

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



Université 8 Mai 1945 Guelma

Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes

2^{eme} Année Master

***Élaboration de matériaux réfractaires silico-alumineux à base de
kaolin local DD3et de corindon***

Filière : Génie des Procédés

Option : Matériaux et génies des procédés : Matériaux et traitements de surfaces

Présenté par :

BENMABROUK Sawsen

Sous la direction de : Dr.

Abdallah CHERAITIA

Juin 2015

Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale :1

CHAPITRE I :

Les matériaux réfractaires

I.1. Historique	2
I.2. Définition	2
I.3. La réfractarité d'un matériau	2
I.4. Les propriétés des matériaux réfractaires	3
I.5. Composition des matériaux réfractaires	3
I.5.1. Matières premières.....	3
I.5.1.1. Les matières premières plastiques:.....	3
I.5.1.2. Les matières premières non plastiques.....	5
I.5.3. Les fondants	6
I.6 Classification des matériaux réfractaires	6
I.6.1 Classification selon procédés des fabrications.....	6
I.6.2 Classification selon l'usage.....	7
I.6.3 Classification suivant leur mise en forme.....	7
I.6.4 Classification selon la composition chimique.....	8

CHAPITRE II :

Les réfractaires silico-alumineux

II.1. Introduction	11
II.2. Classification des réfractaires silico-alumineux	11
II.2.1. Les réfractaires de silice	11

II.2.2. Les réfractaires argileux et silico-argileux.....	14
II.2.3 Les réfractaires alumineux	16
II.4 Diagramme binaire Silice-Alumine... ..	20

CHAPITRE III :
Méthode et appareillage

III.1. Analyse Chimique et Structurale.....	22
III.1.1. Analyse spectromètre à fluorescence X.....	22
III.2. Analyse minéralogique.....	23
III.2.1. La diffraction des rayons X (XRD).....	23
III.3. Analyse physique.....	24
III.3.1. Granulométrie.....	24
III.3.2. Humidité.....	25
III.3.3. Le retrait.....	25
III.3.4. La porosité.....	26
III.3.5. Densité.....	27
III.4. Tests mécanique.....	28
III.4.1. La résistance de compression (écrasement)	28
III.4.2. La résistance de flexion.....	28
III.5. Essai thermique.....	28
III 5.1. La résistance aux chocs thermiques.....	28
III.6. Procédé de fabrication des briques réfractaires.....	30
III.6.1. Etapes du procédé de fabrication des briques réfractaires.....	31

CHAPITRE IV:
Résultats et discussions

IV.1. Objectif.....	35
IV.2. Les matières premières.....	35
IV.3. Analyse minéralogique de la chamotte et de DD3.....	37
IV.4. Préparation des briques réfractaires:	38

IV.4.1. Dosage des matières premières pour l'essai 1 :	37
IV.4.2. Mode opératoire.....	38
IV.4.3. Calcul de l'apport en éléments chimiques des matières premières (essai 1).....	38
IV.4.4. Dosage des matières premières de chaque essai.....	40
IV.4.5. Calcul de l'apport en éléments chimiques des matières premières de chaque essai.....	40
IV.5. Résultat des analyses physiques.....	42
IV.5.1 Déterminations des granulats des matières premières :	42
IV.5.2. Détermination des retraits.....	43
IV.5.3. Détermination de l'humidité des échantillons	43
IV.5.4. Détermination de l'absorption	44
IV.5.5. Détermination de la porosité des échantillons	44
IV.5.6. Détermination de la densité des échantillons	45
IV.6. Résultat des analyses mécaniques.....	46
IV.6.1. Détermination de la résistance de flexion.....	46
IV.6.2. Détermination de la résistance de compression.....	46
IV.6. Résultat des analyses thermiques.....	47
IV.6. Détermination de choc thermique :	47
<i>Conclusion générale</i> :	48
<i>Références Bibliographiques</i>	50

Liste des abréviations

AFNOR : Agence Française de Normalisation

DRX : diffraction par rayons X

DD3 : Kaolin de djebel debbgh

TEA : Triéthylamine

Liste des figures

Figure 1 : Schéma de kaolin composition.....	4
Figure 2 : Site d'extraction du kaolin utilisé.....	5
Figure 3 : Schéma de Classification suivant leur mise en forme.....	7
Figure 4 : Transformations de phase de la silice à différentes températures.....	13
Figure 5 : Structure de quartz.....	13
Figure 6 : Structure de tridymite.....	14
Figure 7 : Structure de cristobalite.....	14
Figure 8 : structure de mullite.....	16
Figure 9 : Les structures de corindon.....	19
Figure 10 : Le diagramme d'équilibre silice –alumine.....	20
Figure 11 : schéma de principe de fluorescence X.....	22
Figure 12 : Configuration du diffractomètre en mode Bragg-Brentano.....	24
Figure 13 : Appareille de diffraction des rayons X.....	24
Figure 14 : Colonne des tamis.....	25
Figure 15 : Appareil de utilisée pour les essais de compression.....	28
Figure 16 : Montage de détermination de la résistance à la flexion.....	29
Figure 17 : Schéma de procède de fabrication.....	30
Figure 18 : Mélangeur.....	32
Figure 19 : la presse de pressage.....	32
Figure 20 : Séchoir de séchage.....	33
Figure 21 : Four de cuisson.....	33
Figure 22 : le diagramme de cuisson.....	34
Figure 23 : Aspect des matières premières.....	35
Figure 24 : composition chimique des échantillons élaborés.....	41
Figure 25 : Photos des échantillons élaborés.....	41
Figure 26 : retrait des échantillons élaborés.....	43
Figure 27 : la porosité des échantillons.....	44
Figure 28 : la densité des échantillons.....	45
Figure 29 : l'essai dans l'appareil la flexion.....	46
Figure 30 : l'essai dans l'appareil de la compression.....	47
Figure 31 : Les essais élaborés dans four électrique à 800°C.....	47

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification des principales familles chimiques de réfractaire.....	10
Tableau 2 : Produits siliceux.....	12
Tableau 3 : Produits silico-alumineux.....	15
Tableau 4 : Produits alumineux.....	18
Tableau 5 : Composition chimique des matières premières.....	36
Tableau 6 : Le retrait de la chamotte.....	37
Tableau 7 : Résultats des analyse minéralogiques.....	37
Tableau 8 : Pourcentage massique et le poids utilisé des matières premières.....	38
Tableau 9 : Calcul de l'apport en élément chimique des matières premières (essai).....	39
Tableau 10 : Teneur en oxyde du dosage (essai 1).....	39
Tableau 11 : Pourcentage massique des matières premières de chaque essai.....	40
Tableau 12 : Teneur en oxyde du dosage de chaque essai.....	40
Tableau 13 : Résultat des granulométrie des matières premières.....	42
Tableau 14 : Résultats de l'humidité des échantillons.....	43
Tableau 15 : Les résultats de l'absorption des échantillons.....	44
Tableau 16 : Les résultats de la porosité des échantillons.....	44
Tableau 17 : Les résultats de la densité des échantillons.....	45
Tableau 18 : Les résultats de la résistance de flexion.....	46
Tableau 19 : Les résultats de la résistance de compression.....	46
Tableau 20 : résultat de choc thermique.....	47

REMERCIEMENT

Au terme de ce travail, je tiens à remercier <<Allah>> le tout puissant de m'avoir donné le courage, la volonté et patience pour achever ce travail.

J'ai l'honneur et le plaisir de présenter ma profonde gratitude et mes sincères remerciements à mon encadreur Dr : Cheraitia abdellah, pour sa précieuse aide, ces orientations et le temps qu'elle m'a accordé.

Mes remerciements les plus sincères et les plus profonds sont adressés à :

L'entreprise de <<L'ETER Guelma>> de m'avoir ouvert les portes et d'avoir mis à ma disposition les moyens nécessaires pour la réalisation de mon travail.

Un très grand merci, à le chef d'atelier des réfractaires M. Belguech valid (abdekder) et M^{me} Abida chef de laboratoire qu'ils trouvent ici l'expression d'une grande reconnaissance de nous avoir encouragé dans les moments les plus difficiles et pour la compétence avec laquelle elle nous a aidé à mener à bien notre travail. Pour leurs aides, leurs conseils et leurs complicités.

Je remercie également tous ceux qui ont contribué de prêt ou de loin à la réalisation de mon mémoire et précisément les membres de jury de notre soutenance.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*Ames chers parents, mon père et ma mère qui sans eux je ne
serais arrivée jusqu'ici*

A mes sœurs :Loubna, Nour, Malak,

A mon frère : Wajdi.

*A tous mes amis : Rima, Bouchra, Halima, Imen, Ikhles,
Maïssa, samîha, Asma.....*

A tous mes familles

Enfin, je n'oublierai pas mes collègues

Promotion 'génies des procédés 2015.



Partie théorique



Introduction générale

Introduction générale

Les réfractaires sont des matériaux qui peuvent être utilisés de façon permanente à de hautes températures, tout en conservant leurs formes physiques et leurs identités chimiques. Ils sont très importants dans l'industrie car ils interviennent dans presque la totalité des processus qui utilisent la chaleur. En plus de l'importante utilisation dans la fusion des métaux, ils interviennent également dans les industries du verre, des céramiques, du ciment, de la chaux...etc.

Les réfractaires se différencient essentiellement par leur nature chimique. Ceux appartenant au système silico-alumine représentent le plus large groupe en terme du nombre de variétés qu'il contient et de la part dans le marché total des réfractaires. Les argiles kaoliniques, caractérisées par leur abondance et leur très faible coût d'extraction représentent un intérêt particulier. C'est pour cela qu'on a recours vers des matières locales. Le kaolin utilisé est extrait d'un gisement de Djebel Debbagh , situé à 35 Km au nord-ouest de la ville de GUELMA (Nord-est de l'Algérie). Cette argile kaolinique contient environ 38 % en masse d'alumine et près de 42% de silice.

Notre travail vise à substituer l'argile d'importation CAPBC par un kaolin local DD3 et à augmenter le taux de l'alumine « sous forme de corindon avec différents pourcentages.

Le travail présenté dans ce mémoire est divisé à quatre chapitres :

- Dans le premier chapitre, comprend des notions générales sur les matériaux réfractaires : la définition et les propriétés des matériaux réfractaires et leur classification.
- Le deuxième chapitre traite des réfractaires silico-alumineux en général, et leur produits.
- Le troisième et le quatrième chapitre portent sur l'étude expérimentale, nous les avons réservés pour :

Les méthodes utilisées et les caractéristiques des matières premières dans le troisième.

Les interprétations des résultats obtenus dans le quatrième.

- Enfin des conclusions viendront dresser le bilan des travaux réalisés.



Chapitre I :
Les matériaux
réfractaires

CHAPITRE I :

Les matériaux réfractaires

I.1. Historique et développement des matériaux réfractaires :

Le véritable développement de l'industrie des produits réfractaires date du XIXème siècle (vers 1883), avec le développement de la métallurgie (procédés BESSEMER et MARTIN) qui utilisent des briques qui résistent à 1000 °C puis à 1200°C pour la fabrication des produits céramiques. En 1897, le four à arc d'Henri Moissan atteint 2000°C. Herman Nernst, en plaçant en 1903 un élément chauffant en matière réfractaire dans un four électrique, pulvérise le record. En 1905, Moissan volatilise du graphite à 3000°C.

En conséquence, la limite dépasse 1400°C en 1920. Vers 1950, la haute température débute vers 1500°C. En 1980, le monde de la physico-chimie des hautes températures s'accorde à minima à 1800°C, voir aujourd'hui plus de 2000°C [1].

I.2. Définition :

Selon la norme AFNOR B 40.001, un produit, quelle que soit sa nature (métal, céramique, carbone, ...) est dit réfractaire lorsqu'il possède une résistance pyroscopique supérieure à 1520°C. Il est dit hautement réfractaire lorsque sa résistance pyroscopique dépasse 1800°C [2].

Les réfractaires assurent essentiellement trois rôles :

- Un rôle **isolant** : ils contiennent la chaleur au sein des appareils de fusion, maintien ou transfert du métal.
- Un rôle de **réceptacle** ou de réservoir : ils maintiennent à une température donnée des charges solides ou liquides, sans en altérer la qualité, et assurent aussi le transfert de liquides chauds.
- Un rôle **protecteur** : ils assurent la sécurité des hommes et des équipements autour d'un appareil fonctionnant à haute température [3].

I.3. La réfractarité d'un matériau :

C'est son aptitude de conserver sa solidité mécanique sous l'action de la haute température. Elle dépend de la composition chimique et de la présence des additions dans le réfractaire. Ce critère conduit à trois groupes de classement :

- Matériaux à moyenne réfractarité : entre 1580 1770°C ;

- Matériaux à haute réfractarité : entre 1770 - 2000°C ;
- Matériaux à très haute réfractarité : au dessus de 2000°C [4].

I.4. Les propriétés des matériaux réfractaires :

Les propriétés des matériaux très importantes pour la fabrication et pour les applications des matériaux réfractaires.

I.4.1. Propriétés mécaniques :

Au point de vue mécanique, les réfractaires sont généralement fragiles car l'effort nécessaire pour la fracture est inférieur à l'effort demandé pour la déformation, on peut donc supposer, que leur comportement est élastique jusqu'à la rupture.

On peut donc supposer, avec une très bonne approximation, que leur comportement est élastique jusqu'à la rupture.

I.4.2. Propriétés thermiques :

La sensibilité des matériaux céramiques aux tensions thermiques est l'un des facteurs principaux limitant leur utilisation pour de nombreuses applications à haute température.

La résistance aux chocs thermiques est la capacité des matériaux à résister aux variations brusques de températures sans rupture.

I.4.3. Propriétés physiques :

On nomme ainsi un ensemble de caractéristiques permettant de définir physiquement les matières et les produits fabriqués. Ce sont les densités, porosités et l'absorption d'eau.

Les briques réfractaires sont généralement caractérisées par une haute porosité, une densité moins nécessaire et une absorption d'eau influencée par la grandeur des grains [5].

I.4.4. Propriétés chimiques :

Les matériaux réfractaires doivent avoir une certaine résistance élevée à l'abrasion et à l'érosion [6].

I.5. Composition des matériaux réfractaires :

I.5.1. Matières premières:

Les matières qui entrent dans la composition des réfractaires se divisent en deux catégories :

- matières premières plastiques
- matières premières non plastiques.

I.5.1.1. Les matières premières plastiques:

Une matière plastique est une matière susceptible de donner avec l'eau une pâte plastique de prendre après cuisson une solidité de pierre. Les matières premières plastiques sont essentiellement les Kaolins et les argiles [1].

