

540. 022

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE GUELMA
INSTITUT DE CHIMIE INDUSTRIELLE

MEMOIRE

Présenté pour Obtenir le diplôme de Magister en chimie industrielle

OPTION
GENIE DES MATERIAUX

154

PAR
M^{lle} BOURESSACE ZINA

THEME

Influence de la granulométrie et de la composition minéralogique de la phase cristalline sur les propriétés thermo-mécaniques d'un réfractaire.

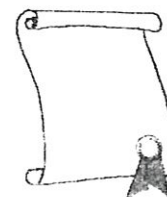
Soutenu le : / / 1999

Le jury est composé de :

M^{er} R. MERDES	M.C	C. U. GUELMA	PRESIDENT.
M^{er} A. MEDDOUR	M.C	C. U. GUELMA	RAPPORTEUR.
M^{er} A. BELBAH	N. THESE	C. U. GUELMA	CO-RAPPORTEUR.
M^{er} H.DERRADJI	N. THESE	U. ANNABA.	EXAMINATEUR.
M^{er} M.C. SAHOUR	M.C	C. U. GUELMA	EXAMINATEUR.

SOMMAIRE

	<i>pages</i>
<i>Liste des figures</i>	
<i>Liste des tableaux</i>	
<i>Introduction</i>	01
<i>Chapitre 1 :</i>	
Les matériaux réfractaires.....	03
<i>Chapitre 2 :</i>	
Propriétés thermo – mécaniques des produits réfractaires.....	30
<i>Chapitre 3 :</i>	
Etude expérimentale.....	44
<i>Chapitre 4 :</i>	
Elaboration des échantillons et résultats des mesures.....	61
<i>Conclusion générale</i>	96
<i>Bibliographie</i>	97
<i>Annexe 1 :</i>	
Halloysite de djebel debagh.....	101
<i>Annexe 2 :</i>	
Tableaux des classifications.....	102
<i>Annexe 3 :</i>	
Talc <i>LUZINAC</i>	103
<i>Annexe 4 :</i>	
Calcul des distances interitriculaires.....	104



Liste des figures

	<i>Pages</i>
<i>Figure 1 : Cônes pyrométriques « Essai pyroscopiques »</i>	05
<i>Figure 2 : Le diagramme d'état SiO_2 / Al_2O_3</i>	18
<i>Figure 3 : Diagramme d'état $SiO_2 / Al_2O_3 / MgO$ « les coordonnées de la cordiérite »</i>	19
<i>Figure 4 : Réflexions des cristaux de la mullite à des différentes températures</i>	21
<i>Figure 5 : Caractéristiques mécaniques et thermiques en fonction de la granulométrie</i>	24
<i>Figure 6 : Organigramme illustrant le traitement des matières premières et la préparation du granulé de pressage à 6% d'eau</i>	27
<i>Figure 7 : Températures approximatives des chutes des montres</i>	41
<i>Figure 8 : Courbe d'affaissement sous charge d'un réfractaire silico-alumineux</i>	43
<i>Figure 9 : Variation des teneurs en oxydes principaux dans la composition chimique des matières premières</i>	46
<i>Figure 10 : Organigramme montrant le schéma d'élaboration des échantillons</i>	50
<i>Figure 11 : Dispositif expérimental de l'essai de compression</i>	56
<i>Figure 12 : Principe de l'essai de flexion</i>	57
<i>Figure 13 : Diagramme d'arrangement du diffractomètre à poudre</i>	59
<i>Figure 14 : Principe de diffractomètre à poudre</i>	60
<i>Figure 15 : Prélèvement des points de triangle de KONOPICKY</i>	63
<i>Figure 16 : Courbes comparatives de nombres de cycles en fonction du pourcentage des gros grains</i>	73
<i>Figure 17 : Courbes comparatives de la résistance mécanique en fonction de la porosité</i>	73
<i>Figure 18 : Influence de la teneur du talc sur la résistance aux chocs thermiques</i>	81
<i>Figure 19 : Variation de la résistance mécanique en fonction de la teneur du talc</i>	81
<i>Figure 20 : Influence de la teneur du talc sur la résistance à la flexion</i>	81
<i>Figure 21 : Relation entre la résistance à la flexion et la résistance à la compression en fonction de la teneur du talc</i>	81
<i>Figure 22 : Évolution des propriétés thermo-mécaniques de l'échantillon T_s en fonction de la formule</i>	82
<i>Figure 23 : Optimisation des paramètres agissant sur la qualité</i>	84
<i>Figure 24 : Spectres de diffractions des RX des composés B3, A3, T3</i>	87

Figure 25 : Spectres de diffractions des RX des composés B5, A5, T5.....	88
Figure 26 : Spectres de diffractions des RX des composés B7, A7, T7.....	89
Figure 27 : Spectres de diffractions des RX des composés T8, T8', T11.....	90
.....	

Liste des tableaux

	Pages
Tableau 1 : Classifications des matériaux réfractaires.....	08
Tableau 2 : Propriétés physiques et chimiques des briques d'argiles.....	43
Tableau 3 : Composition chimique des matières premières [%] en poids.....	64
Tableau 4 : Fiche technique des matières premières.....	64
Tableau 5 : Dosage des échantillons de chamotte sans addition (Série B).....	65
Tableau 6 : Dosage des échantillons élaborés par addition d'alumine calcinée à 7% de la phase inerte(Série A).....	66
Tableau 7 : Dosage des échantillons élaborés par addition du talc à 7% de la phase inerte(Série T).....	67
Tableau 8 : % Al_2O_3 , % SiO_2 dans les échantillons de la série B.....	68
Tableau 9 : % Al_2O_3 , % SiO_2 dans les échantillons de la série A.....	68
Tableau 10 : % Al_2O_3 , % SiO_2 et % MgO dans les échantillons de la série T.....	68
Tableau 11 : Résultats des différents essais pour les échantillons de la série B.....	69
Tableau 12 : Résultats des différents essais pour les échantillons de la série A.....	70
Tableau 13 : Résultats des différents essais pour les échantillons de la série T.....	70
Tableau 14 : Granulométrie en pourcentage et en masse des échantillons T_8 et T_9	75
Tableau 15 : % Al_2O_3 , % SiO_2 et % MgO dans les échantillons T_8 et T_9	75
Tableau 16 : Résultats des différents essais effectués sur les briques T_8 et T_9	76
Tableau 17 : Granulométrie en pourcentage et en masse des briques T_8 , T_{10} et T_{11}	77
Tableau 18 : % Al_2O_3 , % SiO_2 et % MgO des briques T_8 , T_{10} et T_{11}	78
Tableau 19 : Résultats des essais réalisés sur les briques T_8 , T_{10} et T_{11}	78
Tableau 20 : Ordre de présentation des spectres de diffraction.....	86
Tableau 21 : Indexation de quelques principales raies des phases du composé B7.....	92
Tableau 22 : Indexation de quelques principales raies des phases du composé A5.....	93
Tableau 23 : Indexation de quelques principales raies des phases du composé T3.....	93
Tableau 24 : Indexation de quelques principales raies des phases du composé T8.....	94
Tableau 25 : Indexation de quelques principales raies des phases du composé T8.....	95
Tableau 26 : Indexation de quelques principales raies des phases du composé T11.....	95

Listes des tableaux des annexes

Pages

Annexe 2

<i>Tableau 1 : Classification des silicates utilisés comme composants céramiques.....</i>	<i>102</i>
<i>Tableau 2 : Tableau des classifications.....</i>	<i>102</i>

Annexe 4

<i>Tableau 1 : Principales raies de diffractions de l'échantillon T3.....</i>	<i>106</i>
<i>Tableau 2 : Principales raies de diffractions de l'échantillon A5.....</i>	<i>107</i>
<i>Tableau 3 : Principales raies de diffractions de l'échantillon B7.....</i>	<i>108</i>
<i>Tableau 4 : Principales raies de diffractions de l'échantillon T8.....</i>	<i>109</i>
<i>Tableau 5 : Principales raies de diffractions de l'échantillon T8'.....</i>	<i>110</i>
<i>Tableau 6 : Principales raies de diffractions de l'échantillon T11.....</i>	<i>111</i>

Remerciements

Ce travail a été réalisé au centre universitaire de Guelma dirigé par MONSIEUR A. MEDDOUR, maître de conférences au centre universitaire de Guelma, que je remercie vivement d'avoir accepté de diriger les travaux de ce mémoire et d'avoir proposé ce thème dans le domaine des céramiques.

Je lui exprime ma profonde reconnaissance pour avoir consacré ses efforts et sa compétence scientifiques pour me conduire à réaliser ce travail très intéressant.

Ses qualités scientifiques et humaines m'ont beaucoup aidé et encouragé.

Mes remerciements vont aussi à MONSIEUR A. BELBAH, chargé de cours au centre universitaire de Guelma pour ses orientations et ses conseils qui m'ont beaucoup aidé à mener à bien ce travail.

Je remercie vivement M^{re} R. MERDES d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse.

Mes remerciements vont aussi à MONSIEUR H. DERRADJI et à MONSIEUR M.C SAHOUR d'avoir accepté d'examiner ce mémoire.

J'adresse mes remerciements à MONSIEUR C. BOUDOUDA s / directeur technique à L'E.C.V.E, de GUELMA, actuellement directeur. Il m'a permis, par son aide, de réaliser ce travail dans des meilleures conditions. Je le remercie également pour l'intérêt qu'il a accordé à ce travail.

Mes remerciements vont au professeur HAMANA, directeur de l'unité de recherche à l'université de constanine pour m'avoir accueilli dans sa structure de recherche.

Mes remerciements vont aussi aux deux secrétaires de l'unité de recherche pour leurs gentilleses et leurs sympathies.

J'adresse mes remerciements à MONSIEUR S. BOURESSACE technicien au laboratoire des rayons X pour l'aide qu'il m'a apporté. Je remercie aussi à la technicienne SAMIRA pour sa collaboration technique.

Je remercie aussi le personnel de la bibliothèque de l'institut de physique de ANNABA pour l'aide qu'ils m'ont apporté.

J'exprime ma reconnaissance à MONSIEUR le défunt S. BERKII chef d'atelier des réfractaires à L'E.C.V.E de GUELMA, pour ses aides qui m'ont permis d'accomplir mon travail dans des meilleures conditions.

Je ne saurais oublier M^{re} A.TABOUCHE employé à L'E.C.V.E de GUELMA pour sa collaboration; M^{re} R.CHRAIT chef de département pour l'intérêt qu'il a accordé pour ces travaux et M^{re} ZAID chef au laboratoire et actuellement chef du commerce.

Mes remerciements sont destinés également à l'ensemble du personnel, et aux employés de L'E.C.V.E et plus particulièrement les employés de l'atelier des réfractaires pour les aides appréciables qu'ils m'ont apportées.

Je remercie également l'ensemble des enseignants de l'institut de chimie industrielle du centre universitaire de GUELMA, je pense à MONSIEUR O.HOUACHE maître de conférences et s/directeur de la post graduation à l'institut pour sa compréhension.

Je n'oublie pas de remercier l'ensemble du personnel du centre universitaire qui m'ont aidé de près ou de loin à réaliser ce mémoire; je pense à M^{re} A. nemouchi et M^{me} A.KHELLAIFIA, soumia, salima, chama, chérif,et tous les amis et les collègues au département de tronc commun (S.E.T.I).

INTRODUCTION

Les produits réfractaires, le symbole de l'industrie à haute température, couvrent actuellement un domaine d'utilisation très vaste grâce à leurs caractéristiques spécifiques (température de fusion élevée, hautes résistances thermique et mécanique, isolation thermique à haute température et l'inertie chimique). A l'unité *E.C.V.E* de Guelma, la cuisson de la porcelaine est préparée dans des gazettes réfractaires (des boites cylindriques façonnées selon la forme de la porcelaine destinée à la cuisson), pour la protéger contre le contact direct avec les flammes et les gaz.

Le problème de la fissuration qui diminue la durée de vie des gazettes et l'abondance des rebuts au niveau de l'*E.C.V.E*, se pose au niveau du four dans lequel le matériau réfractaire subit des variations thermiques. Généralement, la mauvaise qualité des briques réfractaires provient du mauvais choix de la granulométrie, des impuretés contenues dans la matière première et des défauts survenus au moment du cycle de fabrication, ce qui rend nécessaire le choix rigoureux de la granulométrie et l'étude de la matière première et les procédés de fabrication.

L'objectif visé dans la fabrication de ce type de matériau est la qualité du produit fini qui a une relation directe avec le choix de la composition de la pâte. Cette qualité est discutée en terme de propriétés thermo-mécaniques.

C'est dans ce cadre que s'inscrit le but de notre travail, qui consiste à étudier la possibilité d'introduire des nouvelles matières premières tel que le *TALC* dont les propriétés sont connus et qui joue un rôle très important sur les propriétés thermo-mécaniques du produit final.

Le présent mémoire est subdivisé en deux parties englobant quatre chapitres.

Le premier chapitre traite la théorie générale des matériaux réfractaires, leurs classifications et leurs principales matières premières (naturelles ou synthétiques). Un aperçu bref sur les caractéristiques des matières est donné. Nous avons présenté le diagramme binaire (SiO_2 / Al_2O_3) et le diagramme ternaire ($SiO_2 / Al_2O_3 / MgO$) ainsi que leurs évolutions en fonction de la température et des

pourcentages des oxydes. Nous avons illustré le processus technologique de la fabrication des produits façonnés denses.

Le deuxième chapitre contient les caractéristiques technologiques principales des matériaux réfractaires à savoir : physiques, mécaniques, thermiques et autres caractéristiques à chaud.

Une description des essais caractéristiques des produits réfractaires est donnée.

Le chapitre trois est consacré à la partie expérimentale.

Il est porté sur l'étude expérimentale que nous avons effectuée, basée sur la recherche d'une composition minéralogique à partir du choix des matières premières, la granulométrie, nature de l'ajout et son pourcentage et la formule de dosage.

Des échantillons de compositions différentes sont élaborés en additionnant le talc à différents pourcentages pour favoriser la croissance de la phase cristalline qui a un effet important sur les propriétés thermo-mécaniques.

Les méthodes d'analyses que nous avons suivi telles que l'analyse des propriétés physiques, mécaniques et thermiques sont aussi présentées. Nous présentons des généralités sur l'étude de la structure des matériaux par diffraction des *RX* (méthodes des poudres) et sur le principe du diffractomètre à poudre.

Le chapitre quatre traite dans les détails les différents résultats expérimentaux que nous avons obtenus tels que les propriétés physiques, mécaniques et thermiques.

Nous terminons par une conclusion générale faisant ressortir tous les résultats obtenus ainsi que les perspectives et les suggestions que nous prévoyons pour poursuivre l'étude de ce type de matériaux.

CHAPITRE I

Les matériaux réfractaires

I.1 Introduction

I.2 Définitions

I.3. Classification des matériaux réfractaires

I.4. Types de réfractaires

I.5 Matières premières

I.5.1. Introduction

I.5.2. Matières premières des céramiques

I.5.3. Matières premières utilisées dans l'industrie des réfractaires

I.6. Chaîne Technologique de la fabrication

I.6.1. Les alliages céramiques

I.6.2. Influence de la chaleur sur le comportement de la masse céramique

I.6.3. L'importance du rôle de la granulométrie dans l'industrie des réfractaires.

I.7. Processus de la fabrication des produits façonnés denses. (Brique réfractaire)

I.1. INTRODUCTION.

«Un des objectifs de la science des matériaux est de connaître la variation de leurs propriétés en fonction des modifications de la microstructure et de mettre en évidence les phénomènes qui en sont responsables[1] » .

On définit une propriété d'un matériaux comme la mesure d'un comportement à travers un essai . Donc, tout progrès exercé est conditionné par l'amélioration des matériaux existant ou par l'apparition de matériaux nouveaux [1].

Ainsi, il faut tenir compte, de critères de choix des matériaux, des effets de l'environnement qui peuvent entraîner des variations considérables des propriétés physiques et thermo-mécaniques. Les contraintes imposées par l'environnement influent sur les propriétés étudiées et conduisent à une dégradation du matériau du point de vue thermo-mécanique.

Parmi ces matériaux, nous citons les céramiques qui sont les plus stables, à cause de leurs liaisons chimiques; les cinétiques de leur dégradation sont très lentes. Le mot céramique du grec ' *KERAMIKOS* ' qui veut dire argile cuite implique la cuisson des matières premières argileuses [2]. Ce sont des oxydes métalliques, dus essentiellement à la combinaison d'un certains nombre d'éléments métalliques (*Al, Mg, Fe,...*) [3].

Les températures de fusion des céramiques sont très élevées. Ces matériaux se distinguent par leur caractère réfractaire, c'est à dire qu'ils ont des résistances mécaniques et thermiques élevées, et peuvent donc être largement utilisés comme matériaux réfractaires. Cependant, le comportement mécanique particulier des céramiques a souvent limité leurs applications[4] .

L'amélioration du comportement thermo-mécanique des matériaux réfractaires exige une révision de leur technologie de fabrication dès les matières premières jusqu'aux produits finis.

I.2. DEFINITIONS :

La définition conventionnelle internationale adoptée selon les associations internationales de *NORMALISATION* (*AFNOR, ISO, PRE*) fait référence à la résistance pyroscopique des produits ou matières réfractaires [5].

- La définition *ISO* (R 836-68), se référant à la résistance pyroscopique, est la suivante : un réfractaire, (matière première ou produit réfractaire), est constitué de matières ou produits non métalliques (mais n'excluant pas ceux contenant un constituant métallique) dont la résistance pyroscopique est supérieure à 1500°C (figure1)

La définition se référant au point de fusion est la suivante:

on appelle réfractaire, les produits dont le point de fusion est situé au dessus de 1600°C , et qui résistent sans se ramollir aux températures qu'exigent les travaux de la métallurgie, de la verrerie et de la céramique. Ils doivent, en outre, subir sans se détériorer, les variations brusques et répétées dues à des traitements thermiques [5] .

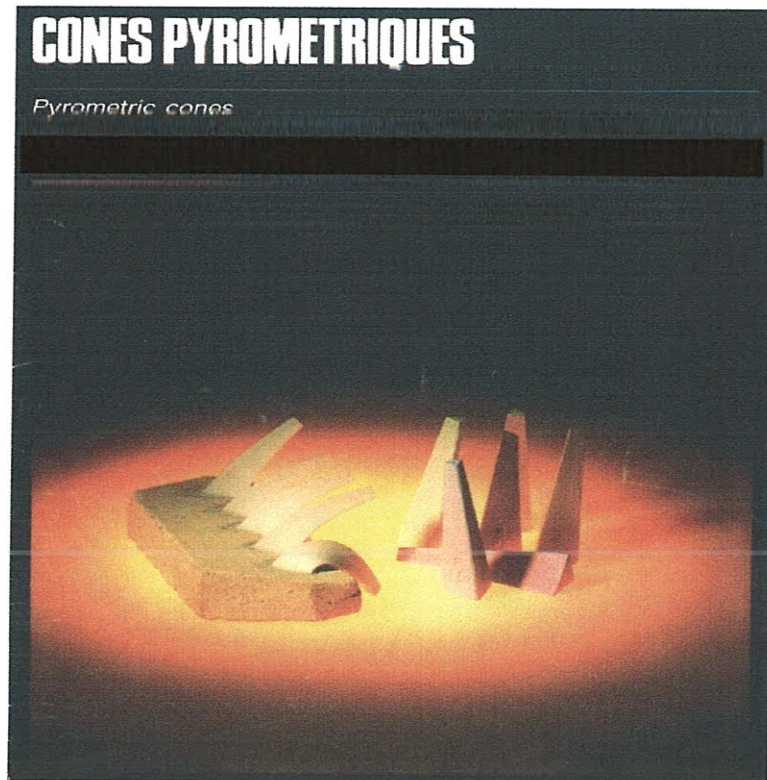


Figure1: Les cônes pyrométriques « Essai pyroscopique ».

I. 3.: CLASSIFICATION DES MATERIAUX REFRACTAIRES :

Les réfractaires appartiennent au groupe des matériaux poreux, colorés non émaillés [6]. La norme internationale *ISO 1109*, et *AFNOR NF B 40.002* classent les réfractaires selon la teneur du constituant chimique principal; la norme internationale *ISO 2246* donne une indication complémentaire en donnant des précisions sur le procédé de fabrication .

Leur classification est très variable et se base sur des critères distincts et qui sont les suivants.

1°) LA COMPOSITION CHIMICO-MINERALOGIQUE :

Selon ce critère, différentes classifications ont été proposées, toute fois la plus récente est celle des produits réfractaires européens (*PRE*) qui a cherché à rapprocher un classement technique à un classement commercial en fonction de la teneur de certains éléments, tel que la teneur en Al_2O_3 , (voir tableau 1: classement *ISO 1109* et *AFNOR NF B 40.002* avec des modifications) [5] et [6].

2°) LA REFRACTERITE :

La réfractérité d'un matériau 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 espèces de classements :

- * Matériaux à réfractérité entre 1580-1770°C
- * Matériaux à réfractérité entre 1770°C -2000°C
- * Matériaux à réfractérité au dessus de 2000°C.

3°) PROCEDE DE FABRICATION :

Les réfractaires artificiels se divisent en :

◆ Produits façonnés denses :

Selon la norme AFNOR NFB 40.004, la porosité totale est inférieure à 45% en volume .
(ce type constitue notre thème).

◆ Produits façonnés isolants :

Selon la même norme, la porosité totale est supérieure à 45% en volume.

◆ Produits non façonnés préparés, prenant leur forme définitive à la mise en place .

Ce sont les coulis, les pisés, les ciments pour joints, le béton réfractaire à prise hydraulique,.....etc, mis en place par moulage, compression, et se présentant sous forme de poudres ou grains.

◆ Produits réfractaires électrofondus :

La porosité ouverte peut être inférieure à 1% [6].

4°) LE CARACTERE ACIDO- BASIQUE DES PRINCIPAUX CONSTITUANTS :

Toute fois, on peut les classer selon leur comportement avec d'autres éléments:

- ◆ *Produit acides* : à base de silice et d'argile ,tels que : Briques de silice , silico- agileuses.
- ◆ *Produit basiques* : à base de MgO et de CaO , tels que : Briques de magnésie , de dolomie.
- ◆ *Produits neutres* : à base de Al_2O_3 , carbone ,...

D'autres peuvent être basiques ou acides suivant les matières en contact avec eux, acide vis à vis des oxydes alcalins et de chaux, basique vis à vis de la silice.

5°) LA DESTINATION :

On utilise les réfractaires pour:

- La construction du haut fourneau.
- L'empilage de la construction de récupérateurs et des régénérateurs.
- Le garnissage des poches.

1.4. TYPES DE REFRACTAIRES :

Il existe deux types de réfractaires: acides et basiques. Les réfractaires acides sont des mélanges de silice (la teneur en $SiO_2 \geq 93\%$), et de corindon ou d'alumine, qui correspondent à la partie gauche du diagramme d'équilibre SiO_2 / Al_2O_3 (fig.2) [7]. Quant aux réfractaires basiques ils contiennent une proportion importante d'oxydes de métaux alcalins, principalement le magnésium. Les principaux réfractaires basiques sont donnés dans le tableau.1 tels que les réfractaires de magnésie, de dolomie, mélanges de chromite et de magnésie qui présentent l'avantage, (puisque'ils ne contiennent pas de silice) d'être libres de phase vitreuse et d'avoir une meilleure tenue à haute température. Ce type de réfractaires est abondamment utilisé dans l'industrie sidérurgique .La résistance aux chocs thermiques des réfractaires basiques est supérieure à celle des réfractaires acides

Tableau 1 : Classification des produits réfractaires
(classement ISO 1109 et AFNOR NF B 40.002 avec des modifications).

Groupe	Nomenclature	% en constituants principale	Temp de cuisson	Caracté. aci.- bas.	Mode de façonnage	Lieu d'utilisation				
PRODUIT A BASE DE SILICE	<i>Produit de silice</i>	$SiO_2 \geq 93\%$	1470°C	<i>Acide</i>	<i>Pressage</i>	<i>Dans la maçonnerie des fours à coke, les voutes des fours martins et électriques</i>				
							<i>Réfractaire silico-argileux (demi silice)</i>	$SiO_2 \leq 85\%$, $10\% \leq Al_2O_3 \leq 30\%$	<i>Demi acide</i>	<i>Pressage</i>
							<i>Réfractaire de chamotte (argileux)</i>	$30\% \leq Al_2O_3 \leq 45\%$	<i>Demi acide</i>	<i>Pressage</i>
PRODUIT SILICO-ALUMINO	<i>Réfractaire à haute teneur en alumine groupe 1</i> <i>groupe 2</i>	$Al_2O_3 > 45\%$ $Al_2O_3 \geq 56\%$ $45\% \leq Al_2O_3 < 56\%$	1400°C	<i>neutre</i> <i>neutre</i> <i>neutre</i>	<i>Pressage</i> <i>Pressage</i> <i>Pressage</i>	<i>Revêtement des poches de coulée pour les haut fourneaux</i>				
							<i>Réfractaire de magnésie</i>	$MgO \approx 90\%$	<i>Basique</i>	<i>Pressage</i>
							<i>Réfractaire de dolomie CaCO3 - MgCO3</i>	$CaO \approx 40\%$, $MgO \approx 35\%$	<i>Basique</i>	<i>Pressage</i>
PRODUIT DE MAGNESIE	<i>Réfractaire de forsterite</i> $2MgO.SiO_2$	$MgO \approx 55\%$, $SiO_2 \approx 35\%$	1600°C	<i>Basique</i>	<i>Pressage</i>	<i>Dans les empiilages des régénérateurs</i>				
							<i>Réfractaire de Talc</i>	$MgO \approx 35\%$, $SiO_2 \approx 31\%$	<i>Basique</i>	<i>Pressage</i>



REFRACTAIRE. CHROMIQUE	Réfractaire de chromite Réfractaire de chromo- magnésite Réfractaire de magnésite- chromite	30% Cr ₂ O ₃ 15-30% Cr ₂ O ₃ , 24% MgO 8-15% Cr ₂ O ₃ ; 65-70% MgO	1500-1550°C 1650-1750°C	Bastique Bastique	Pressage Electrofondue (Pressage) Pressage	Construction des voiles des fours électriques Pour le garnissage des convertisseurs à oxygène
REFRACTAIRE DE CARBURES	Réfractaire de WC Réfractaire de TiC Réfractaire de MoC Réfractaire de TaC Réfractaire de SiC	50-85% Ti; 15-50% C 61-70% Mo; 30-39% C 50-53% Ta; 43-50% C 70,3% Si, 29,7% C	1400-1600°C 1900-2250°C 750-800 °C 1300-2900°C 1300-2400°C		frittage (compression à chaud) projection à plasma	Dans la métallurgie (SiC). -Revêtement des chambres de combustions. -Dans les unités de coupes.

