1. Propriétés des céramiques transparentes | 7 |
| I.5.2.Types de céramiques transparentes | 7 |
| I.5.2.1.Les verres (Amorphes) | 7 |
| I.5.2.2.Les monocristaux | 7 |
| I.5.2.2.1.Définition | 7 |
| I.5.2.2.2.Méthodes d'élaboration des monocristaux | 7 |
| I.5.2.3.Les polycristaux | 9 |
| I.5.2.3.1.Définition | 9 |
| I.5.2.3.2.Méthode de fabrication | 9 |
| I.5.2.3.2.1. Dépôt chimique en phase vapeur | 9 |
| I.5.2.3.2.2. Dépôt physique en phase vapeur | 9 |
| I.5.2.3.2.3. Frittage | 10 |

| | |
|---|-----------|
| I.5.2.3.2.3.1. frittage naturel | 10 |
| I.5.2.3.2.3.2. frittage sous charge | 11 |
| I.5.2.3.2.3.3. frittage micro-ondes | 11 |
| I.5.2.3.2.3.3. frittage flash (SPS) | 11 |
| I.6.Alumine | 13 |
| I.6.1.Définition | 13 |
| I.6.2.Structure et génération des différentes variétés d'alumine | 14 |
| I.6.3.Propriétés de l'alumine | 15 |
| I.7.Le spinelle | 16 |
| I.7.1.Définition | 16 |
| I.7.2.Structure du spinelle | 16 |
| I.7.3.Propriétés du spinelle | 17 |
| I.7.4.Applications | 18 |
| I.8.Céramique optique | 19 |
| I.8.1.Définition | 19 |
| I.8.2.Propriétés optiques | 19 |
| I.8.3.Application des céramiques optiques | 19 |
| Chapitre II | |
| MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES | |
| II.1.Introduction | 21 |
| II.2.Objectif du travail | 21 |
| II.3.Matériaux utilisés | 21 |
| II.3.1. Alumine α (BMA15) | 21 |
| II.3.2. Spinelle $MgAl_2O_4$ (S30CR) | 22 |
| II.4.Equipements et procédés utilisés | 22 |
| II.4.1. Le nettoyage | 22 |
| II.4.2. Machine de polissage | 23 |
| II.4.3. Diffraction des rayons x | 24 |
| II.4.4.Profelomètre | 25 |
| II.4.5. Spectroscopie UV-Visible | 26 |
| II.4.6. Réfractomètre d'Abbé | 27 |

| | |
|--|-----------|
| II.4.7. Machine d'indentation | 28 |
| II.4.8. Dispositif de sablage | 28 |
| II.4.9. Microscope optique | 29 |
| II .5. Caractérisation mécanique | 30 |
| II. 5. 1 .Mesure de la densité apparente | 30 |
| II.5.2. Indentation Vickers | 31 |
| II.5.2.1 Dureté | 32 |
| II.5.2.2 Module d'Young | 32 |
| II.5.2.3 Ténacité | 33 |
| II.6. Caractérisation optique | 34 |
| II.6.1. Transmission optique en ligne RIT | 34 |
| II.6.2. Gap optique | 35 |
| Chapitre III | |
| RESULTATS ET DISCUSSIONS | |
| Introduction | 38 |
| III.1. Caractérisation microstructurale | 38 |
| III.1.1. Diffraction des rayons x (DRX) | 38 |
| III.1.2. Rugosité de surface | 39 |
| III.1.3. Densité | 40 |
| III.2. Caractérisation mécanique | 41 |
| III.2.1. Dureté Vickers | 41 |
| III.2.2. Module d' Young | 42 |
| III.2.3. Facteur d'intensité de contraintes K_{IC} | 43 |
| III.3. Caractérisation optique | 44 |
| III.3.1. Transmission optique en ligne RIT | 44 |
| III.3.2. Gap optique | 48 |
| III.3.3. Indice de réfraction | 49 |
| III.3.3.1. Indice de réfraction d'alumine | 49 |
| III.3.3.2. Indice de réfraction du spinelle | 50 |
| III.3.4. Coefficient de diffusion optique | 50 |
| III.3.5. Sablage | 52 |

| | |
|--------------------|-----------|
| CONCLUSION | 54 |
| Prespective | 55 |
| REFERENCES | 57 |

Pour réaliser cet objectif, nous avons exécuté la formule de travail suivant :



Introduction Générale

Introduction générale

La céramique est un matériau fragile, inorganique et non métallique. Elle est définie comme étant l'art de fabriquer la poterie qui, est basée particulièrement sur la propriété de l'argile à donner de la pâte plastique avec de l'eau, facile à façonner et devient par la suite dur et immuable après cuisson.

Généralement, les matériaux céramiques comprennent deux grands groupes : les céramiques traditionnelles et les céramiques techniques. Les céramiques traditionnelles sont obtenues par la mise en forme à l'état plastique et par addition d'eau, ensuite cuisson (frittage et fusion de silice). L'argile est une des principales matières constituant les céramiques traditionnelles. Le feldspath (un fondant) est ajouté aux meilleures qualités de céramiques.

Les céramiques techniques se distinguent des céramiques traditionnelles par une température de mise en forme plus élevée, un contrôle plus précis des éléments constitutifs et des procédés de mise en forme particuliers et plus rigoureux.

Plus spécifiquement, les céramiques transparentes qui ont un large éventail d'applications dans l'industrie (les blindages transparents, les dômes missiles infrarouges, les verres de montres, les lampes à décharge, les lentilles et aussi les applications décoratives ...etc), et qui possèdent des meilleures propriétés mécaniques (dureté, résistance), physiques ainsi que chimiques (résistance à la corrosion). Ici où elle se décline en trois types (verres, monocristaux et polycristaux), ces derniers présentent des meilleures propriétés optiques et mécaniques avec une technologie majeure à faible coût de production.

En effet, notre recherche a été réalisée dans laboratoire d'Optique Appliquée (LOA) de L'Institut Optique et Mécanique de Précision et Laboratoire de Mécanique de Normandie (LMN) et Unité de Recherche Matériaux Emergents Université de FERHAT ABBAS de Sétif.

Le présent travail consiste à étudier les deux échantillons fragiles à savoir: spinelle et d'alumine frittés par frittage flash pour la caractérisation physiques, afin d'optimiser les bonnes conditions d'élaboration qui présentent à la fois les meilleures propriétés optiques et mécaniques.

Le mémoire s'articule autour de trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une description générale sur les céramiques ainsi que leurs classifications. Nous discutons sur les céramiques transparentes, leurs propriétés et les différentes méthodes d'élaboration en particulier la technique de frittage SPS qui, est par lesquels les deux échantillons spinelle et l'alumine ont étudiés théoriquement.

Le deuxième chapitre consiste à étudier les deux matériaux et les moyens utilisés, ensuite nous présentons les méthodes de préparation et la caractérisation de ses derniers.

Dans le troisième chapitre, nous présentons des résultats obtenus et discussions sur les différentes caractérisations de deux échantillons étudiés.

Et finalement, une conclusion générale et des perspectives qui prennent en compte les résultats auxquels nous avons abouti.

Chapitre I

Céramiques Transparentes

I.1.Généralités sur les céramiques :

I.1.1.Introduction :

La céramique vient du mot "keramos" qui signifie l'argile, c'est un matériau solide, non métallique et non organique. Parmi ses types, on trouve les céramiques polycristallines transparentes, qui sont parmi les types de céramiques les plus importants et les plus largement utilisés. Par conséquent, l'avantage d'avoir ces dernières céramiques est évident car ces céramiques ont de meilleures propriétés mécaniques et optiques avec un coût moins cher.

Alors dans ce chapitre nous exposons des généralités sur les céramiques ainsi que leur classification, dans cette partie nous focalisons sur les céramiques transparentes, leurs propriétés et les différentes méthodes d'élaboration en particulier la technique de frittage SPS que nous avons utilisée dans ce travail. Ensuite une étude particulière sera effectuée sur l'alumine et le spinelle.

I.1.2.Histoire de la céramique :

L'histoire de l'industrie de la céramique et de la poterie remonte à dix mille ans, lorsque l'art de la céramique se pratiquait en façonnant et brûlant de l'argile. Cette pratique était pratiquée dans de nombreuses civilisations anciennes, de l'âge de pierre et de la période néolithique [1], les premiers anciens artefacts de poterie remontent à l'âge de pierre et à la période néolithique, ces pièces ont été trouvées robustes, façonnées à la main et décorées avec des outils primitifs. La poterie à cette époque était soit monochrome, ou décorée de dessins de forme linéaire ou de forme géométriques simples.

Au III^e siècle av. J.-C, la première preuve de la production de poterie en tant qu'art a été trouvée pendant la période où la poterie était utilisée à des fins de chasse et funéraire dans la tradition chinoise. La poterie s'est également développée aux VII^e et X^e siècles après JC en plusieurs types ajoutant à la poterie, des tâches de céramique, des couleurs, des morceaux de verre et de porcelaine blanche et également apparue aux XII^e et XIV^e siècles après JC, la ville de Jingdezhen en tant que centre central pour la production de céramiques de manière scientifique et authentique, avec l'utilisation d'innovations artistiques et de formes inhabituelles et de nouvelles techniques ont également utilisé diverses formes de colorants, et ce développement a placé la Chine dans une importation florissante et société d'exportation, de plus au XV^e siècle, les plus anciens fours de fusion ont été développés et ont été ajoutés des matériaux synthétiques résistants à la chaleur, qui sont devenus des fours réfractaires ce qui a facilité la production de poterie, et donc la poterie est restée comme une principale catégorie de produits céramiques fabriqués en Europe et au Moyen-Orient. En plus au XVI^e après JC, les Chinois ont développé la porcelaine à cette époque en plus du kaolin au Moyen Âge, après la porcelaine s'est répandue d'abord dans tous les pays islamiques, plus tard en Europe en grande partie grâce aux voyages de Marco Polo, et nous arrivons à l'ère moderne, où la poterie s'est développée, sa

production relancée, et il y avait beaucoup d'intérêt pour ses méthodes de production et ses pièces précieuses et belles [1].

L'industrie de la poterie est réapparue comme un passe-temps commun pour de nombreux amateurs qui ont participé à de nombreux projets, car il existe des instituts qui sont apparus et qui enseignent ce métier, à l'heure actuelle, il n'y a théoriquement par une seule industrie de la céramique, mais il y a une longue liste d'industries qui relèvent du fameux procédé céramique, y compris la fabrication de verre, de ciment et aussi de gypse [1, 2].

I.1.3.Définition :

- Dans le langage courant, le terme céramique désigne un objet en argile cuite [3], c'est un matériau ou bien la technique qui peut avoir une composition cristalline ou semi cristalline, comme considérée que la céramique est l'un des matériaux qui répondus que l'on peut voir dans de nombreux aspects de la vie quotidienne à l'heure actuelle.

-Dans le langage scientifique les céramiques sont des matériaux solides inorganiques constitués par l'association d'éléments métalliques et non métalliques, elles sont mise en forme à partir d'une poudre de granulométrie adaptée qui est agglomérée, ensuite la densification et la consolidation de cet agglomérat sont obtenues par un traitement thermique appelé frittage. Elles sont aussi composées d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures.

-les matériaux céramiques sont la branche de matériaux la plus polyvalente, elles présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente (iono-covalente). Elles sont caractérisées par des températures de fusion relativement élevées, résistance à l'usure et à la corrosion très élevée, module d'élasticité élevé, aussi d'une dureté et des fragilités élevées combinées à des ténacités et une faible ductilité . L'absence de la plasticité rend la céramique susceptible de la rupture fragile [4, 5].

I.1.4.Les types des céramiques :

Les matériaux céramiques peuvent être subdivisés en deux groupes : les céramiques traditionnelles et les céramiques techniques :

I.1.4.1.Les céramiques traditionnelles :

Les céramiques traditionnelles modernes parfois appelées aussi conventionnelles ou silicatés c'est-à-dire les principales composés sont à base de la silice (SiO_2), elles représentent plus de 80 % de la croûte terrestre provient de l'oxygène. Où elles sont produit en grandes quantités et consiste par des matières naturelle d'un bon marché.

Elles sont élaborés à partir de mélanges de plusieurs matières premières minérales et brutes tels que (l'argile, kaolin, feldspath, et quartz), et généralement mise en œuvre par coulée (barbotine) pour la mise en forme par un procédé de compaction puis traités thermiquement à une température comprise entre 950 et 1400 °C.

Les céramiques traditionnelles sont de grande diffusion qui sont abondamment utilisés dans divers secteurs (bâtiments, travaux publics, articles domestiques, usages alimentaires et l'ornementation). Les céramiques traditionnelles peuvent se classer en différentes familles :

- les terres cuites, préparées entre 950 et 1050 °C, ont une porosité de 15 à 30 % (utilisations : tuiles, briques, conduits et tuyaux, poteries, ...)
- les faïences sont obtenues entre 950 et 1100 °C, leur porosité varie entre 10 à 20 % (utilisations : équipements sanitaires, vaisselle, carreaux, ...)
- les grès, formés à partir de grains de sable enrobés d'argile, se préparent entre 1020 et 1300 °C, leur porosité est de l'ordre de 1 à 5 % (utilisations : carreaux de sol, tuyaux, équipements sanitaires, ...);
- les porcelaines ont une faible porosité (0 à 2 %), leur température d'élaboration située entre 1100 et 1400 °C (utilisations : vaisselle, appareils de chimie, isolateurs électriques,...)[5,6].



caractérise par un coefficient de transmission élevé des ondes électromagnétiques dans une gamme de longueurs d'onde incluant généralement la lumière visible [11].

I.5.1. Propriétés des céramiques transparentes :

Les céramiques transparentes présentent des propriétés remarquables notamment:

- Fonctions optiques : les céramiques transparentes ont d'excellentes propriétés de transmission.
- Force et dureté mécanique : les pièces céramiques de spinelle sont utilisées dans les vitrages blindés.
- Stabilité chimique.
- Résistance thermique : les céramiques transparentes et translucides sont stables, même à des températures jusqu'à 1600 °C [12].

I.5.2. Types de céramiques transparentes :

I.5.2.1. Les verres (Amorphes) :

Le verre est un matériau inorganique non cristallin qui est marqué par se à la fois par sa dureté et sa fragilité [13], utilisé dans de nombreuses applications de notre vie quotidienne. Le verre est fabriqué à partir de matières premières naturelles et abondantes (sable, carbonate de soude et calcaire) qui sont fondues à très haute température pour former un nouveau matériau : le verre. À haute température, le verre est structurellement similaire aux liquides, mais à température ambiante, il se comporte comme des solides. En conséquence, le verre peut être coulé, soufflé, pressé et moulé dans de nombreuses formes [14]. Les matériaux en verre sont d'excellents isolants thermiques et isolants électriques, et ont une rigidité diélectrique élevée. Aux températures ordinaires, les matériaux en verre sont relativement solides, inertes, biologiquement inactifs et résistants à la corrosion [15].

I.5.2.2. Les monocristaux :

I.5.2.2.1. Définition :

Un monocristal est un matériau solide constitué d'un seul et unique cristal, est un bon substitut au verre, en raison de sa structure cristalline, il possède de bonnes propriétés optiques et mécaniques [16].

I.5.2.2.2. Méthodes d'élaboration des monocristaux :

Les monocristaux sont cristallisés de plusieurs façons qui peuvent être classées en deux Types: croissance lente et croissance rapide [16] :

- méthodes à croissance rapide : la méthode Verneuil ; Technique de Bridgman ; Technique

HEM (Method-Heat Exchanger) ; La méthode de Czochralski ...

- Les méthodes à croissance lente : La croissance en solution aqueuse et La croissance hydrothermale...
- La méthode Czochralski a été accroître par Jan Czochralski [17], est actuellement la méthode la plus couramment utilisée pour produire des monocristaux en vrac. Le procédé Czochralski Produit des monocristaux de grandes dimensions et d'excellente qualité optique. Le procédé CZ consiste à cristalliser le matériau du bain dans le creuset. Ces cristaux montent et se solidifient grâce à la capillarité du noyau. Les cristaux formés sont extraits en remontant lentement le noyau. Il est important de bien régler, tourner l'alimentation électrique de l'élément chauffant et contrôler le diamètre du porte-graines pour compenser la température.

Le saphir matriciel est le plus utilisé dans le domaine optique en raison de la symétrie du réseau cristallin et peut être dopé avec un faible facteur de séparation. Le saphir est un matériau laser couramment utilisé et dopé au chrome ou au titane [18]. Les cristaux d' Al_2O_3 recouverts de titane Ti^{+3} sont recommandés car ils fonctionnent à la fois dans des états continus et pulsés. De ce fait, il débouche sur de nombreuses applications en sciences, en biologie... [19].