1. Les kaolins :

Le kaolin est l'élément fondamental dans la plupart des argiles employées dans l'industrie céramique. Le terme kaolin est d'origine chinois, il vient de «kaoling» nom d'une colline située à proximité de Yaochao-Fu dans la province de Kiangsi, où cette matière blanche et plastique a été exploitée. Les argiles kaolinitiques sont constituées essentiellement de kaolinite (80 % massique) souvent associée à d'autres minéraux. La présence du quartz est systématique, elle provient des processus géologiques de formation des argiles. Pour les mêmes raisons, on rencontre souvent des impuretés sous forme d'oxydes de micas et/ou de feldspaths. Ces impuretés ont une influence sur la couleur des kaolins. Les minéraux kaolinitiques se trouvent dans la nature sous forme des plaquettes ou tubulaires dont la formule structurale théorique de la kaolinite est $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, et la composition chimique est : $\text{SiO}_2 = 46,53\%$ massique, $\text{Al}_2\text{O}_3 = 39,53\%$ massique et $\text{H}_2\text{O} = 13,9\%$. La kaolinite a une masse molaire de 258 g/mol et une densité théorique à peu près égale à 2,6 [7].

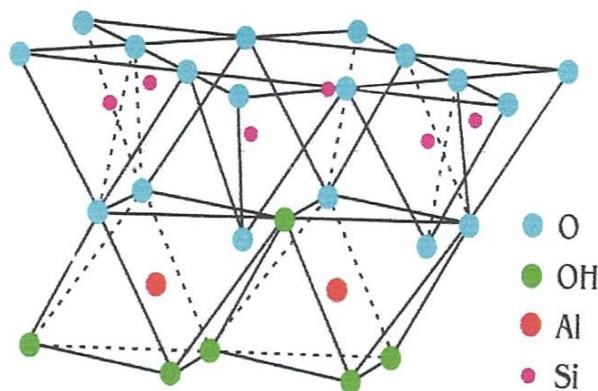


Figure 1 : structure de kaolin composition

Dans notre cas, on utilise un Kaolin local DD3 « kaolin de Djebel Debbagh », c'est un kaolin naturel, connu et exploité depuis presque un siècle. Il est extrait d'un gisement situé à Djebel Debbagh dans la wilaya de Guelma (Algérie). Le Gisement de Djebel Debbagh s'étale sur une superficie de 391 Km^2 Il se trouve à 17 Km de la ville Hammam Debbagh. Les villes de Guelma et d'Annaba sont respectivement à 35 km au Sud-est et à 90 Km au Nord-est.

Il présente d'excellentes propriétés avec sa teneur élevée en alumine et en silice, néanmoins un inconvénient majeur limite son utilisation pour la fabrication des céramiques de haute qualité [8].

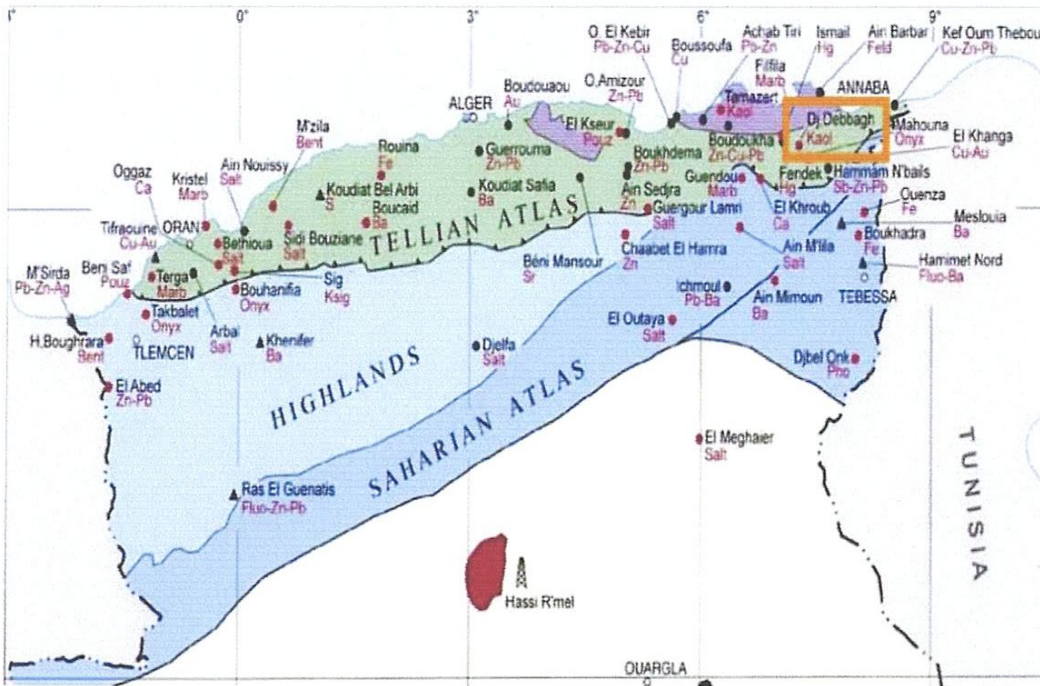


Figure 2 : Site d'extraction du kaolin utilisé.

2. Les argiles :

Les argiles sont formées par la dégradation des roches volcaniques. Elles sont moins pures que les kaolins avec une teneur en kaolinite qui ne dépasse pas les 50 % en masse et elles sont souvent associées à d'autres minéraux, résidus de la transformation: quartz, micas, feldspaths, calcites et divers déchets, en plus des impuretés tel les oxydes et hydroxydes de fer.

Les matériaux argileux silico-alumineux constituent souvent des mélanges naturels complexes de minéraux dont la granulométrie et les propriétés physico-chimiques sont très variables. A l'état de fines particules, les matériaux argileux sont les constituants de nombreuses formations géologiques et des sols.

Parmi elles, se trouvent les argiles réfractaires, constituées de kaolinite, de quartz d'illites et des impuretés en plus faible concentration [9].

1.5.1.2. Les matières premières non plastiques :

Elles sont également appelées dégraissantes car leur adjonction aux argiles diminue la plasticité de celle-ci, augmente la porosité et freine le retrait au séchage. La matière première non plastique utilisée essentiellement dans la fabrication des briques réfractaire dans d'autre cas est la chamotte [10].

1. La chamotte :

Les chamottes sont constituées par des argiles calcinées généralement à une température supérieure à la température de cuisson des pâtes qu'elles composent. Dans ce cas, elles sont parfaitement inertes et réduisent les retraits.

Après cuisson, ces chamottes sont broyées tamisées et classées par grosseur avant d'être introduites dans les mélanges.

La chamotte est utilisée pour la fabrication de briques réfractaires. Elle est mélangée à de l'argile broyée. En mouillant ce mélange, on obtient une pâte plastique dont on peut façonner les briques. Ce mélange est ensuite séché et cuit. Les briques sont ainsi rendues résistantes à l'eau [11].

I.5.1.3. Les fondants :

Les fondants sont des oxydes alcalins (Na_2O , K_2O , MgO) qui abaissent la température de cuisson (frittage) du mélange et entraîne une diminution considérable de la viscosité.

Ces oxydes peuvent être obtenus à partir de plusieurs matières tels que : les carbonates, le talc, la dolomite ... etc.

1. Dolomite :

C'est une combinaison naturelle de CaCO_3 , MgCO_3 . Elle est utilisée dans la préparation des maux et des colles pour assurer l'oxyde de magnésium (MgO) et de Calcium (CaO). Sa forme générale est CaCO_3 , MgO .

2. Talc :

C'est un fondant blanc de formule moléculaire $4\text{SiO}_2 \cdot 3\text{MgO} \cdot \text{H}_2\text{O}$, il est considéré comme la source principale de MgO qui agit comme fondant et il donne avec les argiles la cordiérite qui confère au tesson une bonne résistance au choc thermique et une dilatation peu élevée [12].

I.6. Classification des matériaux réfractaires :

Les matériaux réfractaires sont en général classés en quatre groupes différents :

I.6.1. Classification selon les procédés des fabrications :

Ils sont divisés en deux groupes :

- Réfractaires naturels
- Réfractaires artificiels : qui se subdivisent à leur tour en :
 - a) Réfractaires artificiels pressés ;
 - b) Réfractaires artificiels fondus ;
 - c) Réfractaires artificiels damés [4].

I.6.2. Classification selon l'usage :

On distingue deux types : les réfractaires structurels et les réfractaires fonctionnels.

I.6.2.1. Les réfractaires structurels :

Ce Sont des matériaux de construction utilisés pour la fabrication des produits réfractaires. Ils sont élaborés à partir de particules plus ou moins grossières. Ils manifestent un très faible retrait à la cuisson et sont caractérisés par une porosité comprise entre 12 et 20 %. Leur résistance mécanique de ce fait n'est pas très élevée. La taille des pièces s'évalue en dm^3 , voir en m^3 .

I.6.2.2. Les réfractaires fonctionnels :

Ce Sont des produits conçus pour des applications très précises dénommées céramiques fines. Ils sont utilisés pour la fabrication des cannes pyrométriques, des filtres, des busettes, etc. Ils sont fabriqués à partir de poudres fines et manifestent un très fort retrait à la cuisson. Ils sont caractérisés par une porosité quasi-nulle et ont une haute résistance mécanique, mais aussi une certaine fragilité. La taille des pièces s'évalue en cm^3 .

I.6.3 Classification suivant leur mise en forme :

Les réfractaires peuvent se présenter sous deux formes : les façonnés prêts à l'emploi suite à une cuisson préalable et les non façonnés ou monolithiques qui nécessitent une cuisson avant mise en service (figure 2).

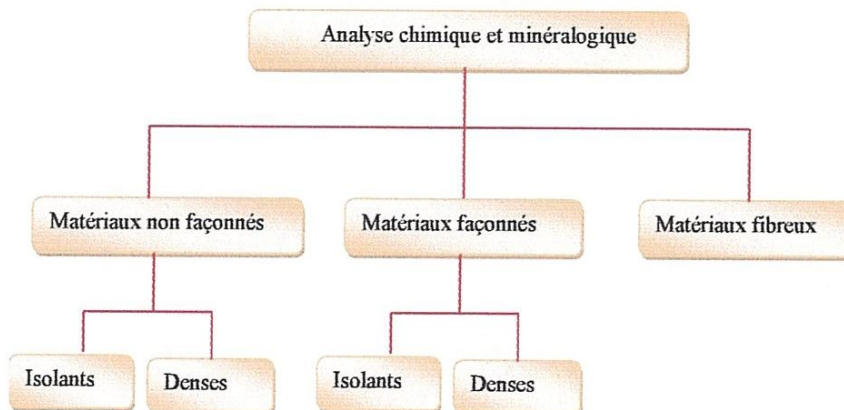


Figure 3 : Schéma de Classification suivant leur mise en forme

I.6.3.1. Réfractaires façonnés :

Les réfractaires façonnés prêts à l'emploi suite à une cuisson préalable sont :

- Les briques de toutes formes ;
- Les blocs préfabriqués à partir de béton ;

- Les pièces de forme élaborées à partir de réfractaires fonctionnels, telles que les ouvreaux de bruleur, les trous de coulée, les cannes pyrométriques, ...etc.
- Les éléments préformés en réfractaires isolants, tels que les modules de fibres, les cartons, les tresses, etc.

I.6.3.2. Réfractaires non façonnés ou monolithiques :

Les réfractaires non façonnés ou monolithiques, qui nécessitent une cuisson avant mise en service sont :

- Les bétons mis en œuvre par coulage-vibrage ou auto coulage ;
- Les pisés mis en œuvre par vibrage ou damage ;
- Les masses plastiques mises en œuvre par damage ;
- Les produits de gunitage mis en œuvre par projection ;
- Les produits de jointoiement pour briquetage ;
- Les enduits ;
- Les produits de réparation ;
- Les isolants en nappes ou en vrac.

I.6.3.3. Matériaux fibreux :

Ces matériaux sont fabriqués à partir de matières premières réfractaires et livrés sous forme de fibres. On distingue essentiellement les produits de : silice, alumine, silicate d'alumine, carbure de silicium, chromite, nitrure de bore et la zirconie.

I.6.4. Classification selon la composition chimique:

Les réfractaires peuvent être classés selon la nature chimique ou la teneur de ces constituants.

❖ selon la nature chimique des principaux constituants, on peut distinguer :

- Les réfractaires à base d'oxydes ;
- Les réfractaires à base de non-oxydes ;
- Les réfractaires mixtes.

I.6.4.1. Réfractaires à base d'oxydes :

Un très petit nombre d'oxydes sont utilisés pour la fabrication des réfractaires. Citons :

- La silice SiO_2 ;
- L'alumine Al_2O_3 ;
- La chromite Cr_2O_3 ;
- La magnésie MgO ;
- La chaux CaO ;
- La zirconie ZrO_2 .

I.6.4.2. Réfractaires à base de non-oxydes :

En pratique, le corps principal des réfractaires à base de non-oxydes est constitué d'un petit nombre de composants. Ce sont principalement :

- Le graphite ; forme cristallisée du carbone ;
- Les goudrons et brais ; formes amorphes du carbone ;
- Le carbure de silicium SiC , nitrure de silicium Si_3N_4 , nitrure d'aluminium AlN , nitrure de bore BN et les oxynitrures de silicium et aluminium.

A haute température, ces substances ne sont stables qu'en atmosphère exempte d'oxygène.

I.6.4.3. Réfractaires mixtes :

Les réfractaires mixtes sont des matériaux constitués principalement d'oxydes et accessoirement de non-oxydes. Le tableau 1 présente de manière succincte les principales familles chimiques de réfractaires [3].

❖ Selon la teneur du constituant principal les céramiques réfractaires sont classées comme suit :

➤ **Les réfractaires acides ou aluminosilicates :**

Alumineux, argileux, silico-argileux, siliceux de silice.

➤ **Les réfractaires basiques :**

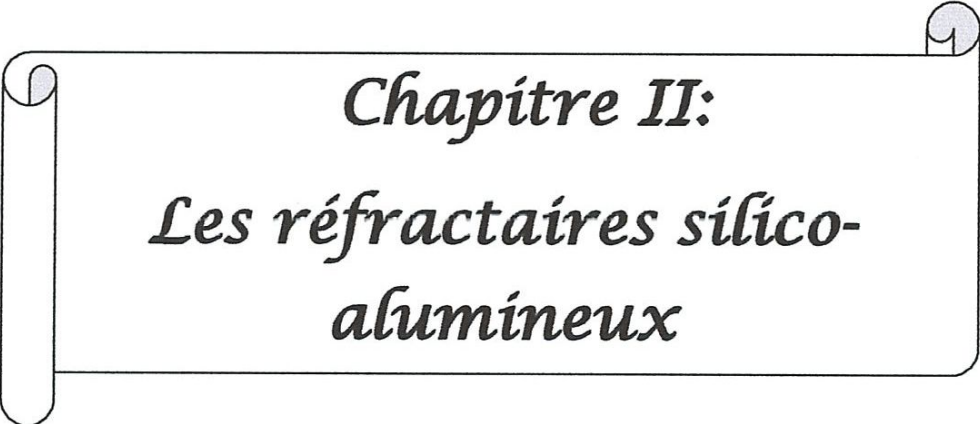
Produits de magnésie, magnésie-chrome, forsterite, et de la dolomite.