1.5 - MATIERES PREMIERES :

1.5.1 INTRODUCTION :

Les composants de la matière céramique sont des minéraux compatibles avec le processus céramique, qui fait appel à un chauffage à température élevée.

L'exigence de compatibilité avec le processus céramique implique qu'un tel constituant ne doit pas être décomposable ou volatil à la température de cuisson [4].

Les minéraux décomposables (hydrates, carbonates) sont donc exclus; par contre, les silicates constituent les produits les plus fréquents des céramiques industrielles.

1.5.2. MATIERES PREMIERES DES CERAMIQUES:

Elles peuvent être classées en trois grandes familles:

◆ *Plastifiants* : Ils sont représentés par les argiles et les kaolins.

On utilise généralement les argiles à l'état brut de carrière, tandis que les kaolins sont purifiés par lavage et décantation. C'est la structure lamellaire ou fibreuse de ces matériaux qui leur confère leurs propriétés plastiques.

• *Ossatures* : Ce sont les minéraux qui confèrent aux produits, après cuisson, la plus grande part de leur résistance mécanique [8]. Les matières premières sont essentiellement la silice (sable ou quartz), la cyanite ou l'andalousite ($\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) pour remplacer l'alumine alpha plus coûteux, le talc ($4 \text{SiO}_2 \cdot 3\text{MgO} \cdot \text{H}_2\text{O}$) et la chamotte en particulier pour les réfractaires.

◆ *Fondants* : telles que les roches feldspathiques [ANNEXE 2]. Ces matériaux jouent un rôle de donneurs d'éléments (K, Na, Ca) qui diminuent la réfractérité, sachant que les fondants sont indésirables dans les produits réfractaires [2].

On admet seulement :

3% MAXIMUM DE Fe_2O_3 .

2% MAXIMUM DE (R_2O , RO).

1.5.3 MATIERES PREMIERES UTILISEES DANS L'INDUSTRIE DES REFRACTAIRES.

La fabrication d'un produit réfractaire exige l'utilisation d'une pâte constituée d'une matière plastique et d'une matière dégraissante en proportions définies selon l'usage.

A) MATIERES PREMIERES PLASTIQUES.

Elles ont un pouvoir liant très grand et donnent après humidification, une pâte plastique [6], ce qui permet son introduction avec les matières non plastiques (dégraissants) en quantité assez faible. Les argiles et les kaolins constituent les éléments essentiels des matières premières utilisées dans l'industrie des praticiens.

◇ L'argile réfractaire: ' FIRE-CLAY '

C'est une roche à aspect terreux de coloration très diverse suivant les impuretés qu'elle contient [2]. Ce sont des kaolins impurs en dépôts stratifiés par sédimentation. Des eaux de ruissellement entraînent les particules de kaolin primaires les plus fines pour les déposer beaucoup plus loin dans des zones favorables à leur sédimentation [9]. Du fait de ce transport, les argiles sont plus fines que les kaolins [7].

Les argiles (*SILICATES HYDRATES D'ALUMINE*) ont un double rôle :

- * Elles apportent à la composition céramique les éléments de base *Al* et *Si* et accessoirement *K*, *Fe*, *Ca*, *Ti*, etc... . De la nature et des proportions de ces éléments dépend la réfractérité des argiles ou inversement .
- * Elles constituent, par association avec de l'eau, une pâte plastique facile à mettre en forme, présentant une cohésion appréciable à l'état humide et après séchage. Ces propriétés résultent de la morphologie des minéraux argileux .
- * Elles sont utilisées soit à l'état naturel (argile brute d'extraction ou pré-mélangée), soit déshydratées et pré-frittées par cuisson (chamottes).

◇ LES KAOLINS :

Ils sont plus purs que la plus part des argiles kaolinitiques, mais ils sont moins plastiques. en raison de leur moins grande finesse. A ce type de minéral, sont liés tous les groupes des minéraux argileux phyliteux caractérisés par une structure lamellaire. Les kaolins se divisent en deux sous groupes différents par la nature des atomes et des ions contenus sur les plans réticulaires analogues. Ainsi, on distingue chez les kaolins :

- Les kaolins à couches trioctaédriques :

Ils constituent la famille des serpentines, ne présentant pas d'intérêt en céramique [10].

- Les kaolins à couches dioctaédriques :

Ils constituent la famille de la kaolinite dont la structure lamellaire (comme des lames de verres entre lesquelles existe un film d'eau) favorise la plasticité alumineuse présentant un intérêt pour les réfractaires. Ils sont subdivisés en :

a) *Kaolins dioctaédriques hydratés* (HALLOYSITE) :

Ce type de minéraux contient de l'eau zéolitique formant une couche séparant les deux feuillets constitutifs, ce qui entraîne un écart réticulaire et une certaine indépendance des feuillets qui permet de les enrouler en tubes. (voir ANNEXE 1 : HALLOYSITE DE DJEREL DERAGH).

b) *Les kaolins dioctaédriques non hydratés* :

Le minéral type est la kaolinite, caractérisée par l'ordonnance parfaite des couches qui la composent. Les feuillets se trouvent identiquement placés les uns par rapport aux autres. Il s'agit d'une structure à deux couches. Dans l'une d'entre elles, le silicium est en position tétraédrique par rapport à des atomes d'oxygène, et dans l'autre les ions aluminium sont en position octaédrique par rapport à des groupements hydroxydes et les oxygènes mis en commun avec la couche tétraédrique. Nous rappelons que la kaolinite a un poids spécifique égale à 2.6 et une dureté de 2.

Ce motif peut se répéter différemment, et l'on désigne dans la famille de la kaolinite quatre espèces cristallographiques [11]: KAOLINITE, DICKITE, NACRITE, METAHALLOYSITE (halloysite ayant perdu son eau zéolitique). et FIRE-CLAY. (voir ANNEXE 2, tableau A2).

Rôle des impuretés :

La présence d'impuretés a pour effet d'altérer la qualité du matériau. L'impureté influe sur les qualités physiques des réfractaires; quelques unes auront une influence sur la plasticité, d'autres seront considérées comme des fondants [2]. Ces impuretés exercent une influence sur la proportion de la phase vitreuse, et peuvent favoriser l'apparition de phases à bas point de fusion, ce qui limite la résistance pyroscopique des produits.

B) MATIERES DEGRAISSANTES :

Le séchage des argiles se caractérise par un retrait d'amplitude exceptionnelle (5 à 15%) dû à

l'élimination de très nombreuses couches d'eau interstitielles entre les lamelles d'argiles. Le retrait conduit à des pièces fortement fissurées. Ce grave inconvénient, pour l'industrie des réfractaires est combattu en mélangeant à l'argile (le liant) avant séchage un dégraissant :

(matière inerte, non plastique constituant une sorte de carcasse) , inaltérable durant la cuisson [2]. Les dégraissants sont employés dans l'industrie des réfractaires pour diminuer le retrait du séchage et de cuisson et favoriser les propriétés essentielles des produits réfractaires (porosité, résistance mécanique). Les dégraissants classiques sont les suivants:

◇ SABLE SILICEUX :

L'inconvénient de ce dégraissant, est d'être lui même le siège des transformations cristallines. Il renferme une teneur en silice de 80 à 98 %, entraînant une mauvaise tenue du matériau aux températures élevées.

◇ CHAMOTTE:

Les chamottes sont des argiles cuites. Ce sont les dégraissants par excellence [12] des produits réfractaires, dans lesquels les pourcentages de chamottes sont généralement nettement majoritaires. Ils sont indispensables pour les produits à forte teneur en alumine, dépassant 35% [2]. Cette forte teneur combinée à la silice favorisent la formation de la mullite [11]. Il faut que la chamotte soit suffisamment et régulièrement cuite, pour éviter les retraits lors de la cuisson des briques ou à l'emploi. Si les calcinations ont lieu à des températures égales ou supérieures à celle de cuissons des pièces, les chamottes seront parfaitement inertes [12].

C) AUTRES MATIERES NATURELLES OU ARTIFICIELLES.

● L'ALUMINE.

L'alumine est classée comme un réfractaire neutre ou amphotère [10]. Parmi les oxydes 'super réfractaires' c'est à dire avec un point de fusion [3] entre 2050 et 3000°C, elle est considérée comme l'un des oxydes les plus stables, aussi bien en milieu oxydant que réducteur . La *BAUXITE* ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) est le principal minéral à partir duquel l'alumine est élaborée [13]. Le procédé bayer consiste à attaquer la bauxite par la soude [13], puis séparation des impuretés et précipitation de l'alumine en solution sous forme d'hydroxyde ultérieurement purifié et calciné [4]. Le produit obtenu est très pur, c'est le *CORINDON BLANC*. Les autres procédés [10] donnent du corindon

brun [14] qui est moins pur. L'alumine peut être employée sous forme :

- Tabulaire : alumine fortement frittée, constituée de cristaux bien développés d' Al_2O_3 α .
- Calcinée : Constituée principalement d'oxyde d'aluminium en phase α avec un point de fusion d'environ $2000^\circ C$, dureté 9 à l'échelle de *MOHS* et de pureté élevée. .
- Fondue : à partir de l'alumine calcinée dans un four électrique.

LES REFRACTAIRES D'ALUMINE :

L'alumine peut être utilisée sous forme de corindon avec un minimum de liant pour constituer des briques de corindon (Voir diagramme SiO_2 / Al_2O_3 de la figure 2). Elle est aussi utilisée pour remonter le pourcentage d'alumine de réfractaires silico - alumineux de bonne qualité pour obtenir, après cuisson, un matériau contenant de la mullite ayant le même rôle que la chamotte qui a pour effet de diminuer le retrait et donne une meilleure résistance aux chocs thermiques.

CARACTERISTIQUES DES BRIQUES D'ALUMINES :

Les réfractaires à base d'alumine présentent:

- Une résistance pyroscopique élevée : $1900-1950^\circ C$
- Un affaissement sous charge de $2 Kg/cm^2$ à une température de $1700^\circ C$.
- Une conductibilité thermique double de celle des réfractaires silico-alumineux.
- Une bonne résistance aux agents chimiques (laitier,....).

Les propriétés de ces produits varient en fonction de leur composition " donc de la quantité des composants plus fusibles", de la granulométrie et de la cuisson . Les propriétés mécaniques des réfractaires alumineux sont meilleures autour de $1100^\circ C$; elles sont moins bonnes pour des températures plus élevées . La résistance mécanique en fonction de la température dépend de la présence ou non des phases minérales dissemblables ayant une dilatation thermique différente.

N.B.: Corindon : c'est l'alumine cristallisée.

N.B.: Dans notre travail on a utilisé l'alumine calcinée à $1000^\circ C$.

- LA MULLITE :

La mullite est rare dans la nature. Elle se forme dans des conditions exceptionnelles très semblables à celles demandées pour la production de la mullite artificielle (hautes températures et pression relativement basse [10]). Les hydrosilicates, les silicates anhydres et les mélanges artificiels d'alumine et de silice, se transforment en mullite par cuisson à haute température. La mullite a une composition chimique non constante [10] généralement. Sa formule chimique est: $3 \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, sa dureté est 7,5 (MOHS) et sa densité est égale à 3 03 Kg/ dm³ [13].

Deux sortes de mullite peuvent se former au cours d'une cuisson:

- * La mullite primaire mal cristallisée : elle commence à se former vers 1020°C et se développe vers 1140°C, sous forme de petits grains de 100Å°.
- * La mullite secondaire: elle se forme en fin de cuisson et en début de refroidissement et cristallise en aiguille [11].

Les deux types de mullite cités ci dessus se différencient par leurs spectres Infra rouge et par leurs spectres de RX où on observe un léger décalage des raies de diffraction. La taille des cristaux et la texture cristalline conditionnent la résistance du produit final. Les propriétés mécaniques et la tenue au feu [13] dépendent du taux de la mullite dans la phase vitreuse. Compte tenu de l'importance de ce composé, on cherche à obtenir artificiellement la mullite[7] à l'aide d'un mélange de kaolin déshydraté et de corindon, ou bien à partir de la silice pure et de l'alumine pure [10].

CARACTERISTIQUES DES REFRACTAIRES DE MULLITE :

Les produits ainsi obtenus sont de bons réfractaires. Ils possèdent une bonne tenue aux chocs thermiques, leurs principales utilisations sont plutôt situées dans les domaines exigeant une bonne tenue mécanique à haute température liée à une excellente résistance à l'oxydation. Ces produits contiennent un excès d'alumine [8] permettant d'avoir des propriétés mécaniques élevées, sachant qu'un excès de silice les fait chuter rapidement, car celle - ci est présentée comme une phase vitreuse [10].

• LE TALC :

On le désigne souvent par le nom de « *STEATITE* »

C'est un hydrosilicate de magnésium de composition théorique : $4 \text{ SiO}_2 \cdot 3 \text{ MgO} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Le minéral naturel est blanc ou gris verdâtre [14]. Le talc fait partie des matières premières céramiques qui apportent la silice et la magnésie dans les compositions des pâtes. Sous l'action de la température, il a un départ d'eau de constitution de 890°C-1030°C avec formation de la « *CLINOENSTATITE* » et de silice amorphe en l'absence de toute autre oxyde [15]. Par contre, en présence de kaolin ou d'argile, il se forme de la « *CORDIERITE* » (fig.3). Ce silicate, prend à la cuisson un faible retrait (4% environ) et par conséquent son utilisation dans la fabrication de pièces dont les dimensions sont plus exactes telle que la brique réfractaire est recommandée. Le talc a une densité variant entre 2.6 et 2.8. Il a une très tendre dureté de *MOHS* égale à 1. Sa composition est variable et contient: Al_2O_3 , SiO_2 , MgO , CaO , etc...

Les qualités céramiques du talc sont:

- Apport de magnésie
- Joue le rôle d'un fondant
- Donne aux produits vitrifiés une meilleure tenue aux chocs thermiques.
- Augmente la résistance électrique à chaud et à froid.
- Diminue l'action expansive de l'humidité sur les produits poreux.

Le traitement du talc est donné dans l'annexe 3 (*TALC LUZINAC OOS CERAM*) [16].

• LA CORDIERITE :

C'est un silicate (*ALUMINO - MAGNESIEN*) de formule : $2 \text{ MgO} \cdot 2 \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ SiO}_2$. Ce minéral est rare et se fabrique artificiellement. Il se décompose à 1465°C pour donner la phase liquide et la mullite de densité variant entre 2.6 et 2.7, et de dureté 7 dans l'échelle de *MOHS* [14]. La cordiérite se développe lors de la cuisson de pâtes argileuses à base de talc. Sa synthèse artificielle s'effectue à partir des matières premières. La caractéristique principale de ce matériau est sa faible dilatation linéique qui varie entre 1.10^{-6} et 3.10^{-6} K^{-1} [8] entre 20°C et 600°C, ce qui permet d'obtenir des produits peu sensibles aux chocs thermiques. La cordiérite existe sous deux formes α et μ avec naturellement des zones de stabilité différentes. La forme α est stable à la température

ordinaire et au dessus de 1350°C; la forme μ , qui est fibreuse, est stable entre 950°C et 1150°C.

I.6 CHAÎNE TECHNOLOGIQUE DE LA FABRICATION :

I.6.1. LES ALLIAGES CERAMIQUES :

Il s'agit des diagrammes binaires ou ternaires. Avant de passer à l'étude, il est conseillé de prendre les considérations suivantes :

- Les constituants sont parfaitement purs et ont totalement réagi entre eux .
- Les transformations minéralogiques, qui donnent au système son état d'énergie libre minimale, sont produites .
- Les proportions des oxydes, à chaque température, sont plus exactes que possible.

a) LE DIAGRAMME BINAIRE SiO_2 / Al_2O_3 :

C'est un exemple classique auquel il faut souvent se référer quand il s'agit des réfractaires de silice, des produits à base d'argile et des réfractaires à haute teneur en alumine : (l'ordre de correspondance de ce type de réfractaires et de gauche à droite du diagramme SiO_2/Al_2O_3) (fig.2).Ce diagramme qui est théorique est le plus important des diagrammes binaires dans l'industrie céramique .Sa compréhension est indispensable et permet de perfectionner plusieurs opérations technologiques tels que le dosage en matières premières, la cuisson, les limites d'utilisation ou la réfractérité. Son étude permet également de comprendre et de prévoir les phénomènes de fusion et de cristallisation qu'on rencontre lors de l'élaboration des produits. Dans la pratique, les choses se passent un peu différemment [11]. Il met en évidence, la mullite ($2 SiO_2 \cdot 3 Al_2O_3$) en solution solide dans la bande comprise entre 60 et 63%. Elle forme avec le SiO_2 un eutectique à la température 1595°C.

- A gauche de l'eutectique, on a affaire aux produits siliceux; l'alumine est indésirable car elle diminue la réfractérité .
- A droite de l'eutectique, au contraire pour les silico-alumineux, la réfractérité est d'autant plus élevée que la teneur en alumine est plus forte .

Pour des températures inférieures à la température de l'eutectique et pour des mélanges riches en SiO_2 , il y a formation de deux phases cristallines: la mullite et la cristobalite.

En effet, la silice ne se présente pas sous forme cristalline. Elle reste plutôt à l'état vitreux ,ce qui entraîne des déformations visqueuses. La mullite, par contre, reste cristalline; les impuretés jouent

ici un rôle très important car elles diminuent la viscosité de la phase vitreuse. Plus la teneur en alumine est élevée et plus la proportion de la mullite est grande et meilleure encore est la tenue à chaud du réfractaire.

Vue l'importance de ce diagramme, il existe dans plusieurs versions [17]. Ce présent diagramme (figure 2) est le plus récent, donc le plus proche à la réalité [10]. Comme exemple, la fusion de 70% de silice et de 30% d'alumine donne une brique réfractaire qui, après refroidissement, est caractérisée par une microstructure composée de gros cristaux de mullite agglomérés par un mélange de petits cristaux de mullite et de cristobalite. D'après le diagramme, la brique réfractaire restera à l'état solide jusqu'à 1595°C.

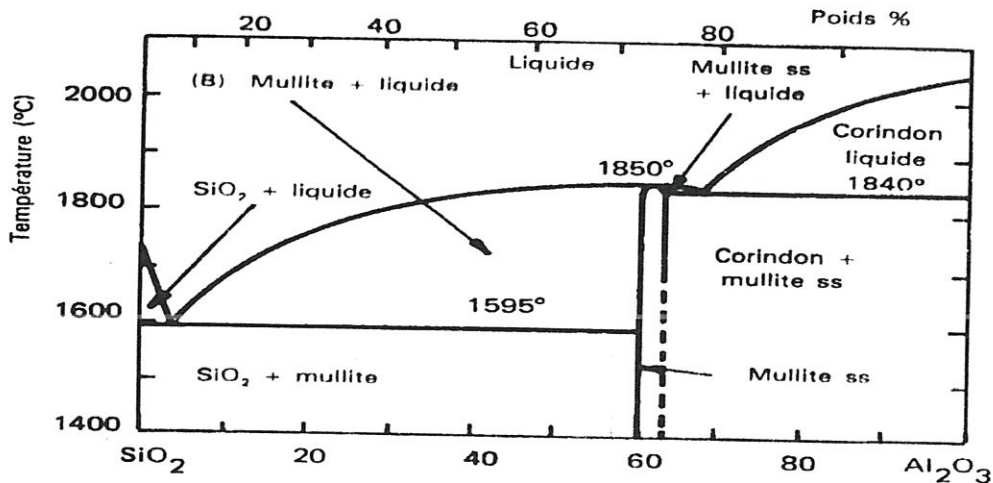


Figure 2: Le diagramme d'état SiO_2/Al_2O_3 , le plus récent.

b) LE DIAGRAMME TERNAIRE $SiO_2/Al_2O_3/MgO$.

Ce diagramme présente un intérêt particulier à cause de la diversité des qualités des produits qu'il permet de réaliser (fig.3): (la silice, le périclase, l'alumine, la forstérite, le spinelle et la mullite de points de fusion élevés). Il est élaboré à partir des trois principaux oxydes (MgO , Al_2O_3 et SiO_2), de la mullite (composé binaire) et de la cordiérite (composé ternaire) de composition $2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$. La température de formation la plus basse de la cordiérite est située entre 1200°C - 1300°C, celle de la mullite est située à environ 1200°C. La cordiérite dont le réseau est rhomboédrique peut exister sous forme hexagonale sous le nom de l'INDIALITE [11]. C'est sous

cette forme qu'elle se présente dans les produits cuits au dessus de 1300°C où elle leur confère une résistance particulière aux variations brusques de la température. Grosso modo, toute composition située sur la ligne cordiérite / mullite (fig.3) commence à fondre à 1465°C, alors que toute composition située sur son prolongement donne lieu à la formation d'une phase vitreuse à partir de 1355°C. On voit donc l'intérêt de partir sur une composition soigneusement étudiée si on veut obtenir des produits riches en cordiérite sans déformation .

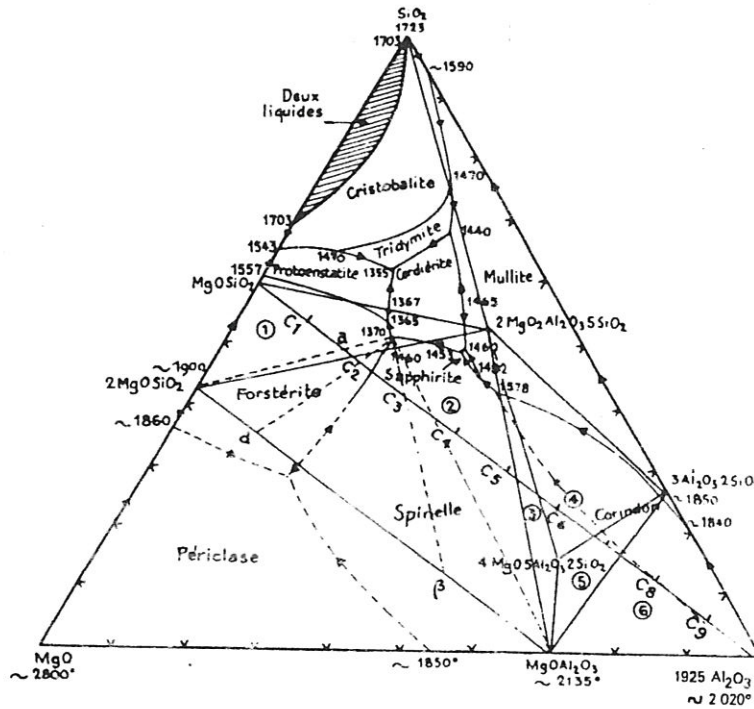


Figure3 : Diagramme SiO₂ / Al₂ O₃ / MgO, " Les coordonnées de la cordiérite " :

I.6.2 INFLUENCE DE LA CHALEUR SUR LE COMPORTEMENT DE LA MASSE CERAMIQUE :

a) ACTION DE LA CHALEUR SUR UNE ARGILE KAOLINIQUE :

Quand on chauffe une argile kaolinitique [2], on provoque des modifications du point de vue:

- *physique*: On s'attend à ce que change la densité, la porosité, la dureté, la forme cristalline et passage de certains éléments à l'état vitreux.
- *chimique*: Un apport de chaleur entraîne surtout des déshydratations et des combinaisons d'éléments qui sont de nature à modifier complètement les propriétés des produits.

La première phase (qu'apparaît entre l'ambiante et 950°C) et les constituants minéraux ne réagissent pas et évoluent suivant leur courbe de dilatation propre .

Si l'argile contient du quartz, ce dernier passe de la structure α à la structure β à 573°C [18]. Cette transformation est accompagnée d'un gonflement brusque du quartz (augmentation du volume de la maille). Par contre, les argiles et les kaolins subissent une transformation irréversible en perdant l'eau de constitution vers 600°C. Cette perte d'eau est accompagnée d'un retrait et d'une absorption de chaleur. Lorsque l'eau de constitution est éliminée, on se trouve en présence du *METAKAOLIN* déshydraté, d'alumine et de silice amorphe qui se combinent en partie entre 900 et 950°C à l'état solide et recristallisent sous forme de mullite primaire. A partir de 950°C, les kaolins se trouvent sous forme de mullite et de silice. Entre 1100-1200°C se forme de la mullite ($3 \text{ Al}_2 \text{ O}_3 \cdot 2 \text{ SiO}_2$) qui se cristallise dans le système orthorhombique et se présente sous forme d'aiguilles ou de bâtonnets. La réaction chimique qui décrit ce processus est la suivante:



Cette réaction est irréversible à cause de la mullite qui est stable à toutes les températures. La croissance des cristaux de mullite est extrêmement lente. Ces derniers prennent naissance en phase solide à partir du métakaolin où se forme en même temps la silice amorphe. Dans les argiles, la plus grande partie de la silice libérée par cette mullitisation forme avec les diverses impuretés un verre très complexe qui enrobe les cristaux de mullite de première formation, les solubilise en partie puis assurera leur développement au refroidissement. Les proportions des deux phases cristalline et amorphe influent considérablement sur les propriétés physico-chimiques de l'argile cuite. Avec un contrôle précieux de la température de cuisson et du temps de maintien, on peut aboutir à un produit ayant des propriétés précises.

b) INFLUENCE DU MAINTIEN temps / température SUR LA TAILLE DES CRISTAUX DE LA MULLITE.

La taille des cristaux qui se forment au refroidissement dépend de la température de cuisson et de la vitesse de refroidissement. En effet, ils sont plus gros si la température est très élevée et le refroidissement plus lent. On voit, par conséquent, l'intérêt d'avoir des produits cuits longtemps à température élevée, refroidis lentement et contenant de fortes proportions de chamottes fortement calcinées. Ces conditions sont favorables à l'accroissement des dimensions des cristaux (voir figure 4).