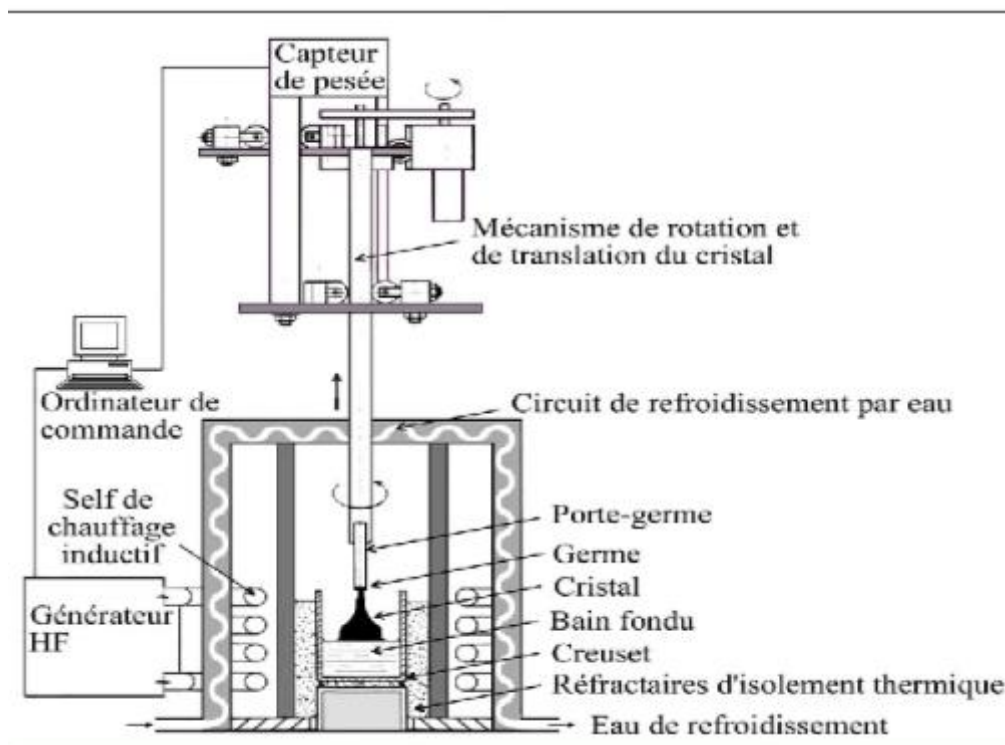


Figure I.3 : Principe de la méthode de tirage Czochralski [16]

I.5.2.3. Les polycristaux :

I.5.2.3.1. Définition :

Solide constitué d'un ensemble de cristaux de taille, de forme et d'orientation variée, séparés par des joints de grains . Le solide est pratiquement composé de nombreux cristaux ou grains imbriqués les uns dans les autres et dans des directions différentes [20].

I.5.2.3.2. Méthode de fabrication :

Les polycristaux sont fabriqués par trois méthodes : CVD, PVD servent à déposer des couches minces en plus de le frittage [21].

I.5.2.3.2.1. Dépôt chimique en phase vapeur : La technologie CVD permet le dépôt en phase vapeur par réaction chimique en phase gazeuse . Il est principalement utilisé pour durcir et renforcer les pièces et les outils en acier ou en carbure. Réduit la résistance à l'usure, l'adhésivité et le coefficient de frottement [22].

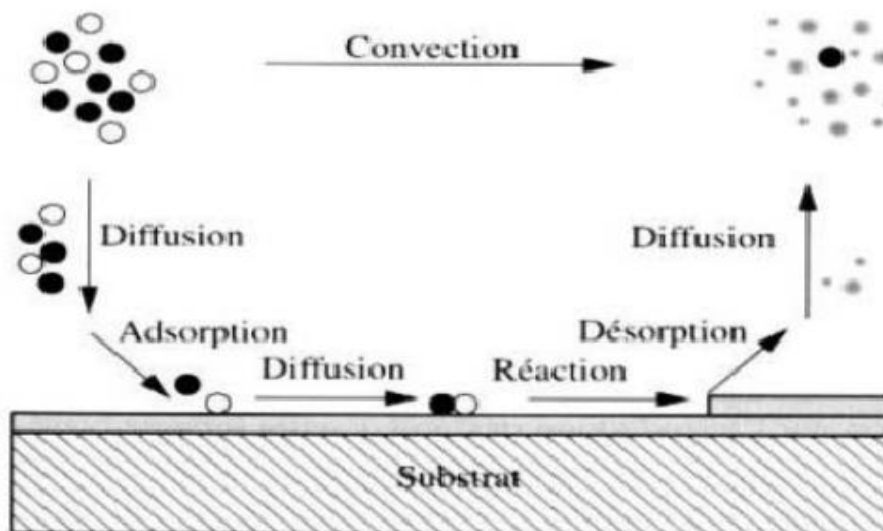


Figure I. 4 : Illustration de diverses étapes du procédé CVD [31].

I.5.2.3.2.2. Dépôt physique en phase vapeur : la technologie PVD est le processus de revêtement des dépôts de métal dur avec de la vapeur de métal ionisé. En réagissant avec un gaz particulier, cette vapeur forme une fine couche d'une composition particulière sur le substrat. Les deux techniques sont la pulvérisation et l'arc cathodique largement utilisés. Dans le processus, la vapeur est formée en projetant un gaz ionisé sur une cible métallique[23].

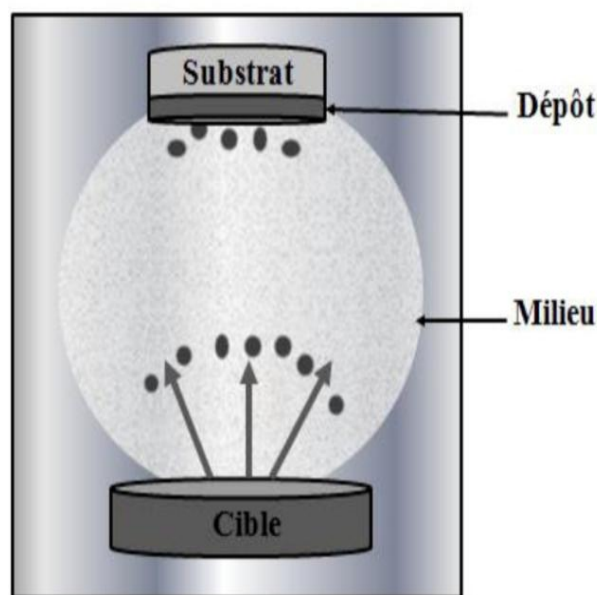


Figure I.5 : Principe du dépôt PVD [23]

I.5.2.3.2.3. Frittage : Le frittage est la dernière étape de la production de matériau céramique, car il s'agit d'un phénomène complexe de nombreux études ont été menées à son sujet ces dernières années, cependant il n'existe aucune théorie capable de l'expliquer et d'analyser ce processus, que ce soit d'un point de vue thermique [24].

En nous briefant sur certaines notions, nous nous sommes rendus compte qu'il est difficile de définir une notion claire et précise de ce qu'on appelle le procédé de frittage, où l'on trouve des nombreuses définitions dans la littérature, mais la plus répandue est celle que Cizéron proposait en 1968. Le procédé de frittage permet la transformation d'un matériau poreux ou de particules de poudre, comprimées ou non, en un matériau solide et résistant mécaniquement par traitement thermique, et sous l'influence d'une température élevée mais inférieure au point de fusion (uniformité), cette évolution conduit à une diminution significative de la porosité par diffusion ionique ou atomique. Souvent, cette uniformité s'accompagne d'une condensation totale ou partielle, ce qui conduit à un rétrécissement de la taille de l'échantillon lors du traitement. Et enfin, on peut dire que le frittage est la dernière étape que nous franchissons pour produire un matériau céramique, ou plutôt c'est le cœur du processus céramique [25]. Parmi les types de frittage, on citera, en particulier:

I.5.2.3.2.3.1. frittage naturel :

C'est une technique de traitement thermique simple et également sans contraintes extérieures sur les pièces préformées. Le frittage naturel ne permet pas l'épaississement de tous les types de céramiques. Ce procédé est économique et peu coûteux, mais conduit souvent à une porosité résiduelle importante, et il est donc difficile d'obtenir des conditions qui réduisent la quantité de Il est possible

d'éviter cette porosité et d'éviter une croissance excessive de celle-ci, puisqu'il faut utiliser des additifs et essayer de contrôler complètement l'atmosphère calcifiée. [21,24].

I.5.2.3.2.3.2. frittage sous charge :

Lors du processus de frittage sous charge, le matériau est comprimé de manière uniaxiale lors du chauffage à haute température dans le moule et en général et assez simple, c'est le processus traditionnel et ancien qui était utilisé dans la métallurgie des poudres, qu'il s'agisse d'une condensation en phase solide ou en présence de la phase liquide où la pièce était L'extrémité de l'outil ou de la machine a une variété de formes complexes, des outils en diamants coûteux doivent être utilisés dans le processus d'usinage [24].

I.5.2.3.2.3.3. frittage micro-ondes :

Récemment, les chercheurs ont réalisé qu'ils pouvaient utiliser des fours à micro-ondes, car il s'agit d'une technologie relativement nouvelle pour la fabrication et le frittage de nombreux types de céramiques tels (l'alumine Al_2O_3 , le spinelle $MgAl_2O_4$...). La principale différence entre le frittage par micro-ondes et le frittage réside dans les systèmes de chauffage conventionnels, dans le premier cas, la chaleur est générée dans les matériaux traités par interaction micro-ondes et matériaux, et dans le second cas, la chaleur est transmise de l'élément chauffant à la surface puis vers la partie centrale par rayonnement thermique et diffusion [26, 28].

I.5.2.3.2.3.3. frittage flash (SPS):

Le principe du frittage flash ou SPS est un procédé de mise en forme et de frittage des matériaux pulvérulents, qui est utilisé pour l'assemblage ou la synthèse des métaux, polymères, et du céramiques [27], Cette méthode est plus proche de celui du frittage à haute pression (HP) [28]. La poudre à former est introduite dans une matrice conductrice tout graphite à l'aide de deux pistons pour appliquer une contrainte uniaxiale sur l'échantillon au moyen d'un courant électrique. Les processus rhéologiques sont concentrés au niveau de la matrice, ce qui permet d'atteindre des vitesses de montée en température élevées. La matrice en graphite est généralement doublée de papier papyex (graphite fin), car celui-ci est placé entre l'échantillon lui-même et l'ensemble matrice / piston pour ce faire, afin de faciliter le retrait de l'échantillon après le frittage et d'éviter les réactions potentielles à haute température. La plupart du temps, les échantillons se présentent sous forme de comprimés [27, 28].

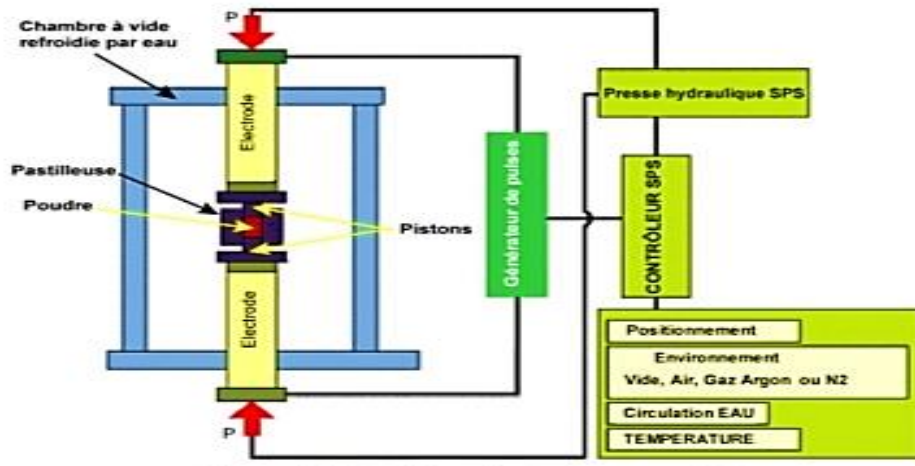


Figure I .6 :Schéma de principe d'un montage de frittage SPS [44]

En résumé, le tableau suivant compare les différents matériaux : verres, monocristal et les céramiques polycristallines, en termes de qualité optique, l'incorporation de dopants et de propriétés physiques.

Tableau I.1 : Tableau récapitulatif comparant les propriétés thermiques, les propriétés mécaniques, les caractéristiques géométriques et les techniques de synthèses de différents types de matériaux (verres, monocristaux et céramiques) [21]

| | | Monocristaux | Verres | Céramiques |
|--------------------------------------|---------------------|-------------------------|----------------------|----------------------|
| Technique de synthèse | Mise en œuvre | Difficile | Aisée | Aisée |
| | production en masse | Difficile | Déjà réalisée | possible |
| | Durée | Semaines | Heures | Heures |
| | Coût | Elevé | Faible | Faible |
| Caractéristiques Géométriques | Dimensions | Limitées par le Creuset | Limitées par le four | Limitées par le four |
| | Mise en forme | Difficile | Facile | Facile et variée |

| Incorporation du Dopant | Taux de Dopage | Faible | Limité | Elevé |
|-------------------------|----------------|----------|----------|-------|
| | Homogénéité | Mauvaise | Mauvaise | Bonne |
| Propriétés Physiques | Conductivité | | | |
| | Thermique | - | - | ++ |
| | Dilatation | | | |
| | Thermique | - | + | - |
| | Ténacité | + | - | + |
| Paramètre de choc | + | | | |
| Thermique | | | | ++ |

I.6.Alumine :

I.6.1.Définition :

L'alumine ou bien l'oxyde d'aluminium est un composé chimique de formule (Al_2O_3) , il existe naturellement dans la bauxite sous forme d'un alumine hydratée (40 à 60 %) mélange avec la silice et à l'oxyde de fer [29]. Il a été obtenu pour la première fois par coble en 1962. C'est un matériau céramique très intéressant grâce à sa bonnes propriétés mécaniques et chimiques, il est utilisé largement dans des différents domaines d'application [21]. Le majeur procédé chimique historique d'extraction de l'alumine a été mise en œuvre en 1888 par le scientifique Karl Josef Bayer [30].

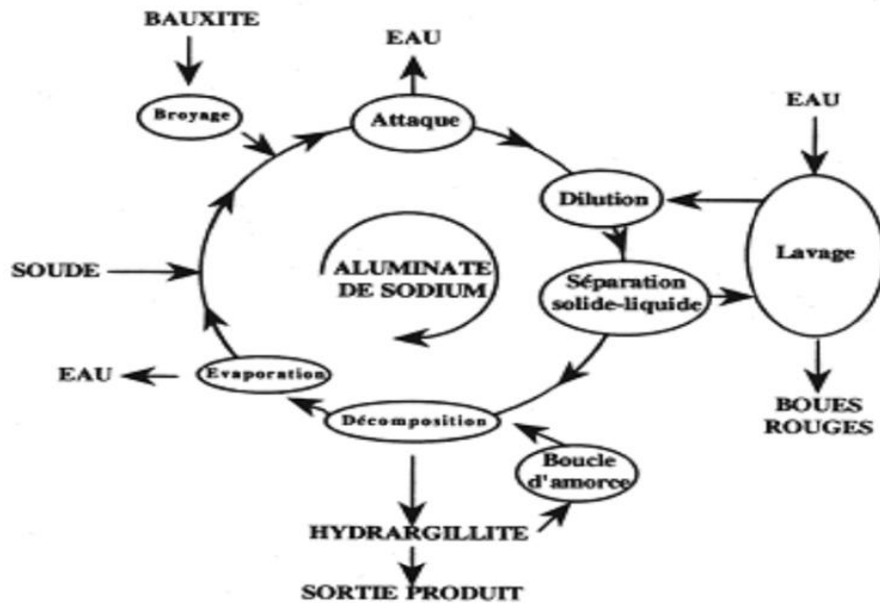


Figure I.7 : Principales étapes du procédé Bayer [46]

I.6.2. Structure et génération des différentes variétés d'alumine :

L'alumine (Al_2O_3) est un céramique composé d'ions O^{2-} dans une structure hexagonale compacte, avec des ions Al^{3+} remplissant les deux tiers des sites octaédriques pour atteindre l'équilibre électrique entre les charges [31]. Les cations Al^{3+} octaédriques formé par le réseau d'anions O^{2-} , et donc les deux sites restant sont des lacunes [32].

Cet oxyde possède plusieurs allotropiques métastables (γ , δ , θ , χ , ...) obtenus à différents températures de transition, pour lesquels ces alumines possèdent des alumines dites de transition, naturellement présente dans la bauxite ($\text{Al}(\text{OH})_3$), le forme coridon ou alpha-alumine est le plus courant naturellement sous forme cristalline d'alumine d'un polymorphe stable, à des températures supérieures à 1050 [32, 33].