➤ **Les réfractaires spéciaux :**

A base de carbone, graphite, de zircon, de zircone, de carbure de silicium, de nitrures tels que (Si_3N_4), de borures (B_2C) [13].

Tableau 1 : Classification des principales familles chimiques de réfractaire

	Produit	Constituant principal (en %)
riches en silice :	- produits de silice	93 < SiO ₂
	- produits siliceux	85 < SiO ₂ < 93
	- produits silico-argileux	10 < SiO ₂ < 85 Al ₂ O ₃ < 30
riches en alumine :	- produits argileux	30 < Al ₂ O ₃ < 45
	- produits d'andalousite, sillimanite, cyanite	45 ≤ Al ₂ O ₃ < 72
	- produits mullitiques	72 < Al ₂ O ₃ < 80
	- produits de bauxite calcinée	80 < Al ₂ O ₃ < 90
	- produits d'alumine	90 < Al ₂ O ₃
	- produits de spinelle alumineux	50 < Al ₂ O ₃ 15 < MgO
riches en magnésie :	- produits de dolomie	50 < MgO CaO < 50
	- produits de magnésie	80 < MgO
	- produits de magnésie-chromite	55 < MgO < 80
	- produits de chromite-magnésie	25 < MgO < 55 Cr ₂ O ₃ < 25
	- produits de chromite	25 < Cr ₂ O ₃
	- produits de spinelle-magnésie	50 < MgO < 85 15 < Al ₂ O ₃
Produits spéciaux :	- produits à base de chaux	CaO
	- produits à base de zircon	ZrSiO ₄
	- produits à base de zircone	ZrO ₂
	- produits à base de carbone*	graphite, brais, résines
	- produits à base de carbure de silicium	SiC
	- produits à base de nitrures de silicium, aluminium ou bore	Si ₃ N ₄ , AlN, BN
	- produits à base d'oxynitrures de silicium et aluminium	Sialons
	* souvent combinés aux produits riches en magnésie	



Chapitre II:
Les réfractaires silico-
alumineux

CHAPITRE II : *Les réfractaires silico-alumineux*

II.1. Introduction :

Les réfractaires les plus utilisés font partie du système alumine-silice. Les aluminosilicates représentent le plus large groupe en terme du nombre de variétés qu'il contient dans le marché total des réfractaires.

Entre l'alumine et la silice, constituants les plus abondants de l'écorce terrestre, il existe un grand nombre de composés naturels pouvant servir de matières premières à la fabrication des matériaux réfractaires aluminosilicates [14].

II.2. Classification des réfractaires silico_alumineux :

Ces réfractaires, suite au caractère chimique des cations dont ils sont composé, sont dits encore réfractaires acides, les compositions des divers matériaux réfractaires aluminosilicate on en distingue trois sortes :

II.2.1. Les réfractaires de silice :

Ces matériaux ont une teneur en silice supérieure ou égale à 93%. Ils sont élaborés à partir de quartzites [15].

II.2.1.1. Produits siliceux :

Le tableau 2 décrit les matières premières utilisées pour l'élaboration des produits siliceux. À pression atmosphérique, la silice existe sous différentes formes. La figure 4 indique les températures de transformation de ces différentes formes [3].

Tableau 2 : Produits siliceux

Matières premières	Composition chimique requise (en %)	Constituants minéralogiques	Remarques
Quartzite	> 95 SiO ₂ <2,5 Al ₂ O ₃ +TiO ₂ <0,3 CaO <0,1 MgO < 0,1 Na ₂ O+ K ₂ O	Quartz finement cristallisé (origine métamorphique)	-transformation irréversible, à chaud, en cristobalite et tridymite, avec augmentation de volume -quartzite convenable pour réfractaire → transformation rapide en cristobalite
Sable quartzueux	Idem	sable naturel grés broyé (origine sédimentaire)	- fabrication de la silice fondue → verre de silice au refroidissement
Silice fondue	> 99,8 SiO ₂	verre synthétique	- dilatation thermique très faible → excellent tenue aux chocs thermiques - transformation en cristobalite à T >10
Diatomite	65-90 SiO ₂ 4-10 Al ₂ O ₃ 1-4 Fe ₂ O ₃ 1-3 CaO+MgO 6-16 H ₂ O	silice amorphe et hydratée (boue fossile de diatomées)	- après calcinations, fabrication des isolants thermiques
Fumée de silice	85-98 SiO ₂ 0,2-2,5 C 0,3-5 Na ₂ O +K ₂ O 0,1-2,5 MgO	silice amorphe en microbilles (φ = : 0,02-0,45 μm)	- coproduit de la fabrication du silicium par réduction du quartz par le carbone dans un four à arc, - produit d'oxydation des fumées de SiO - très utilisée pour optimiser la rhéologie des bétons

Parmi les différentes phases des produits on trouve le quartz. C'est la silice à l'état cristalline. Il représenterait environ 12% de la masse de la croûte terrestre, il se trouve sous la variété allotropique, quartz α dite de basse température. S'il n'était pas cristallisé on pourrait dire qu'il est une sorte de « verre naturel » cependant les conditions de sa formation (refroidissement lent) en ont fait un cristal. En le faisant fondre de nouveau on peut le transformer, selon la convenance, en verre, en jouant sur le temps de refroidissement [16].

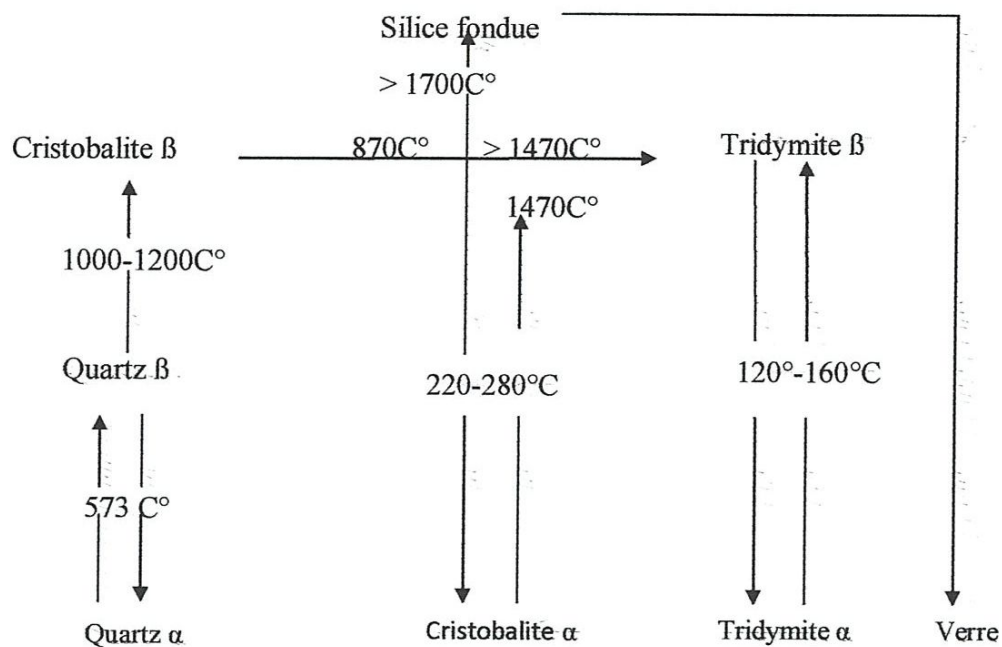


Figure 4 : Transformations de phase de la silice à différentes températures

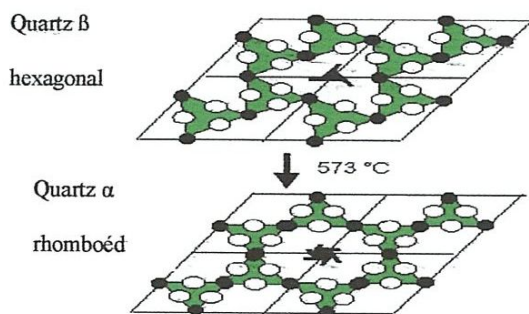


Figure 5 : Structure de quartz

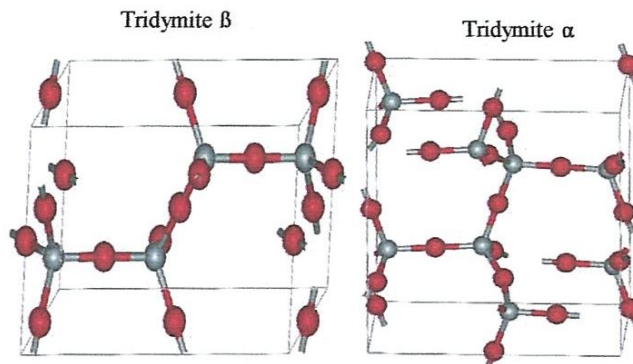


Figure 6 ; Structure de tridymite

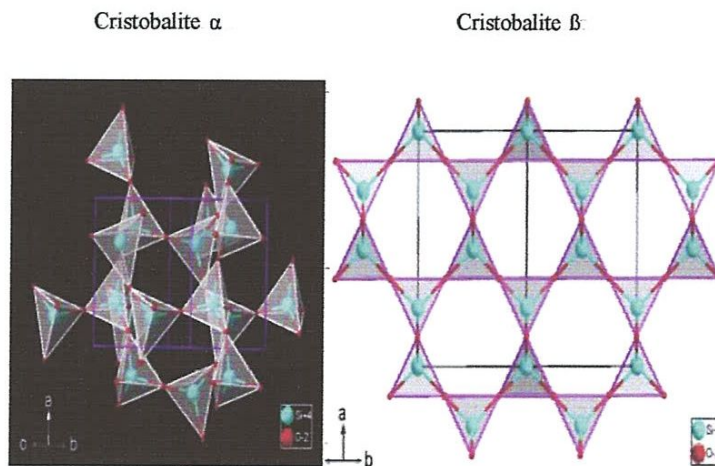


Figure 7 : Structure de cristobalite

II.2.2. Les réfractaires argileux et silico-argileux:

Leur teneur en alumine est comprise entre 10% et 45%. Ils sont élaborés à partir d'argiles réfractaires et de chamottes [15].

II.2.2.1. Produits silico-argileux :

Les produits silico-argileux sont des silicates d'aluminium naturels ou issus par calcination de produits naturels. Ce sont donc des produits plus ou moins chargés en impuretés et de composition chimique variable selon le gisement exploité. Leur comportement en service peut donc varier dans un même appareil d'un garnissage réfractaire à l'autre [3].

Le tableau 3 cite les produits les plus couramment utilisés dans l'industrie des réfractaires.

Tableau 3 : Produits silico-alumineux

Matière première	Composition chimique requise en %	Constituants minéralogiques	Remarques
Bentonite	> 15 Al ₂ O ₃ < 7 CaO + MgO < 3 Na ₂ O + K ₂ O	montmorillonite Al ₂ O ₃ , 4SiO ₂ , 6H ₂ O (quartz)	- utilisée comme plastifiant - souvent associée à du sable quartzeux — pisés bas de gamme
Kaolin	> 35 Al ₂ O ₃ < 1 Na ₂ O + K ₂ O	kaolinite Al ₂ O ₃ , 2SiO ₂ , 2H ₂ O (quartz)	- utilisés comme plastifiant - par calcination à 1 200-1 250 °C — chamotte
Pyrophyllite	20-30 Al ₂ O ₃	Pyrophyllite Al ₂ O ₃ , 4SiO ₂ , H ₂ O	- faible perte en eau lors de la calcination - utilisée à l'état brut, car il présente un faible gonflement à la cuisson
Chamotte	> 40 Al ₂ O ₃	Mullite 3Al ₂ O ₃ , 2SiO ₂ cristobalite SiO ₂	- équivalent d'argiles calcinées, totalement déshydratées, transformées en produits réfractaires stables (retrait achevé) - calcination de boulettes argileuses en four rotatif + broyage
Perlite	71-75 SiO ₂ 12-18 Al ₂ O ₃ 1-4 Na ₂ O + K ₂ O	matériaux vitreux	- roche volcanique expansée par chauffage rapide - densité ~ 0,3 - utilisation comme isolant jusqu'à 1 400 °C
Andalousite	54-60 Al ₂ O ₃	Andalousite Al ₂ O ₃ , SiO ₂	- transformation en mullite + cristobalite à T > 1 300 °C avec augmentation de volume (5-8 %) - microstructure de type composite
cyanite calcinée	56-61 Al ₂ O ₃	mullite silice vitreuse	- équivalent d'une chamotte noble (c'est-à-dire riche en alumine) - quelquefois utilisée à l'état cru, car à la cuisson Av ~ 15 % donc capable de compenser le retrait des argiles
Mullite	71-75 Al ₂ O ₃	Mullite 3Al ₂ O ₃ , 2SiO ₂ ou 2Al ₂ O ₃ , SiO ₂ (corindon, verre)	- produit synthétique obtenu soit par frittage (mull. 3:2) soit par électrofusion (mull. 2:1) d'un mélange kaolinite (ou silice) + bauxite + alumine calcinée - seul produit stable dans le système SiO ₂ -Al ₂ O ₃
bauxite calcinée	> 85 Al ₂ O ₃ < 4 TiO ₂ < 2 Fe ₂ O ₃ < 8 SiO ₂ e Na ₂ O + K ₂ O	mullite corindon (titanate d'Al)	- 2 variétés de bauxite : • bauxite à gibbsite (Al ₂ O ₃ , 3H ₂ O), principal gisement en Guyane, pauvre en TiO ₂ et en Na ₂ O + K ₂ O • bauxite à diaspore (Al ₂ O ₃ , H ₂ O), principal gisement en Chine, plus riche en TiO ₂ , Na ₂ O et K ₂ O que la bauxite à gibbsite - calcination entre 1 400 et 1 800 °C

1. La Mullite :

La mullite est un constituant principal dans tous les matériaux silico-alumineux argileux. Elle n'existe pas dans la nature à l'état de gisement important, mais elle est fabriquée artificiellement soit par électrofusion, soit par frittage à haute température d'un mélange de minéraux (kaolinite et alumine en mélange stœchiométrique correspondant). La mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) est une phase cristalline qui apparaît lors de la cuisson du kaolin entre 930 et 1000 °C et elle est le résultat de la décomposition du méta kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$). Elle se cristallise dans le système orthorhombique. Les grains peuvent avoir une morphologie en forme d'aiguilles ou en agrégats selon les conditions d'élaboration. La densité de la mullite varie entre 3,11 et 3,26. La mullite est le dernier terme des silicates d'alumine « diagramme d'équilibre du système $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ (figure 10) ». Elle est le plus réfractaire avec une température fusion de 1830 °C [9].

1.2. Caractéristiques de la mullite :

- Stabilité thermique élevée ;
- Faible dilatation et conductivité thermiques ;
- Bonne stabilité chimique (bonne résistance à la corrosion) ;
- Grande résistance mécanique à chaud ;
- Grande réfractarité ($T_{\text{fusion}} > 1830 \text{ °C}$) ;
- Résistance mécanique et tenacité modérée, dureté élevée (10 à 15 GPa) ;
- Résistance aux chocs thermiques moyenne [6].