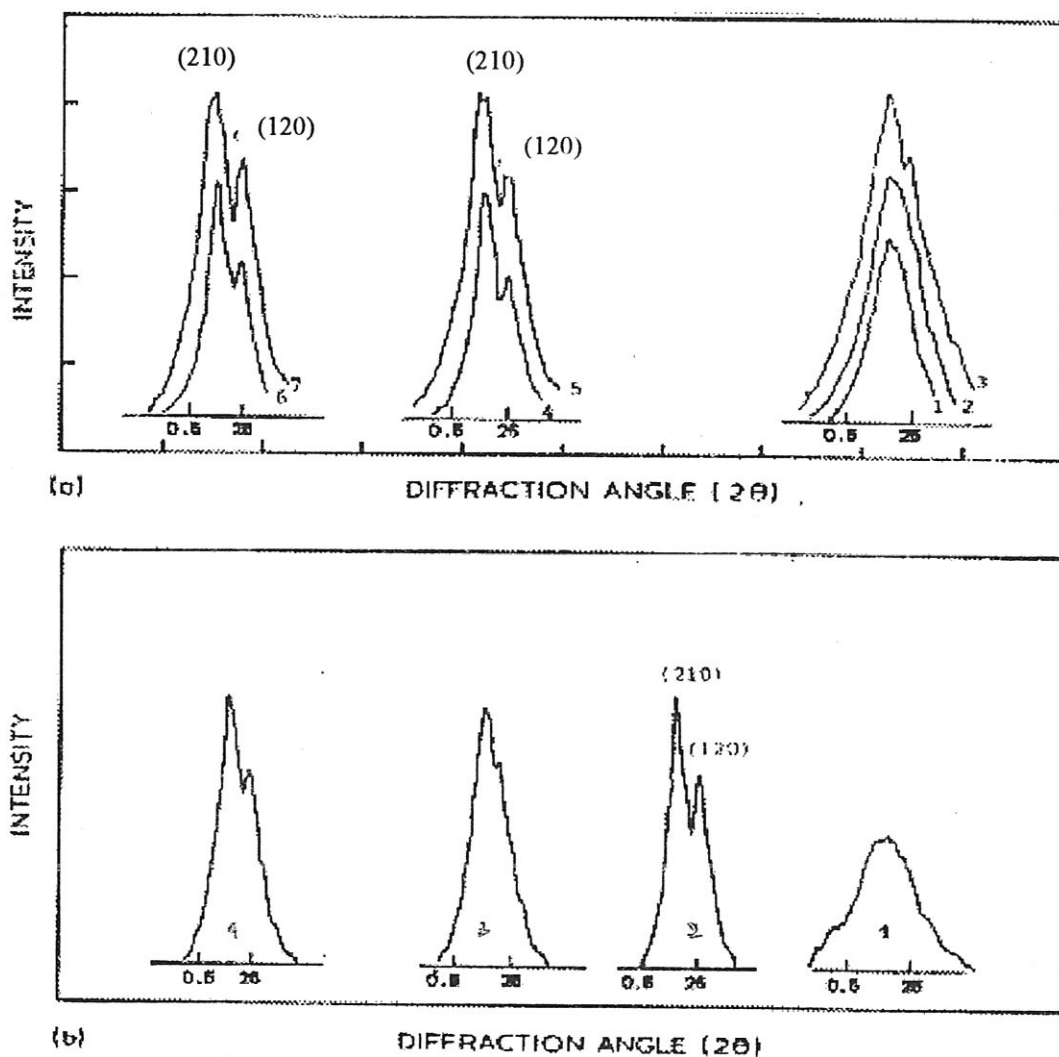


Figure 4: (a) (120) et (210) raies de diffraction des cristaux de mullites chauffés à des différentes températures:

- | | | | |
|-------------|------------------|-------------------|-------------|
| (1) 1200°C: | (2) 1250°C: | (3) 1300°C: | (4) 1400°C: |
| (5) 1500°C: | (6) 1300°C (2h): | (7) 1300°C (10h): | |

(b) (120) et (210) raies de diffraction des cristaux de mullites chauffés à des différentes températures avec un % en poids de 63 et 80 % d'Al₂O₃:

- | | |
|---|---|
| (1) 63 % Al ₂ O ₃ à 1250°C: | (2) 63 % Al ₂ O ₃ à 1300°C: |
| (3) 80 % Al ₂ O ₃ à 1300 °C | (4) 80 % Al ₂ O ₃ à 1300 °C (2h). |

Remarque: Une brique cuite dans des conditions normales ne permet pas généralement d'observer des cristaux de mullite au microscope optique. Leur morphologie dépend des conditions de formation [19] et des différentes technologies pratiquées. Ainsi, avec une faible vitesse de refroidissement, *la mullite fondue technique*, atteint des dimensions macroscopiques [10].

I.6.3 L'IMPORTANCE DU ROLE DE LA GRANULOMETRIE DANS L'INDUSTRIE DES REFRACTAIRES.

a) Définition.

On entend par granularité d'un produit, qu'il soit compact ou réduit en poudre, 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 .

b) La composition des grains dans la technologie céramique.

Les poudres céramiques peuvent être divisées en trois grands groupes en fonction de leur niveau de fragmentation:

- Poudre aux grains grossiers de diamètres entre 0.5 ÷ 1 mm et plus.
- Poudre aux grains fins de diamètres moins de 0.05 ÷ 0.1 mm.
- Les poudres superfines dont les grains ont des dimensions situées dans la fourchette 0.5 ÷ 1.0 microns (nommées l'impalpable ou farine dans l'industrie des réfractaires).

Les domaines d'utilisation de chaque type des masses pulvérulentes, ainsi que leur destination technologique se distinguent considérablement. En effet, les masses aux grains grossiers sont utilisées dans la fabrication de tous les réfractaires et céramiques rouges. La particularité caractéristique de ce type de masses fait d'elles qu'elles ne sont pas capables de se densifier lors de la cuisson. Les gros grains contenus dans le matériau constituent le squelette invariable (un agrégat). Une partie inerte de la masse peut être entraînée dans les processus physico -chimiques ayant lieu lors du traitement thermique du produit. Les espèces obtenues à partir de cette masse à la cuisson ont relativement de petites variations de volumes et présentent des pores ouverts prédominant. Les grains fins facilitent le processus d'interactions chimiques des composants de la

masse et de la densification lors de la cuisson. Quand aux grains superfins, ils sont utilisés quand on veut atteindre la densité maximale lors de la cuisson.

Pour avoir la densité optimale, les grains sont choisis selon leurs diamètres comme suit:

Première fraction : [1 - 3] mm.

Deuxième fraction : [0.1 - 1] mm.

Troisième fraction : [< 0.1] mm .

c) APPLICATION PRATIQUE DES PRODUITS SILICO -ALUMINEUX .

Les réfractaires silico- alumineux contiennent plus de 30% de Al_2O_3 et à peu près 65% de SiO_2 (voir tableau 1 de la classification).

◇ Les réfractaires de chamottes.

La résistance mécanique des produits de chamottes est fonction de la solidité de cette chamotte, du ciment qui la lie, de l'adhérence des deux phases et des vides de la matière. La texture, est fonction de la forme des grains, de leurs dimensions et de leur répartition dans la masse. Les formes anguleuses ne permettent pas une transmission isotrope de la pression, qui peut être différente d'un point à un autre de la masse et des cassures peuvent apparaître. Elles permettent, par contre, de conduire à des masses moins poreuses et plus compactes que les formes arrondies. Les grains à arrêtes vives et pointues sont plus réactifs que les grains sphériques et les particules lamellaires sont plus fortement plaquées les unes contre les autres par action des forces capillaires. Les grains arrondis ont tendance à abaisser la résistance mécanique à haute température; il est donc souvent utile, dans les pâtes chamottées, de choisir un mélange contenant de tels grains.

D'après D'. KONOPICKY [11], les caractéristiques des produits façonnés par voie non plastique, dépendent de trois types de chamottes:

- CHAMOTTE A GRAINS FINS : grains < 0.1 mm

- CHAMOTTE A GRAINS MOYENS : grains compris entre 0.1 et 1 mm

- CHAMOTTE A GRAINS GROSSIERS : grains > 1 mm.

Le diagramme de la fig.5 donne les domaines de compositions granulométriques et leurs qualités spéciales. On peut constater:

- Qu'avec une proportion importante de gros grains > 1 mm et un pourcentage moins élevé de grains fins < 0.1 mm, la résistance aux chocs thermiques est nettement meilleure.

- Qu'une répartition granulaire grossière peu compacte donne, par contre, une perméabilité et une porosité élevées avec une faible résistance mécanique.

L'exigence du maintien simultané de toutes les caractéristiques optimales est donc impossible à réaliser.

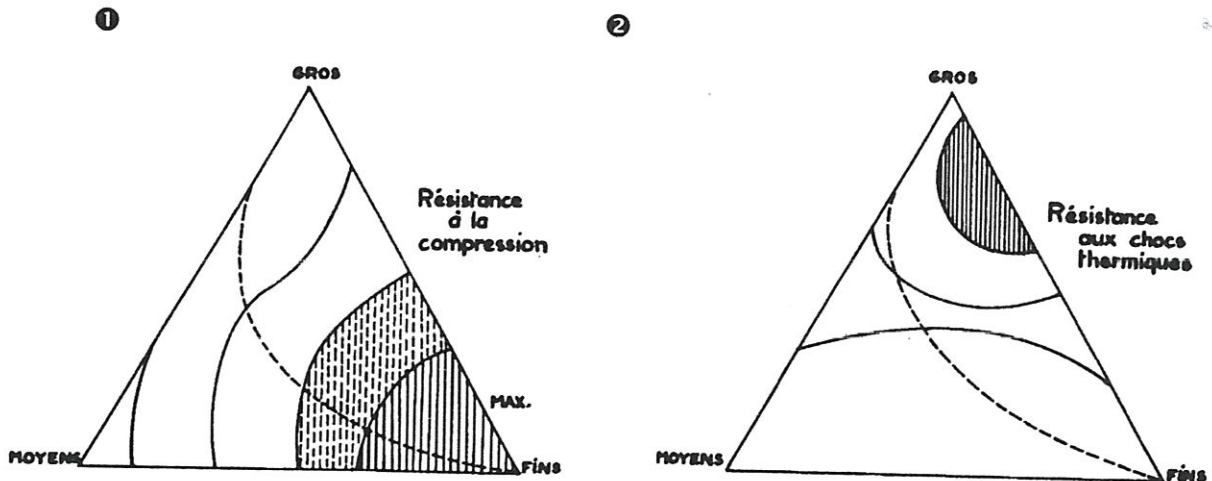


Figure 5: Caractéristiques mécaniques et thermiques en fonction de la granulométrie de la chamotte (diagramme de KONOPICKY).

- ① Zone à haute résistance à la compression.
- ② Zone à haute résistance aux chocs thermiques.

• DISCUSSION:

Une grande finesse qui multiplie les surfaces de contacts permet d'obtenir un produit plus compact aux plus basses températures présentant une texture serrée.

Les grains fins se déchaussent moins à la cuisson de leur enveloppe argileuse. La porosité et la perméabilité du produit sont diminuées et sa résistance mécanique augmente à froid.

Si l'on cherche une texture lâche, résistant aux chocs thermiques, on préfère des grains grossiers. De plus, le grossissement exagéré de certains cristaux provoque au sein de la matière des tensions préjudiciables à sa résistance mécanique. Les gros grains sont toujours nécessaires pour obtenir une porosité élevée; une texture rigide ou pauvre en pores rend une brique sensible aux chocs thermiques. Les produits résistant le mieux sont caractérisés par un assemblage de grains grossiers avec un pourcentage plus de 70 % [11] et de grains fins. La résistance augmente avec la grosseur des grains, ce qui se traduit par une diminution du module d'élasticité [20]. Mais il n'en faut pas

conclure qu'une faible résistance mécanique et une forte porosité entraînent infailliblement une bonne résistance aux chocs thermiques. Toutefois ce que l'on gagne en résistance thermique est toujours au détriment de la résistance mécanique [11].

Pour terminer, on peut dire que la taille des grains a beaucoup d'influence sur les propriétés tels que la résistance, la conductibilité thermique et électrique, la dilatation, le retrait [17], la fusibilité, la scorification, etc....

• **CONCLUSION:**

En conclusion, il est donc nécessaire de choisir une bonne granulométrie en associant des grains de différentes grosseurs; la quantité de chaque type de grains est choisie en fonction du produit final qu'on désire obtenir.

I.7- PROCESSUS DE LA FABRICATION DES PRODUITS FACONNES DENSES
(Briques réfractaires):

Le choix des matières premières dépend de la qualité du produit que l'on veut obtenir et du type de procédé de fabrication que l'on veut suivre [10]. C'est à partir des différentes combinaisons de paramètres (matières premières, nature et granulométrie du dégraissant, mode de moulage, cuisson, etc...) que se déterminent les caractéristiques du produit final, non seulement en ce qui concerne la composition chimique mais aussi les caractéristiques physiques telles que la densité et la porosité. Les produits réfractaires sont préparés et façonnés à froid et c'est la chaleur qui les rend durs et résistants [17]. Les opérations qui s'étalent sur plusieurs mois (voir schéma de la figure 6) se succèdent pratiquement toujours dans un même ordre.

I.7.1. DETAILS DES OPERATIONS.

a) **PREPARATION DES MATIERES PREMIERES.**

A partir des matières premières identifiées par leurs natures et leurs granulométries et stockées isolément [voir l'organigramme de la fig.6], la composition céramique est constituée par un dosage massique de constituants selon des formules déterminées préalablement. Le liant (kaolin) est ajouté en faible quantité comme complément de formulation.

L'état rhéologique de la poudre d'homogénéisation convenant au mode de façonnage est ajusté

par la teneur en liquide associée aux particules solides (dégraissant et liant) .

b) LE PRESSAGE (LA MISE EN FORME).

La faible teneur en liquide des masses de pressage et leur faible plasticité oblige à employer des pressions de compactage assez élevées[4]. En effet, plus la teneur en liquide diminue plus la pression de moulage sera forte [2].

10 à 13% pour le procédé semi- plastique .

5 à 6 % pour le procédé à sec.

4 à 6% pour le surcomprimé [2] à haute teneur en dégraissant .

La presse de friction, au niveau de l'E.C.V.E, est à fonctionnement manuel (remplissage et pressage) avec une pression de 160 tonnes/ cm² . Le poinçon supérieur est mobile tandis que le poinçon inférieur est fixe et le pressage s'effectue en trois coups. Les moules métalliques doivent être très robustes et résistants à l'abrasion des masses.

L'avantage de ce procédé peut être résumé comme suit :

- Les pièces obtenues sont rigides et résistantes surtout pour le surcomprimé et leur basse teneur en liquide fait qu'elle ne prenne pas de retrait au séchage. Leur précision dimensionnelle peut être , par conséquent, excellente .

Les dimensions de ces produits (façonnés denses) font d'ailleurs actuellement l'objet de Discussion à l'échelle internationale devant conduire à la normalisation des côtes [7].

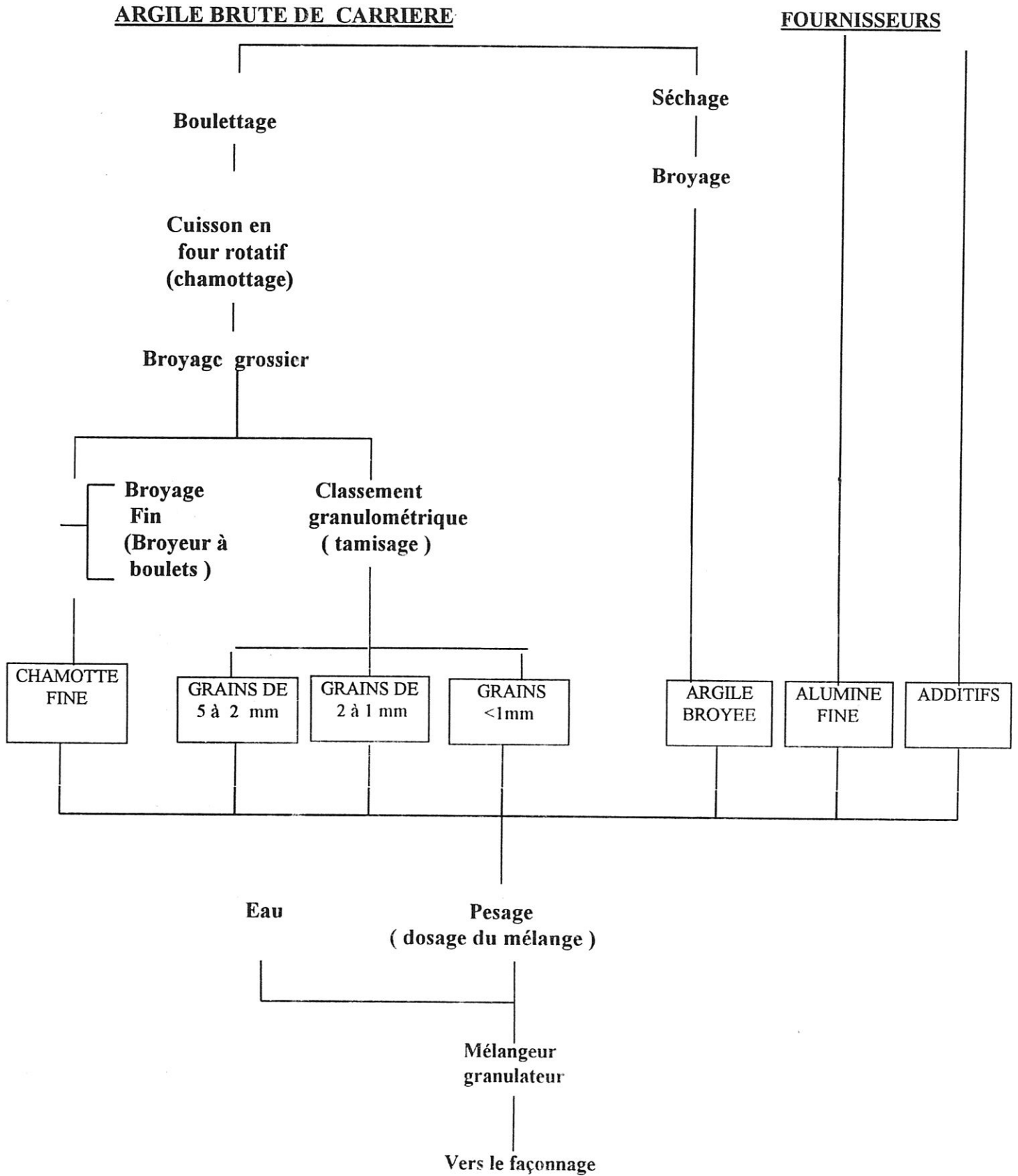


Figure 6 : Organigramme illustrant le traitement des matières premières et la préparation du granulé de pressage à 6% d'eau (Fabrication des briques réfractaires argileuses).

C) LE SECHAGE :

Il s'effectue dans des séchoirs à chambres et a pour but d'éliminer l'eau nécessaire à la mise en forme ou l'eau de façonnage. La phase initiale du séchage doit être conduite avec précaution en raison de variations dimensionnelles (retrait de séchage), susceptibles de donner naissance à des fissures. Ce retrait est provoqué par le départ d'un film d'eau intergranulaire jusqu'à ce que les particules minérales viennent en contact.

Pour maîtriser la vitesse de séchage, il est nécessaire de contrôler l'humidité, la température et la ventilation. La cinétique de séchage s'effectue de la manière suivante: la pâte contenant une quantité importante de liquide est placée dans un milieu gazeux (séchoir à chambre) défini par sa température, sa teneur en vapeur du liquide et sa vitesse d'écoulement. Le liquide s'évapore en surface de la pâte à vitesse constante. Dans cette phase, la vitesse d'évaporation est uniquement contrôlée par les caractéristiques du milieu environnant; elle est d'autant plus grande que la température et la vitesse d'écoulement du gaz sont plus élevées et que la pression de vapeur est plus faible. Dans la première phase de séchage, le liquide n'atteint plus la surface externe de la pièce; la contraction (le retrait) du matériau étant interrompue. Durant la deuxième phase du séchage, le liquide s'évacue à l'état vapeur. Cette vapeur diffuse dans le milieu superficiel, devenu poreux. Les dimensions et la répartition des pores contrôlent, en partie, la vitesse de diffusion qui décroît. Les grains ou lamelles de matière solide se rapprochent et un retrait de quelques pour-cent se produit suivant les conditions optimales de séchage .

D) LA CUISSON CERAMIQUE :

Elle permet d'atteindre la composition et la texture finales désirées. Lors de cette cuisson interviennent simultanément [7] les transformations allotropiques, les frittages, la réaction à l'état solide, et la recristallisation. Ceci se traduit physiquement par un durcissement et une cohérence plus grande du matériau. On parle d'une cuisson céramique [8] lorsqu'il y a formation d'une quantité non négligeable de la phase liquide ou vitreuse qui, au refroidissement, se solidifie [7], enrobe et lie les cristaux dispersés en assurant le collage des grains. Il faut effectivement signaler que les réactions assurant les qualités finales du produit sont évidemment fonctions des conditions de cuisson (température, temps, courbe d'évolution température / temps, effet de refroidissement, etc.....) [2] et qu'au cours de cette phase se produit l'élimination de la porosité sous l'action conjuguée des forces capillaires et de la tension superficielle de la phase vitreuse. De

ce fait résulte un retrait qui peut atteindre les quelques pourcent. Pour éviter l'apparition des fissures, il faut que dans l'ensemble de la brique, les variations de dimensions se produisent de façon régulière et homogène. Il convient donc de limiter le retrait de cuisson jusqu'à l'ordre de 1% , et d'accepter l'existence d'une porosité résiduelle qui varie entre 20 et 30 % dans la pièce cuite.

A propos de la cuisson, elle doit d'ailleurs être poussée à un degré suffisant afin que l'usage ultérieur du produit, même à température supérieure, ne conduise pas à un post-retrait appréciable. Elle donne une déformation si le matériau est dans un état thermoplastique et donne des contraintes s'il est dans un état rigide (teneur en eau insuffisante), comme elle peut provoquer une fissuration.

Les températures de cuisson des réfractaires sont rarement inférieures à 1200°C et sont généralement supérieures à 2000 °C; ainsi pour les silico - alumineux, elles varient de 1200 à 1410°C. La cuisson est effectuée dans le four le plus adapté (four tunnel) à trois zones principales: zone de préchauffage, zone de cuisson, et zone de refroidissement. Les transformations cristallines ont lieu dans la zone de cuisson; la première zone est conçue pour la finition de séchage et la préparation des produits à la cuisson, tandis que la troisième zone sert à stabiliser la structure du produit en développant la cristallisation et en empêchant le choc thermique.

REMARQUES :

Les mécanismes de frittage constituent une approche simplifiée de l'opération de cuisson contrairement à la cuisson céramique. Le frittage ne fait pas intervenir, en principe, une liaison des particules par une phase vitreuse.

La cohésion et la densification des poudres pressées s'effectuent par liaison directe des grains cristallins entre eux; se produisent, par suite, des transformations affectant la surface des particules et conduisant à des interfaces solide-solide appelées: joint des grains[10].

Annexes du chapitre I:

Annexe 1 : Halloysite de djebel debagh.

Annexe 2 : Tableaux des classifications .

Annexe 3 : Traitement du talc luzinac oos Céram.

CHAPITRE II

Propriétés thermo- mécaniques des produits réfractaires

II.1. Introduction

II.2 Caractéristiques technologiques principales

II.2 .1. Caractéristiques physiques

II.2 .2. Caractéristiques mécaniques

II.2 .3. Caractéristiques thermiques

II.2 .4. Autres Caractéristiques à chaud

II.3. Description des essais caractéristiques des produits réfractaires

II.3.1. Essai de résistance aux chocs thermiques.

II.3.2. Essai pyroscopique

II.3.3. Analyse de dilatation thermique

II.3.4. Essai d'affaissement sous charge à haute température.

CHAPITRE II :

PROPRIETES THERMO - MECANQUES DES PRODUITS REFRACTAIRES.

II.1- INTRODUCTION.

Les produits céramiques poreux sont des agglomérats hétérogènes formés par la juxtaposition d'éléments siliceux et argileux, cimentés par un liant vitreux qui confère à l'ensemble une cohésion acceptable. Les propriétés des réfractaires sont étroitement dépendantes de leurs structures (phase solide et amorphe) et de leurs textures (porosité).

Les propriétés mécaniques des produits réfractaires silico-alumineux sont dues à la présence d'une quantité de phase vitreuse, résultant de l'attaque des composés de fer, des traces d'alcalins et d'autres impuretés, par la silice libérée lors de la formation de la mullite qui constitue le squelette de ces matériaux. La proportion de cette phase vitreuse doit être juste suffisante car elle est la cause de la faible résistance à l'affaissement sous charge à chaud.

On admet, en général, qu'il existe dans les réfractaires argileux [11] jusqu'à 30% de phase vitreuse. Pendant le refroidissement, la composition vitrifiée devra conserver une faible viscosité jusqu'aux basses températures afin d'assurer un point d'accrochage le plus bas possible. Son coefficient de dilatation moyen entre la température de refroidissement et la température ordinaire sera, au plus, près de celui du solide pour éviter les tensions (le verre est en tension, si son coefficient est supérieur à celui du solide, et en compression dans le cas contraire). Comme un verre résiste 10 à 15 fois mieux à la compression qu'à la traction, il est souhaitable de prendre une composition qui se dilate un peu moins que les grains à souder.

II.2 . CARACTERISTIQUES TECHNOLOGIQUES PRINCIPALES.

Les propriétés des réfractaires dépendent d'une part de leur composition chimique et minéralogique et d'autre part des conditions de fabrications (granulométrie, température de cuisson, mode de moulage, etc....). Ceci explique que la qualité d'un réfractaire doit être testée sur un ensemble de propriétés et non sur une seule. La qualité essentielle d'une isolation thermique industrielle est son efficacité dans le temps. Les principaux facteurs qui permettent d'obtenir cette qualité sont essentiellement mécaniques (résistance mécanique, fluage.....), thermiques (chocs thermiques, coefficient de dilatation), physiques (porosité, perméabilité,.....) et d'autre caractéristiques telle que la résistance pyroscopique.

II.2.1 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES.

a) LA POROSITE :

La porosité d'une matière est la proportion totale des vides ou interstices par rapport à la quantité de particules solides dont elle est composée. Ces vides sont ordinairement remplis d'air. E.W.WASHBURN considère six types de pores [17]: Les pores fermés, les pores en conduite réunissant les pores séparés, les pores en cul-de-sac, les trous, les poches à col étroit et les micropores qui sont réellement petits qu'ils ne peuvent être remplis d'eau.

Lorsqu'on exprime la porosité d'une matière, il importe de distinguer la porosité ouverte ou apparente, la porosité fermée, et la porosité vraie ou réelle. La première concerne les pores communiquant et qui sont pénétrés par l'eau, ou le liquide d'imprégnation; la seconde, dont l'appellation la plus convenable aurait été lacune ou vacuole, correspond aux pores non communiquant et non pénétrés par l'eau ou le liquide, c'est à dire complètement isolés dans la matière et enfin la dernière correspondant à la porosité totale, c'est à dire la somme des pores fermés et ouverts. La proportion des pores fermés augmente au fur et à mesure que la matière se vitrifie. Il semble que la quantité des pores grossiers et moyens dépend en premier lieu de la granulométrie de la chamotte, tandis que celle des ultrafins dépend en majeure partie de la nature de la matière. La stabilité des réfractaires dépend de la porosité qui est variée dans de larges limites. Les porosités sont d'autant plus faibles que les teneurs en fondants sont plus élevées ou que la température de cuisson des produits est plus haute[6].