- **Phase Alpha** : appelé le coridon, il a une structure rhomboédrique. Formation d'ions O^{2-}

L'empilement serré hexagonal et les cations Al^{3+} occupent les 2/3 des sites octaédriques. Cette phase est stable au-dessus de 1150 °C. Sa formation est exothermique et irréversible.

- **Phase gamma** : A une structure de type spinelle AB_2O_4 lacunaire. Chaque cellule contient 32 ions O^{2-} et 64/3 en aluminium pour remplissage stœchiométrique. Les ions Al^{3+} occupent deux sites octaédriques et tétraédriques [33].

- **Phases éta, delta et thêta** : également composées de sous-réseaux d'oxygène emballage cubique compact, avec différentes distributions interphase des ions Al^{3+} dans les sites interstitiels octaédriques et tétraédriques, triez progressivement avant de passer au stade alpha.
- **Phase kappa** : Il a été proposé à une structure orthorhombique ainsi que les ions Al^{3+} occupent les deux sites tétraédriques et octaédriques, avec des phases compacts d'ions O^{2-} [33].

I.6.3. Propriétés de l'alumine :

L'alumine est un matériau céramique qui est le plus utilisé pour la fabrication de céramique technique, elle possède généralement d'une bonne résistance mécanique, résistance aux acides et alcalins, et d'une bonne résistance à la compression, une forte dureté et une bonne stabilité thermodynamique, avec une température de fusion très élevée, de plus un faible coefficient de dilatation et un coût de préparation relativement faible, une bonne résistance à la corrosion et à l'usure tout en présentant une densité très faible. D'autre part, il est bénéfique également des propriétés électriques et thermiques intéressantes. Grâce à ses bonnes propriétés, l'alumine devient créatrice d'un multiple d'applications surtout pour les plaques, ils sont utilisés presque dans tous les domaines (mécanique, électrique, électronique,....) [33, 21].

Tableau I.2 : Les principales propriétés de l'alumine Al_2O_3 [32, 48]

| Caractéristiques | Valeurs |
|---|-----------|
| Température de fusion (K) | 1050 |
| Densité (g/cm ³) | 3.99 |
| Module d'Young (GPa) | ~ 400 |
| Dureté Vickers HV (GPa) | 15 – 19 |
| Résistance à la compression (MPa) | 200 – 400 |
| Ténacité (Mpa.m ^{1/2}) | 3.5 - 4.5 |
| Coefficient de Poisson | 0.26 |
| Coefficient de dilatation à 25°C ($10^{-6} K^{-1}$) | 6.7 |
| Conductivité thermique (W/mK) | 30 |

I.7. Le spinelle :

I.7.1. Définition :

Le spinelle ou aluminat de magnésium naturel, c'est un matériau céramique polycristallin transparent de la famille des oxydes, la formule moléculaire est $MgAl_2O_4$, il est considéré comme l'une des céramiques les plus prometteuses pour le développement de matériaux transparents, c'est une sorte d'industrie et de minéraux scientifiques d'un grand intérêt pour la recherche [34], s'appuie sur l'ensemble de leurs propriétés intéressantes, et possèdent également une excellente qualité optique, une dureté élevée à faible densité, et une maîtrise des coûts de mise en œuvre fine. Le spinelle est l'une des céramiques les plus importantes et les plus largement utilisées dans un large éventail d'applications optiques, électriques et structurelles, y compris les fenêtres à haute température, les fenêtres avancées, les lentilles, qui nécessitent une excellente transmission de la lumière visible dans l'infrarouge moyen [35,36].

I.7.2. Structure du spinelle :

Le spinelle communément appelé aluminat de magnésium ($MgAl_2O_4$) qui s'obtient à des degrés autour de 900 °C par réaction du composé stoechiométrique d'une solution solide d'alumine (Al_2O_3) et de manganèse (MgO) [21, 37]. Le spinelle a une structure cristalline qui forme un réseau cubique à face centrée (CFC) qui a été déterminé pour la première fois par Bragg et Nishikawa en 1915. Cette appartient au groupe d'espace du numéro (227 dans la table Internationale). Sa formule générale est AB_2O_4 où le A un cation divalents et B un cation trivalent, dans le cas du spinelle $MgAl_2O_4$ comporte 8 sites tétraédriques occupés par les cations (Mg^{2+}) et de la moitié des sites octaédriques (Al^{3+}) pour que les rayons ioniques : des cations magnésium ($r(Mg^{2+})$) sont (71 pm) et de l'aluminium (Al^{3+}) sont égaux (68 pm) se sont proches, tandis que celui l'oxygène est de 126 pm. Le paramètre de maille et donc égale : $a=0.80898 \mu m$ [38].

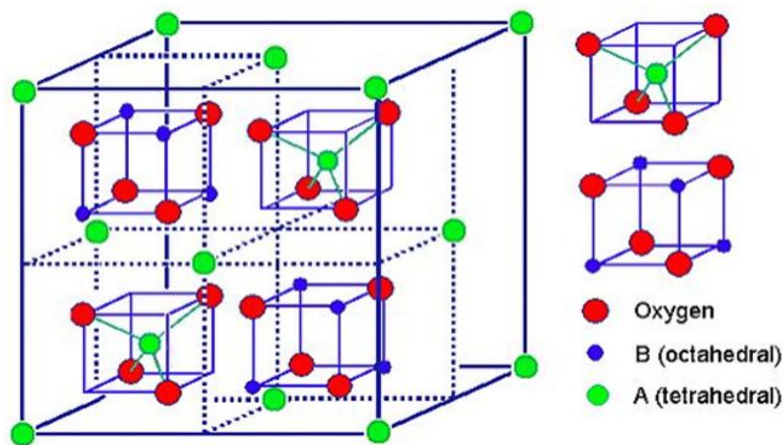


Figure I.8: Structure du spinelle en 3D [49]

I.7.3. Propriétés du spinelle :

Le spinelle $MgAl_2O_4$ est un matériau réfractaire qui possède des propriétés physico- chimiques très intéressantes dans la famille des matériaux céramiques il possède : D'une bonne dureté suffisante pour un faible densité ainsi qu'un coût d'élaboration maîtriser, un point de fusion très élevée coefficient de dilatation très faible , une résistance à la propagation modérée , bonne résistance mécanique et aussi résistance à la corrosion et l'usure , plus résistant à la plus part aux attaques chimiques et aussi du choc thermiques , et d'une excellente isolation électrique, il bénéficie également des bonnes propriétés optiques (excellente transmission du visible vers le milieu IR) [28, 36 , 39].

Tableau I.3: Les principales propriétés du spinelle $MgAl_2O_4$ [21]

| Caractéristiques | Valeurs |
|--|--|
| Température de fusion (K) | 2135 |
| Densité (g/cm ³) | 3.58 |
| Module d'Young (GPa) | ~ 295 |
| Dureté Vickers HV (GPa) | 12 – 15 |
| Résistance à la flexion (MPa) | 200 – 250 |
| Ténacité (MPa.m ^{1/2}) | 1.8 – 2.2 |
| Coefficient de Poisson | 0.26 |
| Coefficient de dilatation à 25°C (10 ⁻⁶ K ⁻¹) | 5.6 |
| Conductivité thermique (W/mK) | 14.8 (100°C) |
| Transmission optique théorique (%) | 89 ($\lambda = 4\mu\text{m}$) |
| Gap optique direct (eV) | 5.2 |
| Indice de réfraction | (isotrope) 1.774 ($\lambda = 800 \text{ nm}$) |

I.7.4.Applications :

Aujourd'hui le spinelle est considéré comme l'un des céramiques transparentes les plus importants dans notre vie quotidienne, il est connu par leurs excellente et diverses propriétés, les spinelles ont été développés ces dernières années avec un accent particulier sur la transparence et pour les applications à haute température, il a été utilisé comme des boucliers, des fenêtres infrarouges, fenêtres électromagnétique avancées, les lentilles optiques..etc, mais ils se sont également concentrés sur leurs performances optiques car les propriétés diélectriques micro-ondes des céramiques transparentes ont été rapportées [40]. Il a été représenté comme un catalyseur de soutien et dans de nombreuses applications, y compris la gestion de l'environnement, un matériau de structure dans réacteurs à fusion, les louches de coulée, les fours rotatifs à ciment et les fours à induction sous vide [41]. Il a été utilisé aussi dans les blindages par -balles transparent (hublot de véhicules mobiles), des visières de combattants, dans les dômes missiles, les vitres de sureté, les sièges de valves, les buses d'injection de fluides, dans les fenêtres à haute pression hublots de visée anti usure, et aussi dans les corps de montre transparents [42].

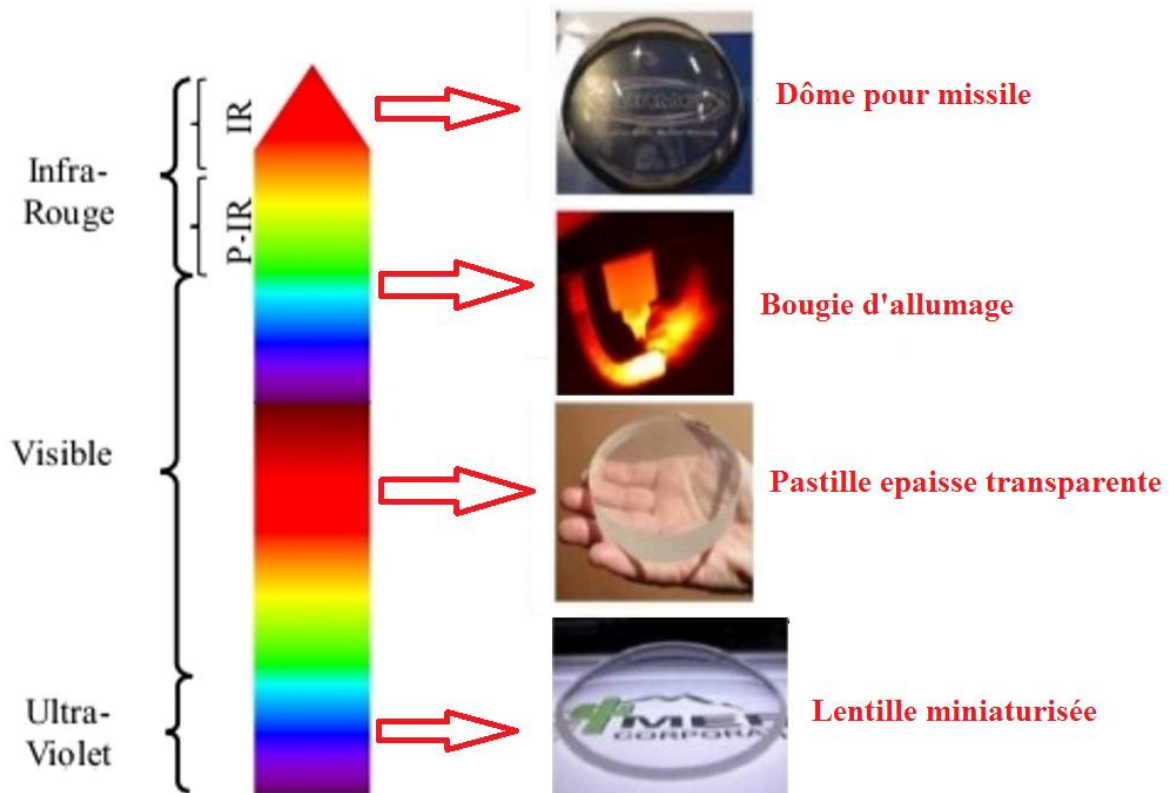


Figure I.9:Sélection d'applications et de composants spinelles ransparents [28]

I.8.Céramique optique :**I.8.1.Définition :**

Les céramiques transparentes sont généralement des céramiques à nanostructures, fabriquées à partir de nano poudres de très haute pureté et frittées par des procédés non les techniques de frittage traditionnelles (SPS, HIP...etc). Leur transparence est fortement influencée par granulométrie, la présence de pores, la fissuration et les joints de grains (naturel de la phase intergranulaire , son épaisseur, etc). On dit une céramique optique lorsqu'elle est apte à remplir une fonction dans ce domaine (transmission, réflexion et /ou réfraction des Rayons lumineux) . [21, 25, 28]

I.8.2.Propriétés optiques :

D'après toutes les définitions précédentes, on constate que les propriétés optiques les plus importants sont la réflectivité, la transmission, l'absorption et La diffusion. Lorsque le flux radiant est incident sur la surface d'un objet, il y a plusieurs des phénomènes se produisent : la transmission, l'absorption, la réflexion et la diffusion. Ces derniers phénomènes se traduisent par une diminution de l'intensité lumineuse après passage à travers un objet. Où la somme de Transmission (I_T), Réflexion (I_R), Diffusion (I_D) et L'absorption (I_A) est égale à l'intensité du flux de rayonnement incident (I_0) sur l'objet : [21]

$$I_0 = I_T + I_R + I_D + I_A \dots\dots (I.1)$$

I.8.3.Application des céramiques optiques :

Le domaine des matériaux céramiques optiques est un domaine relativement nouveau, on trouve aujourd'hui des céramiques transparentes qui sont utilisées dans :

- Domaine militaire de la fabrication de dômes de missiles infrarouges, guidage de missiles fabrication de boucliers transparents, fenêtres électromagnétiques.
- Il y a aussi un nouveau marché en voie de croissance actuellement pour la fabrication de lasers à énergie qui nécessitent des matériaux résistants leur permettant de dissiper la chaleur, la céramique pouvant également être utilisée dans le domaine médical avec des lasers chirurgicaux. Outre le champ optique du laser titane saphir fonctionnant en mode pulsé, une autre application des céramiques optiques est l'utilisation de lentilles optiques à des fins de miniaturisation des dispositifs optiques. (à partir d'appareils photo et de téléphones portables). [21, 43] .

Chapitre II

MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

II.1.Introduction :

La première partie de ce chapitre traite des principales nuances et procédures expérimentales utilisées dans cette étude pour la mise au point et la caractérisation, dans la deuxième partie de ce chapitre, les différents équipements utilisés seront présentés, et pour la troisième partie nous avons traité les différents essais menés sur les deux matériaux. Enfin, dans les deux dernières parties l'accent est mis sur les propriétés optiques (évolution des propriétés des propriétés optiques. La microstructure, la transmission lumineuse ainsi que l'évolution du gap optique, indice de réfraction, DRX etc.), et les propriétés mécaniques qui sont étudié par l'indentation Vickers, la dureté H_V , de plus, nous avons suivi l'évolution de la ténacité K_{IC} et du module d'élasticité E).

II.2.Objectif du travail :

L'objectif principal de notre travail est d'optimiser la nuance qui présente à la fois les meilleures propriétés optiques et mécaniques dans les différentes circonstances.

II.3.Matériaux utilisés :

Dans ce travail, nous avons étudié deux différentes nuances de type céramique poly-cristalline qui été déjà fabriqués par [21].

II.3.1. Alumine α (BMA15)

Le coridon ou alumine alpha (BMA15) est la poudre utilisée pour produire nos pastilles de diamètres 20 mm, qui sont frittés par SPS à 1200 °C sous une pression 73 MPa tout au long du cycle. La quantité de nano poudre utilisée pour fabriquer un échantillon de 20 mm de diamètre est égale à 2,18 g [21].



Figure II.1 : L'alumine poly-cristalline

Les propriétés chimiques du BMA15 sont résumées dans le tableau II.1.

Tableau II. 1 : Analyse de l'alumine BMA15 selon la fiche technique du fournisseur.

| BMA15 | SSA (m2/g) | Na (ppm) | K (ppm) | Fe (ppm) | Si (ppm) | Ca (ppm) |
|-------|------------|----------|---------|----------|----------|----------|
| | 14 | 8.6 | 32 | 4.4 | 6.3 | 1.7 |

II.3.2. Spinelle $MgAl_2O_4$ (S30CR)

Nous avons obtenu un spinelle transparent de type céramique en utilisant la poudre de $MgAl_2O_4$ (S30CR) besoin matière première de taille moléculaire élevée et de taille moléculaire plus fine dans lequel les particules ont été frittées à 1300 °C par frittage flash (SPS). La quantité de poudre utilisée pour fabriquer un échantillon de diamètre 20 mm est égale à 2,56 g [21].

**Figure II.2** : Le spinelle $MgAl_2O_4$

Les autres propriétés du S30CR sont résumées dans le tableau II.2.