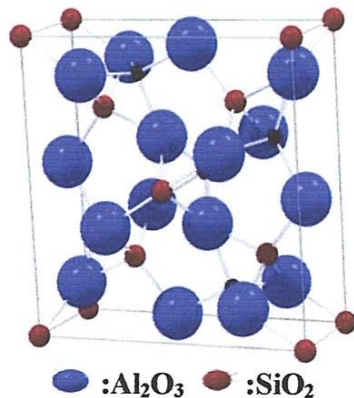


Figure 8 : structure de mullite

II.2.3. Les réfractaires alumineux :

Ils présentent une teneur en alumine supérieure ou égale à 45%, ils sont classifiés en deux groupes :

- Groupe 1 : ou la teneur en alumine est supérieure à 56% ;

- Groupe 2 : ou la teneur en alumine est comprise entre 45% et 56%.

A. Les produits du groupe 1 sont eux –mêmes classés selon trois sous –groupes :

- Les produits de sillimanite, andalousite et cyanite dont la teneur en alumine est comprise entre 65% et 70%, ils sont formés essentiellement de mullite après cuisson.
- Les produits de bauxite et de gibbsite ont une teneur en alumine comprise entre 70% et 90%, ils sont caractérisés par une faible résistance à l'affaissement à haute température mais ils ont une bonne résistance aux chocs thermiques.
- Les produits d'alumine avec une teneur en alumine supérieure à 90% présentent une très forte conductibilité thermique et donc une bonne résistance aux chocs thermiques. Peu mouillés par les métaux fondus, ils présentent une bonne résistance aux attaques chimiques.

B. Les produits du groupe 2 sont réalisés à partir de chamottes argileuses d'alumine venant de bauxite ou d'andalousite [15].

Les briques réfractaires à haute teneur en alumine sont de bons isolants (présentant une faible conductivité thermique) avec une bonne résistance à l'abrasion.

Elles sont utilisées dans les :

- Fours de cuisson de carbone pour l'industrie d'aluminium ;
- Fours rotatifs à ciment ;
- Fours à coke ;
- Hauts fourneaux ;
- Fours de réchauffage ;
- Fours à chaux ;
- ...etc. [17].

II.2.3.1. Caractéristiques des produits alumineux

Les produits alumineux sont des produits de synthèse de grande pureté, excepté le corindon brun, élaboré directement à partir de bauxite, c'est-à-dire d'une roche naturelle de composition chimique variable. Ils sont utilisés pour la fabrication de réfractaires à hautes performances.

Le tableau 4 indique les principaux produits alumineux servant à la fabrication des réfractaires [3].

Tableau 4 : Caractéristiques produits alumineux

Matières premières	Composition chimique requise en %	Constituants minéralogiques	Remarques
alumine calcinée	> 99 Al ₂ O ₃	corindon Al ₂ O ₃ - α	- alumine issue du procédé Bayer par calcination à 1 100-1 200 °C - particules très fines : 0,1-20 mm filler — rhéologie des bétons optimisée (notamment bétons autocoulables) - finesse — grande réactivité a chaud
Alumine tabulaire	>99 Al ₂ O ₃ < 0,5 Na ₂ O	corindon Al ₂ O ₃ - α (0 40-200 mm) (alumine-β) Na ₂ O, 11 Al ₂ O ₃ ou Na ₂ O, 6Al ₂ O ₃	- alumine calcinée, puis frittée sous forme de boulettes de 25 mm à 1 800-1 900 °C et broyée à différentes granulométries - porosité des grains ouverte et fermée
corindon blanc	> 99,5 Al ₂ O ₃ < 0,5 Na ₂ O	corindon Al ₂ O ₃ - α (alumine β)	- obtenu par fusion de l'alumine calcinée Bayer dans un four à arc électrique à T > 2050 °C - porosité fermée plus abondante que dans l'alumine tabulaire
corindon brun	94-97 Al ₂ O ₃ ~ 3 TiO ₂	Corindon Al ₂ O ₃ -α (titanate d'Al, ferrosilicium)	- obtenu par fusion de bauxite calcinée + carbone dans un four à arc électrique - en milieu réducteur, à chaud, Fe ₂ O ₃ , SiO ₂ , TiO ₂ — ferrosilicium qui décanté au fond du four
alumine globulaire	> 99,5 Al ₂ O ₃	corindon Al ₂ O ₃ - α en sphérules creuses (0 2-4 mm)	- obtenue à partir d'un jet d'alumine fondue traversant un jet d'air comprimé - utilisée comme isolant thermique

Les produits alumineux les plus utilisés dans la fabrication des réfractaires :

1. L'alumine (Al₂O₃) :

L'alumine représente 25% environ en poids de roches de la surface terrestre avec 40-44% d'alumine, mais le plus souvent sous forme de silicates soit à faible teneur comme les argiles et les kaolins ou à forte teneur comme la sillimanite, la cyanite, la bauxite... etc.

Les caractéristiques communes à tous ces produits est d'avoir après cuisson une structure contenant de la mullite, dont la qualité est minimale pour les matériaux à basse teneur et cuitent à 1330°C et quantité maximale pour les produits à haute teneur en alumine [4].

2. Corindon :

Oxyde d'aluminium, le corindon se présente en cristaux prismatiques, en fuseaux (icosaèdres aigus) ou en prismes aplatis (formes tabulaires). Il se caractérise par sa grande dureté, à peine inférieure à celle du diamant qui est le minéral le plus dur avec un indice de 10. Il est surtout connu pour ses variétés colorées et transparentes : le rubis de couleur rouge, et le saphir pour toutes les autres couleurs. Le corindon peut être confondu avec les spinelles, autres oxydes d'aluminium, qui ont toutefois une dureté moindre (8) et un système cristallin différent (cubique).

Formule : Al_2O_3 .

Système : rhomboédrique.

Dureté : 9.

Poids spécifique : 3,9-4,1.

Transparence : d'opaque à transparent.

Cassure : inégale, légèrement conchoïdale ou esquilleuse.

Le corindon est un minéral accessoire des roches cristallines. Il est présent dans les roches magmatiques aluminiques sous-saturées en silice (syénites, plagioclases, certains filons pegmatitiques) et dans des roches métamorphiques riches en aluminium (marbres, micaschistes, gneiss, bauxites métamorphiques). En raison de sa dureté, on peut le trouver remanié dans certaines roches sédimentaires détritiques (sables, grès, arkoses).

Les variétés opaques ou semi-opaques (émeris) sont utilisées comme abrasif. Les variétés limpides et transparentes sont taillées en gemmes.

Le corindon n'est pas attaqué par les acides il est infusible [18].

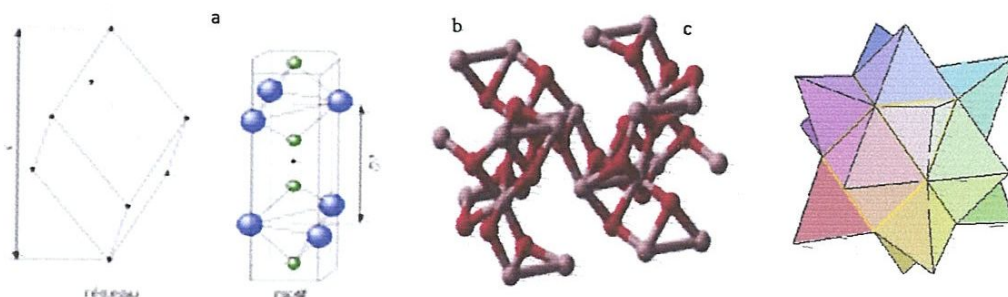


Figure 9 : Les structures de corindon: (a) en tubulaire, (b) en cristaux, (c) en icosaèdres aigus

II.4. Diagramme binaire Silice-Alumine:

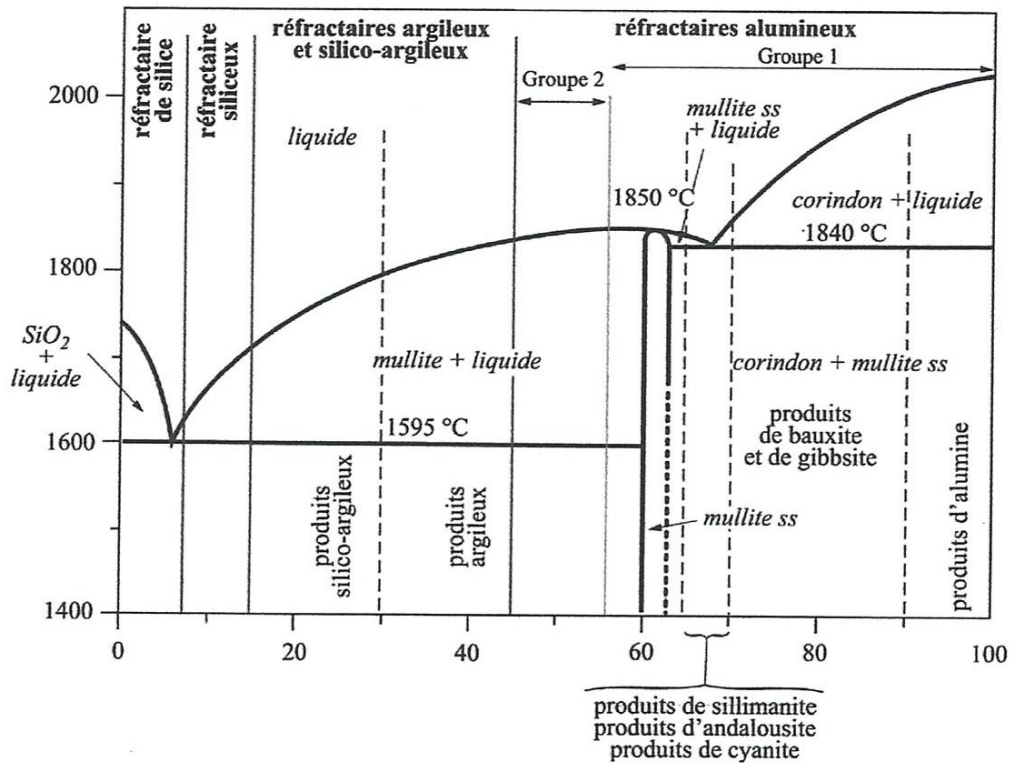


Figure 10 : Le diagramme d'équilibre silice -alumine

Le diagramme d'équilibre (figure 4) donne les températures de fusion et de solidification en fonction de la proportion silice-alumine.

Nous voyons sur le diagramme qu'il y a un eutectique correspondant à 95% de silice et 5% d'alumine qui fond à 1595 °C au dessus de la courbe dite liquide, tout est liquide. Au-dessous et jusqu'à l'horizontale passant par l'eutectique, il y a une partie solide et une partie liquide ; au dessous de cette horizontale naturellement tout est solide.

Avant l'eutectique, on a un mélange de cristobalite et de liquide. Plus la teneur en silice est élevée, plus le produit et réfractaire est inversement. Plus il y a d'alumine, plus ce mélange se rapproche de l'eutectique donc il est plus fusible.

Au dessous de 95% de silice nous avons l'autre branche de la courbe, nous voyons que la, c'est l'élément silice qui est la cause de la fusibilité.

Pour une même teneur en alumine, au fur et à mesure de l'élévation de la température, la partie fondue devient de plus en plus importante au détriment des cristaux de mullite.

Mais quand la teneur en alumine croît, la courbe de liquide s'élève ; donc plus un mélange contient d'alumine, plus il sera réfractaire et plus il y aura formation de mullite, mais il y a toujours une phase liquide fondant à 1595°C et sa quantité est de moins en moins importante au fur et à mesure de l'accroissement de la valeur l'alumine.

Pour une teneur de 80% d'alumine, à partir de 1840°C, la mullite est totalement dissoute et se recristallise en corindon Al_2O_3 , ce qui cause un changement très net dans l'allure de la courbe. Entre la courbe horizontale 1810°C, nous avons une phase liquide avec du corindon et non de la mullite.

Pour 71.8% d'alumine et 28.2% de silice, point qui correspond à la formule de la mullite $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$; il n'y plus de silice pour donner une phase liquide et nous obtiendrons au dessous de l'horizontale 1840°C un mélange de cristaux de corindon et de mullite ; mais si l'on dépasse l'horizontale 1840°C, la mullite va se transformer en corindon avec libération qui va à une phase liquide. A 2040°C ou 2100°C, le corindon (100% alumine) fond.

Le diagramme est très influencé par la présence des fondants même en faible teneur, ces derniers donnent avec la silice et l'alumine des eutectiques à point de fusion très bas.

La silice joue un rôle très important, car elle se trouve sous deux formes : quartz libre ou quartz amorphe [19].



Partie expérimentale



Chapitre III :
Méthodes et appareillages

CHAPITRE III : *Méthodes et appareillages*

III.1. Analyse Chimique et Structurale

III.1.1. Analyse spectromètre à fluorescence X

III.1.1.1. Principe

Dans un appareil de type MAGIXPRO, Un faisceau de rayons X est dirigé sur l'échantillon à analyser, provoquant l'émission des radiations X secondaires, dites de fluorescence. Ces radiations ont les longueurs d'ondes caractéristiques de chaque élément contenu dans l'échantillon. La radiation est canalisée vers un cristal analyseur qui sépare des diverses longueurs d'ondes et les diffracte vers un détecteur.

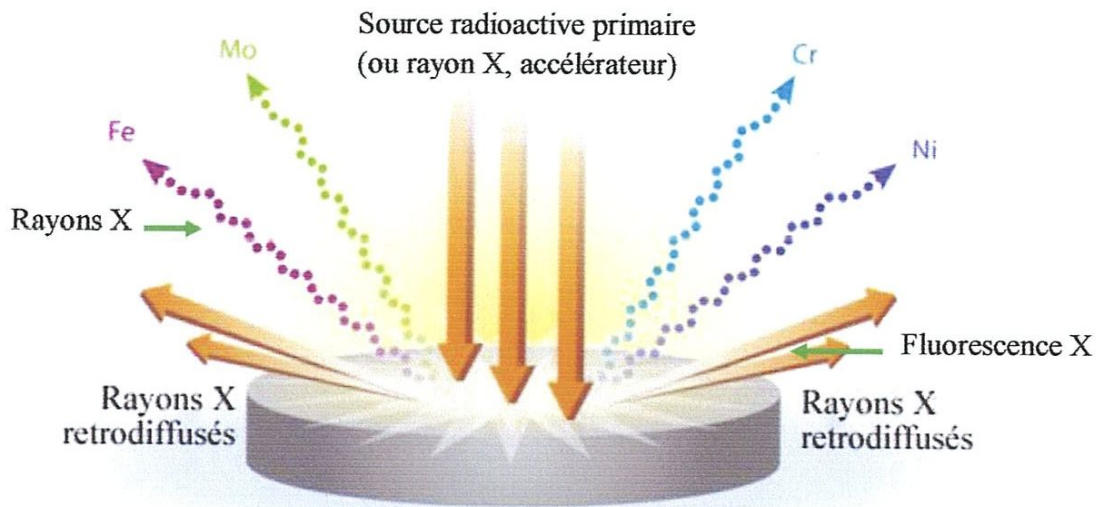


Figure 11 : schéma de principe de fluorescence X

Il est d'abord à remarquer que cette méthode comme beaucoup de méthodes spectrométriques a le grand avantage de ne pas nécessiter de mise en solution de l'échantillon à étudier, ce qui simplifie considérablement les manipulations.