La notion de porosité a une importance capitale vis à vis:

- De l'absorption dont la vitesse varie avec la texture .
- De la densité apparente qui diminue au fur et à mesure que la porosité augmente puisque le volume de matière solide est réduit par rapport au volume total de la masse.
- De l'écaillage où une porosité élevée est favorable.
- De la conductibilité thermique qui est affaiblie par la porosité.
- De la résistance à la corrosion où une brique très poreuse n'y résiste pas à moins que les pores ne soient extrêmement petits.
- De la résistance mécanique où, d'après *BLEINING*, la résistance à l'écrasement serait inversement proportionnelle à la porosité[17].

- De la forme des courbes de compression et de dilatation [7].
- De la réfractérité qui augmente avec l'augmentation de la porosité.

b) LA PERMEABILITE.

Elle caractérise le comportement du produit réfractaire aux passages des fluides (laitiers, agents corrosifs...); elle est en rapport direct avec la corrosion du produit et ceci en fonction des dimensions des canaux. Elle est actuellement déterminée seulement à température ambiante[7].

Une forte perméabilité résulte de déchaussement des grains au séchage et à la cuisson provoquant des fissures. Elle est donc plus caractéristique de la texture.

La porosité et la perméabilité sont , en effet, deux grandeurs essentiellement différentes.

On conçoit qu'une brique poreuse, à pores capillaires, soit moins perméable qu'une brique plus compacte mais à pores de grandes dimensions.

c) LA DENSITE.

C'est l'une des caractéristiques permettant de définir physiquement le produit réfractaire.

On distingue deux sortes de densité: absolue et apparente.

◇ *La densité absolue ou vraie.*

C'est le rapport de la masse au volume absolu du matériau pulvérisé. Cette valeur est souvent une caractéristique de l'état ou de l'évolution du matériau de base (degré de cuisson, pourcentage de transformation). Cette densité vraie est toujours spécifiée pour les produits de silices pour d'autres qualités de réfractaires comme les silico- alumineux, Elle est moins nécessaire mais il faut la déterminer pour le calcul des autres caractéristiques[2].

◇ *La densité apparente.*

C'est le rapport de la masse au volume géométrique apparent du matériau. Le volume apparent correspond à la somme du volume de la matière solide, des pores ouverts et des pores fermés.

D) L'ABSORPTION D'EAU.

Elle représente le poids d'eau qu'un produit céramique peut absorber à saturation. Elle est influencée par la grandeur des pores. La vitesse d'absorption varie avec la texture de la matière ainsi, une masse composée de grains de grosseur moyenne absorbera mieux l'eau qu'une masse qui contient de nombreux pores très petits dont l'air est difficilement éliminé.

II.2.2. CARACTERISTIQUES MECANIQUES.

La fragilité des matériaux réfractaires impose des limitations dans les techniques de fabrication et d'emploi. Les caractéristiques qui rendent fragiles les céramiques sont en même temps celles qui leur confèrent les propriétés désirées de dureté, de réfractérité et de résistance chimique.

Les avantages et les inconvénients sont deux aspects de même phénomène de base [10]. La théorie de SAMSONOV fait remonter la plasticité et la malléabilité des métaux (la possibilité de déformation à froid sans rupture) à la possibilité de mouvement libre des électrons de valence. Par contre, les électrons localisés ou bloqués entraînent dureté et fragilité.

◇ Résistance mécanique

Cette propriété permet aux produits réfractaires de résister aux efforts de compression exercés par le poids des produits traités. Cette résistance est assurée, surtout aux moments de chargement et de traitement des produits traités où il y a apparition des chocs mécaniques, thermiques et des phénomènes d'abrasion. La mesure de la résistance mécanique donne des indications sur le degré de cuisson à des températures plus élevées [15]. La porosité réduit notablement la résistance mécanique. Cette dernière diminue d'abord lentement, puis rapidement au fur et à mesure que la porosité augmente [6]. Ce comportement est dû au fait que les pores interagissent comme concentrateurs de tensions. La résistance mécanique subit évidemment l'influence de la composition chimique (teneur en fondants) et de la composition minéralogique [7]. On comprend facilement que la résistance mécanique la plus élevée correspondra au développement maximal de la phase cristalline et au développement optimal de la phase vitreuse dans la mesure où celle-ci ne doit pas être en excès mais en quantité suffisante pour permettre une bonne cimentation des grains cristallins à des températures de cuisson trop élevées. La résistance mécanique décroît pour diverses causes, toutes reliées entre elles. La dissolution de la cristobalite et de la mullite, le gonflement et l'augmentation de la phase vitreuse entraînent la fragilité. La résistance mécanique des réfractaires varie dans de larges limites. Dans les fours, le chargement réel sur les réfractaires atteint $30N/cm^2$ et ne dépasse pas $80N/cm^2$ [21].

II.2.3. CARACTERISTIQUES THERMIQUES.

La sensibilité des matériaux céramiques aux tensions thermiques est l'un des facteurs principaux

limitant leur utilisation. Aux températures élevées, les matériaux céramiques peuvent être sollicités du point de vue mécanique de deux façons différentes: soit ils sont soumis à des tensions thermiques seulement, soit ils restent longtemps à des températures élevées, soumis à une charge constante ou non (tensions thermo-mécaniques).

Le phénomène le plus important, est le choc thermique.

◆ CHOCs THERMIQUES.

Un choc thermique est le résultat de la mise en contact brutal d'un corps avec un milieu dont la température est différente de la sienne. L'intensité du choc est liée à la différence ΔT entre la température initiale du corps et celle du milieu dans lequel il est plongé. Sa direction dépend du sens des échanges de chaleur entre le milieu et le corps; elle est définie par le signe de ΔT qui est négatif pour un choc de chauffage et positif pour un choc de refroidissement [20].

Principe du choc thermique.

Lorsque la température finale du matériau est inférieure à sa température initiale (cas d'une trempe), la périphérie de la pièce qui subit cette variation de température se contracte alors que les dimensions de coeur restent sensiblement constantes. Par conséquent, l'extérieur de la pièce est soumis à des contraintes de tensions et le coeur à des contraintes de compressions. Au chauffage, la distribution est inversée[20]. Puisque les matériaux céramiques sont beaucoup moins résistants aux efforts de traction qu'aux efforts de compression, les ruptures auront donc lieu pendant le refroidissement (la trempe). D'après *PROVOST*, le matériau ne subira aucun dommage à condition que le niveau de contraintes résultant de ces variations brutales de températures, est inférieur à la contrainte de rupture en traction du matériau. Ou bien il y' aura une fracture dans le cas où le niveau des contraintes devient supérieur à la résistance du matériau.

Facteurs affectant la résistance aux chocs thermiques.

Un réfractaire est essentiellement hétérogène. Il est constitué d'une phase vitreuse cimentant une phase cristalline. Ces deux phases sont loin d'avoir le même coefficient de dilatation et ceci causera des tensions internes lors des changements de températures qui seront d'autant plus grandes que les coefficients de dilatation de ces deux phases sont dissemblables.

Il s'établit dans la brique un gradient de température qui est souvent fort long à s'établir quand on fait varier la température du four. La face exposée au feu a tendance à se mettre rapidement à la nouvelle température; il n'en est pas de même pour les parties internes.

Pour chaque température, le réfractaire a une dilatation thermique donnée. Nous avons donc dans le produit, une succession de couches à des températures diverses qui possèdent une dilatation thermique en rapport avec cette température. Heureusement que des forces élastiques et tangentielles limitent la dilatation des couches [10]. Quand l'échauffement ou le refroidissement sont rapides, ces mêmes forces seront très sollicitées et si l'on dépasse la résistance de la matière, il se produira des fentes, des fissures, des éclatements, et écaillage; si les chocs thermiques se répètent souvent, on aura finalement une destruction du produit. Les principales lois qui régissent l'équilibre de ces forces [10], lors d'un chauffage et d'un refroidissement, sont contrôlées par l'expression fondée à partir de la théorie d'élasticité de MC GRAWHILL [4].

$$\Delta \sigma = K . E . \alpha . \Delta T \leq \mathcal{R}_{m e c} \quad (1)$$

$\Delta \sigma$: la contrainte

K : facteur géométrique.

E : module d'élasticité (module de YOUNG).

α : coefficient de dilatation linéique thermique.

ΔT : Gradient thermique.

$\mathcal{R}_{m e c}$: Résistance mécanique du matériau.

En d'autres termes, la contrainte doit toujours être inférieure à la résistance mécanique du matériau pour qu'il ne se produise pas de cassures. Le gradient de température dépend de la conductivité thermique du réfractaire; si ce gradient est élevé, les tensions seront très grandes.

La tenue aux chocs thermiques \mathcal{R} est donnée par la loi empirique ci- dessous: (2).

$$\mathcal{R} = \frac{\mathcal{R}_t}{E . \alpha} \sqrt{\lambda / \rho . c_p} \quad (2)$$

\mathcal{R}_t : résistance à la traction.

λ : *conductivité thermique.*

ρ : *masse volumique.*

C_p : *chaleur spécifique.*

E et α ont déjà été définis

La tenue aux chocs thermiques est d'autant meilleur que \mathfrak{R}_t est plus grand, c'est à dire pour un réfractaire à très bas coefficient de dilatation. Ainsi, la faible dilatation linéique des matériaux à base de cordiérite et de mullite explique leur bonne tenue aux chocs thermiques; il en est de même pour les produits à très bas module d'élasticité. Les réfractaires ayant une faible conductivité thermique produisent des gradients thermiques élevés entre les faces, engendrant une faible résistance aux chocs thermiques. Une résistance élevée à la traction permettra, généralement, à un réfractaire de supporter des sollicitations internes localisées sans se fissurer. Cependant, cette propriété est souvent liée au module d'élasticité élevé, ce qui est fait au détriment de la résistance aux chocs thermiques [l'expression 2].

La dégradation d'un matériau, due à un choc thermique, peut également être imputable à des variations cycliques de la température; les concentrations de tensions réduisent la vitesse de propagation des fissures. En effet, les fissures et les dislocations sont interrompues par les contours des grains; donc plus ces contours sont touffus, plus la résistance du matériau est grande, plus la compacité et la dureté sont élevées, plus la résistance aux chocs thermiques est petite.

Le choix d'une céramique devant résister aux chocs thermiques repose alors sur l'alternative suivante:

- Accepter la fissuration précoce ou même préexistante du matériau qu'on choisit, afin que sa dégradation due à la propagation des fissures reste limitée au cours de service et affecte peu ses performances.

L'examen de ces caractéristiques implique le rappel de la conductivité thermique.

◆ Conductivité thermique.

C'est la caractéristique la plus utilisée dans les matériaux céramiques. Sa connaissance permet de prévoir les régimes thermiques des maçonneries réfractaires (calculs des parois, pertes thermiques, etc...). Cette conductivité peut être soit faible (cas des calorifuges par exemple) soit forte pour assurer une transmission de chaleur (cas des fours à chauffage indirecte).

La faible conductivité thermique est amplifiée dans les céramiques à porosité élevée (exemple des réfractaires isolants). Les pores de faibles dimensions réduisent la conductivité des matériaux car les gaz ont une conductivité négligeable par rapport à celle des solides.

En effet, aux basses températures la conduction prédomine mais au delà de 800°C s'y superpose le rayonnement à l'intérieur des pores de grandes dimensions. C'est pourquoi la conductivité thermique des produits à pores grossiers croît plus vite que celle des produits à pores fins. La conductivité thermique des produits microporeux est presque la même aux basses et moyennes températures; elle est donnée par la formule ci-dessous (3).

$$\lambda = \lambda_0 \left(\frac{100 - \pi}{100} \right) \quad (3)$$

λ_0 : Conductivité du matériau non poreux (W / m .K).

π : Porosité en volume (sans dimension).

Enfin il faut noter que les briques usagées possèdent une conduction thermique différente par rapport aux briques neuves. La conductivité thermique des maçonneries réfractaires change constamment ce qui doit inciter à une certaine prudence tant dans le choix des matériaux que dans les calculs thermiques divers[46].

II.2.4. AUTRES CARACTERISTIQUES A CHAUD.

◇ La réfractérité.

La fusion des réfractaires n'est pas congruente. Le passage solide \Leftrightarrow pâteux \Leftrightarrow liquide s'effectue dans un intervalle de températures élevées. La réfractérité est une propriété des matériaux qui permet de conserver la solidité mécanique sous l'action de la haute température. Elle dépend de la composition chimique des réfractaires et de la présence des additions [21]. Elle est caractérisée soit par la température de fusion, soit par la température où le matériau, devenu thermoplastique, s'affaisse sous son propre poids [4].

Ce comportement correspond à celui des matériaux dans lesquels une phase liquide apparaît prématurément et se développe au détriment des phases cristallisées.

En raison de la nature de leur liaison, la réfractérité des céramiques est généralement très élevée

(exemple : Combinaison $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ à 50% de Al_2O_3 vers 1800°C).

Pour caractériser la résistance "au feu" du réfractaire, on a donc mis au point un essai empirique dit " *ESSAI PYROSCOPIQUE* " (figure 1) mettant en évidence ce ramollissement progressif par comparaison avec le ramollissement d'un produit étalon (*MONTRE FUSIBLE*). C'est, en effet, une mesure comparative de viscosité apparente.

Les montres étalons à résistances pyroscopiques connues (fig. 7) sont formées de pâtes de compositions graduées; leurs températures d'affaissement successives diffèrent de 20°C à 30°C . Ces montres fusibles sont actuellement employées dans les laboratoires comme véritables témoins de températures, notamment pour les essais de tenue au feu des réfractaires [11].

◦ Affaissement sous charge à haute température. (FLUAGE).

Lorsqu'on applique, pendant un certain temps, une contrainte d'amplitude constante à un matériau, celui-ci peut adopter un comportement viscoélastique ou viscoplastique.

En général, une augmentation de la température entraîne une agitation thermique plus élevée des atomes et une augmentation de la valeur de coefficients de dilatation conduisant à la déformation du matériau. C'est pourquoi, pour analyser l'influence de la température, nous devons en outre faire intervenir le temps comme paramètre supplémentaire.

Le fluage des céramiques ne se produit que lorsqu'il y a apparition de glissement à caractère visqueux. Le mécanisme microstructural qui régit ce phénomène est la mobilité des dislocations et la migration des vacances sous efforts dans laquelle la déformation est le résultat d'un flux de diffusion à l'intérieur de la matière.

Dans un échantillon soumis à des charges de traction et de compression en différents points, il y a un gradient de concentration de vacances de la zone en traction vers la zone en compression, donnant lieu à un mouvement de diffusion de la matière, de la zone en compression à la surface en traction [10]. Donc la porosité favorise une augmentation de la vitesse de déformations. Les températures auxquelles les dislocations deviennent suffisamment mobiles sont donc relativement élevées; le fluage ne se manifeste de façon sensible qu'à haute température (0.6 à $0.7 T_{\text{fusion}}$) [3]. La sensibilité au fluage est accentuée par la présence de la phase vitreuse; elle dépend principalement de la température de transition visqueuse de la phase vitreuse. La ductilité se traduit par un fluage sous contrainte. Elle croît avec la température selon la loi type:

$$\varepsilon = K \cdot \exp\left(\frac{-Q}{\mathcal{R} \cdot T}\right) \cdot \sigma^m \cdot t^N \quad (4)$$

Avec:

$\varepsilon = \Delta L/L$: pourcentage de déformation.

Q : énergie d'activation .

K : Constante.

σ : Contrainte appliquée .

t : temps.

m : exposant de l'ordre de 5.

n : exposant variant de 0.3 à 1.

\mathcal{R} : constante molaire des gaz parfaits.

T : température thermodynamique

La température de transition ductile- fragile est très élevée; il faut qu'elle soit de l'ordre de 0.8 à 0.9 T_{fusion} pour qu'une certaine ductilité se manifeste.

II.3. DESCRIPTION DES ESSAIS CARACTERISTIQUES DES PRODUITS REFRACTAIRES.

Ce sont des essais propres aux réfractaires et en relation avec leur emploi.

II.3 .1. Essai de résistance aux chocs thermiques.

L'échantillon est alternativement porté dans une enceinte chauffée, puis dans une enceinte froide et ceci un certain nombre de fois jusqu'à la rupture. Les méthodes utilisées sont très différentes suivant les pays. Généralement on opère sur des cubes de 50 mm d'arête qu'on place dans un four chauffé (à une température fixe) et au bout d'un certain temps, on sort le cube pour le refroidir brusquement soit dans l'air libre soit dans l'air chauffée soit dans l'eau courante. L'opération est répétée jusqu'à la destruction de l'échantillon. L'ensemble d'un échauffement et d'un refroidissement constitue un cycle. Si le matériau n'est pas fragilisé (écaillage, coin, ou angle sauté, rupture, etc...) après un certain nombre de cycles, on dit alors que sa résistance est bonne. Le classement sera effectué suivant le tableau suivant [7]:

<ul style="list-style-type: none"> * Rupture de 0 à 5 cycles * Rupture de 5 à 10 cycles * Rupture de 10 à 15 cycles * Rupture de 15 à 20 cycles * Rupture de 20 à 25 cycles * Pas de rupture 	<ul style="list-style-type: none"> * Mauvaise résistance * Médiocre * Médiocre à moyen * Moyenne à bonne * Bonne à très bonne * Excellente
--	--

II.3.2. Essai pyroscopique. (figure 1)

Cet essai est normalisé selon la norme *NF B 49-102*. Il consiste à déterminer la température d'affaissement des éprouvettes en forme de petites pyramides triangulaires « *MONTRÉ FUSIBLE* » [22] (pyramides triangulaires tronquées de la matière à l'essai).. Elles sont soit taillées directement dans le produit, soit moulées après broyage et agglomération. Les éprouvettes étalon à résistance pyroscopique connue sont choisies de façon à encadrer la résistance pyroscopique présumée des éprouvettes d'essai, leurs températures d'affaissement successives différent de 20-30°C (fig.7). L'ensemble des éprouvettes (étalon et d'essai) est fixé sur un socle en alumine à l'aide d'un ciment réfractaire spécial [22]. Le tout est placé dans un four à température homogène et réglé pour une vitesse de chauffage normalisée 2.5 à 4°C/mn car la température dépend de la vitesse d'échauffement. On suit l'essai au pyromètre. Les pyroscopes commencent à se déformer sous l'action du poids propre. Après refroidissement, on examine leur aspect et c'est la température correspondant au degré d'affaissement ou de chute (pointe touchant le socle) qui correspond à la résistance pyroscopique. Elle permet, cependant, un classement comparatif des réfractaires. Il faut noter que la résistance pyroscopique, ainsi déterminée, représente un maximum car la plus part des réfractaires défont en service à des températures souvent très inférieures.

<i>Montres pyroscopiques standard type SEGER utilisées en France</i>		<i>Montres pyroscopiques standard type SEGER utilisées en Allemagne</i>		<i>Montres pyroscopiques standard type ORTAN utilisées aux Etat - Unis</i>	
<i>Correspondance entre le point de chute des montres et la température établie pour une vitesse de chauffe de 240 °C/ heure.</i>		<i>Correspondance entre le point de chute des montres et la température établie pour une vitesse de chauffe de 150°C/ heure.</i>		<i>Correspondance entre le point de chute des montres et la température établie pour une vitesse de chauffe de 150°C/ heure.</i>	
<i>Montre n°</i>	<i>Température en °C</i>	<i>Montre n°</i>	<i>Température en °C</i>	<i>Montre n°</i>	<i>Température en °C</i>
23	1560	23	1560	23	1605
26	1580	26	1585	26	1621
26	1610	27	1605	27	1640
28	1630	28	1635	28	1646
29	1650	29	1655	29	1659
30	1670	30	1680	30	1665
31	1690	31	1695	31	1683
32	1710	32	1710	32	1717
33	1730	33	1730	33	1743
34	1750	34	1755	34	1763
35	1770	35	1780	35	1785
36	1790	36	1805	36	1804
37	1825	37	1830	37	1820
38	1850	38	1855	38	1835
39	1880	39	1875	39	1865
40	1920	40	1900	40	1885
41	1960	41	1940	41	1970
42	2000	42	1980	42	2015
<i>La même échelle est utilisée au Royaume -Uni avec une vitesse de chauffe de 300°C/heure.</i>		<i>Echelle publiée en 1953 par le laboratoire de la Tonindustrie.</i>		<i>Echelle A.S.T.M standards on Refractory Materials, (C 24- 56).</i>	

Figure 7: Températures approximatives des chutes des montres

11.3.3. Analyse de la dilatation thermique.

L'analyse permet de déterminer, pour chaque matériau, l'amplitude de la dilatation et les anomalies éventuelles. On peut en tirer des conclusions pratiques d'emploi (recherche des zones de température dangereuse, amplitude du jeu à laisser entre réfractaire et support, importance des joints de dilatation) .Ceci est important car il suffit quelque fois d'une différence de longueur de 0.2% pour provoquer la formation de fissures. La courbe dilatométrique nous permet aussi de tirer des conclusions sur les transformations allotropiques[18].

II.3. 4. Essai d'affaissement sous charge à haute température.

Il permet de déterminer la température maximale d'utilisation du matériau.

Il est évident que le ramollissement du produit commence bien avant la température correspondant à la résistance pyroscopique. L'essai consiste à évaluer la température de ramollissement par chauffage du réfractaire sous une pression déterminée et fixe, compte tenu qu'en service, les réfractaires travaillent toujours à la compression. L'essai à température croissante est le plus pratiqué par rapport à l'essai à température constante ou essai de fluage isotherme, car ce dernier implique des frais élevés (un essai par température malgré qu'il se rapproche beaucoup de la réalité). L'éprouvette de forme cylindrique, selon la norme *AFNOR* (35 mm de diamètre et de 50 mm de hauteur), est placée entre les poussoirs soumis à une pression fixe (charge constante de 2Kg / cm² selon la norme *AFNOR* [7]). La dilatation propre des poussoirs doit être la plus régulière possible .Le four employé est programmé pour obtenir une vitesse de montée en température préreglée selon le produit à tester. La température est contrôlée par quatre thermocouples au moins pour s'assurer de son homogénéité au voisinage de l'éprouvette.

La variation des dimensions (dilatation puis affaissement) est mesurée à l'aide d'un capteur de déplacement approprié et enregistré. Compte tenu du fait qu'à haute température, et avant fusion totale, le réfractaire se compose d'une phase cristalline ordonnée, d'une phase vitreuse qui se ramollit et de pores, le ramollissement sera complexe .

L'*AFNOR* prend conventionnellement comme température de début d'affaissement sous charge, celle du point *B_T* où la courbe quitte la tangente au maximum parallèle à l'axe des abscisses (voir figure 8). Les résultats peuvent être influencés par les facteurs suivants:

- * . Vitesse de montée de la température si elle est trop rapide.
- * . Charge
- * . Dimensions et géométrie des éprouvettes
- * . Mode de chauffage(exemple: four à gaz mal réglé, attaques chimiques).

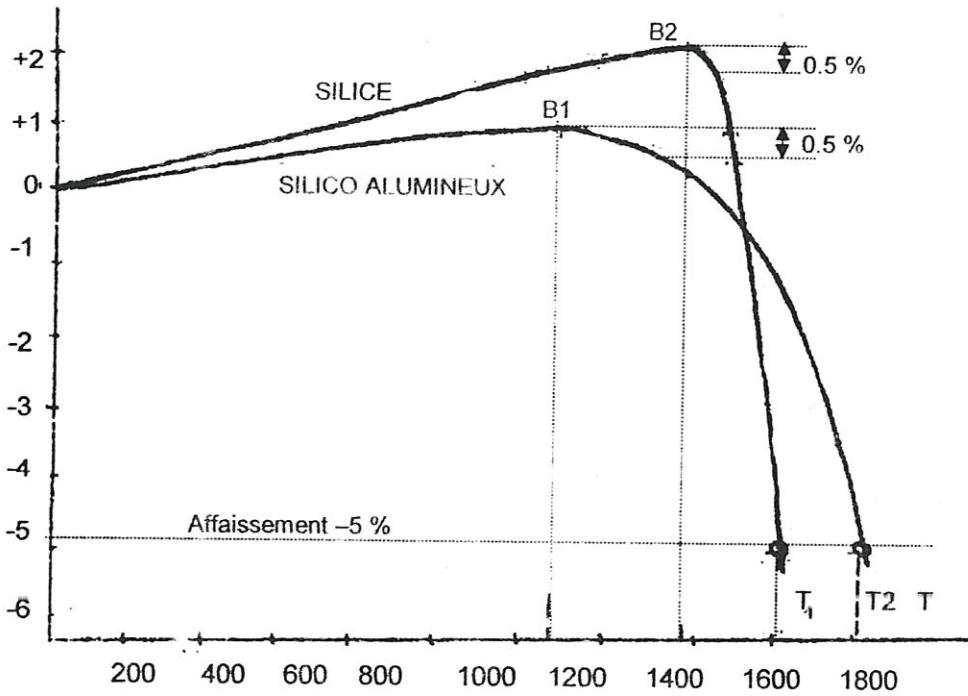


Figure 8: Courbes d'affaissement sous charge pour un réfractaire Silico- Alumineux.

Le tableau 2, édité par l'institut d'élaboration de CHANGSHA du ministère de l'industrie légère - REPUBLIQUE POPULAIRE DE CHINE - [43] donne une vue d'ensemble des propriétés des réfractaires .

BRIQUES D'ARGILE ORDINAIRE		BRIQUES D'ARGILE POUR HAUT FOURNEAU	
DESIGNATION	VALEUR	DESIGNATION	VALEUR
Al_2O_3 , [%]	≥ 40	Al_2O_3 , [%]	≥ 42
Réfractérite °C	≥ 1730	Réfractérite °C	≥ 1730
Affaissement sous charge de $2Kg/cm^2$.	≥ 1300	Affaissement sous charge de $2Kg/cm^2$.	≥ 1400
Rretrait après utilisation, 1400, 2h .[%]	≤ 0.6	Rretrait après utilisation, 1400, 3h [%]	≤ 0.2
Porosité apparente, [%]	≤ 24	Porosité apparente, [%]	19 - 22
Résistance de compression à $T^\circ C$ ordinaire (Kg/cm^2).	≥ 200	Résistance de compression à $T^\circ C$ ordinaire (Kg/cm^2).	≥ 400

TABLEAU2: Propriétés physique et chimique des briques d'argiles.