Tableau II.2 : Propriétés du spinelle S30CR selon la fiche technique de Baikowski

| | SSA(m2/g) | Na(ppm) | K (ppm) | Fe (ppm) | Si (ppm) | Ca(ppm) | S (ppm) |
|--------------|-----------|---------|---------|----------|----------|---------|---------|
| S30CR | 31 | 13 | 35 | 1 | 36 | < 1 | ~600 |

II.4. Equipements et procédés utilisés :

II.4.1. Le nettoyage :

Tout d'abord, il faut nettoyer les échantillons avant de les utiliser, à l'aide d'une solution appelée l'acétone.

L'acétone est un liquide incolore (transparent), volatil et inflammable. C'est une forme de cétone. Sa formule est C_3H_6O . Il est utilisé principalement dans l'industrie et en laboratoire comme un solvant, dans de nombreuses préparations pharmaceutiques et commerciales : la fabrication d'adhésifs, de peintures, de médicaments et cosmétiques, l'extraction des huiles et des bougies, de plus, il est également utilisé pour nettoyer et sécher des pièces en laboratoire, c'est un produit très efficace pour retrier les taches (de peinture, de colle... etc). Ce liquide est considéré comme l'un des solvants

industriels les moins dangereux, mais cela ne veut pas dire qu'il est inoffensif, d'autant plus qu'il est très volatil, il peut affecter le système nerveux, irriter le nez, la gorge et aussi les yeux.

Par conséquent, nous devons prendre des mesures préventives en portant des tabliers, des gants et même des lunettes si nécessaire pour éviter tout contact. Les étapes adoptées dans le processus de nettoyage sont :

- Nous mettons la solution d'acétone dans un bol;
- Ensuite on émerge les échantillons dans le récipient ;
- Laissez-le pendant environ 10 minutes ;
- Et on l'enlève à l'aide de forceps pour éviter tout contact ;
- Enfin, nous séchons l'échantillon avec du coton.



Figure II.3: Produits utilisés pour le nettoyage des échantillons.

II.4.2. Machine de polissage :

MINITECH SPI 300 est une polisseuse manuelle utilisée pour le polissage des échantillons. Elle garantit un polissage optimal et permet une utilisation manuelle et automatique grâce à la puissance de son moteur. Elle est également équipée d'un écran tactile pour contrôler et ajuster les paramètres de polissage (vitesse du plateau, force du cycle, débit de pâte abrasive, etc.), d'un disque de diamètre 300 mm. Un protocole de polissage minutieux a été suivi pour diminuer la rugosité de surface de nos pastilles (pression, durée, vitesse, etc.). Durant le polissage nous avons utilisé des disques abrasifs fixes de SiC (80, 120, 600 et 1200) pour le rodage. Après ce dernier nous utilisons des pâtes de finition diamantées (6, 3, 1 et $\frac{1}{4}$ μm) afin d'améliorer l'état de surface et la planéité de nos échantillons.



Figure II. 4 : Machine de polissage.

II.4.3. Diffraction des rayons x :

La diffraction des rayons x (XRD) est une technique d'analyse structurale qui identifie les phases plus ou moins cristallines présentes dans une matrice, qu'il s'agisse de grumeaux, de poudres de forme ou de sédiments. Notre travail a été réalisé sur un diffractomètre automatisé (Bruker AXS) installé dans le laboratoire de l'Unité de Recherche Emergente, qui se compose principalement d'un tube à rayons x utilisant différentes sources lumineuses comme (le cuivre, le cobalt, etc.), d'une Plate-forme et d'un détecteur haute résolution. A partir de spectres de diffraction La technique consiste à diffracter les rayons X sur un échantillon solide.

Selon la loi de Bragg, un faisceau monochromatique de longueur d'onde (λ) est diffracté sur un plan automatique (hkl) : [44].

$$2d_{hkl} \cdot \sin\theta = n \lambda \quad (\text{II.1})$$



Figure II.5 : Diffractomètre (Bruker AXS)

II.4.4. Profelomètre :

Le Profilomètre de type TAYLOR HOBSON est un instrument utilisé pour mesurer le relief d'une surface, notamment dans le but d'évaluer la rugosité ou la micro-géométrie. Les profilomètres sont à leur origine dotés d'une pointe très fine en diamant. Où la profilométrie à contact est une technique basée sur le contact physique entre une pointe en diamant et la surface à mesurer. Un capteur solidaire de la pointe en mesure la position verticale Z lorsqu'on la déplace horizontalement (axe X) sur la surface, ce qui permet ainsi d'établir le profil $Z = f(X)$ de la surface. Cette technique est utilisée pour la détermination d'épaisseur de couche, et l'analyse de la topographie de surface, de l'ondulation de surface et de la rugosité de surface, de plus, il permet de mesurer la valeur de rugosité (R_a), la racine carrée moyenne de la rugosité (R_q).

La fonction R_q est définie selon la relation suivante : [51].

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L |Z^2(x)| dx} \quad (\text{II.2})$$

Avec :

Z : la fonction qui décrit le profil de la surface .

X : la position de l'échantillon .

L : la longueur d'évaluation .

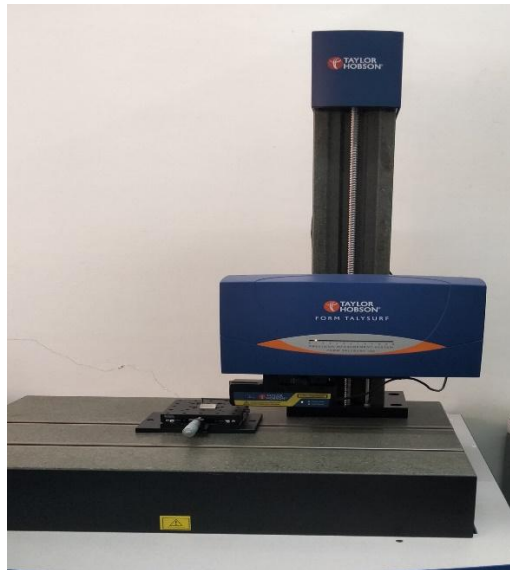


Figure II.6: Le profilomètre TAYLOR HOBSON

Le principe du profilomètre à contact se rapproche de celui des AFM à contact, ce principe est encore toujours très utilisé, mais il est aujourd'hui complété par nombre de dispositifs optiques. La figure II.7 explique le principe de fonctionnement d'un profilomètre mécanique.

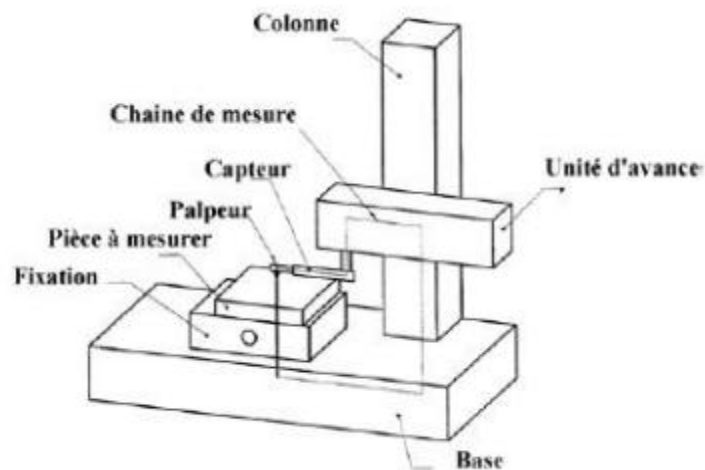


Figure II.7 : Principe de fonctionnement d'un profilomètre mécanique.

II.4.5. Spectroscopie UV-Visible :

La spectrophotométrie ultraviolet-visible est une technique de caractérisation optique non destructive, c'est la plus ancienne et la plus utilisée des méthodes d'analyse dans les laboratoires, elle renseigne sur les propriétés optiques de l'échantillon à analyser comme la transmission, la réflexion,

l'absorption de la lumière et l'estimation du gap optique. La transmission optique en ligne de nos échantillons a été mesurée sur un spectrophotomètre UV-Vis de la marque (Shimadzu UV-1800), existant dans laboratoire de l'université de Sétif, (figure II.7). L'appareil est connecté à un PC pour le traitement des données. Il peut effectuer un balayage dans la gamme spectrale s'étale sur un domaine allant de 200 à 1100 nm (lumière visible et proche infrarouge). Le traitement spectral est effectué à l'aide d'un logiciel (logiciel de spectroscopie UV Personal spectroscopy Software), avec lequel on peut dessiner les courbes de transmission en fonction de la longueur d'onde.

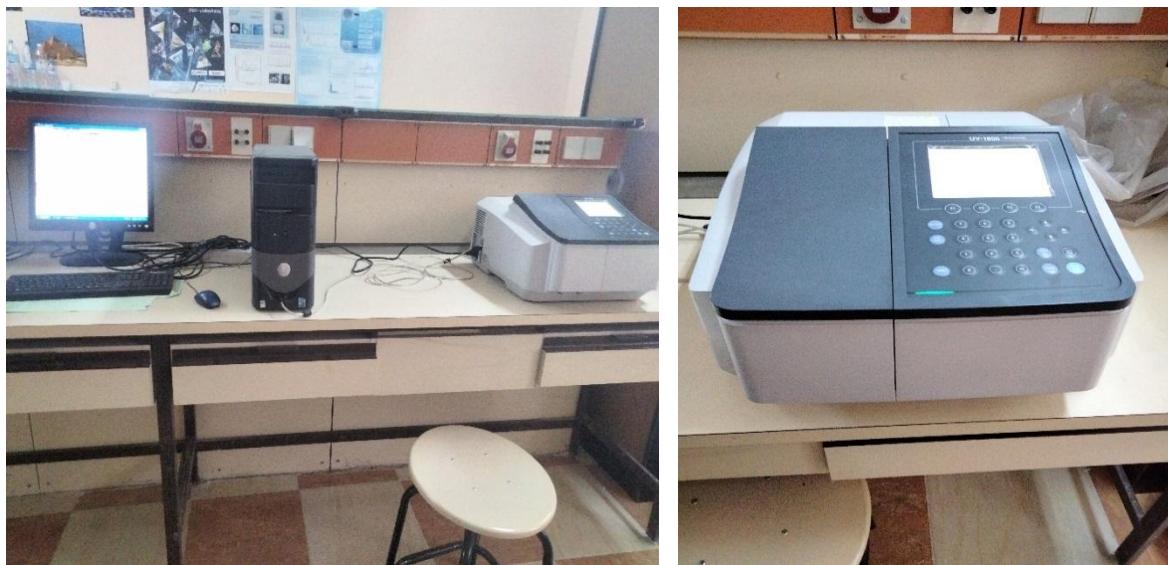


Figure II.8 : Spectrophotomètre UV-Visible utilisé.

II.4.6. Réfractomètre d'Abbé :

Le réfractomètre d'Abbe est un appareil de table qui permet la mesure de l'indice de réfraction avec une grande précision, également adapté à la détermination de l'indice de réfraction d'échantillons solides (tels que le verre). Un réfractomètre de (NOVEX 98,490) a été utilisé pour mesurer l'indice de réfraction de nos échantillons en utilisant la solution de bromo-naphtalène comme solution d'étalonnage, afin d'éliminer toute couche et ainsi assurer le contact entre l'échantillon et le dispositif.



Figure II.9: Réfractomètre d'Abbé utilisé.

II.4.7. Machine d'indentation :

La dureté Vickers a été développée dans les années 1920 par société britannique Vickers. Le principe du test d'indentation Vickers est basé sur le chargement d'un matériau à l'aide d'un testeur de microdureté. Cette méthode peut déterminer la dureté, le module d'élasticité et la ténacité des matériaux fragiles par les indentations et les fissures qui apparaissent à la surface. Ces fissures diffèrent et se développent selon l'application de la charge, ces résultats peuvent être stockés dans un ou plusieurs fichiers, et imprimer. Le logiciel comprend une échelle de mesure (résolution 0,0001 mm). L'indentation est très sensible à l'état de surface du matériau. C'est pour cette raison les mesures sont effectuées sur des échantillons qui présentent des états de surface strictement plane et perpendiculaire à l'axe du pénétrateur et bien poli, La charge doit être suffisamment importante pour obtenir une empreinte couvrant plusieurs grains pour mesurer la dureté polycristalline. L'équipement de l'indentation comprend : un piédestal ou cadre, table porte-échantillons, dispositif d'indentation avec pénétrateur Vickers, système optique d'observation (objectifs avec différents grossissements), système d'éclairage réglable et un micro-ordinateur qui contrôle l'ensemble du système.



Figure II.10 :Microduromètre instrumenté de type Zwick Zhu 2.5

II.4.8. Dispositif de sablage :

Pour avoir une simulation plus proche des conditions climatiques réelles qui prévaloir au Sahara, nous avons utilisé un sable sec qui se provient de la région d'Ourgla , ces particules apparaissent souvent de forme arrondie et sa granulométrie moyenne varie entre 250 et 500 μm , avec un dispositif souffleur de sable de type accidentel qui a été réalisé au niveau du laboratoire des matériaux non métalliques de l'institut d'optique et mécanique de précision. Ce dispositif est

correspondre aux normes DIN50332 et ASTM G76. Le dispositif souffleur de sable est composé essentiellement des éléments suivants :

- Un ventilateur à vitesse variable.
- Un canalisation de flux d'air.
- Une buse de longueur $L=1\text{m}$ et de diamètre $\phi_i=25\text{ mm}$.
- Une trémie d'alimentation en sable à débit variable.
- Une porte échantillon orientable (pivotable), (0 à 90°).

Dans notre étude nous avons choisi les conditions suivantes :

- La vitesse de sablage est 25 m/s.
- Le débit de sablage est fixé à 1.6 g/s.
- La distance buse échantillon est (7 cm).
- Les angles d'attaque sont : 45° et 90°.
- la masse de sable projetées est : $m_p = 300\text{ g}$.
- Les essais sont réalisés en atmosphère ambiante : 25 °C.

Le principe de fonctionnement de ce simulateur est illustré sur la figure II.11. Il consiste à projeter des particules de sable, accélérés par un flux d'air à l'aide du ventilateur à vitesse variable, sur la surface des échantillons dans différentes conditions d'essais mentionné ci-dessus.

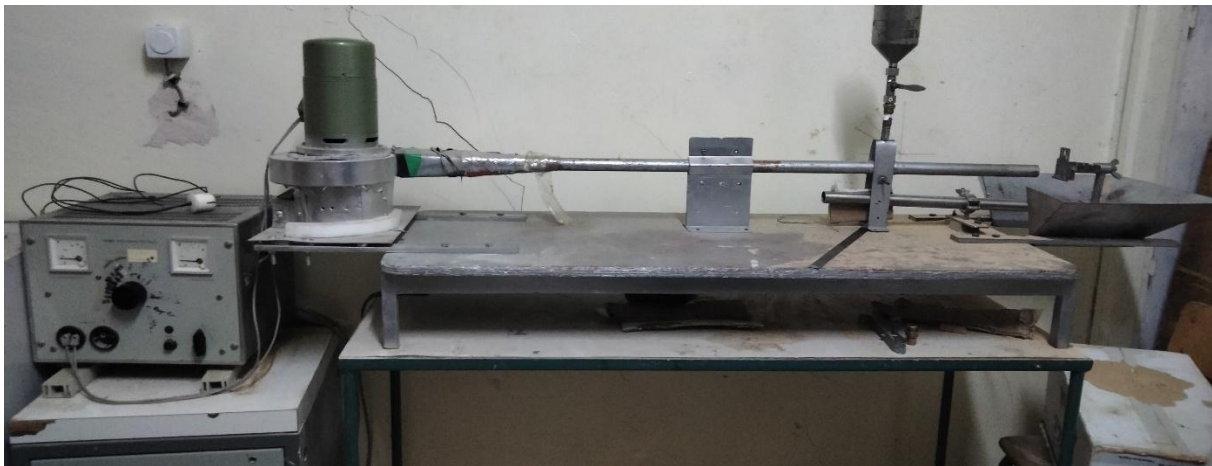


Figure II.11: Dispositif souffleur de sable

II.4.9. Microscope optique :

Le microscope est un instrument optique utilisé pour observer de petits objets qui ne peuvent pas être vus à l'œil nu, où l'objet étudié est agrandi à travers plusieurs lentilles dans le microscope, car

ces lentilles plient la lumière vers l'œil et font apparaître le corps plus grand qu'il ne l'est en réalité. Il est constitué d'un banc optique dont une partie se trouve devant l'objet : l'éclairage, l'autre partie derrière l'objet. Pour notre travail nous avons utilisé le microscope métallurgique de série MT8500 équipé d'un nouveau système optique plan épiscopique amélioré. Ce dernier comprend les fonctionnalités suivantes :

- Conception assistée par ordinateur.
- Tête de visualisation Siedentopf confortable.
- Commandes positionnées de manière ergonomique.
- Illuminateur vertical Koehler de 50 W avec alimentation à détection de tension automatique.
- Illuminateur Koehler transmis de 30 W avec alimentation à détection de tension automatique
- Tête de visualisation binoculaire.
- Des modes d'observation fond clair, fond noir et lumière polarisée simple.