Les couches d'électrons concernées sont principalement les couches internes (K, L).

La mesure de l'intensité de chacune des raies caractéristiques des éléments que l'on veut analyser (Ca, Si, Al, Fe, ... etc.) est faite par spectromètre. L'appareil donne donc à la fois l'analyse qualitative et l'analyse quantitative de la matière.

III.1.1.2. Mode opératoire :

a- préparation de la pastille :

- Peser 20 grammes de l'échantillon homogène et ajouter six gouttes TEA (Triéthylamine).
- Placer le récipient dans le broyeur et bien fermer le couvercle.
- Régler le temps de broyage à 01 minute et broyer.
- Mettre la poudre finement broyée (100 μm) dans le dispositif de pastillage et remplir avec de la poudre tamisée et nivelée.
- Passer sur presse sous une pression de 150 KN.
- Retirer la pastille obtenue, nettoyer sans toucher la surface de la pastille ni avec les doigts ni avec le pinceau.
- Mettre à l'étuve à 80 °C pendant 20 minutes,

b- Analyse de l'échantillon :

Retirer la pastille de l'étuve et la placer dans le porte échantillon de l'analyseur à fluorescente X (MAGIXPRO), attendre jusqu'à affichage de la composition chimique, sur écran.

III.2. Analyse minéralogique :

III.2.1. La diffraction des rayons X (XRD) :

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse pour l'identification à la quantification des formes cristallines présentes dans des cristaux. Cette méthode est dite non destructive et reproductible. Elle fait appel à de faibles quantités de matière.

III.2.1.1. Principe de la diffraction des rayons X :

Les rayons X sont des radiations électromagnétiques de très courtes longueurs d'onde (0,1-100Å). Les cristaux constituent des réseaux naturels dont les intervalles caractéristiques (intervalles entre les plans réticulaires) sont du même ordre de grandeur que la longueur d'onde des rayons X. Les rayons X peuvent alors être diffractés par les réseaux et créer des phénomènes d'interférence. Les conditions de diffractions d'un rayonnement X par une famille de plans réticulaires sont définies par la loi de Bragg :

$$n \times \lambda = 2d \times \sin\theta$$

λ : La longueur d'onde de la source,

d : l'espacement entre deux plans parallèles successifs du réseau cristallin ;

θ : L'angle entre le faisceau incident et le réseau de plans

n : l'ordre de la diffraction.

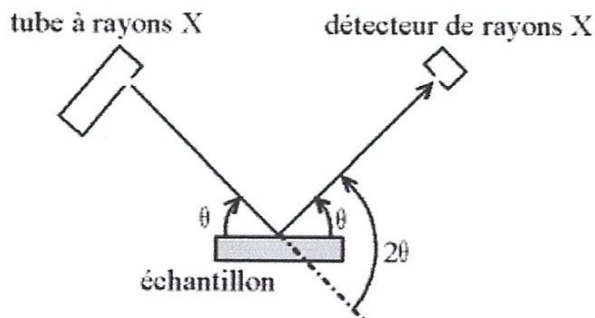


Figure 12 : Configuration du diffractomètre en mode Bragg-Brentano

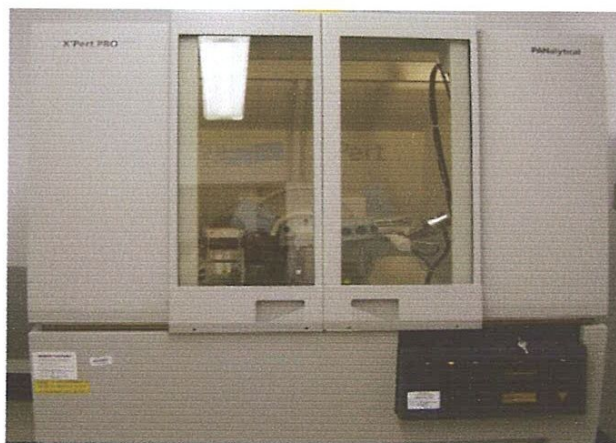


Figure 13 : Appareil de diffraction des rayons X

III.3. ANALYSE PHYSIQUE :

III.3.1. Granulométrie :

On entend par granulométrie d'un produit, qu'il soit compact, ou réduit en poudre plus ou moins grossière ; l'ensemble de tous les facteurs qui caractérisent sa texture granulaire c'est-à-dire la forme et la grosseur des grains, ainsi que leur répartition.

La granulométrie a une grande influence sur la qualité des produits réfractaire cette influence se manifeste dans plusieurs propriétés, notamment dans la perméabilité, la porosité des briques ainsi que leurs propriétés thermomécaniques.

Les produits résistant mieux sont caractérisés le plus souvent par un assemblage de gros grains plus de 70%.

Une proportion importante de grain grossière offre une meilleure résistance aux chocs thermiques, une porosité élevée avec une faible résistance mécanique.

Les grains fins (moyens) facilitent le processus d'interaction chimiques des composants de la masse et la densification lors de la cuisson quant aux grains super fins, ils sont utilisés

quand on veut atteindre une densité maximale. Lors de la cuisson la porosité et la perméabilité du produit sont diminuées la résistance mécanique augmente à froid mais généralement au détriment des propriétés thermiques.



Figure 14 : Colonne des tamis

III.3.2. Humidité :

Sachant que les matières premières argileuses peuvent être humides. Il est nécessaire de vérifier le taux d'humidité pour pouvoir déterminer l'humidité de façonnage. Cet essai est réalisé comme suit

- peser 10 g d'échantillon
- mettre la pesé dans une capsule pour la sécher dans l'étuve à une température comprise entre 100 °C et 110°C, mettre l'échantillon séché dans un dessiccateur et repeser froids. La formule de calcul de taux d'humidité :

$$H \% = \frac{(m_{H_2O} - m_s)}{m_{H_2O}} \times 100$$

m_s : La masse après séchage.

m_{H_2O} : La masse avant séchage.

III.3.3. Le retrait:

Le retrait est la réduction que subissent les matières argileuses ou les produits qu'on fabrique sous l'influence de la chaleur. Il consiste à la diminution en dimensions linéaire et en volume de ces produits.

Le premier retrait au séchage est du au départ à l'eau que contient toujours la masse et qui est indispensable au façonnage des pièces : c'est l'eau hygroscopique, elle peut atteindre 10% du poids du produit. Le second par contre correspond aux différentes variations de volume subites par la matière lors de la cuisson : c'est le retrait de cuisson.

▪ **Le retrait au séchage :**

Il représente la diminution des dimensions et de volume de l'éprouvette après séchage et est déterminé à l'aide de la formule suivante :

$$R_s = \frac{(L_0 - L_1)}{L_0} \times 100$$

- L_0 : Longueur de l'éprouvette avant le séchage,
- L_1 : Longueur de l'éprouvette après séchage,

▪ **Le retrait à la cuisson :**

Il représente la diminution des dimensions et du volume de l'éprouvette après cuisson. Il est déterminé par la formule suivante :

$$R_c = \frac{(L_1 - L_2)}{L_1} \times 100$$

III.3.4. La porosité :

Les produits réfractaires et beaucoup de leurs matériaux premières contiennent des vides appelés pores, certains de ces pores communiquent entre eux par des canaux capillaires nommés par des pores ouverts. D'autre au contraire ne communiquent pas avec les autres, le terme de cette catégorie est dite pores fermés.

La notion de porosité ouverte, c'est le rapport des pores ouvert au volume apparent la porosité fermée, c'est le rapport des pores fermés au volume apparent ces deux porosités donnant.

La porosité totale qui est le rapport du volume total des pores fermés et des pores ouverts (proportion totale des vides) par rapport à la quantité des particules solides qui la compose. Ces vides sont ordinairement remplis d'air.

La porosité est calculée par la formule suivant :

$$P_{app} \% = \frac{(m_h - m_0)}{(m_h - m_i)} \times 100$$

$m_h - m_0$: Volume des pores ouverts

$m_h - m_i$: Volume apparent du corps (V_a)

❖ **Mode opératoire :**

On prend des échantillons secs de masse. Ces échantillons sont placés dans un bain marie pendant 15 mn pour saturer l'échantillon, les essuyer avec un chiffon humide et les peser à l'air, fixer les échantillons sur la balance normale et les peser sous l'eau.

III.3.4.1. Porosité en poids (Absorption d'eau) :

L'absorption d'eau représente le poids qu'un produit réfractaire peut absorber à saturation. Il est rapporté à cent parties en poids du matériau sec. Il est calculé par la formule :

$$P_p \% = \frac{(P_h - P_0)}{P_0} \times 100$$

P_h : le poids d'échantillon humide.

P_0 : le poids d'échantillon sec.

III.3.5. Densité :

C'est une caractéristique permettant de définir physiquement le produit réfractaire. Il existe deux densités :

➤ **la densité vraie ou densité absolue** qui est le rapport de la masse de l'échantillon sec m_0 sur le volume absolu de la matière proprement dite v_0 . Cette valeur est très importante pour certaines fabrications ; elle dépendra directement de la nature des matières et de leur évolution au cours de la cuisson.

❖ Mode opératoire :

La densité vraie des différents échantillons a été mesurée par la méthode des pycnomètres. Le principe de cette mesure consiste à prendre la pesée d'un pycnomètre sec et propre muni d'un bouchon. On place ensuite dans le pycnomètre quelques grammes (10g) de matière sèche, broyée et tamisée 0.2mm jusqu'à la moitié et on fait bouillir l'ensemble pendant 15 minutes. On remplit le pycnomètre jusqu'au repère, et on pèse le pycnomètre.

➤ **la densité apparente** : la masse volumique apparente est le rapport de la masse de matière sèche m_0 à son volume apparent ou géométrique. Elle peut être exprimée en g/cm^3 . Le volume apparent correspond à la somme du volume de la matière solide, des pores ouverts et des pores fermés, il est délimité par la surface extérieure de l'échantillon.

❖ Mode opératoire :

On prend un échantillon sec de masse m_0 , et on le fait bouillir dans un bain marie pendant 30 min pour le saturer c'est-à-dire remplacer l'air des pores par l'eau. Retirer l'échantillon, l'essuyer avec un chiffon humide et le peser à l'air. Fixer l'échantillon sur la balance hydrostatique, et le peser sous l'eau.

$$D_{\text{app}} = \frac{m_0}{(m_h - m_i)} \times \rho$$

D_{app} : la densité apparente g/cm^3 .

m_0 : la masse de l'échantillon séchée.

m_h : la masse de l'échantillon humide (g).

m_i : la masse de l'échantillon immergé dans l'eau (g).

P : la masse volumique de l'eau g/cm^3 .

III.4. Tests mécaniques :

III.4.1. La résistance de compression (écrasement) :

La résistance à la compression à température ambiante est le quotient de la charge maximale F supportée par l'éprouvette au cours de l'essai, par la surface S_0

$$R_c = \frac{F}{S}$$

Elle s'exprime généralement en Kgf/cm^2 . La presse hydraulique ou mécanique utilisée doit être munie d'un système de mesure pour que l'on puisse mesurer l'effort exercé sur l'éprouvette.

❖ Mode opératoire:

Les éprouvettes utilisées sont de forme cubique. Mesurer les surfaces sur lesquelles seront exercées les pressions à l'aide d'un pied à coulisse, en suite on doit mettre l'éprouvette sur le plateau et appliquer la force jusqu'à l'écrasement de l'éprouvette.

Lire la valeur de la force sur le manomètre de la presse hydraulique.



Figure 15 : Photo de l'appareil utilisé pour les essais de compression

III.4.2. La résistance de flexion :

Le module de rupture par flexion est le rapport entre le moment fléchissant et le moment de résistance. Cet essai de flexion est réalisé de la façon suivante :

- On prépare à partir de chaque pâte des éprouvettes de forme parallèle pipédiques ($4,25 \times 4,05 \times 11,4$) cm^3 .
- On place sur deux appuis parallèles,
- Ensuite on applique une charge centrée au milieu de l'éprouvette,

- On augmente la charge appliquée jusqu'à la destruction.

La résistance à la flexion est calculée dans ce cas par la formule suivante :

$$R_f = \frac{3 \times W \times L}{2 \times b \times e^2}$$

Avec R_f : le module de rupture à la flexion en (Kg F/cm²)

W : la charge de rupture en (Kg F)

L : la distance entre les appuis en (cm)

b : la largeur de l'éprouvette (cm)

e : la hauteur de l'éprouvette (cm)

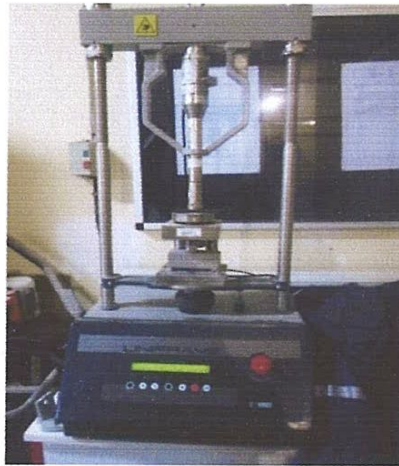


Figure 16 : montage de détermination de la résistance à la flexion.

III.5. Essai thermique :

III.5.1. La résistance aux chocs thermiques :

La résistance aux chocs thermiques est une caractéristique très importante pour les réfractaires. Il se définit comme une variation brusque de la température que le réfractaire est appelé à subir en service. Il en résulte des dilatations et des contractions provoquant de ce fait l'apparition des tensions plus ou moins importantes qui au cas où elles dépassent la résistance du matériau, elles provoquent sa rupture.

La résistance aux chocs thermiques d'un matériau dépend de plusieurs facteurs tels que sa composition chimique et sa structure à l'état cuit.

❖ Mode opératoire :

L'essai de résistance aux chocs thermiques est réalisé de différentes manières, On introduit l'échantillon dans un four de température 800°C. La durée de chauffage est de 30 minutes, au bout desquelles on trempe brusquement l'échantillon dans de l'eau froide pour une durée de 15 minutes également.