CHAPITRE III

Etude expérimentale

III. 1. Préparation du matériau

III. 1.1 Histogramme des matières premières

III. 1.2 Critères que doit remplir un matériau réfractaire

III. 1.3 Matières premières

III. 1.4 Choix de la composition minéralogique

III. 1.5 Elaboration des briques réfractaires

III. 2. Méthodes de caractérisation

III. 2. 1. Caractérisations physiques

a) Contrôle de l'humidité

b) Mesure de la densité absolue

c) Mesure de la densité apparente

d) Mesure de la porosité

e) Mesure de l'absorption d'eau

III. 2. 2. Caractérisations mécaniques

a) Préparation des éprouvettes

b) Mesure de la résistance à la compression

c) Mesure de la résistance à la rupture

III. 2. 3. Caractéristiques Thermiques

III. 2. 4. Caractérisation de la structure par diffraction des rayons X

a) Principe du diffractomètre à poudre.

b) Etalonnage de l'échantillon et enregistrement du faisceau diffracté.

CHAPITRE III***ETUDE EXPERIMENTALE***

Après l'analyse chimique des matières premières et l'élaboration des échantillons nous nous sommes intéressés à la caractérisation des différents échantillons que nous avons préparés.

Les caractéristiques fondamentales qui ont fait l'objet de notre étude sont les suivantes:

- Caractéristiques physiques.
- Caractéristiques mécaniques.
- Caractéristiques thermiques.
- Contrôle de la composition minéralogique par diffraction X

III 1. PREPARATION DU MATERIAU :

Nôtre matériau est celui qui doit posséder les caractéristiques thermomécaniques sont les meilleurs possibles. Pour le réaliser, nous avons suivi les étapes suivantes:

- *Choix des matières premières*
- *Contrôle de la composition chimique des matières premières*
- *Elaboration des échantillons*

III.1.1 Histogramme des matières premières :

L'exploitation des résultats d'analyses chimiques des matières premières obtenus à L'E.C.V.E de GUELMA, suivis par L'I.N.M.C de BOUMERDES entre 1970 et 1990 se résumant à travers l'histogramme suivant:

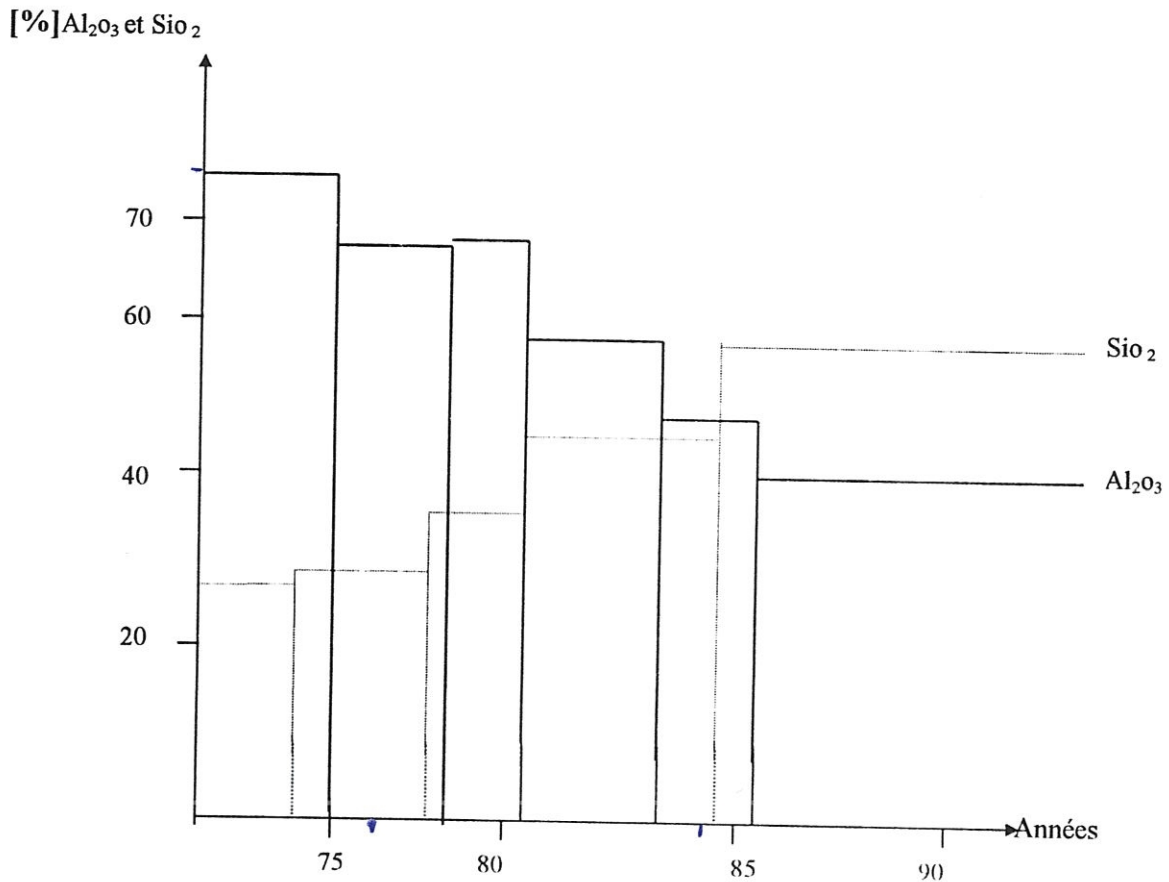


Figure 9 : Variation des teneurs en oxydes principaux dans la composition chimique des matières premières

Cet histogramme nous montre qu'il y a lieu dans la matière silico-alumineuse de base, une variation (diminution) importante de l'alumine. Cette variation entraîne forcément des changements dans les caractéristiques du produit final. On peut constater que les teneurs des matières de base changent considérablement, ce qui entraîne un changement minéralogique dans la composition du produit fini et en particulier en mullite qui confère de nombreuses caractéristiques physiques et thermo-mécaniques avantageuses au produit fini.

Cependant, le problème de la fissuration et de la destruction des produits réfractaires se pose. Notre travail consiste à définir les causes et de proposer des solutions pour éviter ces problèmes cruciaux très souvent rencontrés dans ce type de matériaux.

III.1.2 CRITERES QUE DOIT REMPLIR UN MATERIAU REFRACTAIRE.

Un matériau réfractaire doit impérativement satisfaire aux critères suivants:

- Une haute réfractèrité
- Une haute résistance aux chocs thermiques.
- Une bonne conductibilité thermique
- Un affaissement minimal sous charge thermique et mécanique .
- Une résistance élevée à la compression et à la flexion à froid et à chaud.

Nous rappelons que la mauvaise qualité des matières premières silico alumineuses, utilisées au niveau de L'E.C.V.E, est l'une des causes principales de la destruction du matériau réfractaire.

Pour réduire le taux des rebuts et augmenter la durée de vie, on introduit l'alumine comme une phase inerte dans la composition de la masse céramique. D'autres matières premières sont rajoutées pour créer des nouvelles phases cristallines dans le matériau afin d'améliorer sa résistance aux chocs thermiques.

Il est aussi convenable de considérer les paramètres technologiques et d'essayer d'optimiser certains d'entre eux tel que la proportion du composant (liant- dégraissant), la granulométrie dans la composition de la masse céramique et la nature de l'ajout, utilisé comme une phase inerte, ce qui influe après cuisson sur la composition minéralogique de la phase cristalline.

III.1.3 MATIERES PREMIERES

La partie expérimentale de ce mémoire se résume dans l'élaboration de trois séries d'échantillons ainsi que leurs caractérisations. Les trois séries se présentent comme suit:

- * Série B: Briques de référence sans ajout.
- * série A: Briques renforcées avec l'alumine
- * Série T: Briques renforcées avec du talc.

Les matières premières utilisées dans l'élaboration de nos échantillons sont les suivantes:

LE KAOLIN DD3 : C'est une matière première locale (HALLOYSITE de djebel debagh) utilisée comme une matière plastique dans la composition céramique.

LA CHAMOTTE : (Rebut des gazettes) : C'est une matière dégraissante sous forme d'une carcasse.

L'ALUMINE: Elle est importée et utilisée comme une phase inerte dans la composition de la masse céramique

LE TALC LUZINAC OOS CERAM: Elle est aussi importée et introduite dans la pâte comme une phase inerte.

III.1.4 CHOIX DE LA COMPOSITION MINÉRALOGIQUE

Ce choix consiste à prélever des points de compromis sur le triangle de KONOPICKY. Le but de notre travail réside dans l'élaboration d'échantillons présentant des propriétés thermique et mécanique intéressantes à la fois. Pour cela, on est obligé de choisir des points sur le triangles de KONOPICKY correspondant à des compositions minéralogiques devant satisfaire à de telles exigences. Il s'agit donc, pour résumer, de trouver un compromis entre les deux propriétés: mécanique et thermique[1].

En tenant compte de toutes ces considérations, et en essayant de produire une pâte possédant les propriétés désirées, plusieurs échantillons ont été élaborés en jouant chaque fois sur un des paramètres technologiques qui interviennent dans la qualité.

Les échantillons ont été élaborés en séries, en les classant selon la matière première de base et selon le pourcentage d'alumine et de talc qu'ils contiennent.

Sept différentes proportions granulométriques ont été étudiées, selon trois types de séries:

- La série B est dépourvue d'ajout; elle est seulement préparée à partir de la chamotte et de kaolin en modifiant dans chaque composition la granulométrie selon la formule chimique (72% chamotte, 28% kaolin DD3).
- En gardant la même formule chimique et la même granulométrie, dans les échantillons de la série A, une partie du dégraissant chamotte est substituée avec de l'alumine calcinée à 1000°C; la quantité introduite est de l'ordre de 7%.
- La même méthode est adoptée pour les échantillons de la série T; la quantité du talc introduite est de l'ordre de 7%.

Vue l'effet positif du talc sur la qualité du réfractaire, deux autres compositions granulométriques (T_8 et T_9) ont été élaborées, en essayant d'augmenter le taux du talc à un ordre de 12%, en considérant les facteurs suivants:

- * changement de la granulométrie.
- * fixation de la formule chimique.
- * introduction du talc à un ordre de 12%.

Afin d'examiner l'influence de la formule du dosage établi, sans pour autant effectuer plusieurs dosages de plusieurs échantillons, nous avons fait recours à la granulométrie de la composition T_8 en considérant les facteurs suivants:

- * Etablissement d'une nouvelle formule chimique du dosage.
- * Le maintien constant de la quantité de talc introduite.
- * Le maintien constant de la granulométrie T_8 qui sera désigné par T_8 .
- * Choix de deux autres granulométries différentes T_{10} et T_{11} .

Avec la nouvelle formule (82%, 18%), l'augmentation du pourcentage du dégraissant est faite au dépend du pourcentage de la matière plastique *DD3*.

Le principe d'élaboration se résume suivant l'organigramme suivant:

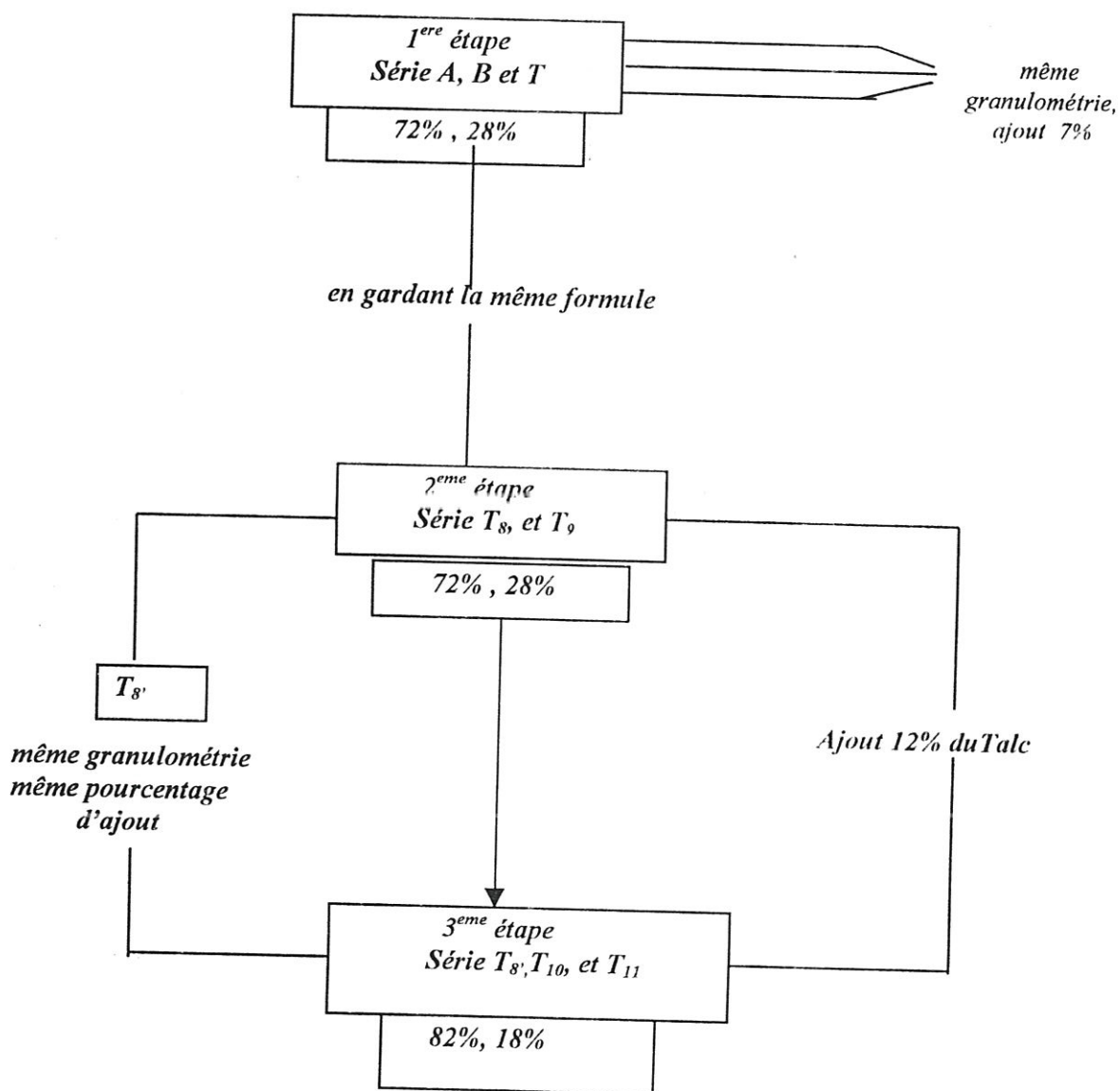


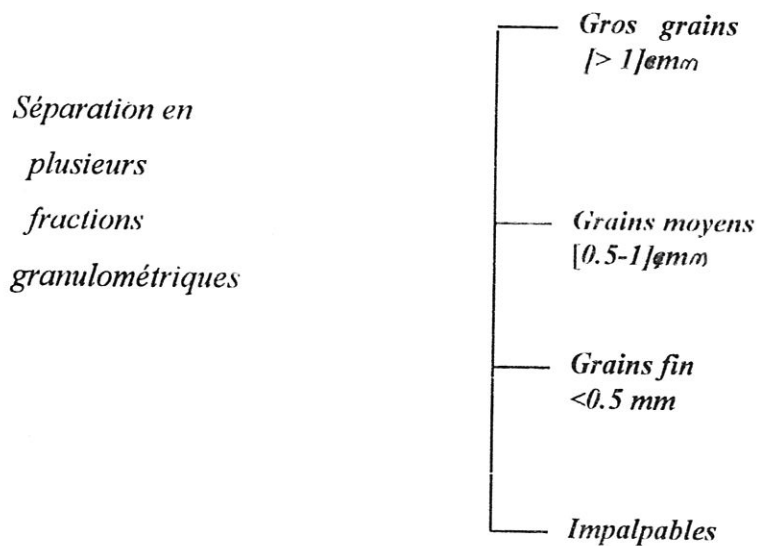
Figure 10 : Organigramme illustrant le schéma d'élaboration des échantillons

III. 1.5 ELABORATION DES BRIQUES REFRACTAIRES.

L'élaboration des briques réfractaires passe par les étapes suivantes:

1. Analyse chimique des matières premières
2. Tamisage de la chamotte à plusieurs étapes:

Cette opération suit le broyage des matières premières. Les grains sont séparés en trois catégories selon leurs tailles (diamètres) comme suit.



3. Etablissement de la formule par le dosage du mélange de la masse céramique .
4. Humidification
5. Homogénéisation de la granularité
6. Pourissage de la pâte réfractaire pendant plusieurs jours .
7. Pressage (presse à friction).
8. Séchage dans des séchoirs à chambres pendant 48h
9. Cuisson dans le four reverber (de 7 à 10 jours) y compris le chargement et le déchargement des articles réfractaires.
10. Préparation des éprouvettes:

III.2. METHODES DE CARACTERISATION.

Les méthodes de caractérisation des échantillons que nous avons suivi sont les suivantes:
Caractérisation physique, mécanique, thermique et analyse par diffraction des rayons X.

III.2.1 Caractérisation physique.

a) Contrôle d'humidité. Au laboratoire , il est nécessaire de calculer le taux d'humidité contenu dans la matière première pour pouvoir déterminer la valeur d'humidité nécessaire au façonnage de la pâte. Pour effectuer cet essai, on prend une masse d'environ 10g de la poudre et on la met dans une capsule pour la sécher dans une étuve à une température comprise entre 100 et

110°C, jusqu'à l'obtention d'une masse fixe. Ensuite, on pèse l'échantillon séché avec une précision de 0.1g . La différence de poids ramené au poids de la prise donne le pourcentage d'humidité.

Le taux d'humidité est calculé d'après la formule suivante:

$$H\% = \frac{m_h - m_0}{m_h} \cdot 100 \quad (1)$$

m_0 : Masse de la matière sèche (g).

m_h : Masse de la matière humide (g).

b) Mesure de la densité absolue.

La densité des différents échantillons a été mesurée par la méthode du pycnomètre en utilisant de l'eau distillée comme un liquide d'immersion. Le principe de cette mesure consiste à prendre la pesée de deux pycnomètres secs et propres munis de bouchons rodés, constitués d'un tube capillaire. On place, ensuite, dans le pycnomètre quelque grammes de matière sèche, broyée et tamisée à 0.2 mm et on effectue une deuxième pesée. La différence des masses fait le poids précis de l'échantillon dans chaque pycnomètre. On ajoute de l'eau distillée jusqu'à la moitié et on fait bouillir l'ensemble pendant 15 mn. On remplit le pycnomètre jusqu'au bouchon avec de l'eau distillée pour avoir son niveau supérieur du repère et on l'essuie avec soin et on met au point le niveau du liquide. On pèse le pycnomètre et on déduit ainsi le volume d'eau introduit par la poudre. La densité vraie est calculée selon la formule suivante:

$$D_v = \frac{m_1 - m_0}{(m_1 - m_0) - (m_2 - m_3)} \cdot \rho \quad (2)$$

unité: (g/ cm³)

m_0 : Poids du pycnomètre vide avec son bouchon (g).

m_1 : Poids du pycnomètre bouché + poudre (g).

m_2 : Poids du pycnomètre bouché + poudre + eau distillée (g).

m_3 : Poids du pycnomètre plein d'eau (g).

ρ : Masse volumique de l'eau : 1 g/ cm³

c) Mesure de la densité apparente.

(voir la définition)

Le volume apparent comprend la somme des volumes de la matière, des pores ouverts et des pores fermés. Il peut être déterminé par immersion dans un récipient gradué ou à l'aide d'une balance hydrostatique [18].

La deuxième méthode est plus précise et recommandée pour les petits échantillons.

Les étapes suivies dans cette méthode sont les suivantes:

- Dans une étuve à $T = 100^\circ\text{C}$, sécher le matériau jusqu'à l'obtention d'une masse constante.
- Placer les échantillons dans un bain marie jusqu'à saturation, c'est à dire remplacer l'air des pores par de l'eau.
- Retirer les échantillons, les essuyer avec un chiffon humide et les peser à l'air.
- Fixer les échantillons sur la balance hydrostatique et les peser sous l'eau.

La densité apparente est donnée d'après la formule suivante :

$$D_{app} = \frac{m_0}{m_h - \mu} \cdot \rho$$

unité: (g/ cm³)

(3)

m_0 : Masse de l'échantillon sec (g)

m_h : Masse de l'échantillon imbibé d'eau

μ : Masse de l'échantillon pesé sous l'eau

ρ : Masse volumique de l'eau : 1 g/ cm³

d) Mesure de la porosité.

La porosité apparente « ouverte » P_{ouv} est le rapport du volume des pores ouverts au volume apparent du corps.

Le volume des pores ouverts: $m_h - m_0$

Le volume apparent du corps: $m_h - \mu$

m_h , m_0 , et μ . ont les mêmes définitions données auparavant.

L'expression de la porosité apparente est :

$$P_{ouv} = \frac{m_h - m_0}{m_h - \mu} \cdot 100 \quad (4)$$

Elle s'exprime en pourcentage du volume apparent.

La porosité totale est calculée d'après la loi type:

$$P_{TOT} = \left[1 - \frac{D_{app}}{D_v} \right] \cdot 100 \quad (5)$$

e) Mesure de l'absorption d'eau.

C'est le poids d'eau qu'un échantillon peut absorber à saturation. Elle est définie comme étant le rapport entre la masse de l'eau absorbée par l'échantillon ($m_h - m_0$) à sa masse à l'état sec multiplié par 100.

$$A\% = \frac{m_h - m_0}{m_0} \cdot 100 \quad (6)$$

III. 2.2 Caractérisation mécanique.

Le comportement mécanique d'un réfractaire est caractérisé par sa résistance à la rupture, sa résistance mécanique à l'écrasement, sa résistance à l'affaissement sous charge à température élevée, son module d'élasticité, sa ténacité, etc.....

Vue l'indisponibilité des moyens, l'étude mécanique de nos échantillons a été limitée aux mesures de la résistance à la compression à température ambiante et à la mesure de la résistance à la rupture (essai de flexion à température ambiante).

a) Préparation des éprouvettes.

La forme géométrique des échantillons est très importante pour la caractérisation mécanique. Les échantillons doivent être taillés suivant les normes [50].

Les échantillons ont été découpés à l'aide d'une meule diamantée au niveau de L' E.C.V.E sous une forme cubique pour l'essai de compression et sous forme de poutres pour l'essai de flexion.

b) Mesure de la résistance à la compression.

Elle est déterminée par la compression des cubes de 50 mm d'arête soumis à une pression régulièrement croissante jusqu'à l'écrasement.

◆ *Dispositif expérimental.*

L'échantillon cubique est placé entre le plateau supérieur et le plateau inférieur du dispositif. Ce dernier lui transmet une pression régulièrement croissante jusqu'à son écrasement. Le manomètre indique alors la valeur de l'effort employé.

Malgré son principe simple, cet essai s'avère délicat. En effet, l'application de la charge à une surface mal dressée, présentant des bosses peut conduire à des pressions locales très fortes susceptibles d'amener à la rupture pour un effort total bien inférieur à la valeur réelle.

La destruction de l'éprouvette se fait suivant les lignes de force de pression, ce qui donne finalement pour le cube, vers la fin de l'essai, la superposition de deux pyramides dont les points se touchent vers le centre du cube (fig. 11).

La résistance à la compression se calcule comme suit:

$$R_c = \frac{C}{S_0}$$

unité: (Kgf/cm^2) . (7)

R_c : La résistance à la compression.

C : La charge maximale supportée par le cube au cours de l'essai (N).

S_0 : La section initiale du cube, mesurée à l'aide d'un pied à coulisse (m^2).

Les résultats sont dispersés. On évalue, en général, la valeur moyenne d'une série d'essais (minimum trois essais).

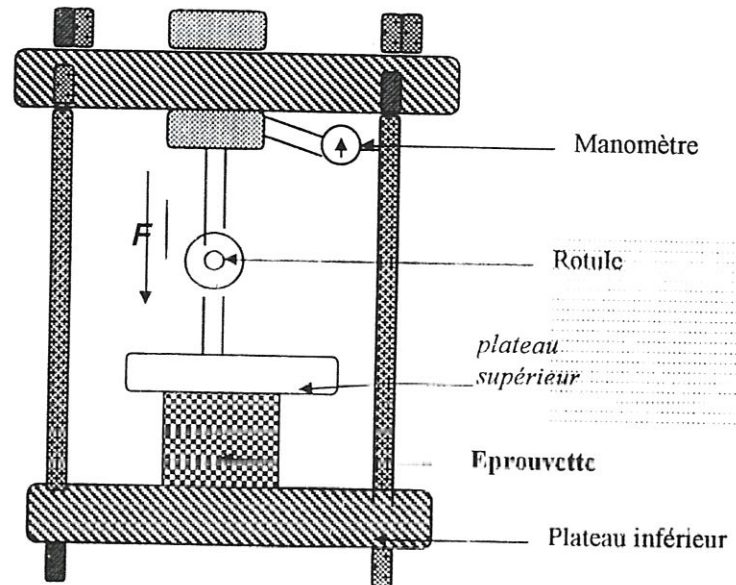


Figure 11 Dispositif expérimental de l'essai de compression

c) Mesure de la résistance à la rupture (Essai de Flexion)

L'essai de flexion consiste à augmenter la charge d'une éprouvette jusqu'à sa rupture. La valeur correspondante, à cette rupture, est la résistance à la flexion σ_{\max} .

On considère comme résistance à la flexion, la tension maximale lorsque le matériau est détruit sous l'action des efforts de flexion.

L'éprouvette est de forme rectangulaire (fig. 12), sa hauteur étant inférieure à la distance entre les deux appuis de l'appareil de cinq fois au minimum [49]. Ces appuis, sous forme cylindrique sont mobiles. Une fois réglés, à une distance désirée [53], ils sont fixés. Ils soutiennent l'éprouvette à ses extrémités tandis que la charge est appliquée en correspondance de la section médiane.

L'éprouvette est alors placée sur les appuis les plus bas. On augmente la charge jusqu'à la rupture du matériau. Le module de rupture par flexion est le rapport entre le moment fléchissant et le moment de résistance. Il se calcul par la loi type:

$$\sigma_{\max} = \frac{M}{W} = \frac{F \cdot L / 4}{\frac{b \cdot h^2}{6}} = \frac{3}{2} \left[\frac{F \cdot L}{b \cdot h^2} \right] \quad \text{unité: } (Kgf/cm^2). \quad (8)$$

où M : Le moment fléchissant.

W : Le moment de résistance.

b et h : Sont respectivement la largeur et la hauteur de la section transversale de la poutre (m).

F : La charge de rupture appliquée en son centre (N).

L : La distance entre les deux appuis (m).