Figure II.12 : Un microscope optique de type MEIGI TECHNO MT 8500.

L'équipement est utilisé pour contrôler l'état de surface de nos pastilles avant et après polissage, ainsi, la dégradation d'état de surface de nos échantillons après sablage.

II .5. Caractérisation mécanique :

II. 5. 1 .Mesure de la densité apparente :

La densité des échantillons frittés est un paramètre très important et nécessaire dans l'étude du frittage en général et du frittage SPS en spécial. Pour arriver à une évaluation plus ou moins proche de la réalité, nous avons utilisé la méthode d'Archimède, et avant de mesurer par cette méthode il faut

faire une opération d'étuvage pour les échantillons polis à 120 °C durant 24 heures est nécessaire , afin de débarrasser toute les traces de solvant et d'humidité. Et premièrement on mesure la température de l'eau utilisée, puis, à l'aide d'une balance (Mettler AE100) ayant une précision de 10^{-4} g. On mesure le poids de l'échantillon à l'air libre (m_a), ensuite dans l'eau (m_{ei}). Enfin, l'échantillon extrait est séché afin d'éliminer l'eau en surface et on mesure sa masse (m_{ia}). Le montage de mesure utilisé est présenté dans la (figure II. 13).

La masse volumique de l'échantillon a été calculée selon la relation suivante :

$$\rho_{ech} = \frac{m_a \cdot \rho_{eau}}{m_{ia} - m_{ie}} \quad (II.3)$$

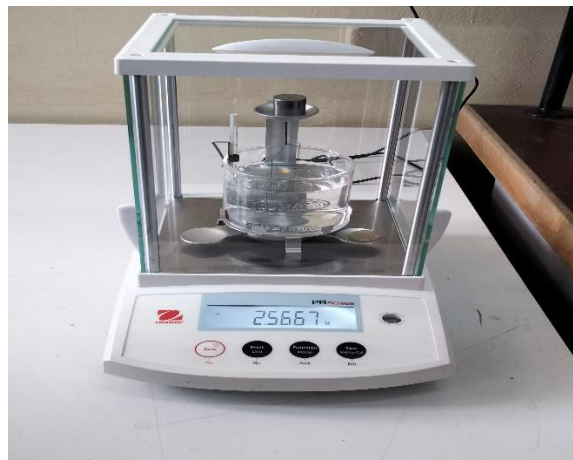


Figure II.13 : Montage de mesure de la densité.

II.5.2. Indentation Vickers :

L'essai d'indentation Vickers a été réalisé sur la machine d'indentation de la marque (Zwick/Roell ZHU 2.5), a une température ambiante. L'indentation a été menée sur la surface polie des échantillons, par un pénétrateur en diamant d'une forme pyramidale à base carré et d'angle au sommet égal à 136° (Pénétrateur Vickers). Nous avons appliqué les charges suivantes (5N ,7N, 9N et 11N) pendant une durée de maintien de 15 secondes avec des vitesses de chargement et de déchargement faibles et respectivement égales à 0.5 mm/min et 0.1 mm/min. Après la création de l'empreinte, on déplace l'objectif afin de prendre les mesures nécessaires (Figure II.14)

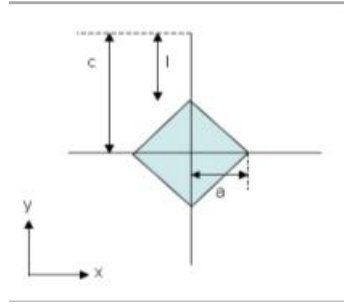


Figure II.14 : Schéma représenté une empreinte Vickers et de la fissuration.

II.5.2.1 : Dureté :

La dureté dépend fortement de la charge appliquée lors de la mesure. On observe généralement que la dureté augmente lorsque la charge diminue. Ce phénomène est connu sous le nom d'effet de taille d'indentation (ISE) et est généralement décrit par la loi de Meyer. Par conséquent, afin de comparer plusieurs échantillons, il est préférable d'obtenir une dureté à différentes charges.

L'expression de la dureté Vickers H_v est définie par la relation suivante : [21]

$$H_v = 1,854 * \frac{F}{(2a)^2} \quad (\text{II.4})$$

Avec :

- H_v : Dureté Vickers [GPa]
- F : la charge appliquée [N].
- $2a$: la diagonale de l'empreinte [μm].

II.5.2.2 : Module d'Young :

Le module d'Young E déduit à partir de l'essai d'indentation a été calculé par la formule suivante : [56]

$$E_{IT} = (1 - \nu_s^2) \left[\frac{5.66(h_{\max} - 0.64 \frac{F_{\max}}{s}}{s} - \frac{1 - \nu_d^2}{E_d} \right]^{-1} \quad (\text{II.5})$$

Avec :

- ν_s : coefficient de poisson de l'échantillon.
- $S = dF/dh$ pour une charge maximale F_{\max} .
- h_{\max} : Déplacement (pénétration de l'indenteur) maximale.

ν_d : coefficient de poisson de l'indenteur en diamant est égale 0.1.

E_d : Module élastique de l'indenteur est égale 1000 GPa.

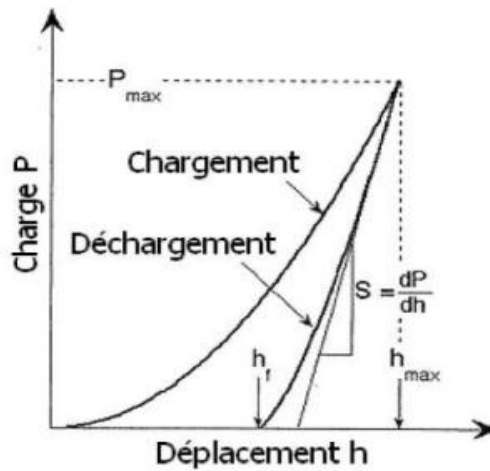


Figure II.15: Illustration schématique de la courbe charge – déchargement

II.5.2.3 : Ténacité :

La ténacité d'un matériau est définie comme la résistance à la propagation des fissures, qui est quantifiée par le facteur d'intensité de contrainte critique K_{IC} . La détermination de ce facteur est effectuée par le test d'indentation Vickers. Le principe est d'utiliser en même temps la dureté Vickers (H_v), la mesure de la longueur des fissures en fonction de la charge appliquée permet d'obtenir des informations sur la propagation des fissures et ainsi à partir d'équations semi-empiriques, afin d'estimer la ténacité d'un matériau. Lors d'essais d'indentation sur des matériaux céramiques, on distingue essentiellement deux types de fissuration :

- Des fissures de Palmqvist, qui provoquent un écaillage du matériau autour de l'empreinte ($c/a < 2.5$).
- Des fissures radiales semi circulaires qui partent des angles de l'empreinte ($c/a \geq 2.5$).
- Le passage d'un mode à l'autre dépend du matériau et de la charge d'indentation.

Trois formules semi-empiriques sont représenté ci-dessous, dans notre cas et d'après les charges appliquées sur les échantillons de type céramique nous avant utilisées la formule de Palmqvist pour calculer la valeur de la ténacité . [53 -55].

$$K_{IC} = 0.0089 * (E/H_v)^{0.4} * \left(\frac{F}{a}\right) * (I)^{-0.5} \quad \text{lorsque : } c/a < 2.5 \quad (\text{Niihara}) \quad (\text{II.6})$$

$$K_{IC} = 0.16 \sqrt{\left(\frac{E}{H_v}\right) * F} * C^{-1.5} \quad , \quad \text{lorsque : } c/a \geq 2.5 \quad (\text{Anstis}) \quad (\text{II.7})$$

$$K_{IC} = 0.0143 * (E/Hv)^{2/3} * (l/a)^{-1/2} * P * C^{-3/2}, \quad (\text{Laugier}) \quad (\text{II.8})$$

Avec : **F (P)** : la charge appliquée [N]

Hv : dureté Vickers [GPa].

E : module de Young [GPa].

C : la longueur de la fissure [m].

a : la longueur de l'empreinte [m].

Et : l = c – a

L'empreinte doit répondre à un certain nombre de conditions, pour que le modèle soit applicable :

- Pas de pores sur les arêtes de l'empreinte,
- Les fissures ne se terminent pas sur un pore,
- La longueur de la fissure doit être inférieure à un dixième de l'épaisseur de l'échantillon

pour éviter les interactions entre la fissure et une surface libre. De plus, les empreintes doivent être suffisamment éloignées les unes des autres sur une même surface.

II.6. Caractérisation optique :

II.6.1. Transmission optique en ligne RIT

Les domaines spectraux se distinguent généralement par des intervalles de longueur d'onde sur laquelle la mesure a été effectuée. On distingue les aspects suivants : UV, lumière visible, infrarouge et micro-ondes. Dans notre exemple, nous utilisons un double faisceau pour enregistrer les spectres, le premier comme référence et le second à travers l'échantillon à tester. Dans le domaine spectral variant entre 200 nm et 1100 nm, on peut tracer la variation de transmission en ligne RIT (mesuré avec un angle d'ouverture ~ 0.5) en fonction de la longueur d'onde.

Les échantillons sur lesquels la transmission optique a été mesurée sont d'épaisseurs proches mais inégales. Pour que la comparaison soit valide, les transmissions mesurées ont été recalculées pour une épaisseur constante et équivalente à 0,88 mm, en utilisant le modèle d'Abetz : [52]

$$RIT(d2) = (1 - R_s) \left(\frac{RIT(d1)}{1 - R_s} \right)^{\frac{d2}{d1}} \quad (\text{II.9})$$

Avec R_s facteur de réflexion totale de la surface normale ($\sim 0,14$) et $RIT(d1)$ la transmission en ligne de l'épaisseur réelle de l'échantillon et $RIT(d2)$ la transmission en ligne calculée pour une épaisseur donnée (0.88 mm dans notre cas).

Le coefficient de diffusion τ (m^{-1}) a été calculé selon la relation suivante : [52]

$$\gamma = \frac{\ln \left(\frac{1-R_s}{RIT(d2)} \right)}{d2} \quad (\text{II.10})$$

II.6.2. Gap optique :

Les bandes d'énergie sont les niveaux d'énergie que les électrons autorisent ou interdisent un élément ou un composé qui constitue une substance solide. La dernière bande remplie (pleine) s'appelle la bande de valence, qui est située directement au-dessus de la bande de conduction. La bande d'énergie entre ces deux bandes d'énergie est appelée la bande interdite ou plus simplement le « gap ». D'après cette définition, on peut résulter que le gap E_g est la différence d'énergie entre la bandes de conduction et la bande de valence.

$$(E_g = E_c - E_v) \quad (\text{II.11})$$

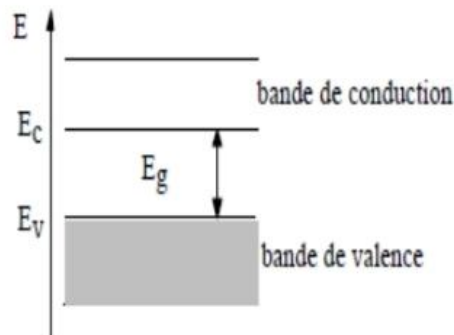


Figure II .16: Les différentes bandes d'énergie.

Nous devons d'abord calculer le coefficient d'absorption à partir des spectres de transmission donnés par le spectrophotomètre, pour déterminer le gap optique de nos pastilles.

Ces spectres nous permettent d'obtenir le coefficient d'absorption à l'aide de la relation suivante : [21]

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \frac{100}{RIT(\%)} \quad (\text{II.12})$$

Avec :

RIT (%) : la transmission optique en ligne.

d : l'épaisseur de l'échantillon.

Pour un gap direct et pour un domaine de forte absorption, le coefficient

d'absorption α s'exprime en fonction du gap (E_g) par la relation suivante : [21].

$$(\alpha h\nu) = A[h\nu - E_g]^{1/2} \quad (\text{II.13})$$

Avec : A : constante.

E_g : gap optique [eV].

$h\nu$: énergie d'un photon [eV].

Et énergie de photon : [21].

$$E = h\nu \text{ (eV)} = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1240}{\lambda \text{ (nm)}} \quad (\text{II.14})$$

On trace l'énergie dans tout le domaine $(\alpha h\nu)^2$ en fonction de l'énergie d'un photon (Energie), voire figure II.17. En extrapole la partie linéaire de $(\alpha h\nu)^2$ jusqu'à l'axe des abscisses, on obtient la valeur de E_g .

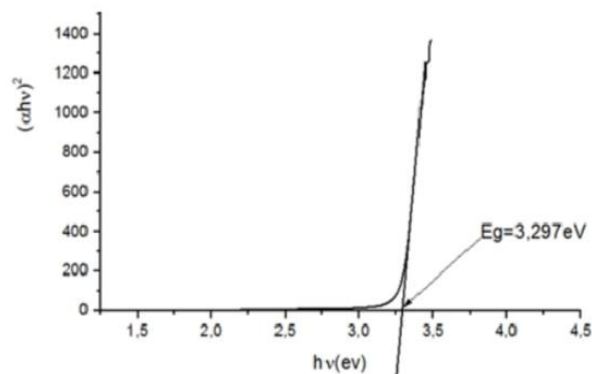


Figure II .17: Exemple de détermination du gap dénergie par l'extrepolation à partir de la variation de $(\alpha h\nu)^2$ en fonction de $h\nu$.

Chapitre III

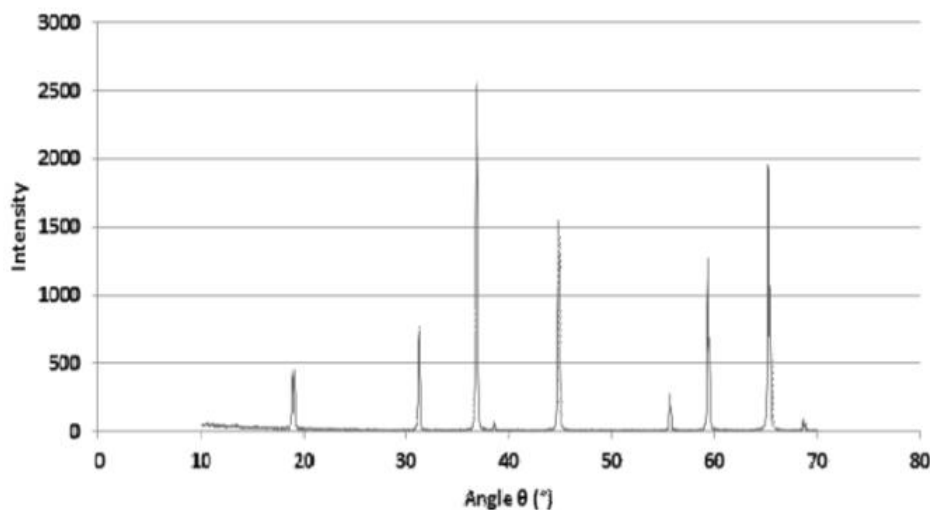
RESULTATS ET DISCUSSIONS

Introduction :

Ce chapitre est consacré à l'étude des Caractéristiques microstructurales des deux nuances tel que : la diffraction des rayons x et la rugosité de surface ainsi que la densité relative. Puis, nous avons suivi les caractéristiques mécaniques à travers la dureté Vickers H_v , le module d' Young E , le facteur d'intensité de contraintes K_{IC} . Enfin, nous avons discuté les caractéristiques optiques comme la transmission optique en ligne RIT, l'évolution du gap optique, l'indice de réfraction, le coefficient de diffusion optique. Par ailleurs, nous avons suivi le comportement des deux nuances avant et après sablage.

III.1.Caractérisation microstructurale :**III.1.1.Diffraction des rayons x (DRX) :**

L'analyse par diffraction des rayons X des éprouvettes d'alumine alpha (BMA15) et du spinelle (S30CR) frittées par SPS est représentées sur la figure (III.1)[21]. Les spectres présentent une structure poly-cristalline, et une seule phase stable (matériaux purs) à cause de l'utilisation des poudres de départ qui contient une grande pureté et les précautions qu'ils ont pris lors de la fabrication [21].