III.6. Procédé de fabrication des briques réfractaires :

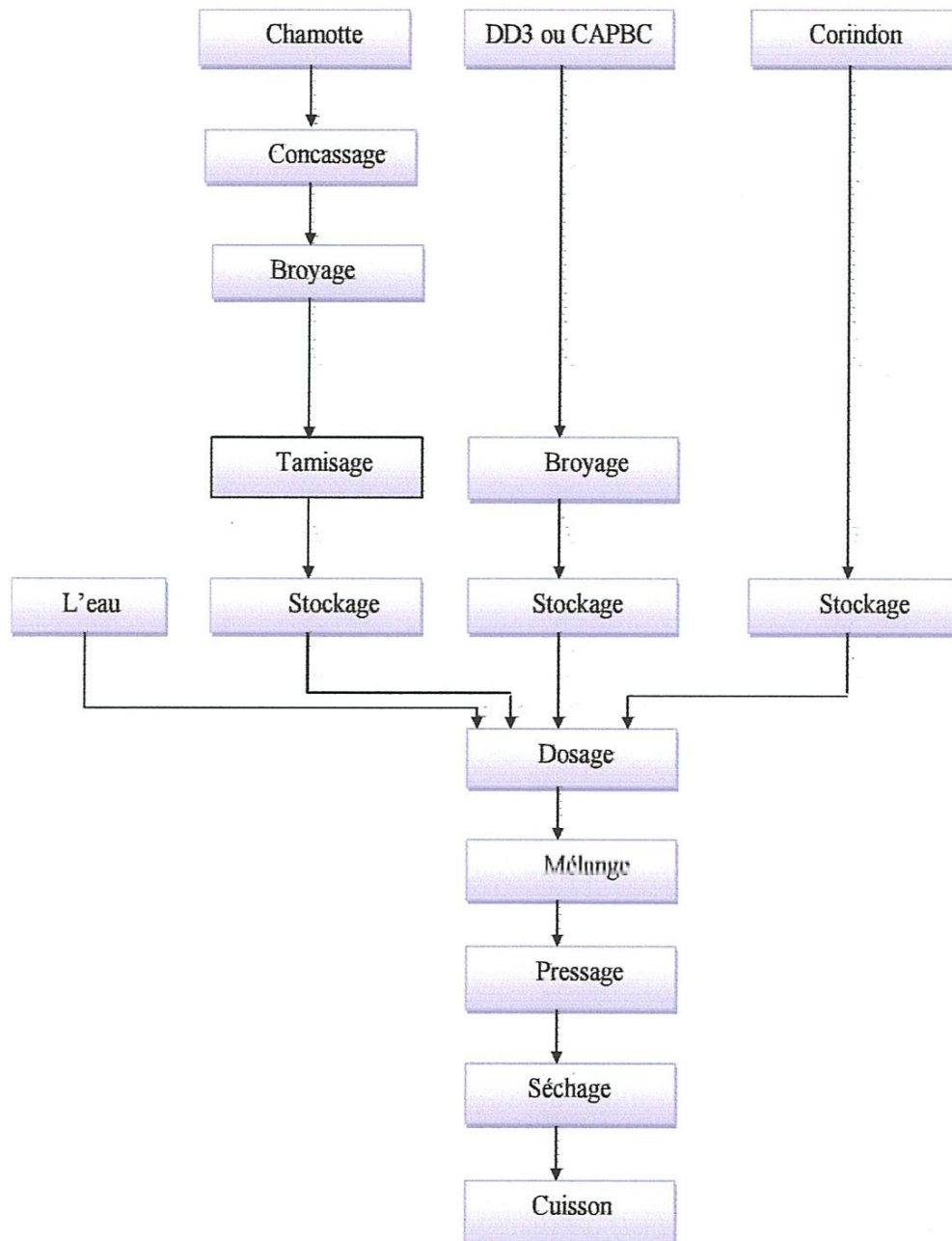


Figure 17 : Schéma de procédé de fabrication

III.6.1. Etapes du procédé de fabrication des briques réfractaires :

III.6.1.1. Concassage :

Lorsqu'on parle du concassage dans l'industrie du réfractaire, on pense généralement à la nécessité de la réduction de la taille des matières venant de la carrière. Donc c'est l'opération qui effectue fragmentation grossière jusqu'à des calibres compris entre (25 - 150 mm).

III.6.1.2. Le broyage :

Pour la fabrication des produits céramiques, on utilise le broyage, c'est-à-dire on introduit dans le broyeur, constitué par une cuve en céramique tournant verticalement, des boulets en alumine et la matière à broyer.

C'est la deuxième opération de fragmentation qui permet d'obtenir des grains fins de calibre (0,5 - 10 mm). Toutes les opérations de fragmentation ont comme but générale :

- Faciliter les opérations physique (dosage, mélange ...etc.).
- rendre possible les réactions physico-chimique lors de la cuisson.

III.6.1.3. Tamisage :

C'est l'opération qui suit chaque broyage, c'est une étape très importante qui permet de partager les matières premières selon leur granulométrie pour obtenir un classement des éléments en différentes grosseur. Il se fait dans un tamis trieur qui répartit les gros grains, les moyennes et les fins.

Les principaux tamis utilisés dans l'industrie réfractaire sont différenciés selon : le mode de tamisage, la qualité et la nature de la matière à tamiser.

III.6.1.4. Dosage :

Le dosage en poids est indispensable pour la fabrication et qui exige que les matières premières doivent être parfaitement sèches, c'est une opération très importante dans le procédé de fabrication, à la quelle dépendront les caractéristiques et les propriétés des produits.

III.6.1.5. Mélange :

C'est une opération qui consiste à mélanger les matières dosées à des proportions bien étudiées avec de l'eau afin d'obtenir une pâte conforme. L'opération s'effectue en utilisant un mélangeur durant 30min pour assurer une parfaite homogénéité.



Figure 18 : Mélangeur

III.6.1.6. Le pressage :

Le pressage permet d'obtenir la forme voulue des pièces réfractaires. La pression est choisie suivant la forme, les dimensions ainsi que l'humidité de la pâte à presser.

Elle s'effectue par une presse de type (LAEIS). On fait le pressage à 250 bars.

Le rôle de pressage donne une bonne résistance et un faible retrait au séchage et à la cuisson.



Figure 19 : la presse de pressage

III.6.1.7. Le séchage:

Le séchage est l'élimination d'eau qui utilisée pour le façonnage par évaporation. Les briques pressées et empilées, sont séchées dans les séchoirs à une température de 100°C pour une durée entre 24h et 36 h.

Le but du séchage est généralement la préparation des produits façonnés à la cuisson par l'homogénéisation de retrait qu'elle provoque et par conséquent, lui donner la cohésion et la solidification nécessaire à la cuisson.

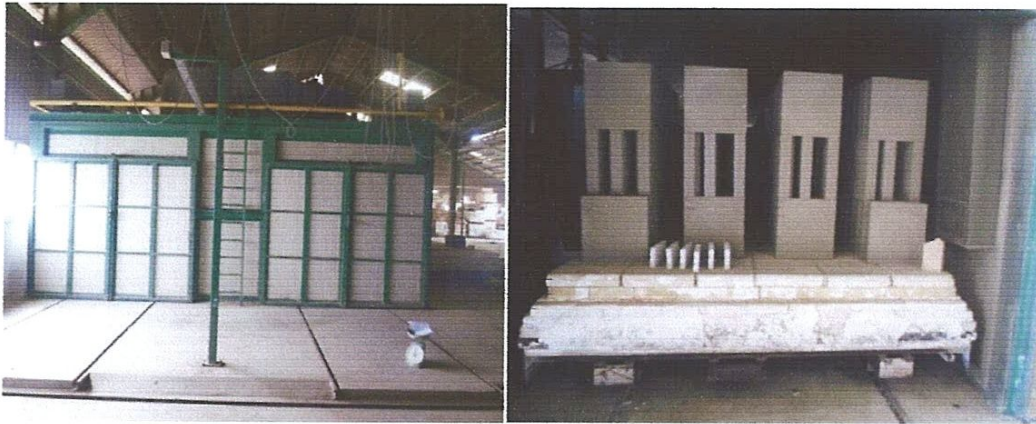


Figure 20 : Séchoir de séchage

HL.6.1.8. La cuisson :

La cuisson est l'opération finale et décisive de la fabrication des produits réfractaires. Elle modifie les propriétés physique (la densité, la porositéetc.) et chimique de la brique.

La cuisson est effectuée dans un four intermittent de type (KEOS). La durée de cuisson est environ 43h à une température de 1330°C.



Figure 21 : courbe de cuisson

Les phénomènes constatés lors de la cuisson sont les suivant :

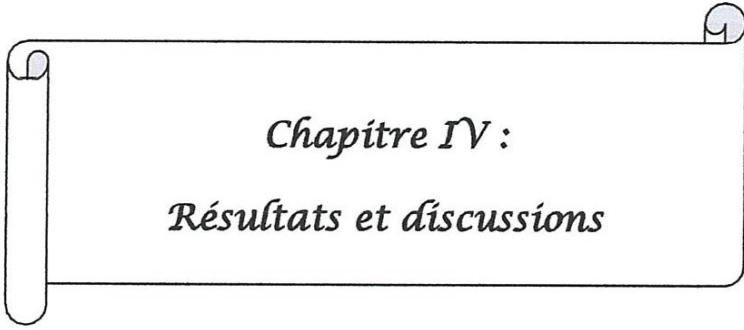
- Élimination de l'eau hygroscopique qui n'a pas été évaporée pendant le séchage.
- Au commencement du chauffage il faut éviter la condensation de l'eau contenu dans les gaz combustion chauds sur les produits froids, qui risquerait de produire un

ramollissement de ceux-ci, des déformations et des fentes lors de l'évaporation de cette eau.

- Vers 500-600°C pour les produits argileux il y aura modification de l'édifice cristallin de l'argile et départ de l'eau de constitution il y a dissociation du silicate.
- A partir de 1000°C, nous aurons la cristallisation de la mullite et formation d'un verre plus ou moins complexe.
- Vers 1000°C fin de décomposition des oxydes (réfractaires).



Figure 22 : Four de cuisson



Chapitre IV :
Résultats et discussions

CHAPITRE IV :

Résultats et discussions

IV.1. Objectif :

Comme les réfractaires alumineux sont constitués de plus de 45% d'alumine, et que les chamottes ne contiennent normalement pas plus de 35,5% à 42% d'alumine, on peut alors ajouter de l'alumine sous différentes formes. Ces matériaux ont la même action dégraissante que la chamotte c, -à-d, diminution de pourcentage de retrait et meilleure résistance aux chocs thermiques.

Pour la préparation des briques réfractaires de type silico-alumineux, on a opté pour la substitution de la matière d'importation CAPBC par un kaolin locale DD3 abondant et bon marché. En vue d'augmenter la teneur en alumine, on a ajouté le corindon (alumine α) avec différentes concentrations.

Dans ce présent chapitre nous allons exposer et discuter les résultats d'analyse des matières premières et des produits obtenus.

IV.2. Les matières premières :

Les matières premières que nous avons utilisé pour l'élaboration des matériaux réfractaires sont : le kaolin DD3, l'argile CAPBC, la chamotte et le corindon.

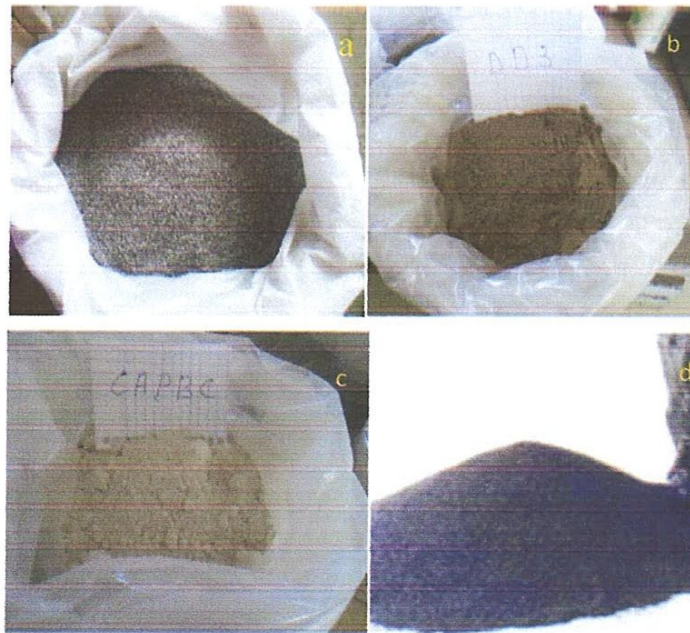


Figure 23 : Aspect des matières premières Chamotte(A), DD3(b), CAPBC (c), Corindon d

a. La chamotte : Les chamottes sont constituées par des argiles calcinées généralement à une température supérieure à la température de cuisson des pâtes qu'elles composent. Dans ce cas, elles sont parfaitement inertes et réduisent les retraits.

b. Kaolin Djebel Debagh (DD3) : Il se caractérise par des formes montagneuses, qui occupent environ 60% de la région. Les kaolins de Djebel Debagh qui se trouvent dans des poches (karst), sont très riches en alumine 36 à 40 %, mais contiennent un taux élevé en oxyde de manganèse (MnO) qui varie de 0,56 à 3% et qui donne une couleur grise pour plus de 80% des réserves du gisement en kaolin.

c. Le corindon : Le corindon, alumine anhydre rhomboédrique, se trouve généralement dans les pegmatites et les produits de contact. Au laboratoire, le corindon (alumine alpha) s'obtient par calcination de l'hydrate d'alumine à 1200°C. Sa densité est de 3,9 à 4,0 et fond de façon congruente vers 2050°C. C'est une matière hautement réfractaire

d. CAPBC : c'est une argile de l'importation de couleur blanche, importé de France, c'est une argile siliceuse (48,5% SiO₂) et une teneur moins importante en alumine.

Tableau 5: Composition chimique des matières premières utilisé

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	MnO	Na ₂ O	PF
Chamotte	56,76	35,8	1,23	0,76	0,87	1,2	/	0,25	0,35
DD3	41,97	38	0,12	0,2	0,07	/	1,34	/	16,8
CAPBC	48,5	35,5	0,6	0,2	0,2	1,8	/	0,02	12
Corindon	0,5	94,5	0,4	/	/	/	/	/	/

On remarque que dans la chamotte, le DD3 et CAPBC, le taux de silice est très important avec un taux d'alumine moindre. Pour augmenter le taux de l'alumine, on ajoute le corindon (le taux d'alumine très élevée dans le corindon 94,5%), les autres oxydes sont présent avec un taux plus faible.

Tableau 6 : Le retrait de la chamotte

Température (°C)	Etat du produit
20	Etat initial
1130	Léger retrait
1250	Retrait
1400	Retrait
1500	Retrait
1600	Retrait

Observation : la température de fusion de l'échantillon est supérieure à 1600°C.

La chamotte présente une bonne tenue à haute température, avec un faible retrait et une conductivité thermique très faible.