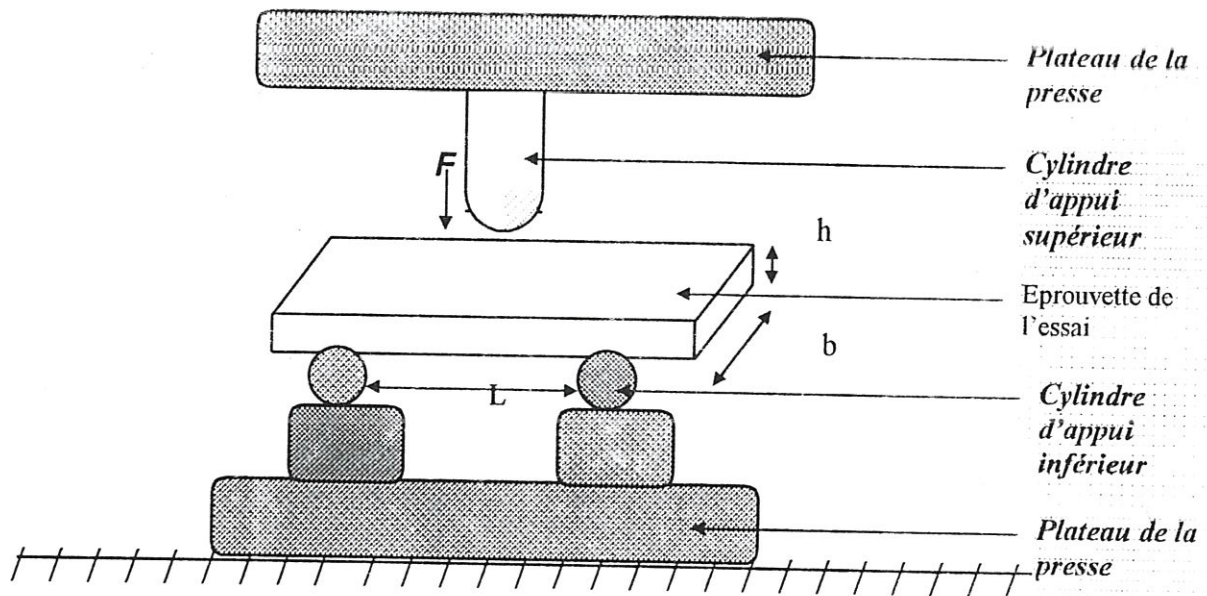


Figure 12 Schéma de principe de l'essai de flexion.

III.2.3 Caractéristiques thermiques.

Nous nous sommes intéressés particulièrement aux calculs du nombre de passages (périodes). L'essai consiste à soumettre des cubes à un refroidissement brutal en le trempant dans de l'eau courante pendant 45 mn, après leur échauffement à une température de 950 °C.

Le four utilisé est un four électrique à chambres. On effectue des refroidissements et des échauffements alternés jusqu'à la destruction des éprouvettes.

III.2.4 Caractérisation de la structure par diffraction des rayons X

La technique de diffraction des R X est utilisée dans la détermination de la structure des échantillons élaborés. Elle est basée sur la loi de BRAGG ci-dessous:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{(hkl)} \cdot \sin \theta \quad (9)$$

λ : Longueur d'onde du faisceau incident.

$d_{(hkl)}$: Distance interitculaire

θ : Angle de Bragg.

n : Ordre de diffraction.

Comme toutes les autres méthodes d'analyses utilisées pour l'identification des composés organiques et minéraux, la méthode du diffractomètre à poudre constitue, elle aussi, une méthode qui permet l'investigation des phases dans un échantillon quel que soit sa nature. Nous allons brièvement rappeler le principe de cette technique.

◇ Principe du diffractomètre à poudre :

La technique du diffractomètre à poudre exige de l'échantillon d'être sous forme d'une poudre réalisée par son broyage. La poudre est tamisée et seuls les grains d'une certaine taille sont pris en considération.

L'échantillon, destiné à cette expérience, est collé sur une plaque en mica et l'ensemble est porté par une tête goniométrique tournant avec une vitesse angulaire $\frac{d\theta}{dt} = \dot{\theta}$. Après diffraction sur l'échantillon, le faisceau est capté par un détecteur placé à un angle θ du plan de l'échantillon et à 2θ du faisceau incident; il est amplifié, intégré pour être ensuite enregistré à l'aide d'un enregistreur relié directement au détecteur. Le schéma de principe du dispositif expérimental est présenté sur la fig 13. Le rayonnement utilisé est monochromatique et l'échantillon est polycristallin. Le faisceau des rayons X est obtenu en bombardant, par des électrons accélérées, une cible en cuivre appelée anticathode ($\lambda_{cu} = 0.1541 \text{ nm}$). L'échantillon est collé sur une plaque en mica qui tourne à une vitesse $\dot{\theta}$ variable; les signaux obtenus pour chaque valeur de θ sont captés par le détecteur.

Les signaux sont amplifiés, intégrés, puis enregistrés sur un papier à l'aide d'un enregistreur relié directement au détecteur; le montage est schématisé sur la fig 14.

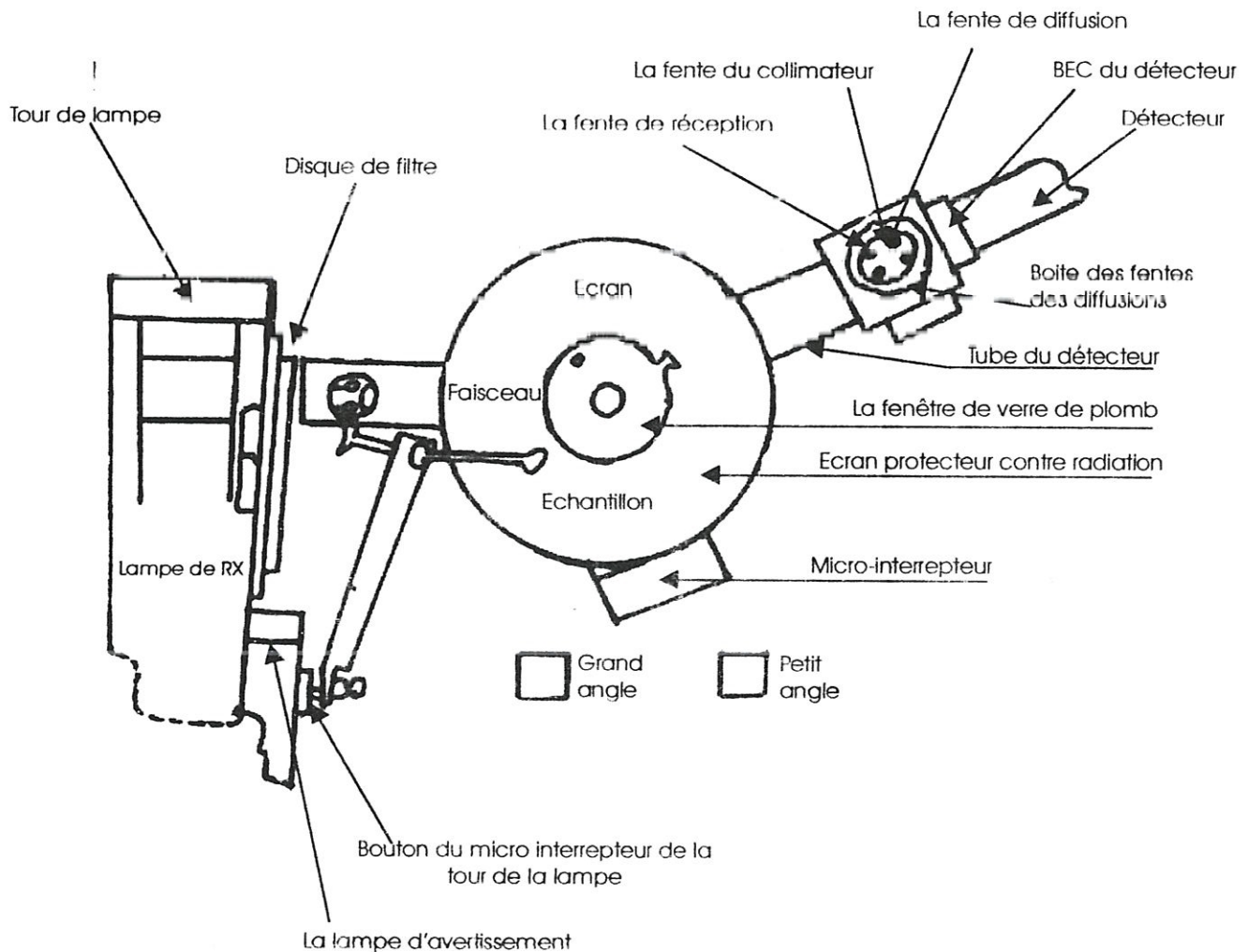


FIGURE13: DIAGRAMME D'ARRANGEMENT DU DIFRACTOMETRE A POUUDRE.

◇ Etalonnage de l'échantillon.

On met une petite quantité de poudre de chaque échantillon sur une lame creuse en mica en effectuant un entassement considérable afin de maintenir les grains de la poudre collés les uns contre les autres; ensuite, la lame est montée dans la chambre de diffraction.

L'échantillon est placé au centre de la chambre de diffraction et se met après dans les conditions opératoires adéquates en réglant la vitesse de rotation du détecteur, la position de l'échantillon, l'intensité et la tension du courant électrique, l'intervalle de balayage et la vitesse d'enregistrement. L'appareil se met en route et l'enregistrement du signal diffracté commence.

Après un certain temps, fonction de la vitesse de défilement papier, le diagramme $I(2\theta)$ est obtenu et ne reste qu'effectuer le dépouillement.

N.B : $I(2\theta)$ est l'intensité du faisceau diffracté en fonction de l'angle de Bragg « θ ».

Le diagramme ainsi obtenu est formé de raies provenant des différentes réflexions (hkl) sur les plans réticulaires d'une phase appartenant à l'échantillon.

La position du maximum de La raie donne, avec une grande précision, l'angle de diffraction θ_{hkl} permettant d'indexer le plan (hkl) et de déduire son appartenance.

λ : Longueur d'onde du faisceau incident.

$d_{(hkl)}$: Distance interitriculaire

θ : Angle de Bragg.

n : Ordre de diffraction.

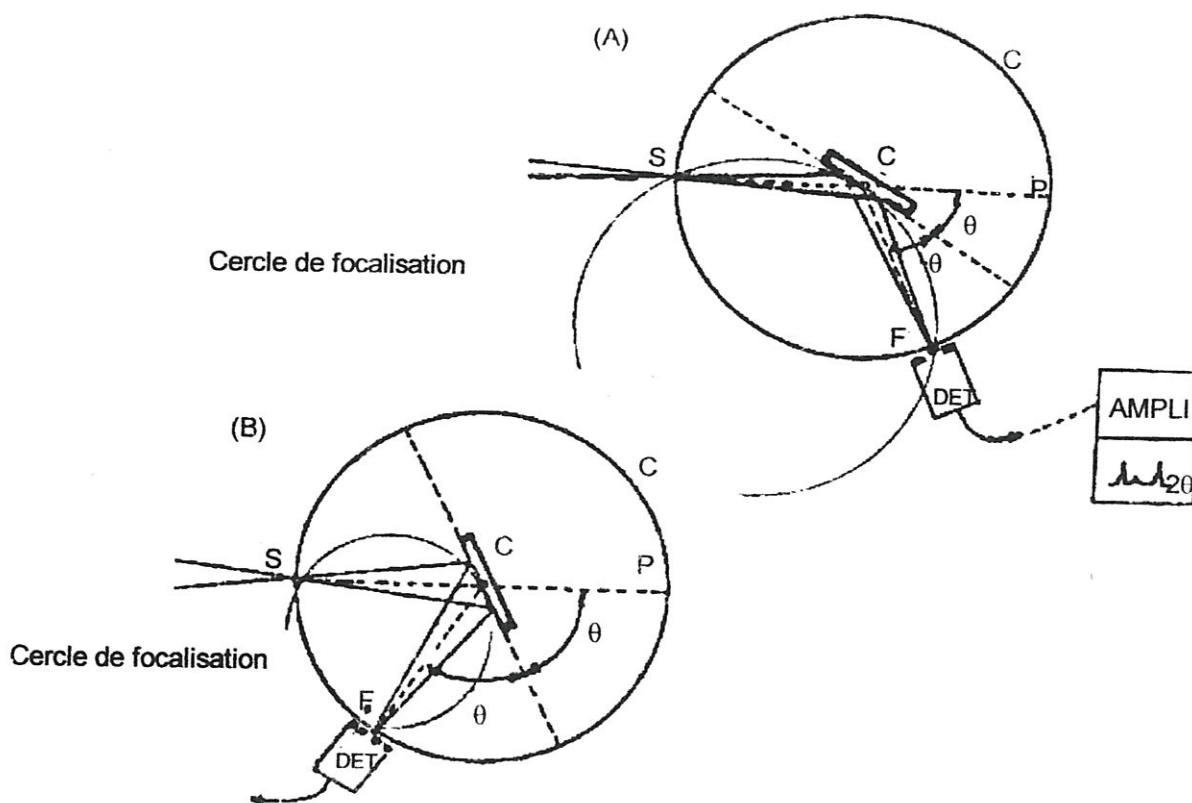


FIGURE14: PRINCIPE DE DIFRACTOMETRE A POUDRE.



CHAPITRE IV

Elaboration des échantillons et résultats d'analyses.

IV.1. Introduction.

IV.2. Préparation des échantillons et résultats des mesures.

IV.2.1. Influence de l'addition du talc sur les propriétés de la brique réfractaire " ETUDE COMPARATIVE ".

IV.2.2. Interprétation des résultats

IV.2.3 Influence de la variation du taux de talc sur la composition minéralogique et sur les propriétés de la brique réfractaire.

IV.2.4 Etablissement d'une nouvelle formule chimique par augmentation du taux de la chamotte " ETUDE COMPARATIVE ".

IV.2.5 Interprétation des résultats

IV.3. Analyse structurale par diffraction des rayons X.

IV.3.1. Introduction.

IV.3. 2. Présentation des spectres de diffraction des différents échantillons.

IV.3.3 Dépouillement des spectres des différents échantillons .

IV.3.4 Interprétation des spectres .et identification des phases.



IV.1 INTRODUCTION:

Les échantillons réfractaires silico-alumineux sont élaborés en variant la composition chimique et la composition granulométrique, par introduction d'ajouts tels que l'alumine (dans la composition des échantillons de la série A) et le talc (dans la composition des échantillons de la série T). Les propriétés physico-chimique et thermique de nos briques sont comparées avec celles des briques traditionnelles à base de chamotte et de Kaolin.

L'ensemble des échantillons est élaboré selon l'organigramme présenté dans le chapitre3 en suivant des étapes que nous décrirons ultérieurement .

IV.2. PREPARATION DES ECHANTILLONS ET RESULTAIS DE MESURES

Ce paragraphe contient trois parties portées sur le rôle du talc, comme ajout dans la composition de la brique, et son influence sur les propriétés des briques et sur leurs compositions minéralogiques ainsi que le choix d'une nouvelle formule chimique par augmentation du taux de la chamotte.

IV.2.1. INFLUENCE DE L'ADDITION DU TALC SUR LES PROPRIETES DE LA BRIQUE REFRACTAIRE " ETUDE COMPARATIVE ".

Nous allons présenter , dans ce cas , les différentes analyses chimiques des matières premières effectuées et les calculs des masses d' Al_2O_3 , de l'humidité de façonnage ainsi que les teneurs des principaux éléments (constituants) dans la pâte réfractaire.

IV.2.1.1. Choix de la composition.

Les travaux, dans la première étape, consistent à prélever sept compositions sur le triangle de KONOICKY, correspondant à une granulométrie appropriée constituée de grains de différentes tailles .:

- ❖ Gros grains : [1-3]mm de diamètre
- ❖ Grains moyens : [0.5-1]mm de diamètre
- ❖ Grains fins : <0.5 mm de diamètre.

Les échantillons de la série B contiennent la chamotte et le Kaolin. Dans la deuxième étape, la formule chimique et la granulométrie sont préservées. En revanche, on a introduit l'alumine calcinée à 1000°C sous forme de poudre très pure et finement broyée avec un pourcentage de 7% de la pâte réfractaire. L'addition d' Al_2O_3 s'effectue par compensation des grains fins dans la répartition granulométrique de la chamotte (partie inerte de la masse céramique) et joue le rôle de dégraissant à son côté. Les échantillons obtenus, lors de cette étape, constituent la série A. L'addition d' Al_2O_3 vise, principalement, à chercher une brique riche en mullite fortement densifiée. L'alumine, ajoutée en addition, réagit avec la silice qui se trouve en excès dans le Kaolin. Dans la troisième étape, les paramètres technologiques (granulométrie, formule chimique et pourcentage d'ajout) sont maintenus pour favoriser la formation d'une phase solide autre que la mullite dans le produit fini. Le seul paramètre qui varie est la composition minéralogique qui dépend de la quantité de talc ajoutée. Les échantillons réalisés constituent la série T. Le prélèvement des échantillons est donné sur la figure 15.

L'étude comparative des propriétés thermomécaniques des échantillons dans les trois séries permet de mettre en évidence l'influence du talc (comme ajout) sur le comportement thermique et mécanique de la brique réfractaire.

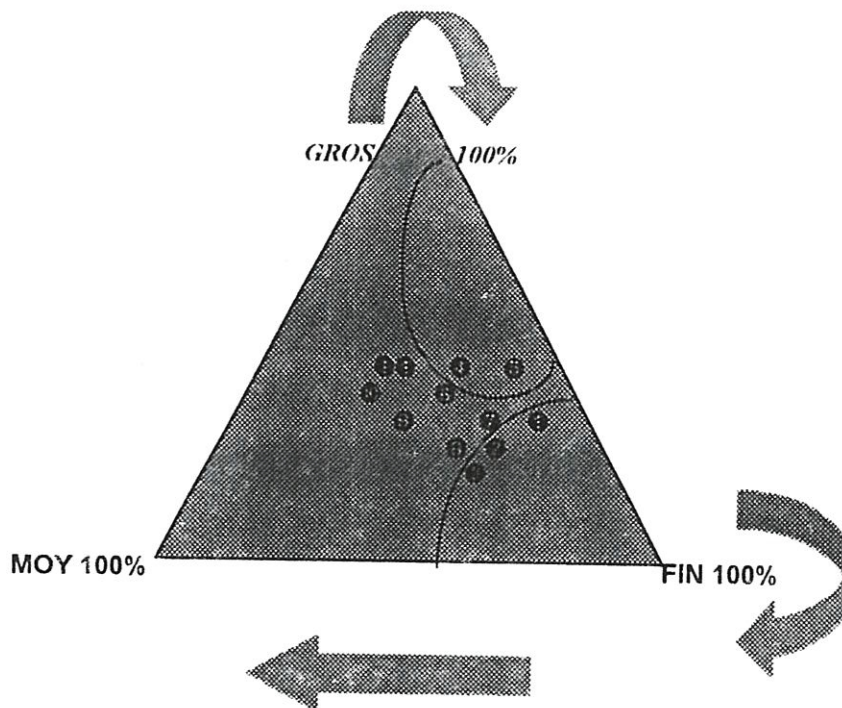


Fig.15 : PRELEVEMENT DES POINTS DU TRIANGLE DE KONOPICKY.

IV.2.1.2. Analyses chimiques des matières premières.

Les matières premières qui ont servi pour l'élaboration de nos échantillons ont été analysées ; elles existent sous forme de poudre. Les pourcentages des oxydes provenant des matières premières (chamotte, Kaolin DD3, alumine calcinée à 1200°C et talc Luzinac) sont donnés dans le tableau3. Les caractéristiques physiques du talc, de l'alumine et du Kaolin sont reportées dans le tableau4.

<i>Mat. prem</i>	<i>SiO₂</i>	<i>Al₂O₃</i>	<i>Fe₂O₃</i>	<i>CaO</i>	<i>MgO</i>	<i>TiO₂</i>	<i>Na₂O</i>	<i>KMnO</i>	<i>K₂O</i>	<i>P.F</i>	<i>Total</i>
CHAMOTTE	51.51	46.5	0.35	0.5	0.17	--	--	--	--	0.01	99.04
KAOLIN	42.86	39.9	1.28	0.80	0.42	--	--	--	--	13	98.26
ALUMINE CALCINÉE	0.01	64.65	0.02	--	--	--	0.3	--	--	34.5	99.48
TALC LUZINAC	57.80	2.8	0.8	0.3	31.9	0.1	--	--	--	6.2	99.9

Tableau3: Composition chimique des matières premières [% en poids].

<i>Elément chimiq</i>	<i>Formule chimique</i>	<i>Dureté de MOHRS</i>	<i>Densité (g/cm³)</i>	<i>Caractéristiques</i>
TALC	4SiO ₂ 3MgOH ₂ O ou Mg ₃ [(OH) ₂] Si ₄ O ₁₀	1	2.7 - 2.8	Incolore, blanc, verdâtre. Point de fusion vers 1400°C
ALUMINE	Al ₂ O ₃	9	2.5	Blanche, perte par calcination 1200°C ≈ 34.5 Soluble dans le Na ₂ O.
KAOLIN DD3	Al ₂ O ₃ . 2SiO ₂ . 2H ₂ O	2	2.6	Cuit, gris à 1200°C et rose clair à 1410°C. Retrait total à 1280°C ≈ 8.3 %

Tableau4 : Fiche technique des matières premières .

IV.2.1.3. Préparation des échantillons.

Dans la première étape, les échantillons contiennent 72% de chamotte et 28% de Kaolin DD3. Les échantillons de la série A sont préparés par addition de l'alumine avec un taux de 7% de la phase inerte. Les dosages sont effectués comme suit :

72% PHASE INERTE [66.96 % de chamotte
5.04% d'alumine calcinée.

28% DU LIANT [Kaolin DD3.

Le calcul de la quantité d'Al₂O₃ renforcée dans une brique de 2500g est simple. Sachant que 100g de mélange de la pâte contient 5.04g d'Al₂O₃(en poudre), on peut facilement déduire la quantité d'Al₂O₃ contenue dans 2500g. Cette masse est égale à 126g. De la même manière, on calcule la masse des différents types de grains. Le pourcentage de chaque type de grains de chamotte, le pourcentage du kaolin, d'Al₂O₃ et du talc sont reportés dans les tableaux 5,6 et 7.

Formule (72% - 28%)		[%] dégraissant chamotte			[%] du liant
Zone	N°d'échant.	%Gros grain.	%G. Moy	%G. Fin	% DD3
Zone de la phase mécanique	B1	1000g 40%	475g 19%	325g 13%	700 g 28%
	B2	1200g 48%	25 g 01%	575 g 23%	700 g 28%
	B3	1175 g 47%	250 g 10%	375 g 15%	700 g 28%
Zone de choc thermique	B4	1425 g 57%	225 g 09%	150 g 06%	700 g 28%
	B5	1525 g 61%	25 g 01%	250 g 10%	700 g 28%
Zone Inter aéreuse.	B6	1275 g 51%	325 g 13%	200 g 08%	700 g 28%
	B7	1325 g 53%	75 g 03%	400 g 16%	700 g 28%

Tableau 5 : Dosage des échantillons de chamotte sans addition (Série B).

Série A : (formule 66.96 %, 5.04 %, 28 % Kaolin)

Echantillon	Chamotte 66.96 %			Alumine calcinée	% DD ₃
	%G. Gros	%G. Moy	%G. Fin		
A1	1000g 40%	475 g 19%	199 g 7.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
A2	1200 g 48%	25 g 01%	249 g 17.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
A3	1175 g 47%	250 g 10%	249 g 9.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
A4	1425 g 57%	225 g 09%	24 g 0.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
A5	1525 g 61%	25 g 01%	124 g 4.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
A6	1275 g 51%	325 g 13%	74 g 2.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
A7	1325 g 53%	75 g 03%	274 g 10.96%	126 g 5.04%	700 g 28%

Tableau 6 : Dosage des échantillons élaborés par addition d'alumine calcinée à 7% de la phase inerte (Série A).

Série T : Formule (66.96%, 5.04%, 28%)					
Echantillon	Chamotte			%Talc	% DD3
	% G. Gros	% G. Moy	% G. Fin		
T1	1000g 40%	475 g 19%	199 g 7.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
T2	1200 g 48%	25 g 01%	449 g 17.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
T3	1175 g 47%	250 g 10%	249 g 9.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
T4	1425 g 57%	225 g 09%	24 g 0.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
T5	1525 g 61%	25 g 01%	124 g 4.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
T6	1275 g 51%	325 g 13%	74 g 2.96%	126 g 5.04%	700 g 28%
T7	1326 g 53%	75 g 03%	274 g 10.96%	126 g 5.04%	700 g 28%

Tableau 7 : Dosage des échantillons élaborés par addition du talc à 7 % de la phase Inerte (Série T).

Les matières premières n'étant pas toujours sèches, elles contiennent une quantité d'humidité considérable qu'on ne peut pas ignorer. Nous rappelons que l'humidité de la chamotte est presque nulle et que lors du façonnage, une pâte réfractaire contient une quantité d'eau dont le pourcentage varie entre 10 et 13%. Sachant que 100g du mélange de la pâte contient 10g d'eau, la brique de 2500 contiendra alors 250g d'eau.

La teneur en eau provenant du kaolin contenue dans une brique (2500), est calculée à partir de la formule (1) décrite dans la chapitre 3. La quantité d'eau nécessaire pour le façonnage est obtenue en ôtant la quantité d'eau propre au kaolin de la quantité d'eau totale que doit contenir une brique de 2500g. Vu l'influence directe de l'humidité sur la qualité de la surface du produit fini, son calcul doit d'être rigoureux.

Les teneurs des principaux constituants (Al_2O_3 et SiO_2), contenus dans la pâte réfractaire des échantillons appartenant à la série B, sont données dans le tableau 8. Les teneurs de ces mêmes constituants, calculées dans le cas des échantillons de la série A et T, sont reportées dans les tableaux 9 et 10. Nous avons calculé la teneur de MgO (principal constituant du talc) et nous l'avons reporté dans le tableau 10.

<i>Série B (72 % - 28 %)</i>			
<i>Mat. Première</i> ⇨	<i>DD3</i>	<i>Chamotte</i>	<i>Total</i>
↳ <i>Teneur des oxydes</i>			
<i>%Al₂O₃</i>	<i>11.17</i>	<i>33.40</i>	<i>44.57</i>
<i>%SiO₂</i>	<i>12.00</i>	<i>37.08</i>	<i>49.08</i>

Tableau 8 : %Al₂O₃, % SiO₂ dans les échantillons de la série B.

<i>Série A : (66.96 % , 5.04%) phase inerte, (28 %) liant</i>				
<i>Mat première</i> ⇨	<i>DD3</i>	<i>Chamotte</i>	<i>Alumine calcinée</i>	<i>Total</i>
↳ <i>Teneur des oxydes.</i>				
<i>%Al₂O₃</i>	<i>11.17</i>	<i>31.13</i>	<i>3.25</i>	<i>45.56</i>
<i>%SiO₂</i>	<i>12.00</i>	<i>34.49</i>	<i>0.0005</i>	<i>46.49</i>

Tableau 9 : %Al₂O₃, %SiO₂ dans les échantillons de la série A.