Spinelle**Alumine**

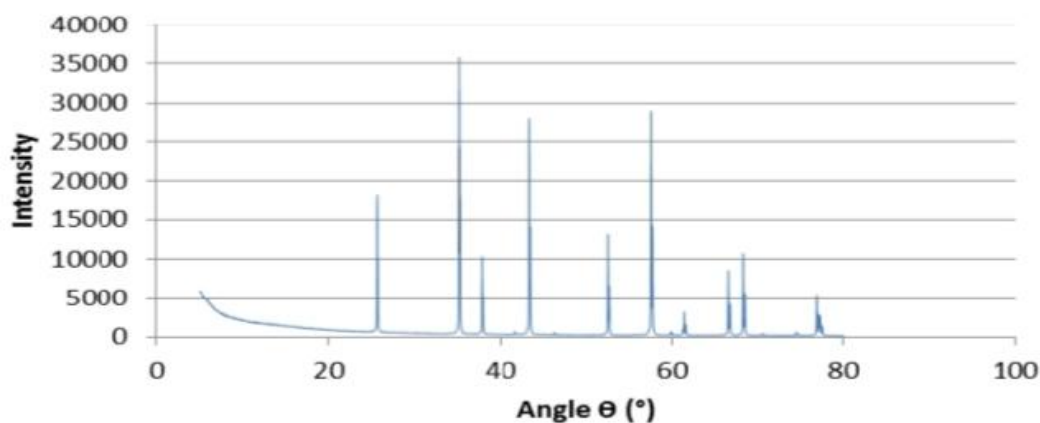


Figure III.1 : Spectres d'analyse par diffraction de rayons x des échantillons du spinelle et d'alumine.

III.1.2. Rugosité de surface :

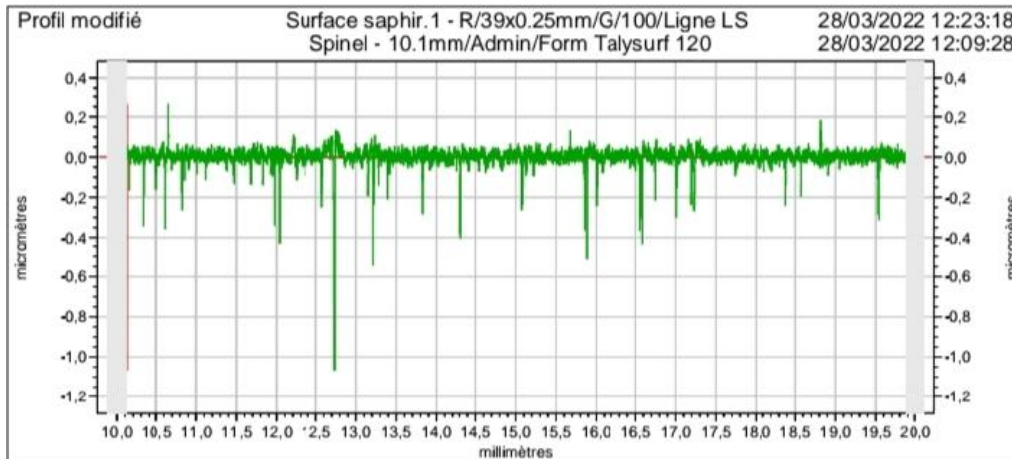
D'après les résultats de rugosité des pastilles polies dans les mêmes conditions, on observe que la rugosité de l'échantillon de spinelle atteint d'une valeur de l'ordre $0.0472 \mu\text{m}$, tandis que, la rugosité de surface de l'échantillon d'alumine polycristalline est de l'ordre de $0.0188 \mu\text{m}$. Cette légère différence peut être due au polissage minutieux utilisé durant la fabrication de nos échantillons et la bonne cohésion entre les particules de ces derniers.

Tableau III.1 : Rugosité de surface de spinelle et d'alumine poly-cristalline.

| Rugosité | Spinnelle | Alumine |
|----------|----------------------|----------------------|
| Ra | $0.0235 \mu\text{m}$ | $0.0056 \mu\text{m}$ |
| Rq | $0.0472 \mu\text{m}$ | $0.0188 \mu\text{m}$ |

D'après la figure (III.2) qui représente la rugosité de surface d'alumine et du spinelle frittés par SPS en fonction de la distance de balayage, nous avons noté que la rugosité de surface pour les deux échantillons est très faible, en outre, nous avons remarqué que la rugosité de surface est stable durant toute la distance de balayage (le palpeur a balayé 20 mm de la surface de l'échantillon). Cette stabilité est peut-être causée par le bon polissage utilisé lors de la fabrication de nos échantillons et la bonne cohésion entre les particules.

Spinelle



Alumine

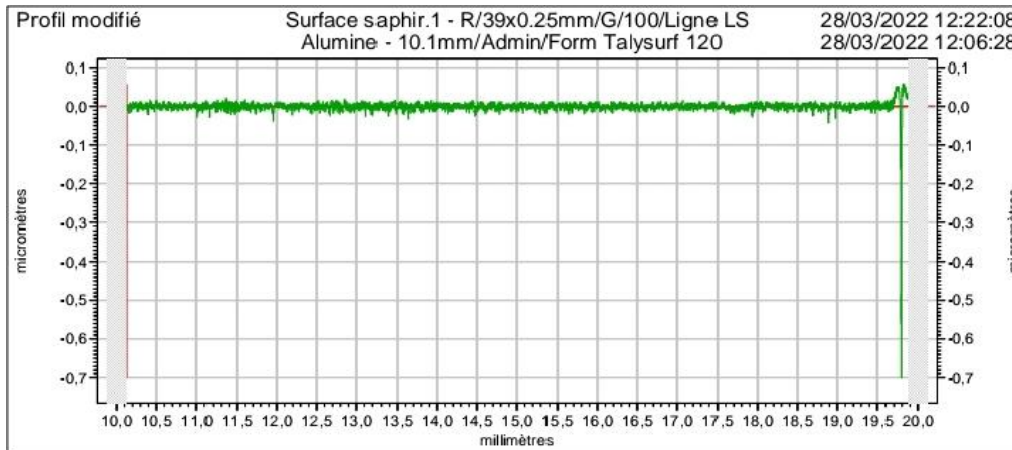


Figure III. 2 : Variation de la rugosité de surface des deux nuances Spinelle et Alumine.

III.1.3. Densité :

Selon la figure (III.3) qui représente la densité relative des deux nuances, nous avons remarqué que la densité relative de l'échantillon de spinelle est d'environ 99,71 %, de plus, elle est enregistrée une valeur autour de 99,49 % pour l'alumine polycristalline, ce qui nous fait remarquer que les valeurs sont très proches les unes des autres et il n'y a pas de différence significative, c'est pour cette raison nous en concluons que nos échantillons ont une structure très dense.

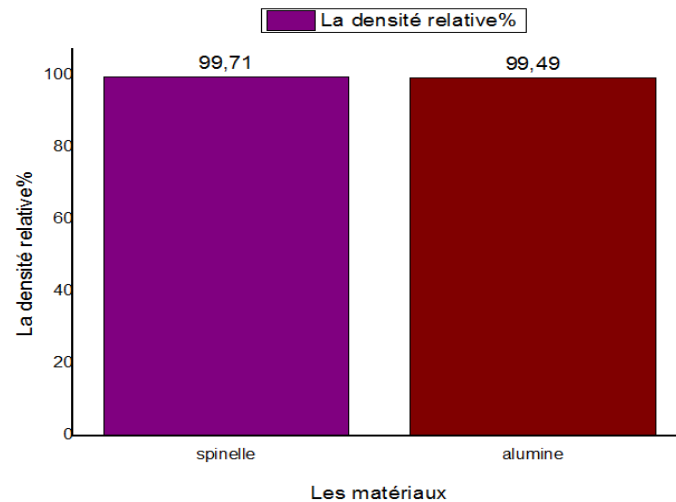


Figure III. 3 : Densité relative du spinelle et alumine poly-cristalline.

III.2.Caractérisation mécanique :

III.2.1.Durté Vickers :

La figure (III.4) représente l'évolution de la diagonale d'empreinte de spinelle S30CR et d'alumine poly-cristalline BMA15 indentées sous différentes charges. Nous remarquons que les deux nuances spinelle et alumine frittées respectivement à 1300 °C et 1200 °C, présentent de petites empreintes laissées par l'indenteur. Donc ces nuances montrent une bonne résistance à l'enfoncement de l'indenteur.

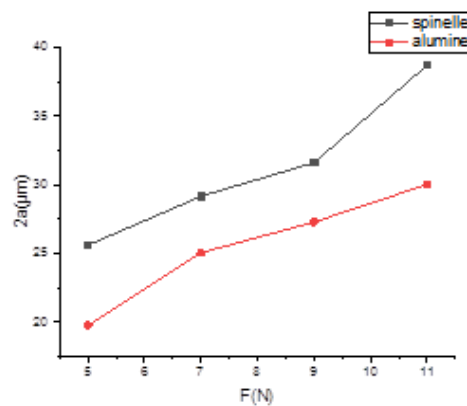


Figure III.4: Variation de la diagonale d'empreinte du spinelle et d'alumine poly-cristalline en fonction de la charge d'indentation

D'après la figure (III.5) qui représente l'évolution de la dureté H_V en fonction de la charge appliquée, on constate, la dureté des deux nuances est stable et varie légèrement avec la charge d'indentation appliquée, ce qui explique par le faible taux de porosité enregistré par les deux matériaux, de plus, nous remarquons que la dureté H_V d'alumine poly-cristalline est plus élevé que celle du spinelle.

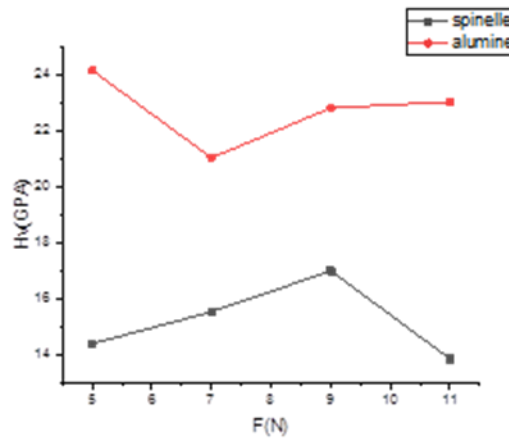


Figure III.5: Variation de la dureté en fonction de la charge

III.2.2. Module d'Young :

Les mesures de module d'Young sont utiles pour la mise à l'échelle, comme le montre la figure (III.6) qui représente l'évolution du module d'Young en fonction de la charge appliquée, où le module d'Young de l'échantillon de spinelle diminue, avec l'augmentation de la charge, à partir de la première charge jusqu'à la dernière charge. D'autre part, dans l'alumine polycristalline on constate une nette montée en charge de 7N puis on observe une déflexion avec les charges restantes.

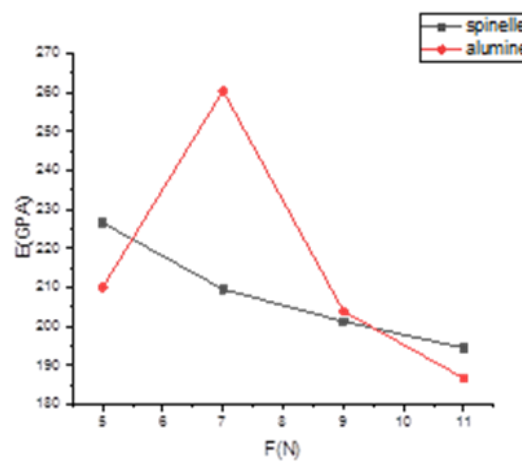


Figure III.6: Variation du module d'Young en fonction de la charge

Le module d'élasticité (d'Young) E peut être déterminé par un contrôle non destructif, la courbe d'indentation permet d'obtenir la valeur du module de Young (E) pour différents échantillons à partir des courbes de charge-décharge obtenues.

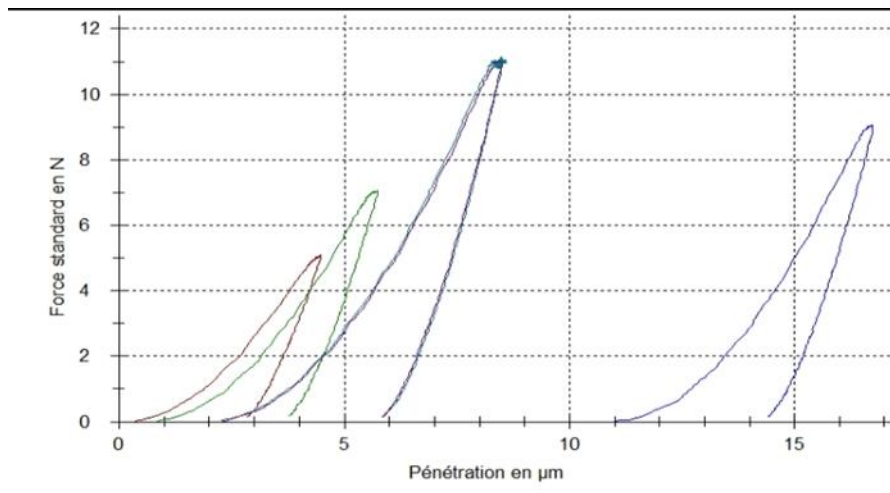


Figure III.7 : Courbes charges-décharges de l'échantillon de crown pour les différentes charges d'indentations appliquées.

La figure (III.8) représente la variation des longueurs des fissures radiales en fonction de la charge. D'après cette figure nous notons que la longueur des fissures dans l'échantillon de spinelle est légèrement supérieure à sa longueur dans l'échantillon d'alumine.

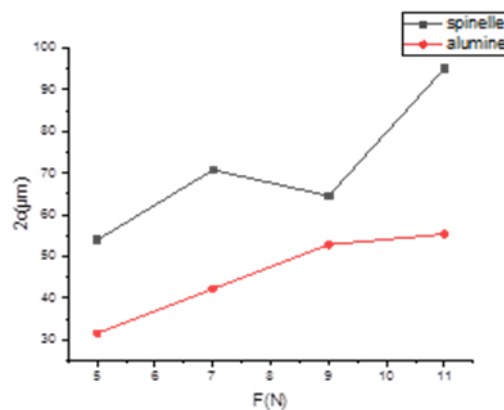
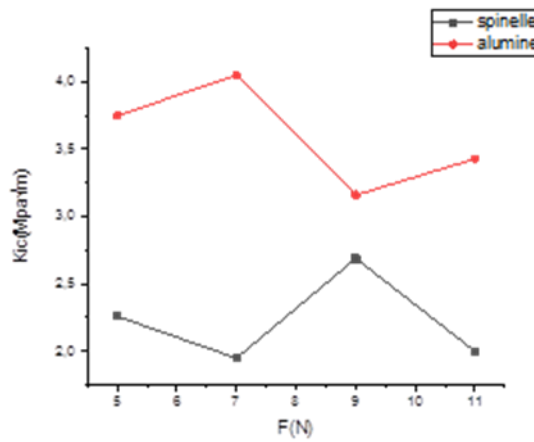


Figure III.8: Variation de la diagonale d'empreinte de spinelle et d'alumine poly-cristalline en fonction de la charge d'indentation

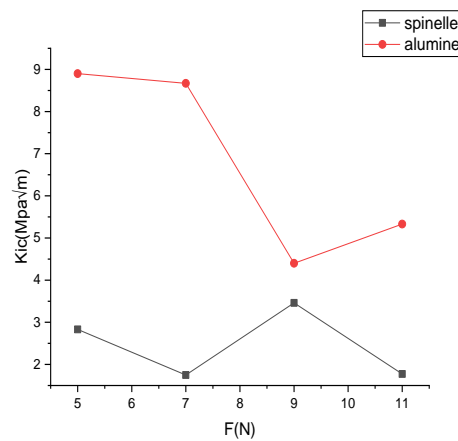
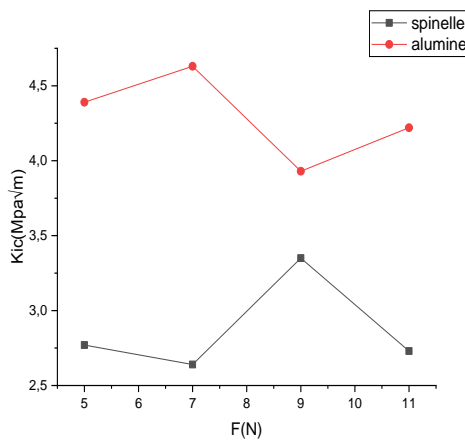
III.2.3. Facteur d'intensité de contraintes K_{IC} :

D'après la figure (III.9) qui représente la variance de k_{IC} en fonction de la charge d'indentation, on observe une légère variation de ténacité avec l'augmentation de la charge d'indentation (ANSIS et Niihara), nous remarquons aussi que toutes les courbes sont similaires avec la présence de petits écarts, en fonction de l'augmentation de la force appliquée, où l'alumine apparaît avec des grandes valeurs par rapport au spinelle, pour toutes

les charges. Cette différence est due à la différence de taille des grains enregistrée par les deux nuances ($\Phi_{Al} = 390 \text{ nm}$ et $\Phi_{spin} = 250 \text{ nm}$) [21].