IV.3. Analyse minéralogique de la chamotte et de DD3 :

Tableau 7: Résultat des analyses minéralogiques

Matières	DD3	Chamotte
Kaolinite ($2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	89,5	/
Albite ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$)	2,2	/
Orthose ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$)	2,1	/
Calcite (CaCO_3)	0,5	/
Hématite (Fe_2O_3)	1,2	/
Quartz (SiO_2)	/	23,5
Mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)	/	52,5
Corindon (Al_2O_3)	/	13,5
Opale ($\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	/	9,0
Minéraux furigineux	/	1,5

Le kaolin local DD3 est beaucoup plus alumineux et moins siliceux que l'argile kaolinitique importée CAPBC, confère une réfractarité plus importante. On remarque un taux important d'oxyde de fer dans CAPBC et d'oxyde de manganèse dans l'argile locale DD3. Une perte au feu importante à 1000°C pour le DD3 est due à la présence de l'eau zéolitique et aux matières organiques contenues dans l'halloysite $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (avec $n \geq 4$).

La teneur en Kaolinite est très élevée pour le kaolin local DD3, d'où le degré de pureté de

DD3 étant donné que la kaolinite c'est elle qui forme la partie cristalline de la matière.

Selon la composition minéralogique, on remarque la chamotte qui résiste à une température de 1600°C, est constituée de mullite, quartz, corindon et opale qui ne va pas être influencée lors du traitement thermique elle va former la charpente.

IV.4. Préparation des briques réfractaires :

On a élaboré des briques réfractaires à base de kaolin DD3 et le corindon et d'argile de l'importation CAPBC

IV.4.1. Dosage des matières premières pour l'essai 1 :

L'élaboration de la pâte de réfractaire se fait à partir des matières premières suivantes :

- Chamotte
- Argile CAPBC

Dans le tableau ci-dessus, nous présentons le pourcentage massique et le poids utilisé de chaque matière première entrant dans la constitution de la pâte.

Tableau 8 : Pourcentage massique et le poids utilisé des matières premières.

Matières premières	Pourcentage des matières premières	Poids des matières premières utilisé dans le dosage (10kg)
Chamotte	80%	8kg
CAPBC (type d'argile)	20%	2kg

IV.4.2. Mode opératoire :

On pèse 2 kg d'argile CAPBC, et 8kg de chamotte

- on met le mélange dans le mélangeur pendant 20 min ;
- on ajoute 0.25 l d'eau doucement goutte à goutte ;
- puis on met le mélange dans la presse (250 bar) pour presser ;
- après le pressage, on pèse le poids de la brique et on prend les dimensions puis on la met dans le séchoir à 100 C° pendant 24 h ;
- après le séchage, on prend les dimensions de la brique et on la met dans le four (43h à 1330°C), après cuisson, on pèse le poids de la brique et on prend les dimensions.

IV.4.3. Calcul de l'apport en éléments chimiques des matières premières (essai 1) :

Calculer le pourcentage de chaque oxyde dans la composition de la pâte à élaborer, à partir du dosage en matières premières et de leurs compositions chimiques. Donc la teneur totale de chaque oxyde est la somme des teneurs dans chaque matière :

Tableau 9 : Calcul de l'apport en élément chimique des matières premières (essai 1).

Matières premières	Pourcentage des matières premières	X _{SiO₂}	X _{Al₂O₃}
-Chamotte	80%	45,40	28,64
-Argile (CAPBC)	20%	9,7	7,1
Teneur totale en %	100%	55,10	35,74

$$\text{Teneur}_{\text{SiO}_2} = \sum X_{\text{SiO}_2} = \sum \frac{\%(\text{SiO}_2)}{100} \times \frac{\%(\text{matière première})}{100}$$

$$\text{Teneur}_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \sum X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \sum \frac{\%(\text{Al}_2\text{O}_3)}{100} \times \frac{\%(\text{matière première})}{100}$$

De même manière, on calcule les teneurs suivantes en oxydes pour le dosage de la pâte, les résultats sont illustrés dans le tableau :

Tableau 10 : Teneur en oxyde du dosage (essai 1)

Matière première	Chamotte 80%	CAPBC 20%	Total 100%
SiO ₂	45,40	9,70	55,10
Al ₂ O ₃	28,64	7,10	35,74
Fe ₂ O ₃	0,98	0,12	1,10
CaO	0,60	0,04	0,64
MgO	0,69	0,04	0,73
K ₂ O	0,96	0,36	1,32
Na ₂ O	0,20	0,00	0,20
PF	0,28	2,40	2,68

IV .4.4. Dosage des matières premières de chaque essai:

Afin d'avoir un pourcentage élevé d'alumine, on ajoute progressivement du corindon.

Tableau 11 : Pourcentage massique des matières premières de chaque essai

Matière première	Pourcentage des matières premières			
	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5
Chamotte	75%	70%	65%	60%
Corindon	5%	10%	15%	20%
DD3	20%	20%	20%	20%

IV.4.5. Calcul de l'apport en éléments chimiques des matières premières de chaque essai :**Tableau 12 : Teneur en oxyde du dosage de chaque essai**

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai4	Essai 5
SiO ₂	55,10	50,98	48,17	45,36	42,55
Al ₂ O ₃	35,74	39,17	42,11	45,04	47,98
Fe ₂ O ₃	1,16	1,01	0,97	0,92	0,88
CaO	0,28	0,29	0,3	0,31	0,32
MgO	0,28	0,23	0,22	0,20	0,19
K ₂ O	0,76	0,37	0,35	0,32	0,3
Na ₂ O	0,08	0,07	0,07	0,06	0,06
PF	2,68	3,62	3,60	3,58	3,57

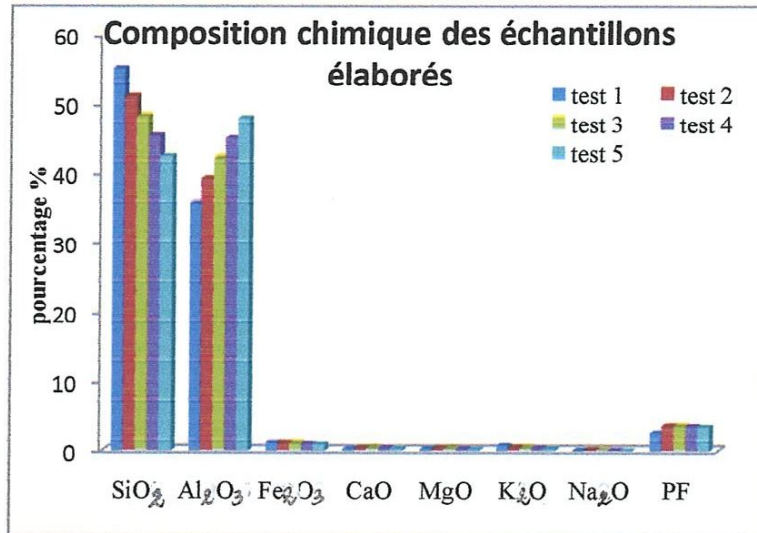


Figure 24 : Composition chimique des échantillons élaborés

Selon les quantités majoritaires (SiO₂ et Al₂O₃), on peut déduire que les échantillons élaborés appartiennent à la famille des silico-alumine.

D'après les résultats illustrés dans le tableau, on remarque dans tous les essais le taux de la silice SiO₂ et l'alumine Al₂O₃ très élevé par rapport aux autres oxydes, le taux de PF dû probablement à l'existence des matières organiques et à la dégradation de certains matériaux minéraux (tels que les carbonates) est important comparativement à la quantité des oxydes de fer et manganèse.

La quantité de l'alumine augmente avec augmentation du pourcentage de corindon ajouté à l'inverse de la silice.

❖ Aspect des échantillons élaborés :

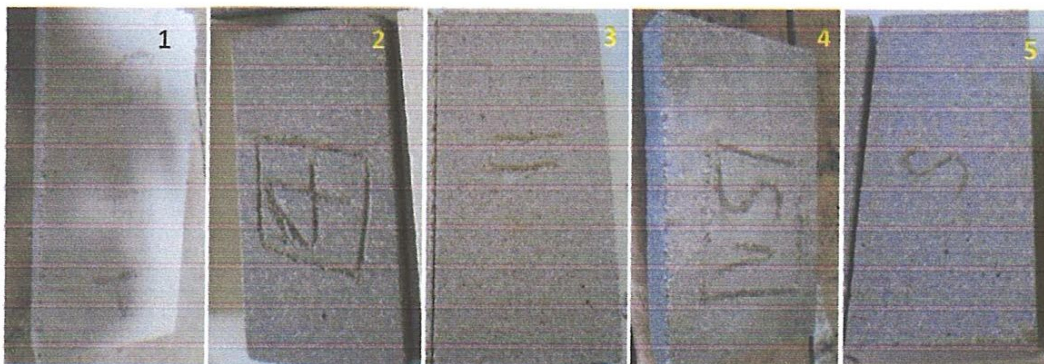


Figure 25 : Photos des échantillons élaborés (essai1, essai2, essai3, essai4, essai5)

IV.5. Résultats d'analyse physique:

IV.5.1. Déterminations des granulats des matières premières:

Pour la différence de granulométrie, on a utilisé 3 types de chamotte avec une granulométrie différente, la même composition et des divers pourcentages.

Tableau 13 : Résultat des granulométrie des matières premières

Tamis μm	DD3	CAPBC	Chamotte essai 1	Chamotte essai 2	Chamotte essai 3	Chamotte essai 4	Chamotte essai 5
≤ 20	0,05	0,05	0,09	0,08	0,08	0,08	0,08
50	6,31	2,29	2,75	2,14	1,54	1,51	1,49
125	48,14	0,94	12,87	11,81	11,37	11,19	10,98
180	42,12	37,36	13,15	10,46	7,84	7,74	7,61
250	1,40	9,54	7,79	7,95	8,49	8,40	8,31
355	0,20	9,49	8,03	8,56	9,56	9,46	9,36
400	0,05	3,99	2,69	2,87	3,23	3,20	3,15
450	0,00	10,68	4,01	4,28	4,78	4,74	4,68
500	0,00	19,83	2,47	2,63	2,91	2,89	2,87
> 500 tamis	1,73	5,74	46,16	49,24	50,20	50,79	51,48

On remarque que la chamotte présente 50% de granulométrie $> 500\mu\text{m}$, l'autre moitié se répartit entre 125-355 μm .

Cette répartition est justifiée par le rôle de la chamotte qui forme le squelette (la charpente) du matériau réfractaire ce qui nécessite une certaine granulométrie.

Par contre les, argiles (Kaolins) utilisés (CAPBC et DD3) présentent des grains plus fins ce qui est utile pour les matières liantes.

On remarque que le DD3 contient des grains avec des dimensions (50-180 μm) alors que ceux du CAPBC (180-500 μm). Donc on peut dire que la granulométrie du DD3 est plus favorable que celle de CAPBC.

IV.5.2. Détermination du retrait :

Les résultats du retrait des différents dosages sont représentés dans le tableau suivant:

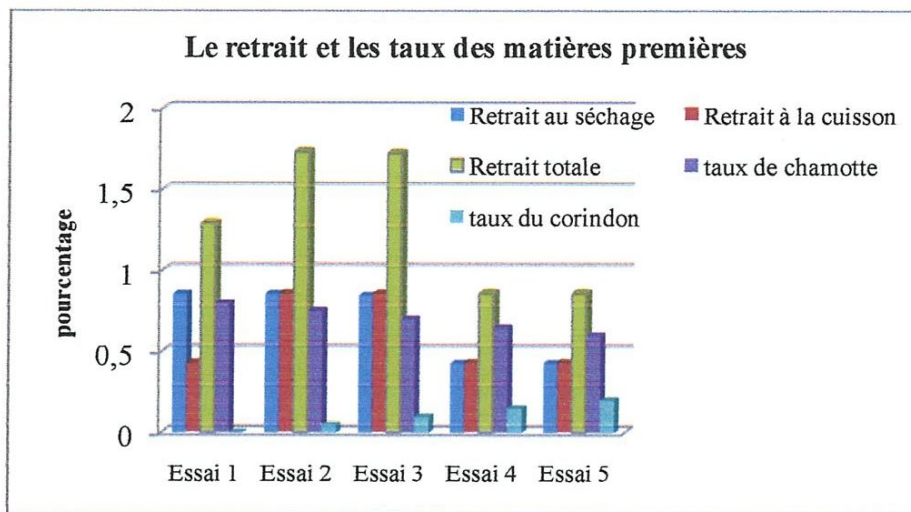


Figure 26 : Retrait des échantillons élaborés

On remarque qu'on a des retraits faibles pour ces échantillons. L'augmentation de la teneur en corindon engendre un retrait plus faible ; avec un taux plus faible en corindon, les échantillons 2 et 3 présentent un taux de retrait plus important par rapport aux échantillons 4 et 5.

Les retraits des échantillons (2, 3, 4, 5) présentent des retraits similaires pour le séchage et à la cuisson. L'échantillon 1 présente un retrait au séchage plus élevé que celui de la cuisson ceci est probablement dû à un excès d'eau de gâchage, par contre le taux de retrait à la cuisson est similaire aux autres essais.

IV.5.3. Détermination de l'humidité des échantillons :

Les résultats de l'humidité de la pate de chaque dosage sont résumés dans le tableau.

Tableau 14 : Résultats de l'humidité des échantillons

Essai	P ₁ (g)	P ₂ (g)	H%
1	36,10	35,65	4,5
2	36,50	35,74	7,6
3	36,68	35,93	7,5
4	36,07	35,33	7,4
5	36,11	35,40	7,10

On détermine le taux d'humidité en vue de calculer la quantité d'eau de gâchage à ajouter. On ajoute la même quantité d'eau dans tous les échantillons.

IV.5.4. Détermination de l'absorption :

Tableau 15 : Les résultats de l'absorption des échantillons

Essai	P ₁	P ₂	Abs
1	1418,4	1542,3	8,73
2	1213,9	1336,3	10,08
3	1111,5	1182,3	6,36
4	1073,8	1178,5	8,88
5	1317,7	1433,7	8,80

IV.5.5. Détermination de la porosité des échantillons :

Tableau 16 : Les résultats de la porosité des échantillons

Essai	1	2	3	4	5
Porosité %	14,907	15,359	10,657	16,491	15,791

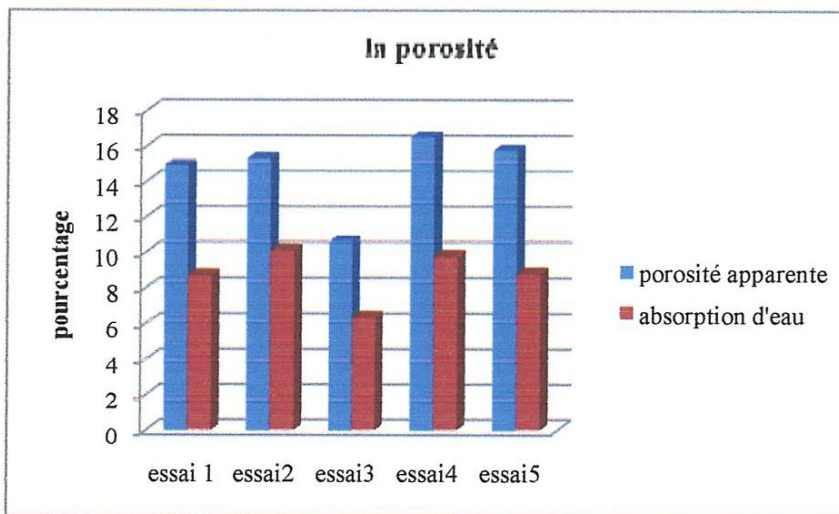


Figure 27 : La porosité des échantillons

On remarque une fluctuation de la porosité apparente des échantillons avec un minimum pour l'échantillon 3 (10% de corindon) et un maximum pour l'échantillon 4 (15% de corindon). L'absorption suit le même chemin que la porosité apparente.