<i>Série T : (66.96% 5.04%) phase inerte, (28%)liant</i>				
<i>Mat première</i> ⇨	<i>DD3</i>	<i>Chamotte</i>	<i>Talc</i>	<i>Total</i>
↳ <i>Teneur des oxydes</i>				
<i>% Al₂O₃</i>	<i>11.17</i>	<i>31.13</i>	<i>0.14</i>	<i>42.44</i>
<i>% SiO₂</i>	<i>12.00</i>	<i>34.49</i>	<i>2.91</i>	<i>49.40</i>
<i>% MgO</i>	<i>0.117</i>	<i>0.113</i>	<i>1.60</i>	<i>1.83</i>

Tableau 10 : %Al₂O₃, % SiO₂ et %MgO dans les échantillons de la série T.



IV.2.1.4. Synthèse des résultats.

Nous allons présenter une synthèse des résultats des différents essais physiques, mécaniques et thermiques. Les valeurs calculées des différentes propriétés seront regroupées dans des tableaux. Nous rappelons que les essais concernent le premier dosage des échantillons de la série B (tableau 11), les échantillons de la série A (tableau 12) et enfin ceux de la série T (tableau 13). Les courbes représentant le nombre de cycles en fonction du pourcentage des gros grains et la résistance mécanique en fonction de la porosité pour les échantillons des trois séries A, B et T sont représentées respectivement sur les figures 16 et 17.

Échantil.	Propriétés physiques				Propriétés mécaniques		Propriétés Thermiq.
	A[%]	$D_{verm}(g/cm^3)$	D_{app}	$P_{total}[\%]$	$R_c(kgf/cm^2)$	$R_F(kgf/cm^2)$	Nbre.cycl (N)
B1	15.07	2.40	1.91	20.41	319.85	135.81	69
B2	15.77	2.42	1.94	19.83	322.34	100.76	93
B3	15.04	2.20	1.80	18.18	352.41	101.14	103
B4	17.41	2.43	1.72	29.21	268.53	80.59	234
B5	16.17	2.32	1.66	2.44	280.61	74.02	147
B6	16.26	2.20	1.77	19.54	324.89	87.63	61
B7	15.83	2.32	1.80	22.41	317.67	79.64	135

Tableau 11 : Résultats des différents essais pour les échantillons de la série B.

Echantillo	Propriétés physiques				Propriétés mécaniques		Propriétés Thermiq.
	A[%]	$D_{vrai}(g/cm^3)_p$	D_{app}	$P_{total}[%]$	$R_c(kgf/cm^2)$	$R_F(kgf/cm^2)$	Nbre cycl. (N)
A1	14.63	2.40	1.78	25.83	280.05	93.41	169
A2	16.56	2.60	1.76	32.30	257.70	112.53	96
A3	16.16	2.58	1.68	34.88	233.31	89.44	171
A4	18.31	2.53	1.62	35.96	227.36	102.28	101
A5	18.21	2.40	1.53	36.25	176.53	126.06	201
A6	17.60	2.52	1.82	27.77	266.23	50.87	73
A7	17.99	2.54	1.85	27.16	268.68	81.46	171

Tableau 12 : Résultats des différents essais pour les échantillons de la série A.

Echantill	Propriétés physiques				Propriétés mécaniques		Propriétés Thermiq.
	A[%]	$D_{vrai}(g/cm^3)$	D_{app}	$P_{total}[%]$	$R_c(kgf/cm^2)$	$R_F(kgf/cm^2)$	Nbre cycl. (N)
T1	12.87	2.70	2.25	16.66	364.56	107.23	90
T2	12.64	2.70	2.21	18.14	292.37	87.18	252
T3	14.20	2.84	2.39	17.01	360.62	92.41	175
T4	15.37	2.73	2.15	24.29	233.56	67.54	303
T5	13.69	2.69	2.22	18.69	257.34	68.23	322
T6	12.70	2.70	2.19	18.58	270.83	72.27	221
T7	14.03	2.72	2.27	17.03	305.64	98.83	262

Tableau 13: Résultats des différents essais pour les échantillons de la série T.

Nous rappelons pour les tableaux 11,12 et 13 que :

- ✓ A : est l'absorption en eau.
- ✓ D_{vrai} : est la densité vraie
- ✓ D_{app} : est la densité apparente.
- ✓ P_{total} : est la porosité total.
- ✓ R_c : est la résistance à la compression.



- ✓ R_f : est la résistance à la flexion.
- ✓ N : est le nombre de cycles ou de passes (un échauffement plus un refroidissement).

IV.2.2 INTERPRETATION DES RESULTATS :

Les valeurs expérimentales relatives au choc thermique et à la résistance mécanique des différentes compositions analysées sont comparables à celles données par la littérature [2,7] (voir tableau 2 du chapitre 2) .

Cependant, nous avons relevé, pour le choc thermique, des valeurs nettement meilleures par rapport à celle que nous connaissons sur ce type de matériaux. Il est aussi important de signaler l'important écart entre les valeurs mesurées des deux propriétés en raison de la variation de la composition minéralogique et de la granulométrie des différents échantillons, comme il est observé sur les figures 16 (choc thermique) et 17 (résistance mécanique).

Pour une composition donnée, nous avons constaté que la résistance aux chocs thermiques augmente au fur et à mesure que le pourcentage des gros grains augmente. Ceci est valable pour les échantillons des séries B, A et T (voir la figure 16).

L'augmentation de la résistance aux chocs thermiques est due aux cavités créées par les particules de diamètre suffisamment grand ce qui rend la texture lâche, poreuse et par conséquent la résistance aux tensions thermiques prend de l'ampleur car les pores jouent le rôle de concentrateurs des tensions thermiques.

Pour la composition 6, la résistance aux chocs thermiques n'a pas été suffisamment élevée, par comparaison avec les autres compositions, (61 cycles pour B6) , probablement à cause de l'éloignement de cette dernière de la zone principale de choc thermique (voir figure 15).

En comparant les trois séries, pour une même granulométrie, un deuxième paramètre technologique intervient et ne peut être ignoré, en relation avec la nature de l'ajout.

Quant aux comportements physiques, l'absorption de l'eau est une grandeur qui renseigne directement sur l'importance des volumes des pores. Pour une composition, l'absorption de l'eau peut être différente si on a deux échantillons de surfaces et de densités non identiques.

Les échantillons de la série A, comparés à ceux des autre séries, ont une absorption d'eau plus importante et par conséquent une porosité plus grande. A cette occasion, nous rappelons que la dispersion observée sur les mesures est reliée à l'erreur expérimentale provenant de la préparation des éprouvettes (tronçonnage aux mêmes dimensions).

La densité vraie est pratiquement constante pour les échantillons de la même série. Elle varie entre 2.2 –2.4 g/cm³ pour les échantillon de la série B, entre 2.4 –2.6 g/cm³ pour les échantillons

de la série A et entre $2.6 - 2.8 \text{ g/cm}^3$ pour ceux de la série T. Quant à la densité apparente, elle diminue avec l'augmentation du taux des gros grains qui a pour effet de réduire le volume apparent de la matière par rapport à la masse totale ^{au volume}. Elle varie lorsqu'on passe des échantillons d'une série aux échantillons d'une autre série. Pour les échantillons de la série B, les valeurs de d_{app} sont situées dans la fourchette $1.6 - 1.9 \text{ g/cm}^3$, celles des échantillons de la série A et T, elle sont situées respectivement dans la fourchette $1.5 - 1.8 \text{ g/cm}^3$ et $2.15 - 2.39 \text{ g/cm}^3$.

Ces résultats suivent ceux de la porosité puisque la densité apparente est inversement proportionnelle à la porosité. Nous rappelons que les échantillons de la série T sont les moins poreux (denses) à cause du talc qui a pour effet de réduire la température de densification. Ils présentent des propriétés mécaniques et thermiques intéressantes par rapport à celles des échantillons des séries A et B.

Sur la figure 17 sont représentées les mesures de la résistance mécanique Rc relevées sur les échantillons des trois séries A, B et T. Les valeurs de cette grandeur sont presque les mêmes pour les échantillons des séries A et B sur un intervalle bien déterminé de la porosité.

Nous avons aussi noté que Rc est d'autant plus grande que la porosité est plus faible. La composition A5 (voir tableau 12) illustre parfaitement cette réalité; la brique correspondante est poreuse (36.25%) ce qui donne une cohésion faible entre les grains engendrant une faible valeur de Rc de l'ordre de 176.53 Kgf/cm^2 par rapport à celle des autres compositions (voir figure 17). En revanche, les échantillons de la série T présentent une résistance Rc importante du fait de leur faible porosité; c'est le cas des compositions T_1 et T_3 dont les porosités respectives sont 16.66% et 17.01%. L'étude comparative portée sur les échantillons des trois séries permet de classer ceux de la série T comme étant les plus résistants mécaniquement à cause de la texture compacte qu'ils présentent. Les mêmes remarques sont relevées sur les échantillons de la série B (B_3 , B_6 et B_2). Les compositions B_3 et B_2 ayant un faible pourcentage de gros grains se situent dans la zone de haute résistance mécanique, chose qui leur permet d'avoir de bonnes valeurs de Rc .

Un intérêt particulier est réservé à la composition B_6 dont le point correspondant est situé en dehors de la zone à haute résistance mécanique. En effet, cette composition possède une valeur de Rc de 324.89 Kgf/cm^2 , parfois supérieure à celles des compositions dont les points sont situés à l'intérieur de la zone qui se caractérise par une grande résistance mécanique. Nous avons relié ce résultat avec un développement assez important de la phase cristalline qui a pour effet de rendre plus compacte la texture et aussi avec un développement assez favorable de la phase vitreuse dont l'effet est de réduire les pores à l'intérieur de la masse et de conférer au matériau un degré de collage important.



Nombre de cycles

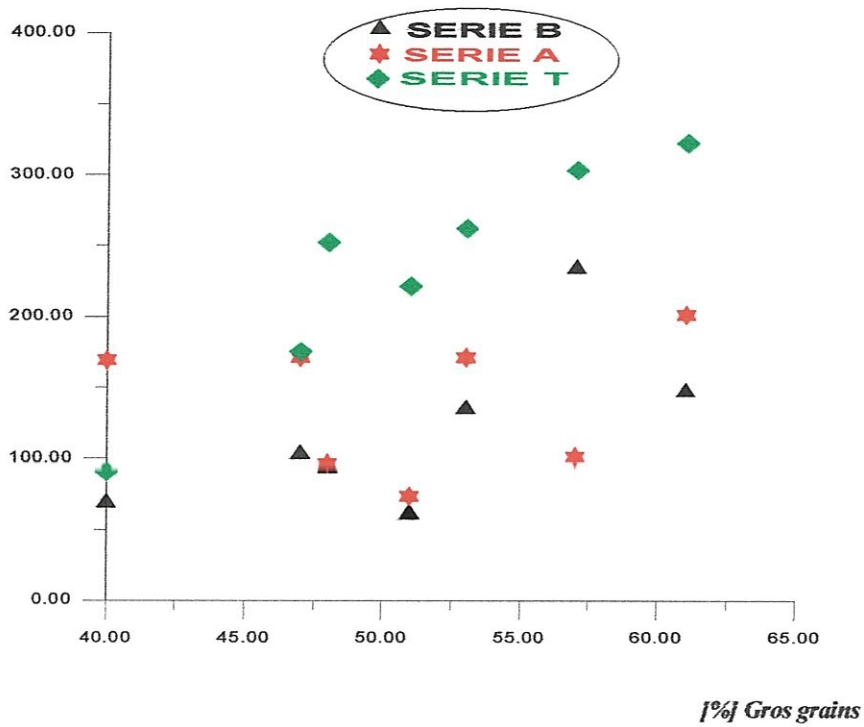


Fig. 16 : Courbes comparatives du nombre de cycles en fonction du pourcentage des gros grains.

Re (Kg f / cm²)

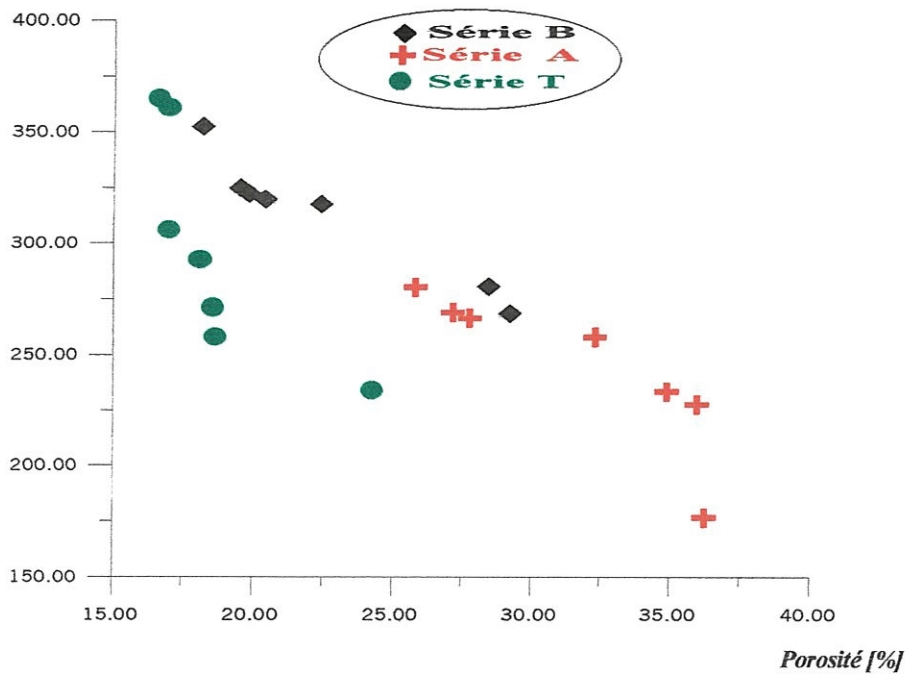


Fig. 17 : Courbes comparatives de résistance mécanique en fonction de la porosité.



L'allure de la figure 17 montre que la porosité et la R_c sont deux propriétés qui évoluent de façon opposée, ce qui en accord parfait avec la théorie. Cela reflète bien qu'une texture serrée, qui résiste bien mécaniquement, est une texture moins poreuse, possédant une cohésion des particules des grains. La porosité donne une bonne représentation de la cohésion de la texture, on peut confirmer ce qu'on vient de dire par les échantillons de la série T, qui sont plus denses, présentent une texture compacte, donc ses échantillons résistent bien mécaniquement.

IV 2.3. INFLUENCE DE LA VARIATION DU TAUX DE TALC SUR LA COMPOSITION MINÉRALOGIQUE ET SUR LES PROPRIÉTÉS DE LA BRIQUE REFRACTAIRE.

IV.2.3.1. Choix de la composition

L'étude précédente (IV.2.1) a mené à des résultats très satisfaisants surtout pour l'essai thermique quand les échantillons sont renforcés par le talc (série T). Pour cette raison, nous avons choisi des échantillons contenant une quantité importante de talc mais en s'éloignant des deux principales zones sur le triangle de KONOICKY pour avoir le compromis en choisissant deux autres proportions granulométriques. Il s'agit des deux échantillons T_8 et T_9 de même formule chimique et renforcés de 12% de la phase inerte dans le but de favoriser le développement des cristaux des variétés cristallographiques de la cordiérite qui permettent d'avoir un produit de bonne qualité.

IV.2.3.2. Préparation des échantillons par addition du talc à 12% de la masse inerte (T_8 et T_9).

Le calcul du pourcentage d'ajout dans la pâte réfractaire provenant de 72% de la chamotte (de la pâte réfractaire) est égale à 8.64%. La pâte réfractaire est donc constituée de :

63.36% de chamotte
8.64% de talc
28% de kaolin DD3

Quant à la masse du talc, contenue dans la brique de 2500g, elle est égale à 216g. De la même manière, le calcul des autres proportions granulométriques est effectué. La granulométrie du

quatrième dosage de la pâte réfractaire calculée se trouve dans le tableau 14 pour les échantillons T_8 et T_9 . Ainsi les fractions des matières premières utilisées sont exprimées en terme de pourcentage et en terme de masse (gramme).

Echantillons T_8 et T_9 (63.36%, 8.64%, 28%)						
Dosage Echantill	Chamotte			masse [%]Talc	masse [%]DD3	
	masse Gros grain	masse G. Moy	masse G. Fin			
T_8	975g 39%	600g 24%	09g 0.36%	216g 8.64%	700g 28%	
T_9	1175g 47%	375g 15%	34g 1.36%	216g 8.64%	700g 28%	

Tableau 14 : Granulométrie en pourcentage et en masse des briques T_8 et T_9 .

Les teneurs des oxydes (constituants) Al_2O_3 , SiO_2 et MgO dans la pâte réfractaire sont calculées et reportées dans le tableau 15.

Dosage des échantillons T_8 et T_9 (63.36%, 8.64%, 28%)				
Mat. premières Teneur des oxydes	DD3	Chamotte	Talc	Total
% Al_2O_3	11.17	29.46	0.24	40.87
% SiO_2	12.00	32.63	4.99	49.62
% MgO	0.117	0.107	2.76	2.98

Tableau 15 : % SiO_2 , % Al_2O_3 et % MgO des briques T_8 et T_9 .

Pour terminer ce paragraphe, nous présenterons les propriétés physiques, thermiques et mécaniques des briques réfractaires T_8 et T_9 telles que : la densité apparente, la densité vraie, la porosité totale, la résistance à la compression R_c et la résistance à la flexion R_f ; nous présenterons également le nombre de cycles de chaque brique. Les résultats sont reportés dans le tableau 16.

Echantillons	Propriétés Physiques				Propriétés Mécaniques		Propriétés Thermiques
	A %	D_{vrai} (g/cm ³)	D_{app}	P_{Total} [%]	R_c (Kgf/cm ²)	R_f (Kgf/cm ²)	Nbr cycle. T=950°C
T_8	14.85	2.81	2.22	20.99	285.12	118.65	359
T_9	16.01	2.79	2.20	21.15	242.07	75.84	364

Tableau 16 : Résultats des différents essais effectués sur les briques T_8 et T_9 .

IV.2.4. ETABLISSEMENT D'UNE NOUVELLE FORMULE CHIMIQUE PAR AUGMENTATION DU TAUX DE LA CHAMOTTE.

IV.2.4.1. Choix de la composition.

Nous avons vu que l'addition du talc agit positivement sur les propriétés thermomécaniques des échantillons. Cependant, la granulométrie et la proportion de la chamotte agissent aussi positivement sur ces mêmes propriétés. Les grains de chamotte sont riches en mullite car ils contiennent, au départ, une proportion élevée d' Al_2O_3 . Afin d'obtenir des caractéristiques thermomécaniques optimales, nous avons augmenté le taux de chamotte en établissant une nouvelle formule chimique. Théoriquement, une pâte réfractaire (à moulage semi - sec) peut contenir jusqu'à 90% du dégraissant. Or, le problème de pressage que nous avons rencontré lors de la mise en forme des briques préparées nous a poussé à choisir une deuxième formule avec un taux de chamotte un peu moins élevé, contenant 82% de la phase inerte au lieu de 72% (formule utilisé à l'E.C.V.E de Guelma). La nouvelle formule est établit en préservant les même paramètres technologiques de l'échantillon T_8 . Avec la deuxième formule, ce dernier sera désigné par le symbole T_8 . Deux autres échantillons (T_{10} et T_{11}) de granulométries différentes sont aussi préparés en se basant sur le triangle de KONOPICKY.

IV.2.4.2. Elaboration des échantillons T_8 , T_{10} et T_{11} avec une nouvelle formule.

L'élaboration des échantillons, par addition du talc à 12% de la phase inerte, permet d'établir une nouvelle formule qui contient 82% de la phase inerte et 18% du liant. Le pourcentage d'ajout contenu dans les 82% de chamotte de la pâte réfractaire est égale à 9.84% sachant que 100% de



chamotte correspond à 12% d'ajout. En terme de pourcentage, la pâte réfractaire est constituée de :

72.16% de chamotte
9.84% de talc
18% de kaolin DD3.

On peut également calculer la quantité de talc renforcée dans une brique de 2500g. Sachant que 100g de mélange de la pâte contient 9.84% d'ajout, on peut donc tirer la masse de l'ajout, (en gramme) contenue dans une masse de 2500g, qui est égale à 246g.

La granulométrie en pourcentage et en masse du cinquième dosage (briques T_8 , T_{10} et T_{11}) est représentée dans le tableau 17

Echantillons : T_8 , T_{10} , T_{11} (72.16%, 9.84%, 18%)					
Dosage →	Chamotte			masse	masse
	Gras grain	G. Moy	G. Fin	[%]Talc	[%]DD3
T_8	975g 39%	600g 24%	223g 9.16%	246g 9.84%	450g 18%
T_{10}	1175g 47%	625g 25%	04g 0.16%	246g 9.84%	450g 18%
T_{11}	1375g 55%	425g 17%	04g 0.16%	246g 9.84%	450g 18%

Tableau 17 : Granulométrie en pourcentage et en masse des briques T_8 , T_{10} et T_{11} .

Nous avons aussi calculer les teneurs d' Al_2O_3 , de SiO_2 et de MgO dans la pâte réfractaire pour les mêmes échantillons (T_8 , T_{10} et T_{11}). La teneur globale de chaque oxyde (constituant) de différentes matières premières, contenue dans l'échantillon, est représentée dans le tableau 18.

Dosage des échantillons : T_8' , T_{10} , T_{11} , (72.16%, 9.84 %, 18 %)				
Mat. premières \rightarrow \downarrow Teneur des oxydes	DD3	Chamotte	Talc	Total
% Al_2O_3	7.18	33.53	0.27	41.00
% SiO_2	7.71	37.16	5.68	50.55
% MgO	0.075	0.122	3.138	3.335

Tableau 18 : % SiO_2 , % Al_2O_3 et % MgO dans les briques T_8' , T_{10} et T_{11} .

Pour terminer, nous présentons une synthèse des résultats obtenus pour les différents essais effectués : physiques, mécaniques et thermiques. Les valeurs numériques des essais effectués sur les trois échantillons, sont reportées dans le tableau 19.

Echantillon	Propriétés Physiques				Propriétés Mécaniques		Propriétés thermiques
	A[%]	$D_{r,rand}$ (g/cm ³)	D_{app}	P_{total} [%]	R_c (kgf/cm ²)	R_T (kgf/cm ²)	Nbra.cycl (N) $T=950^\circ C$
T_8'	12.09	2.88	2.28	20.83	303.95	154.86	420
T_{10}	15.65	2.90	2.35	18.96	398.05	132.27	334
T_{11}	12.34	2.99	2.52	15.71	682.52	210.33	301

Tableau 19: Résultats des essais réalisés sur les briques T_8' , T_{10} , T_{11} .

La remarque que nous pouvons relever sur le tableau 19 concerne surtout les propriétés thermiques de la brique T_8' . En effet, le nombre de cycles réalisé à la température de recuit $T=950^\circ C$ est égale à 420 et il est plus élevé par rapport à celui des deux autres briques traitées dans les mêmes conditions. Nous rappelons que 420 passages (cycles) est le nombre moyen calculé sur un grand nombre d'échantillons de la même brique ; le nombre maximal de passage était 430. Les résultats des différents essais sont représentés sur les figures 18, 19, 20 et 21.

Chaque propriété est étudiée en fonction du taux du talc.



IV.2.5. INTERPRETATION DES RESULTATS

Les propriétés qui ont fait l'objet de notre étude se sont montrées sensibles à la teneur du talc dans les échantillons. Nous avons effectivement, noté une augmentation de toutes les grandeurs mesurées quand la teneur du talc croît. Le nombre de cycles est de plus en plus important quand la teneur du talc augmente (figure 18), il en est de même pour la résistance mécanique (figure 19) et la résistance à la flexion (figure 20).

L'amélioration de la résistance aux chocs thermiques, lorsque le taux du talc passe de 0% (échantillons de la série B) à 7% (échantillons de la série T), est due à la création d'une nouvelle phase cristalline appelée "Indialite" provenant de la cordiérite, de faible coefficient de dilatation thermique ce qui permet de réduire les tensions thermiques dans la brique (sous l'effet de la variation brusque de la température) et améliore la résistance aux chocs thermiques.

Lorsqu'on augmente davantage le taux du talc (jusqu'à 12%) les propriétés thermiques des briques vont dans le même sens. Ceci est expliqué par la croissance de la phase cristalline (Mullite + Indialite) dont le volume doit certainement croître quand la teneur du talc augmente. Pour mieux voir le rôle que joue le talc sur les propriétés thermiques, il suffit de comparer (à granulométrie identique) le nombre de cycles observé sur les échantillons de la série B (0% du talc) avec ceux de la série T (7% du talc). Ces mêmes propriétés sont améliorées davantage quand on varie simultanément la granulométrie et le taux du talc (12%).

Pour un taux du talc égale à 7%, les grandeurs R_c et R_f des briques n'ont pas montré une amélioration notable comparées aux briques dépourvues de ce produit, contrairement à ce qui a été observé sur les propriétés thermiques des mêmes briques (voir figure 19 et 20). Ce résultat peut être interprété en terme de qualité du produit final qui peut présenter des défauts telles que les fissures qui entraînent une diminution des grandeurs R_f et R_c . En effet, dans les échantillons qui ne sont pas à base de talc (0% de talc), la phase vitreuse occupe les pores en position interstitielle conduisant à une diminution de la porosité et par conséquent donne à la brique une bonne résistance mécanique. L'introduction du talc à 7% provoque une diminution de la résistance mécanique et de la résistance à la flexion pour certaines compositions (voir figure 19 et 20). Ce phénomène s'explique, probablement, par le volume important de la phase amorphe, engendrée par une transformation de la silice.

Une bonne résistance mécanique provient généralement d'une phase cristalline importante et d'une phase vitreuse relativement moins importante; c'est probablement le cas de la composition T₁₁. Seulement il faut rappeler que cette dernière contient 55% de gros grains et sa porosité est



15.71%. Ce résultat qui paraît contradictoire à la logique peut être expliqué en tenant compte d'autres paramètres technologiques, qu'on fait subir à la brique pendant son élaboration, telle que une bonne homogénéisation de la granularité et un bon maintien de la température (temps de cuisson).

Les compositions de la nouvelle formule chimique (T_8 et T_{11}) possèdent de bonnes propriétés mécaniques (voir figure 18, 19 et 20). Ceci est du à la chamotte, riche en alumine, combinée au moment de la cuisson avec de la silice provenant du kaolin DD3 pour produire la mullite et avec le MgO et le SiO₂ du talc pour produire la cordiérite. Le volume de la mullite (phase cristalline) est d'autant plus important que le taux de chamotte, introduite dans la pâte, est élevé.