Anstis



Niihara

Laugier

Figure III.9: Variation de K_{IC} en fonction de la charge d'indentation.

A travers les résultats et les courbes obtenus, nous avons conclu que la plus proche de la valeur théorique pour calculer le facteur de ténacité est la relation de NIIHARA à cause du calcul du rapport des fissures radiales et des diagonales de l'empreinte ($2c/2a$) qui est inférieure à 2.5 pour les charges appliquées, de plus, les charges appliquées sont très faibles (5N, 7N, 9N, 11N).

III.3. Caractérisation optique :

III.3.1. Transmission optique en ligne RIT :

Nous avons utilisé le spectrophotomètre UV-visible pour mesurer la variation de transmission optique en ligne en fonction de la longueur d'onde avant l'essai de sablage. D'après les résultats des spectres d'émission des échantillons d'alumine polycristalline et de spinelle, on remarque que la transmission optique augmente progressivement avec la longueur d'onde de 200 nm pour les deux échantillons pour atteindre un maximum de 1100 nm. En outre, on constate que l'échantillon de spinelle présente une bonne transmission en ligne par rapport à l'alumine polycristalline, la bonne transparence présentée par spinelle est due à la faible taille des grains enregistrée par ce dernier.

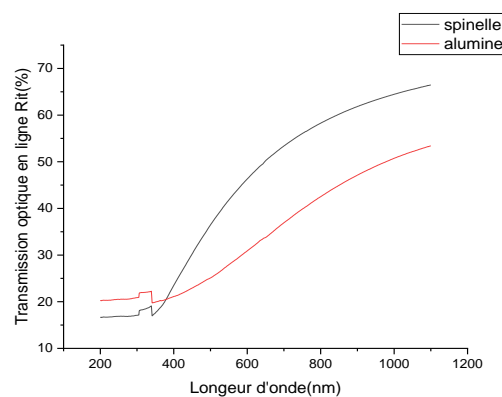


Figure III.10: Spectres de transmission optique en ligne (RIT) de spinelle et d'alumine polycristalline avant sablage 90°.

Après avoir soumis les échantillons à un sablage à 90° et remesuré la transmission lumineuse des échantillons de spinelle et d'alumine polycristalline par spectrophotométrie, nous avons recueilli les résultats pour un échantillon de spinelle avant et après le sablage à un angle de 90°. Les valeurs sont très proches, par exemple à 500 nm la transmission du spinelle avant le sablage est de l'ordre de 53,322 %, par contre, après le sablage le RIT est d'environ 48,906 %, c'est à dire que la différence entre eux est d'environ 4.416 %.

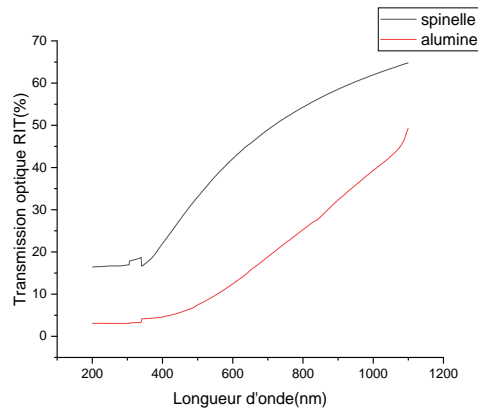


Figure III.11: Spectres de transmission optique en ligne (RIT) de spinelle et d'alumine polycristalline après sablage 90° .

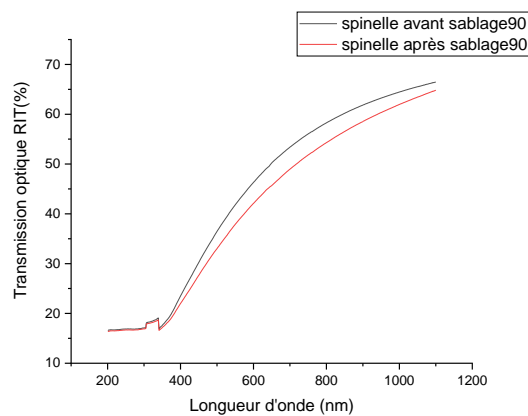


Figure III.12: Spectres de transmission optique en ligne (RIT) de spinelle avant et après sablage 90°

En revanche, l'alumine polycristalline avant et après le processus de sablage à 90° présente des valeurs assez éloignées, par exemple à 500 nm le RIT d'alumine avant sablage est de l'ordre de 25,093 %, par contre, il présente une valeur d'environ 18,767 %, c'est à dire que la différence entre eux est d'environ 6,326 %.

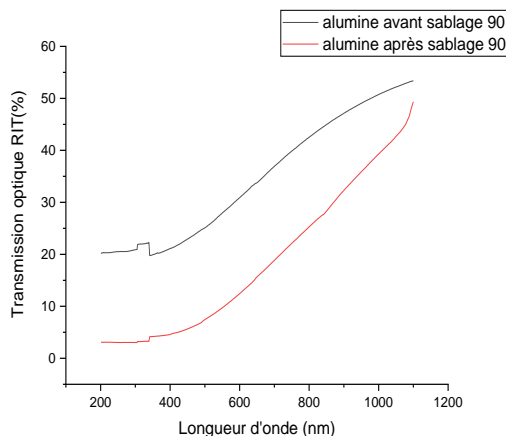


Figure III.13: spectres de transmission optique en ligne (RIT) d'alumine poly-cristalline avant et après sablage 90°

Autrement, nous avons utilisé la spectrophotométrie UV-visible afin de mesurer de la transmission optique en fonction de la longueur d'onde avant et après le sablage à 45°. Suite à nos résultats obtenus, nous avons remarqué que les échantillons soumis au sablage à 45° enregistrent une transmission en ligne approximativement égale pour une longueur d'onde inférieure à 360 nm et au-delà de cette longueur d'onde, une bonne transmission est observée pour l'échantillon de spinelle ainsi que pour l'échantillon d'alumine, d'autre part, le premier nuance la différence entre les valeurs de la transmission en ligne avant et après le sablage à 45° est plus importante contrairement à ce que nous avons trouvé avec l'angle de sablage 90°. Par exemple à 500 nm le RIT avant et après à le sablage 45° est respectivement 65,55 % et 47,78 %, c'est-à-dire que la différence entre eux est environ 17,77 %.

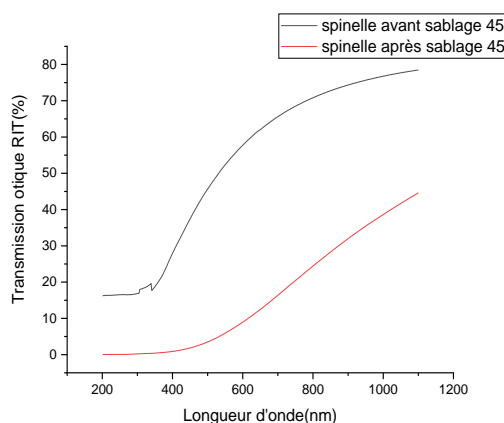


Figure III.14: Spectres de transmission optique en ligne (RIT) de spinelle avant et après sablage 45°

D'un autre côté, l'alumine polycristalline avant et après le processus de sablage à 45° présente des valeurs initialement très éloignées avec une longueur d'onde inférieure à 500 nm, après cette dernière les valeurs deviennent très proches. Par exemple à 500 nm la transmission d'alumine avant le sablage est de l'ordre de 41,895 %, au-delà de cette valeur de longueur d'onde elle est autour de 16,306 %, c'est-à-dire que la différence entre eux est d'environ 25,589 %.

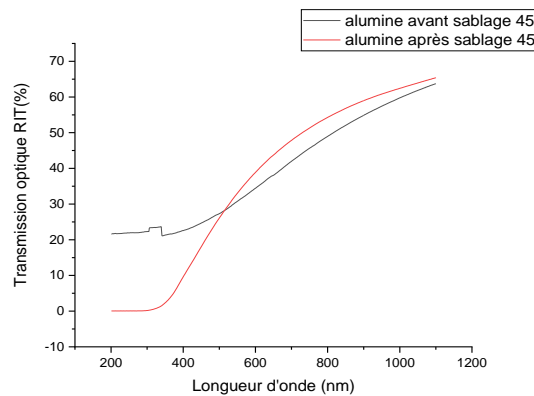


Figure III.15: Spectres de transmission optique en ligne(RIT) d'alumine poly-cristalline avant et après sablages 45°

III.3.2. Gap optique :

Avant de calculer le gap optique, nous avons calculé le coefficient d'absorption $\alpha(\lambda)$ de nos pastilles : on utilise la relation II.12, ce qui nous permet par la suite de déterminer le gap optique E_g en traçant les courbes de Tauc à partir de la relation II.11. En effet, L'intersection de la partie linéaire de $(\alpha h\nu)^2$ avec l'axe des abscisses correspond aux valeurs du gap. Les courbes obtenues sont représentées sur les figures (III.16).

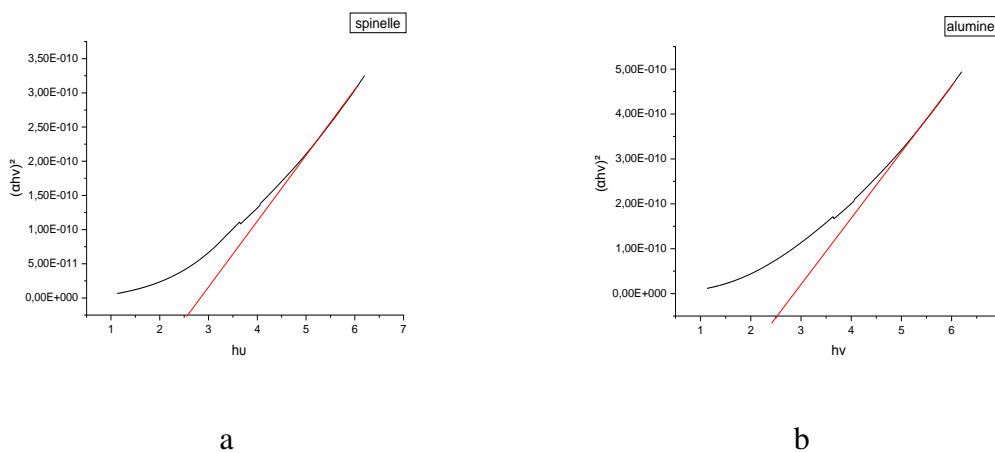


Figure III.16: Largeur de la bande interdite : a- spinelle, b- alumine poly-cristalline

Suivant la figure (III.16) on remarque que pour les échantillons des deux nuances, la forme de $(\alpha h\nu)^2$ en fonction de l'énergie photonique $E = h\nu$ est presque identique, pour l'échantillon d'alumine commence à augmenter dans une largeur de la bande Interdite d'environ 2,55 eV, Quant au spinelle, elle est légèrement plus grand à 2,65 eV. On peut distinguer des échantillons d'alumine et Spinelle qui ont Initialement zéro $(\alpha h\nu)^2$ et ont donc une faible absorption. De ce fait, la valeur de ce dernier commence à augmenter au fur et à mesure que le gap optique augmente.

III.3.3. Indice de réfraction :

III.3.3.1. Indice de réfraction d'alumine :

L'alumine alpha a un réseau anisotrope, il a des propriétés biréfringentes, c'est-à-dire que l'indice de réfraction de l'alumine est 1,768 le long de l'axe ordinaire et 1,760 le long de l'axe extraordinaire, par conséquent, l'observation de nos échantillons sur le réfractomètre Abbe (NOVEX) ne donnent pas de résultats, puisque notre instrument de mesure ne dépasse pas la valeur de 1,73. Pour calculer le changement d'indice de réfraction de la théorie des longueurs d'onde, nous utilisons la formule suivante : [50]

$$n^2 - 1 = \frac{1.4313493\lambda^2}{\lambda^2 - 0.0726631^2} + \frac{0.65054713\lambda^2}{\lambda^2 - 0.1193242^2} + \frac{5.3414021\lambda^2}{\lambda^2 - 18.028251^2} \quad (\text{III.1})$$

Avec :

n : indice de réfraction de l'alumine.

λ : longueur d'onde du spectre d'émission (μm).

Les résultats obtenus sont illustrés sur la figure (III.17). Cette dernière représente la variation d'indice de réfraction théorique de l'alumine en fonction du spectre d'émission (0.2 - 3 μm). Selon cette dernière, on constate que l'indice de réfraction de l'alumine varie d'une manière inversement proportionnel à la longueur d'onde d'émission.

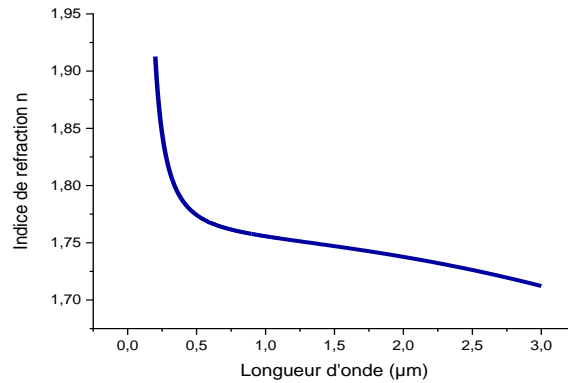


Figure III.17: Variation de l'indice de réfraction d'alumine en fonction du spectre d'émission

III.3.3.2. Indice de réfraction du spinelle :

En effet dans notre cas, nous avons mesuré l'indice de réfraction de l'échantillon de spinelle $MgAl_2O_4$, dans le visible (400-800 nm), ce dernier nous a semblé égal à 1,6575 pour notre échantillon fritté à 1300 °C. Nous avons également observé qu'avec l'augmentation de la porosité, cela pouvait augmenter l'indice de réfraction des céramiques frittées.

Afin de calculer l'indice de réfraction théorique du spinelle $MgAl_2O_4$ nous avons utilisés la relation suivante : [21]

$$n = \sqrt{1 + \frac{1.8938\lambda^2}{\lambda^2 - 0.09942^2} + \frac{3.0755\lambda^2}{\lambda^2 - 15.826}} \dots\dots\dots \quad (\text{III.2})$$

Avec :

n : indice de réfraction de spinelle.

λ : longueur d'onde du spectre d'émission (μm).

III.3.4. Coefficient de diffusion optique :

Le coefficient de diffusion optique de nos échantillons a été calculé par la relation donnée dans la section (II.10) et pour suivre la variation du coefficient nous avons utilisé L'Orgin 2018. Les résultats obtenus sont présentés sur les figures (III.18, 19). D'après la littérature les propriétés optiques d'alumine et de spinelle frittées sont liées à l'évolution des microstructures lors du frittage SPS et le changement du taux de porosité.

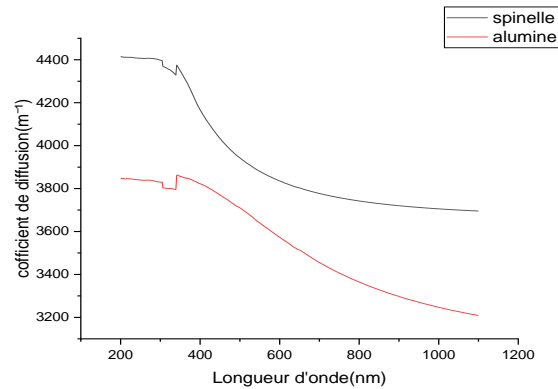


Figure III.18: Variation de coefficient de diffusion optique en fonction de la longueur d'onde pour les deux nuances.

Nous pouvons voir sur la figure (III.19) le coefficient de diffusion optique après avoir soumis l'échantillon à un sablage à un angle de 45° , nous avons remarqué que le coefficient de diffusion τ de l'échantillon d'alumine polycristalline a une valeur plus élevée que l'échantillon de spinelle pour une longueur d'onde de l'ordre de 200 nm, en outre, après cette longueur d'onde commence à diminuer progressivement. Par contre, nous avons également remarqué pour l'échantillon de spinelle une diminution, ensuite, une stabilité de la valeur du coefficient de diffusion τ , puisque notre échantillon est devenu progressivement transparent. Ces résultats sont cohérents avec la différence de transmission optique.