IV.5.6. Détermination de la densité des échantillons :

Tableau 17 : Les résultats de la densité des échantillons

Essai	1	2	3	4	5
Densité apparente	1,71	1,52	1,67	1,69	1,79
Densité vraie	2,00	1,88	1,87	2,02	2,11

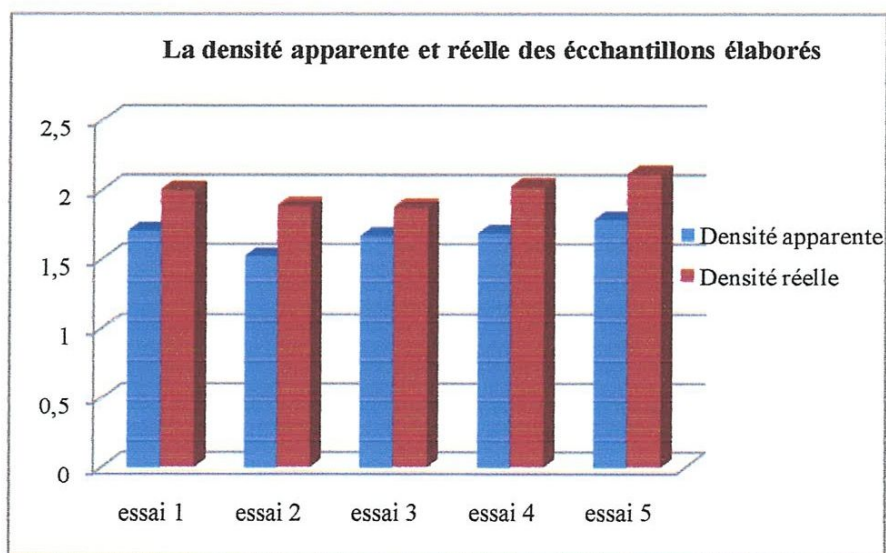


Figure 28 : la densité des échantillons

On constate que la densité réelle est toujours plus grande que la densité apparente dans tous les échantillons.

La valeur de la densité réelle ($1,80$ et $2,11 \text{ g/cm}^3$) diminue avec l'augmentation du volume des grains qui a pour effet d'augmenter le volume apparent, alors que la densité apparente est plus faible ($1,5$ et $1,8 \text{ g/cm}^3$) puisqu'on on prend en considération la porosité qui est incluse dans le matériau. Les densités apparente et réelle augmentent avec l'augmentation de la teneur du corindon.

IV.6. Résultat des analyses mécaniques :

IV.6.1. Détermination de la résistance de flexion :

Tableau 18 : Résultat de la résistance flexion

Essai	Dimensions			Charge (KN)	Déplacement	R _F (MPa)
	L (mm)	l (mm)	e (mm)			
1	116,74	41,56	40,47	2,690	0,65	5,93
2	116,56	41,21	42,21	1,926	0,58	3,93
3	116,30	40,72	41,58	1,914	0,65	4,08
4	116,28	41,80	41,10	1,683	0,52	3,58
Valeur moyenne						4,83

Lors des essais de flexions, les échantillons subissent une rupture totale pour une pression moyenne de 4,83 MPa.

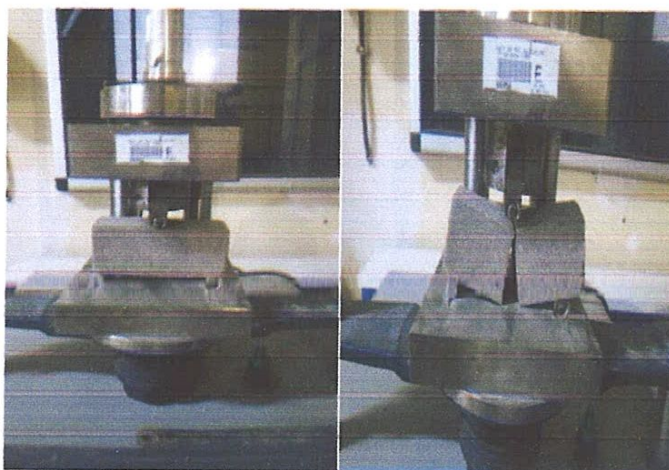


Figure 29: l'essai dans l'appareil la flexion

IV.6.2. Détermination de la résistance de compression :

Tableau 19 : Résultat de la résistance de compression

N°	Dimensions (mm)		Surface (mm ²)	Charge de rupture (kN)	Résistance à l'écrasement (MPa)
	Longueur	Largeur			
1	50,1	41,56	2082,16	48,44	23,27
2	50,1	41,21	2064,62	45,80	22,19
3	50,1	40,72	2040,07	43,80	21,47
4	50,1	41,8	2094,18	46,25	22,09
Valeur moyenne					22,25

Les résultats des essais de compression présentent une valeur moyenne de résistance à l'écrasement de 22,25 MPa.

Cette valeur est du même ordre de grandeur (et même meilleurs) par rapport à plusieurs briques réfractaires industrielles existant qui ont une composition chimique similaire.

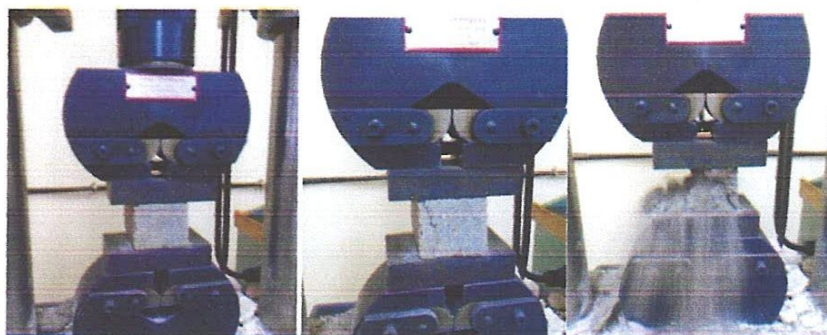


Figure 30 : l'essai dans l'appareil de la compression

IV.7. Résultats analyse thermique :

IV.7.1. Détermination de choc thermique :

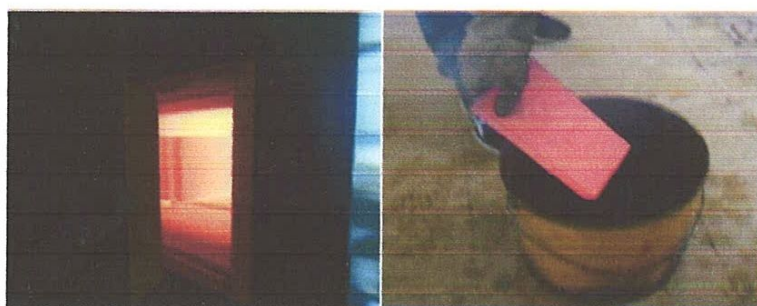


Figure 31 : Les essais élaborés dans four électrique à 800°C

Tableau 19 : résultat de choc thermique

Les échantillons	1 ^{re} passage	2 ^{eme} passage	3 ^{eme} passage
1	rien signaler	rien signaler	rien signaler
2	rien signaler	rien signaler	rien signaler
3	rien signaler	rien signaler	rien signaler
4	rien signaler	rien signaler	rien signaler
5	rien signaler	rien signaler	rien signaler

Les échantillons après le troisième passage à une température de 800°C ne présentent aucune fissuration, ceci nous indique une bonne résistance à haute température.

Conclusion générale

Bien que les matières premières soient très disponibles, les besoins locaux en réfractaires sont assurés presque entièrement par l'importation. Dans cette optique, nous avons jugé utile d'étudier la possibilité d'élaborer un réfractaire à base de matière première locale. Dans ce travail effectué entre l'usine ETER- Guelma et les laboratoires pédagogiques du département de Génie des procédés, on a préparé des briques réfractaires de type silico alumine, à partir des produits d'importation, puis on a opté pour la substitution de l'argile d'importation CAPBC par un kaolin local DD3 abondant et bon marché.

En vue d'augmenter la teneur en alumine on a ajouté le corindon (alumine α) avec différents pourcentages (5%,10%,15%,20%).

La première partie de l'étude consiste en une caractérisation minéralogique de constitution des matières premières, la deuxième partie c'est la formulation des produits réfractaires et leur caractérisation, l'analyse minéralogique que nous avons effectuée, nous ont menés à la détermination du pourcentage des différents oxydes qui entrent dans la composition des matières premières utilisées.

Le kaolin local DD3 est beaucoup plus alumineux et moins siliceux que l'argile kaolinique importée CAPBC ce qui lui confère une réfractarité plus importante.

Les briques réfractaires obtenues ont été analysées par plusieurs techniques en vue de déterminer les propriétés physiques (la granulométrie, la densité, porosité, l'absorption d'eau) et mécaniques (flexion, compression)

Les résultats obtenus montrent que :

- Plusieurs formulations des briques réfractaires silico-alumineux, ont été réalisées.
- Les matières premières sont mélangées avec 5 % d'eau, la pâte obtenue est pressée à 250 bars puis, séchée à 100°C pendant 24h et en fin cuite dans un four à 1330°C pendant 43h.
- Les résultats d'analyse minéralogique montrent des taux de silice élevés (43 - 56%) et des taux d'alumine (36 - 48%) sont des réfractaires silico-alumineux appartenant à deux familles réfractaires silico-argileux ($35 \leq Al_2O_3 \leq 40$, groupe FC35), et les réfractaires alumineux (à haute teneur en alumine groupe 2 ($45\% < Al_2O_3 < 56\%$, groupe FC45).
- Les briques élaborées sont résistantes au choc thermique à haute température (800°C), avec des faibles retraits à la cuisson ce qui nous indique qu'elles sont résistantes à haute température.

- On remarque qu'on a des retraits faibles pour ces échantillons. L'augmentation de la teneur en corindon engendre un retrait plus faible.
- la densité vraie est toujours plus grande que la densité apparente dans tous les échantillons. La valeur de la densité vraie (1,80 et 2,11 g/cm³) diminue avec l'augmentation du volume des grains qui a pour effet d'augmenter le volume apparent, alors que la densité apparente est plus faible (1,5 et 1,8 g/cm³)
- La densité apparente ainsi que la densité vraie augmentent avec la diminution du taux de silice et l'augmentation du taux d'alumine des matières premières.
- La valeur de la porosité de tous les essais se trouve dans un intervalle de 10-16%. On remarque une fluctuation de la porosité apparente des échantillons avec un minimum pour l'échantillon 3 (10% de corindon) et un maximum pour l'échantillon 4 (15% de corindon).
- Lors des essais de flexions, les échantillons subissent une rupture totale pour une pression moyenne de 4,83 MPa.
- Les résultats des essais de compression présentent une valeur moyenne de résistance à l'écrasement de 22,25 MPa. Cette valeur est du même ordre de grandeur (et même meilleurs) par rapport à plusieurs briques réfractaires industrielles existant qui ont une composition chimique similaire.



*Références
bibliographiques*

Références Bibliographiques

- [1].Z.Redjmi « élaboration d'un matériau réfractaire à base d'un kaolin locale », mémoire de master Université de 8 mai 1945 Guelma.2014.
- [2].Kolli mostafa « élaboration et caractérisation thermomécanique des réfractaires à base de kaolin DD3», mémoire de doctorat, université Ferhat Abbas-Sétif ufas (Algérie) 2008.
- [3]. Jean-Pierre « technique de l'ingénieur ».M 3 605 – 2.
- [4]. K.Atamnia. « Etude de l'influence de la variation du taux d'alumine sur la qualité la brique réfractaire», mémoire de l'ingénieur, Université de 8 mai 1945 guelma, 1997.
- [5].D.Chenichene. « Les analyses physico-chimique des matières premières de la pâte réfractaire et l'étude de l'influence de la granulométrie sur les propriétés thermiques des briques réfractaires», mémoire de l'ingénieur, université de 8 mai 1945 Guelma 1996.
- [6].B.Hamou « élaboration et caractérisation microstructurale et mécanique des réfractaires a base de kaolin dd3 et la dolomite (5-20% poids) », thèse de doctorat, université Ferhat Abbas-setif 1 2013.
- [7].M.Abla « élaboration et étude des réfractaires à base de mullite et du zircon », thèse de doctorat, université mentouri – Constantine 2010.
- [8].B.Rabehi« évaluation des propriétés réfractaires et cimentaires du kaolin de djebel debbagh », thèse de doctorat, université m'hamed bougara-boumerdes 2013.
- [9].R.Hellal « Etude Et Caractérisation d'un Réfractaire A Base De K, T, (Kaolin De Tamazert) », mémoire de magister, université Mentouri-Constantine 2006.
- [10]. H. zeraouia« L'étude de l'influence de la granulométrie de la chamotte sur les propriétés physiques, mécaniques et thermiques d'une brique réfractaire », mémoire de l'ingénieur, université de 8 mai 1945 Guelma, 2006.
- [11]. B.Amrane « élaboration et caractérisation d'un matériau réfractaire thermorésistant pour supports de cuisson rapide des produits céramiques », mémoire de magister, université de boumerdes 2003.
- [12].S.Maizi« Elaboration des membranes céramiques pour microfiltration de l'eau », mémoire de master, université de guelma, 2012.

- [13]. B.Collignon « séchage de béton réfractaire : expérimentation, modélisation et influence d'un ajout de fibres polymère », thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2009.
- [14]. B.Amrane « modélisation du comportement thermomécanique des céramiques par la mécanique de l'endommagement : cas des réfractaires silico-alumineux façonnées », thèse de doctorat, école nationale polytechnique d'alger
- [15]. Jean-Marie Haussonne « Céramiques et verres: principes et techniques d'élaboration » 2005.
- [16]. Z.Belamri « élaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et kt2 », mémoire de magister, université mentouri-constantine, 2008.
- [17].<http://french.alibaba.com/product-gs/high-refractoriness-high-alumina-fire-brick-in-refractory-60181998762.html>.
- [18]. <http://www.universalis.fr/encyclopedie/corindon/#>.
- [19].N.Bengourna « les analyses physico-chimiques des matières premières de la pâte réfractaire et l'étude de l'influence de la granulométrie sur les propriétés thermiques des briques réfractaires », mémoire de l'ingénieur, université de 8 mai 1945 Guelma, 1994.