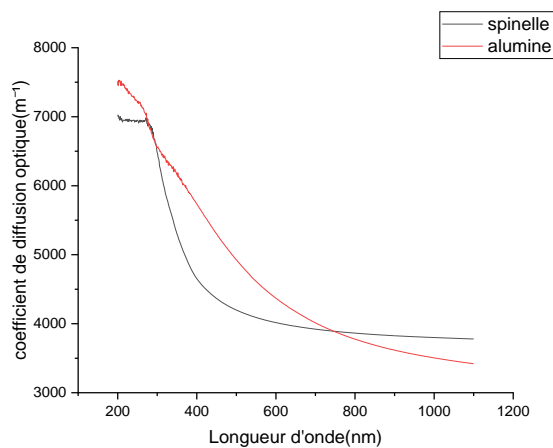


Figure III.19: Variation de coefficient de diffusion optique en fonction de la longueur d'onde pour le spinelle et l'alumine polycristalline après 45°

III.3.5.Sablage :

La caractérisation microscopique a été effectuée avant et après le processus de sablage et des micrographies optiques ont été prises par microscope métallographique, nous avons projeté une masse fixe de sable d'environ 300 g, avec une vitesse de 25 m/s sous un angle d'environ 90°.

Les observations microscopiques sont illustrés sur les figures (III.20. a) et (III.20. c) avant sablage montrent que le spinelle se caractérise par une bonne transmission optique et une bonne transparence dans les domaines des longueurs d'onde visibles et infrarouges. Quant à l'alumine, elle présente une dureté élevée et une grande fenêtre de transparence optique. En revanche, après sablage les figures (III.20. b) et (III.20. d) illustrent les deux surfaces irrégulièrement érodées. Comme le spinelle, les défauts de sablage résultants ont été isolés et répartis au hasard sur la surface de l'échantillon, ce qui a entraîné la formation de grandes zones endommagées et sombres, par ailleurs, les défauts de sablage formés sur la surface de l'échantillon d'alumine forment également une distribution aléatoire sur la surface observée, mais elle est un peu inférieure à celle de l'échantillon de spinelle. Nous avons choisi micrographies optiques pour l'angle de sablage d'environ 45° puisque d'après notre étude et d'après les littératures. Cette dernière a une grande influence d'impact sur la dégradation de l'état de surface de nos nuances.

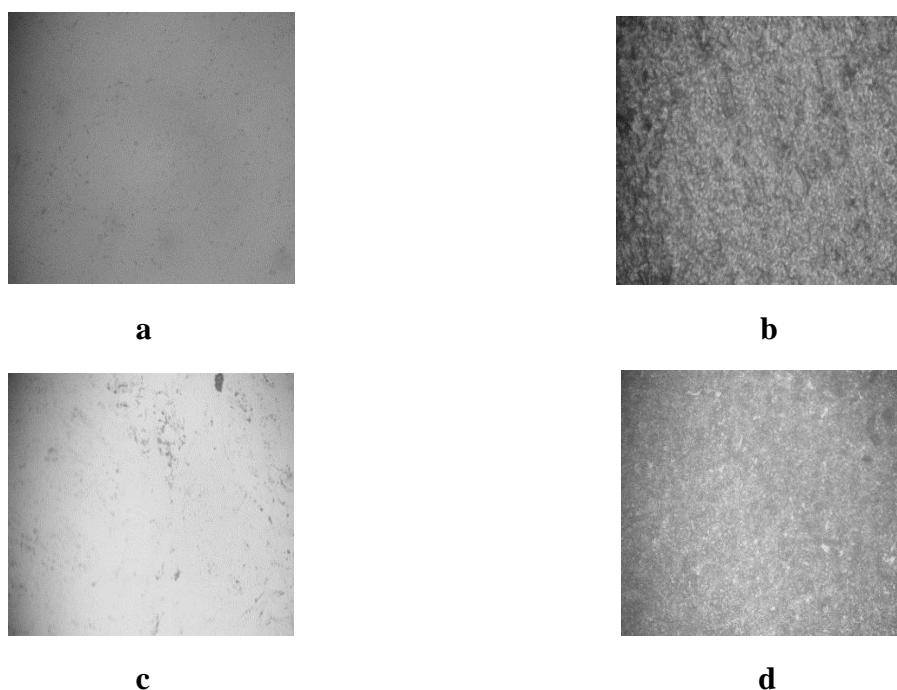


Figure III.20: Micrographies d'état de surface de : a- spinelle avant sablage, b- spinelle après sablage, c- alumine avant sablage, d- alumine après sablage.

Conclusion

Conclusion :

L'objectif de présent travail consiste à étudier comparativement les résultats expérimentale de l'alumine et spinelle. Nous avons établis les différentes caractérisations (micro-structurale, mécanique et optique) sur les deux échantillons étudiés. Les résultats obtenus montrent que les propriétés optiques et mécaniques dépendent principalement des microstructures (taille des grains des échantillons et porosité) et le type du matériau.

Dans ce qui suit, nous allons présentés une synthèse des résultats obtenus, dont l'essentiel est résumé dans les points suivants :

- ✓ L'alumine et le spinelle présentent une microstructure uniforme et dense.
- ✓ Le polissage minutieux présente un rôle très important, il permet de donner meilleure état de surface (faible rugosité) pour les deux nuances, donc diminuer la réflexion spéculaire du matériau.
- ✓ La transparence d'un matériau est très influencée par la densité relative de ce dernier, par conséquence, elle varie proportionnellement entre eux.
- ✓ La densité relative doit être supérieur à 99 %, afin d'assurer la transparence de notre nuance.
- ✓ La dureté Vickers d'alumine présente une valeur plus élevée que celle du spinelle.
- ✓ Le facteur d'intensité de contraintes K_{Ic} d'alumine est élevé par rapport à l'échantillon du spinelle.
- ✓ L'échantillon de spinelle présente meilleures propriétés optiques (une bonne transmission en ligne (RIT), un faible coefficient de diffusion et une faible absorption) comparée à celle de l'alumine (faible transmission en ligne (RIT), un fort coefficient de diffusion et une forte absorption). En revanche, le gap optique de spinelle plus élevé que l'alumine.
- ✓ Après le sablage, le spinelle présente une forte dégradation par rapport à l'alumine, elle est probablement due à la bonne dureté présentée par ce dernier.

Perspective :

Enfin, l'optimisation des conditions d'obtention d'alumines transparentes est l'un des concurrences technologiques. Par contre, le spinelle de magnésium a des propriétés optiques très proches du monocristal, mais ses propriétés mécaniques sont faibles par rapport à ce dernier. C'est pourquoi l'amélioration des propriétés mécaniques du spinelle est demandée.

- On demande aussi une amélioration du travail effectué sur les deux différents échantillons étudiés
- Etude expérimentale sur d'autres matériaux fragiles et en les comparant aux résultats trouvés actuels.
- Etudes prochainement sur plusieurs et différents matériaux fragiles, faire des essais d'indentations à plusieurs échelles à savoir: nano, micro et macro indentation.

Références Bibliographiques

Les références bibliographiques :

- [1] <https://mysciencestory.com/%D8%B5%D9%86%DA7>
- [2] https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Histoire_de_la_c%C3%A9ramique
- [3] <https://fr.m.wikipedia.org/wiki/C%C3%A9ramique>
- [4] <http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap17/site/html/3.html>
- [5] <http://technologie-sciarretta.ovh/?p=828>
- [6] <https://eu.docworkspace.com/d/sIOjkroeVAfu9g5G>
- [7] <https://eu.docworkspace.com/d/sIBrkroeVAbq9g5G>
- [8] <https://eu.docworkspace.com/d/sIOjkroeVAfu9g5G>
- [9] <https://www.ceramtec.fr/materiaux-ceramiques/>
- [10] G.F G.FANTOZZI, «Les céramiques industrielles Propriétés, mise en forme et application»,Ed.Dunod, 2013.
- [11] R.BOULESTEIX, «Céramiques transparentes – Caractéristiques générales et procédés de fabrication», technique d'ingénieur ,2018.
- [12] glass-manufacturing-proc
- [13] <https://in.saint-gobain-glass.com/glass-manufacturing-process>
- [14] <https://www.glassallianceurope.eu/en/what-is-glass>
- [15] <https://www.globalspec.com/learnmore>
- [16] B.FRRAND, «Méthodes d'élaboration de cristaux massifs pour l'optique» ,Volume 8, (2003).
- [17] https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Proc%C3%A9d%C3%A9_de_Czochralski
- [18] A-D.SILVA, Détermination théorique des propriétés optiques du saphir dopé au titane à partir de sa microscopie et analyse de ses capacités de laser sans inversion de population , Université Paris Saclay, 2017.
- [19] P.BLANCHART,«propriétés et applications dioxydes de titane», Technique de l'ingénieur,2019.
- [20] Q-H.BUI, Poly-cristaux a grains ultrafins élaborés par métallurgie des poudres : microstructure , propriété mécanique et modélisation micromécanique , université Paris-Nord,2008.
- [21] S. BENAÏSSA, « élaboration et caractérisation d'une nano-céramique à usage optique », thèse de doctorat, IOMP, 2016.
- [22] https://fr.m.wikipedia.org/wiki/D%C3%A9p%C3%B4t_chimique_en_phase_vapeur
- [23] P.FAUCHAIS, «Dépôts céramiques par PVD ou CVD assistés ou par projection », technique d'ingénieur,2013.
- [24] L. REBIAI, «Etude thermodynamique de matériaux frittés à base du kaolin tamazert »,thèse de magister, Université Mentouri-Constantine ,2006.
- [25] I.ADIDI,«Synthèse et caractérisation d'un matériau céramique pour résonateurs Hyperfréquences», thèse de Master 2, Université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou,2012.
- [26] S-JL.KANG,«Sintering : Densification, Grain Growth and Microstructure»,1st Edition-

Elsevier,2005.

[27] L.ROUMIGUIER,«Frittage par Spark Plasma Sintering de céramiques de carbure de Bore :

modélisation numérique du procédé et optimisation des Nano-,microstructures pour l'amélioration

des performances des absorbants en réacteurs à neutrons rapides», thèse de doctorat,2019.

[28]Z.AKRAM,«Elaboration de spinelle $MgAl_2O_4$ à partir de nanopoudres Synthétisées», thèse de

doctorat,université Ferhat Abbas-Sétif ,2019.

[29]B.DJANET, «Adsorption du bore par les alumines modifiées» ,thèse de magister, Université

Mentouri- Constantine ,2010.

[30] K.GUERCH,« Étude des propriétés physiques et électriques de matériaux céramiques utilisés en

application spatiales», thèse de doctorat, Université de Toulouse ,2015.

[31] F. HILD ,«De la rupture des matériaux à comportement fragile », thèse de doctorat, université

Pierre et Marie Curie,1992.

[32] M.LABIDI ,«Etude du comportement en frottement et usure des matériaux céramiques», thèse

de magister, université Badji Mokhtar-Annaba,2008.

[33] K.DJEDJIHA,«Modélisation de la rupture diélectrique dans les céramiques à haute teneur en

alumine soumises à des contraintes électriques», mémoire de magister,2012.

[34] G. KRRBART,«Frittage sous charge pour l'obtention de céramiques structurales transparentes»,

Matériaux Normandie Université,2021.

[35] G. Bonnefont et al, Procédés de mise en forme de poudres et Massifs, université de Bourgogne

Dijon ,France(2013).

[36] P.M. GEFFROY et al, «procédé de mise en forme de poudres et Massifs»,2013

[37] F.-t. Li et al ,Solution combustion synthesis and visible light-induced photocatalytic activity of

mixed amorphous and crystalline $MgAl_2O_4$ nanopowders, Chemical Engineering Journal,(2011).

[38] M.BAH,« Synthèse et propriétés fonctionnelles de céramiques et monocristaux piézoélectriques

sans plomb (K,Na)NbO₃», thèse de doctorat,2014.

[39] Z.MOSAYEBI,international journal of hydrogen energy ,(2012).

[40] P. Fu et al, Ceramics International ,Elsevier,(2013).

[41] G.D.B. Nuernberg et al,Chemical Engineering Journa,(2012).

[42] <https://www.sceram.com/ceramique transparente/>

[43] C.CHLIQUE, «Préparation et Caractérisation de Poudres et Céramique (oxy)sulfures pour

Applications en Optique passive et Active», thèse de doctorat,2011.

[44] G.DURAND,« Élaboration de céramiques transparentes de CaLa₂S₄ pour applications optiques dans l'infrarouge », thèse de doctorat,2017.

[45] M-A.ELGUINAHI,E.IDRISS, «Produits céramiques : Carreaux et sanitaires», École Hassania des travaux publics,2015.

[46] H. MAKRI, « Elaboration d'une composite multiphase », thèse de doctorat, université Ferhat Abbas Sétif, IOMP 2015.

[47]M-R.BOUDCHICHA, «Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectrique de céramique préparé à partir de kaolin-Dolomite», thèse de doctorat,2010.

[48] <https://www.ceramtec.fr/materiaux-ceramiques/oxyde-d-aluminium/>

[49] E.SAOUTIEFF,«Elaboration de couches de protection pour Interconnecteurs de piles à combustible à oxyde solide », thèse de doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard,2010.

[50]B.SOUMIA,«Etude Comparative Des Propriétés Mécaniques De Surface Des Céramiques Monocristallines Et Polycristalline», mémoire de master,2021.

[51]M. BENTOUMI, «Etude comparative du polissage du verre optique par des particules en oxyde de cérium libres et fixes »>, thèse de doctorat, IOMP, 2017.

[52]R.ALAPT ,V.MICHEL ,V.BRUGGEN, Transparent Alumina: A Light Scattering Model, J. Am. Ceram. Soc., 86(2003)

[53]K. Niihara, R. Morena, D.. Hasselman, «Evaluation of KIC of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios», J. Mater. Sci. Letts., Vol. 1.

[54] G. ANSTIS, R.APTEZ, Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements, Journal of Am. Ceram. Soc, 64(1981) .

M.T. Laugier, “New formula for indentation in ceramics”, J. Mater. Sci. Letts., Vol. 6,1987.

[55] M.T. Laugier, “New formula for indentation in ceramics”, J. Mater. Sci. Letts., Vol. 6, 1987.

[56] E. BERNARD, Adhérence, mécanique et tribologie de revêtements composites NiP- Talc multifonctionnels à empreint écologique réduite, Thèse doctorat (2006)

Résumé :

L'objectif de cette étude est de déterminer les propriétés mécaniques et aussi les propriétés optiques des matériaux céramiques. Cette étude vise à déterminer les meilleures propriétés mécaniques et optiques du matériau céramique fritté par SPS.

Pour mener ce travail, nous avons réalisé des essais sur deux échantillons de céramique de type oxyde : oxyde d'aluminium (alumine) Al_2O_3 et spinelle $MgAl_2O_4$, à titre de comparaison où une étude microscopique a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre. L'analyse des spectres de diffraction des rayons X nous a permis de déterminer la phase du courant. Grâce à un profilomètre, nous avons pu suivre l'état de surface et la granulométrie en fonction des paramètres des différentes étapes de fabrication. Avec des méthodes non destructives, nous avons étudié la transmission optique, le gap optique, l'absorption et la diffusion optique. La technique d'indentation Vickers instrumentée nous a permis de suivre l'évolution de la dureté H_v , de la ténacité K_{Ic} et du module d'élasticité E .

Abstract :

The objective of this study is to determine the mechanical and optical properties of ceramic materials. This study aims to determine the best mechanical and optical properties of the ceramic material sintered by SPS.

To carry out this work, we carried out tests on two ceramic samples of the oxide type : aluminum oxide (alumina) Al_2O_3 and spinel $MgAl_2O_4$, for comparison where a microscopic study was carried out using a diffractometer. . Analysis of X-ray diffraction spectra allowed us to determine the phase and structure of the material.

Thanks to a profilometer, we were able to monitor the state and surface morphology according to the various manufacturing parameters. With non-destructive methods, we studied optical line transmission, optical gap, absorption and optical scattering. In addition, the instrumented Vickers indentation technique allowed us to follow the evolution of the hardness H_v , the toughness K_{Ic} and the modulus of elasticity E

المخلص:

الهدف من هذه الدراسة هو تحديد الخواص الميكانيكية وكذلك الخواص البصرية لمواد السيراميك. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد أفضل الخواص الميكانيكية والبصرية لمادة السيراميك الملبدة بـ SPS.

لتنفيذ هذا العمل ، قمنا بإجراء اختبارات على عينتين خزفيتين من نوع الأكسيد: أكسيد الألومنيوم (الألومينا Al_2O_3) والإسبينيل $MgAl_2O_4$ ، للمقارنة حيث أجريت دراسة مجهرية باستخدام مقياس الحيود. سمح لنا تحليل أطيف حيود الأشعة السينية بتحديد مرحلة التيار. بفضل مقياس الملامح ، تمكنا من مراقبة حالة السطح وحجم الحبوب وفقاً لمعايير مراحل التصنيع المختلفة. باستخدام الطرق غير المدمرة ، درسنا النقل البصري والفجوة الضوئية والامتصاص والتشتت البصري. سمحت لنا تقنية Vickers للمسافات البادئة بمتابعة تطور الصلابة H_v والصلابة K_{Ic} ومعامل المرونة E