Dans ces conditions, l'ajout du talc à 12% dans la composition de la pâte favorise davantage l'amélioration des propriétés mécaniques.

Sur la figure (21) nous avons représenté la résistance à la compression en fonction de la résistance à la flexion pour 7% et 12% d'ajout du talc. Nous avons constaté une proportionnalité entre les deux grandeurs pour 7% (presque une ligne droite) mais un peu moins pour 12% de talc. Dans la théorie, une proportionnalité doit exister. Nous rappelons que seule la série T donne cette relation de parallélisme entre R_f et R_c , les autres séries A et B ont donné des mesures dispersées à cause de l'hétérogénéité de la surface qui doit probablement présenter des défauts de fabrication (fissures) et qui ont pour effet de diminuer soit R_c soit R_f .

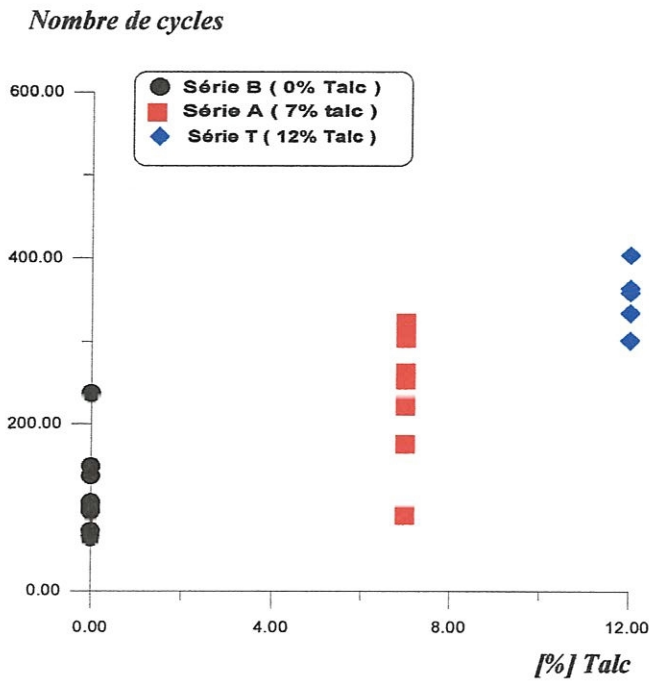


Fig. 18 :Influence de la teneur du talc sur la résistance aux chocs thermiques

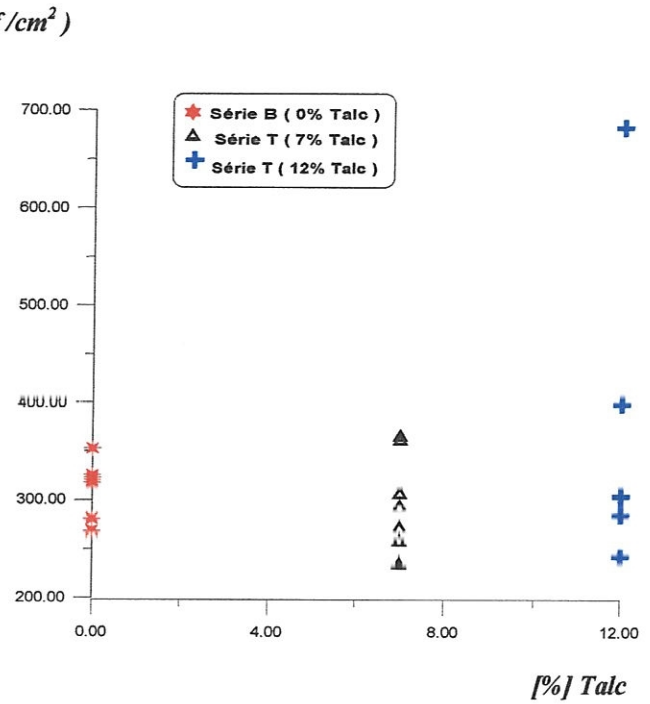


Fig.19 : Variation de la résistance mécanique en fonction de la teneur du talc

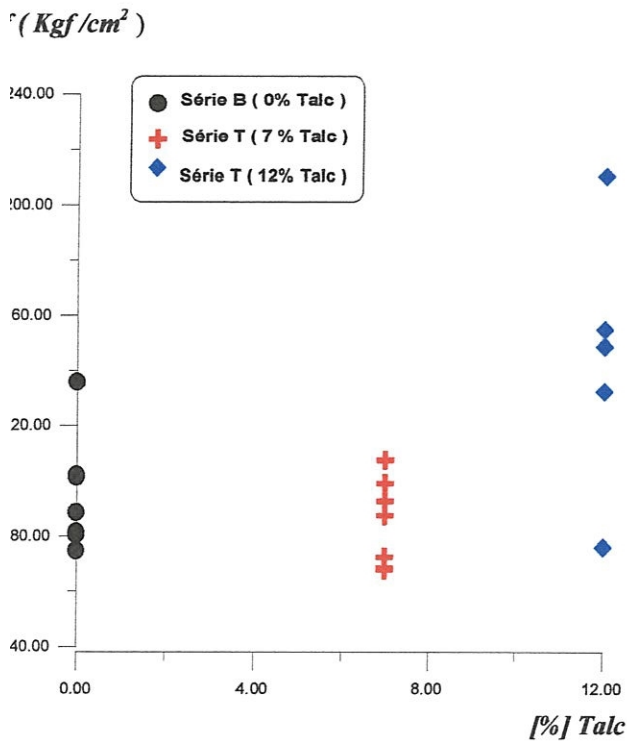


Fig.20 :Influence de la teneur du talc sur la résistance à la flexion.

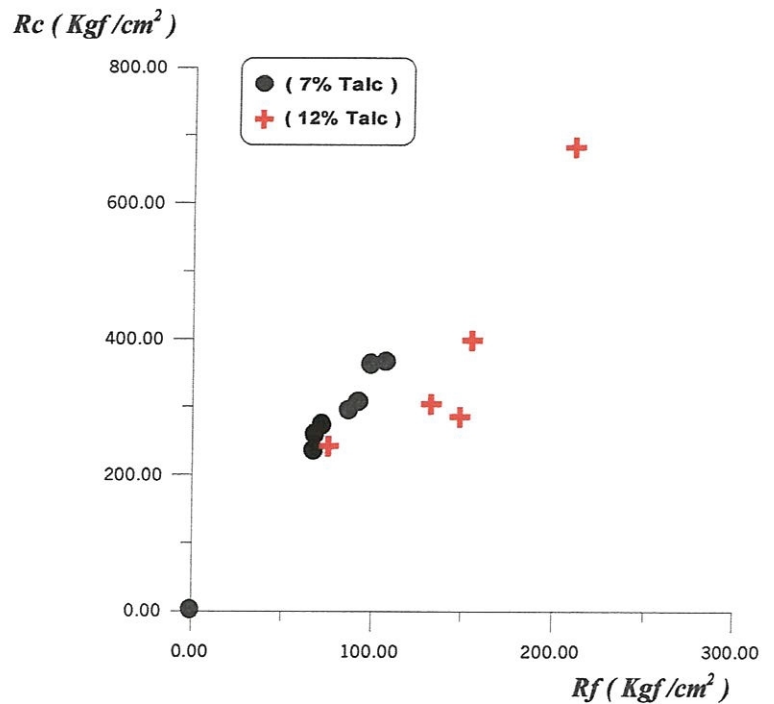


Fig.21 : Relation entre la résistance à la flexion et la résistance à la compression en fonction de la teneur du talc.



L'évolution des propriétés thermo-mécaniques de l'échantillon T_8 en fonction de l'établissement de la formule chimique est illustrée sur les histogrammes de la figure 22.

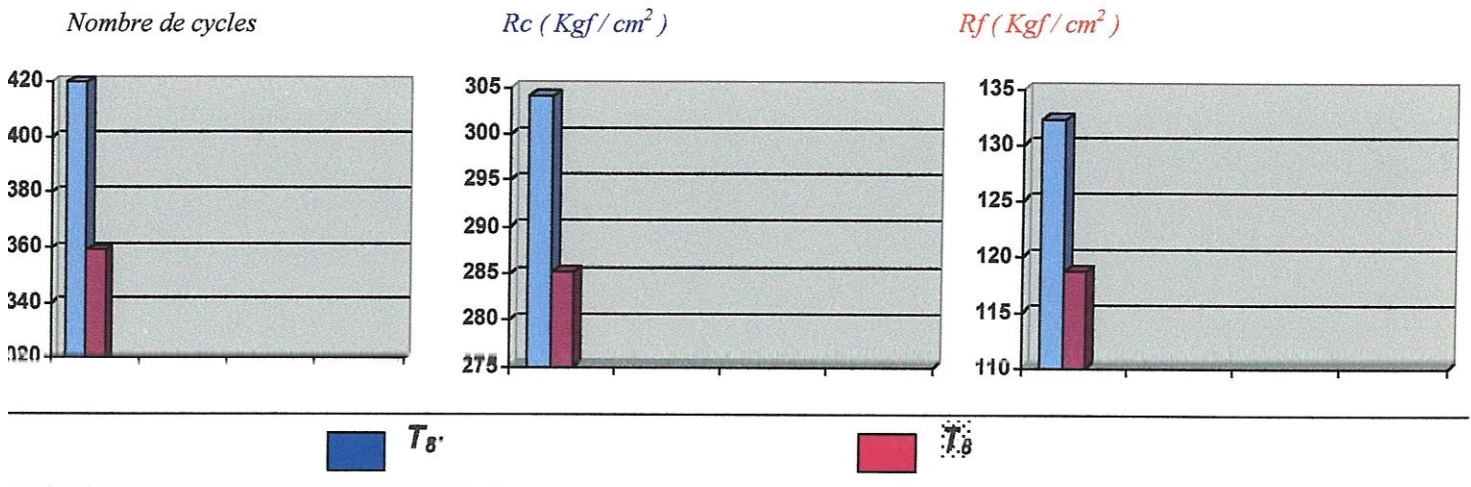


Figure22 : Evolution des propriétés thermo – mécaniques de l'échantillon T_8 en fonction de la formule.

Pour un choix rigoureux d'une composition chimique bien adoptée, nous proposons le test suivant.

Test : Optimisation des paramètres agissant sur la qualité :

C'est la corrélation optimale entre tous les paramètres entrant en jeu et qui confèrent au produit fini une meilleure résistance mécanique et une meilleure résistance thermique.

Il faut souligner, que la matière première de talc est une matière importée or, pour une raison technico-économique, il est utile de préciser que le pourcentage du talc choisi 12% (246g dans chaque brique) est un exagéré. Nous prévoyons aussi une teneur supérieure du talc pour des autres raisons structurales. Le talc est un fondant, un taux peu élevé du talc peut agir négativement sur la réfractérité et sur l'affaissement sous charge à haute température en provoquant un ramollissement prématuré de la brique réfractaire.

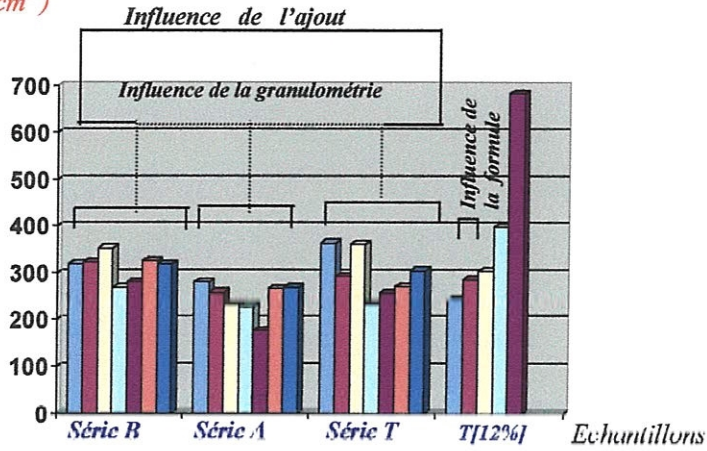
D'après l'histogramme de la figure 23, nous suggérons une composition chimique appartenant à la zone de choc thermique pour les compositions 4 et 5, et le choix d'une composition appartenant à la zone de résistance mécanique pour les compositions 2 et 3, élaborée selon la



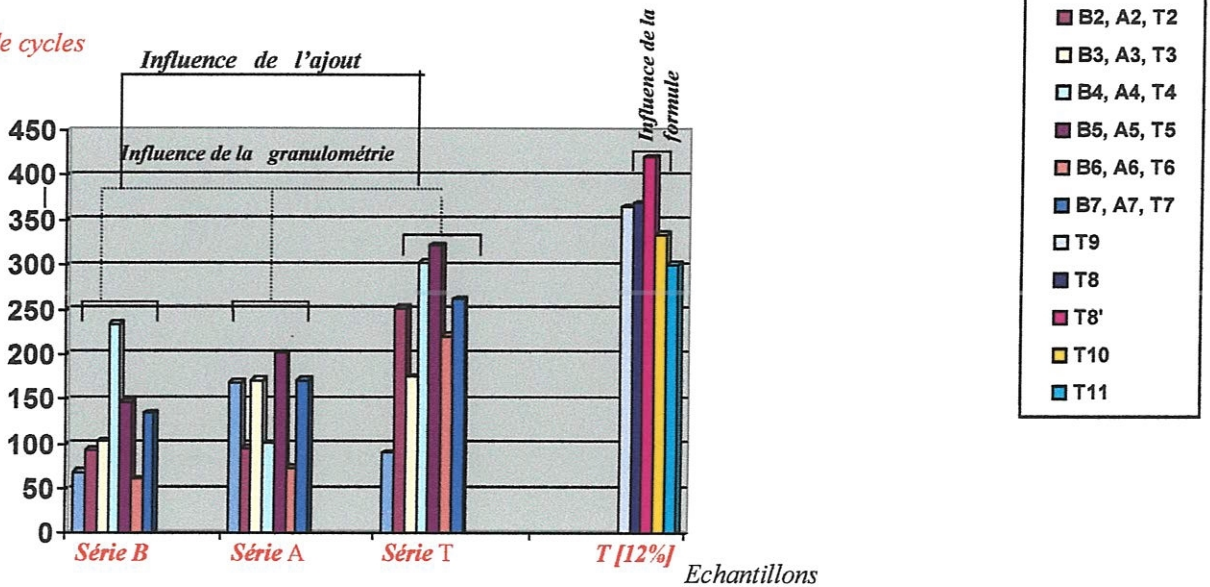
nouvelle formule du dosage (72% chamotte, 9.84% talc, 18% DD_3). Ces deux choix nous laissent prédire qu'on peut aboutir à un nombre de cycles supérieur à 430, et une résistance mécanique supérieure à 600 Kgf/ cm².

Pour améliorer la qualité du produit fini, on doit jouer sur d'autres paramètres technologiques tel que: la conception du four, le bon maintien de la température de cuisson, le palier de cuisson.

R_c (Kgf/cm²)



Nombre de cycles



R_f (Kgf/cm²)

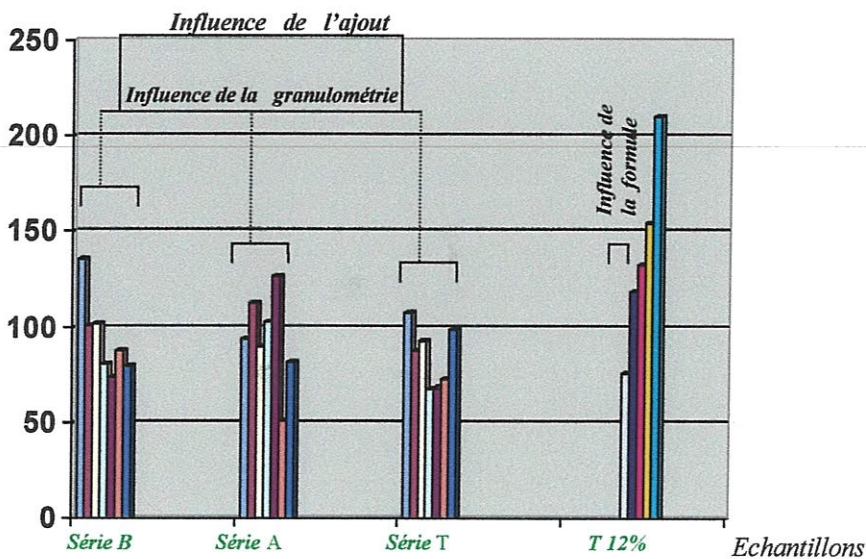


Fig. 23 Optimisation des paramètres agissant sur la qualité.





IV.3. ANALYSE STRUCTURALE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X.

IV.3.1 INTRODUCTION:

L'analyse, par diffraction des rayons X, de nos échantillons, a été réalisée à L'UNITE DE RECHERCHE DE PHYSIQUE DES MATERIAUX APPLIQUES à l'université de constantine. Les échantillons sont réduits en poudre suffisamment fine afin d'éviter les effets de texture. Le diffractomètre est de type PHILIPS à goniomètre vertical et l'anticathode est en cuivre de longueur d'onde caractéristique égal à 1.5402 \AA (raie K_{α} du cuivre). Le signal enregistré est proportionnel aux impulsions électriques obtenues après le passage du photons X par une chaîne de comptage. Les conditions expérimentales selon lesquelles nos expériences ont été effectuées sont les suivantes :

- Un rayonnement monochromatique (raie K_{α} du cuivre), obtenu pour une tension de 35 KV et un courant d'intensité 10 mA.
- Un domaine angulaire exploré entre 15 et 85° en 2θ .
- Une vitesse de rotation du détecteur égal à $2^{\circ}/\text{mn}$.
- Une vitesse de défilement du papier égal à $1 \text{ cm}/\text{mn}$.
- Une amplification (intensité) de 200 coups par seconde.

IV.3.2 PRESENTATION DES SPECTRES DE DIFFRACTION DES DIFFERENTS ECHANTILLONS.

Les spectres des différents échantillons analysés par diffraction des rayons X sont numérotés selon la présentation du tableau 20.

N° du spectre	Echantillon	Composition chimique
1	B ₃	C: 72% D: 28%
2	A ₃	C:66.96% A : 5.04% D : 28%
3	T ₃	C:66.96% T : 5.04% D: 28%
4	D ₅	C: 72% D: 28%
5	A ₅	C:66.96% A : 5.04% D : 28%
6	T ₅	C:66.96% T : 5.04% D: 28%
7	B ₇	C: 72% D: 28%
8	A ₇	C:66.96% A : 5.04% D : 28%
9	T ₇	C:66.96% T : 5.04% D: 28%
10	T ₈	C:63.36% T : 8.64% D: 28%
11	T ₈	C:72.16% T : 9.84% D: 18%
12	T ₁₁	C:72.16% T : 9.84% D: 18%

Tableau20: Ordre de présentation des spectres de diffraction.

C : Chamotte.

T : Talc Luzinac.

D : Kaolin DD3.

Intensité (u.a) ↑

Spectre 1: 2°/cm
 Spectre 2: 2°/cm
 Spectre 3: 1°/cm

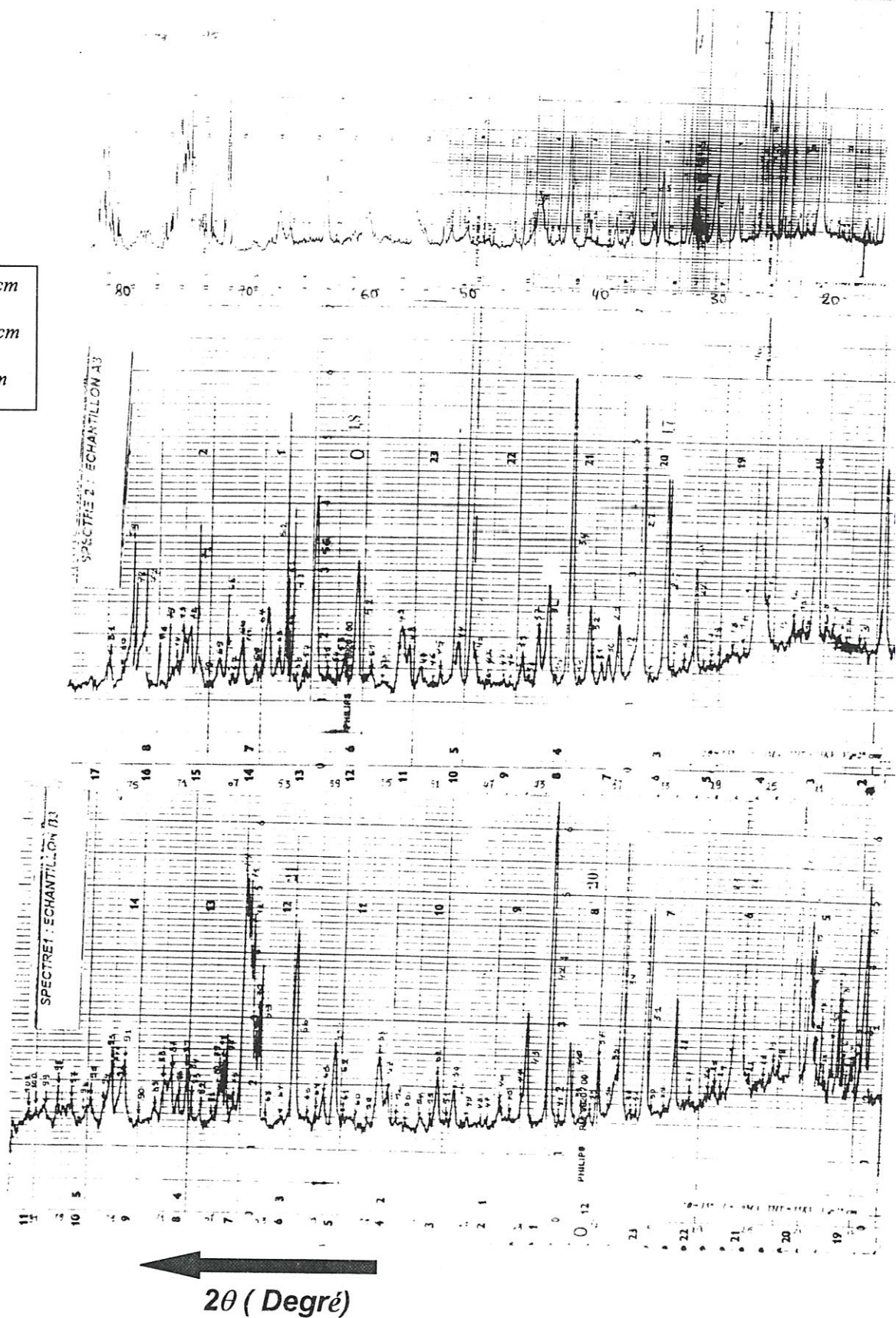


FIG 24. : SPECTRES DE DIFFRACTION DES RX DES COMPOSES B3, A3 ET T3.

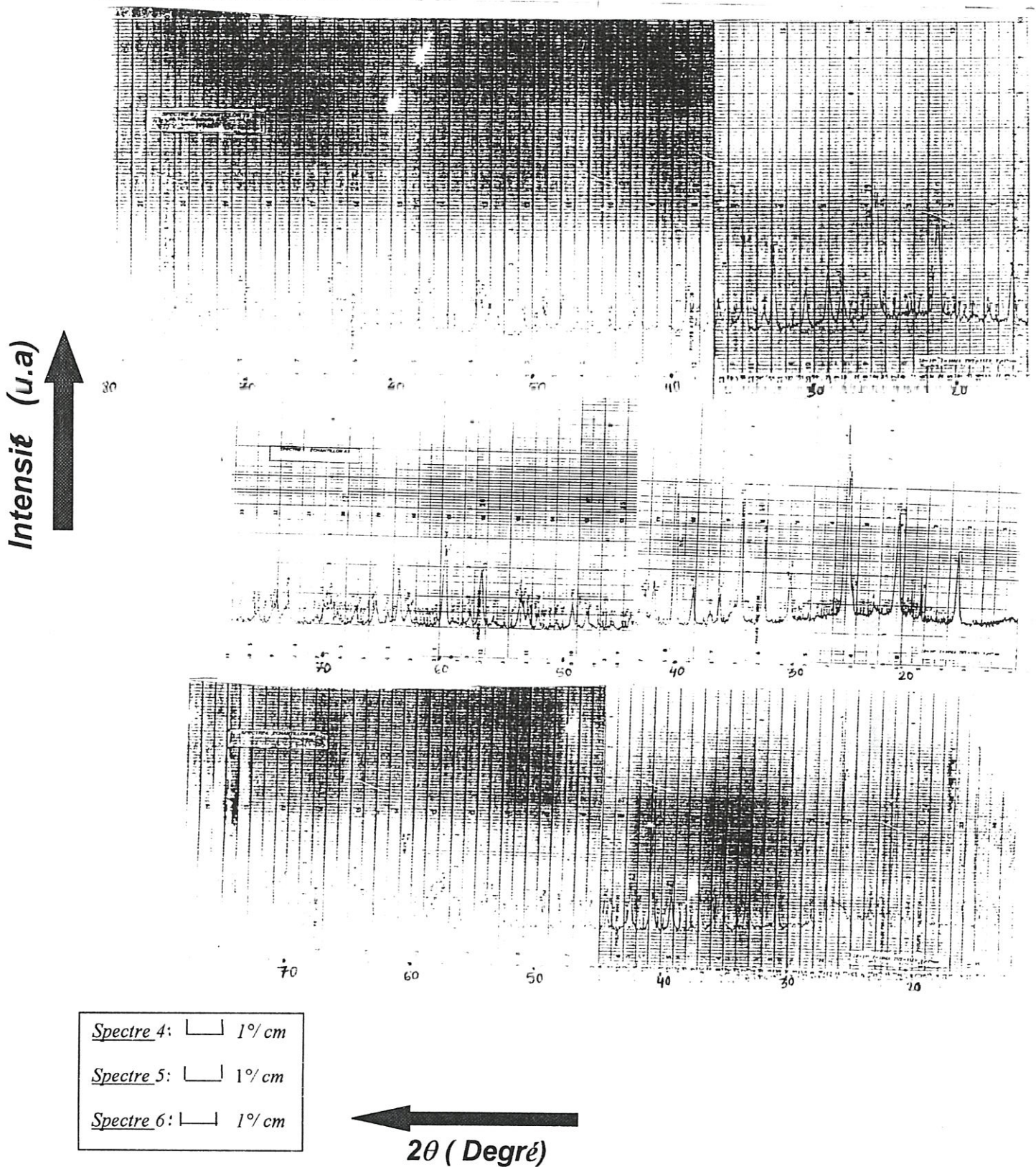


FIG.25 : SPECTRES DE DIFFRACTION DES RX DES COMPOSES B5, A5 ET T5.

Spectre 7: $2^\circ/cm$
 Spectre 8: $2^\circ/cm$
 Spectre 9: $2^\circ/cm$

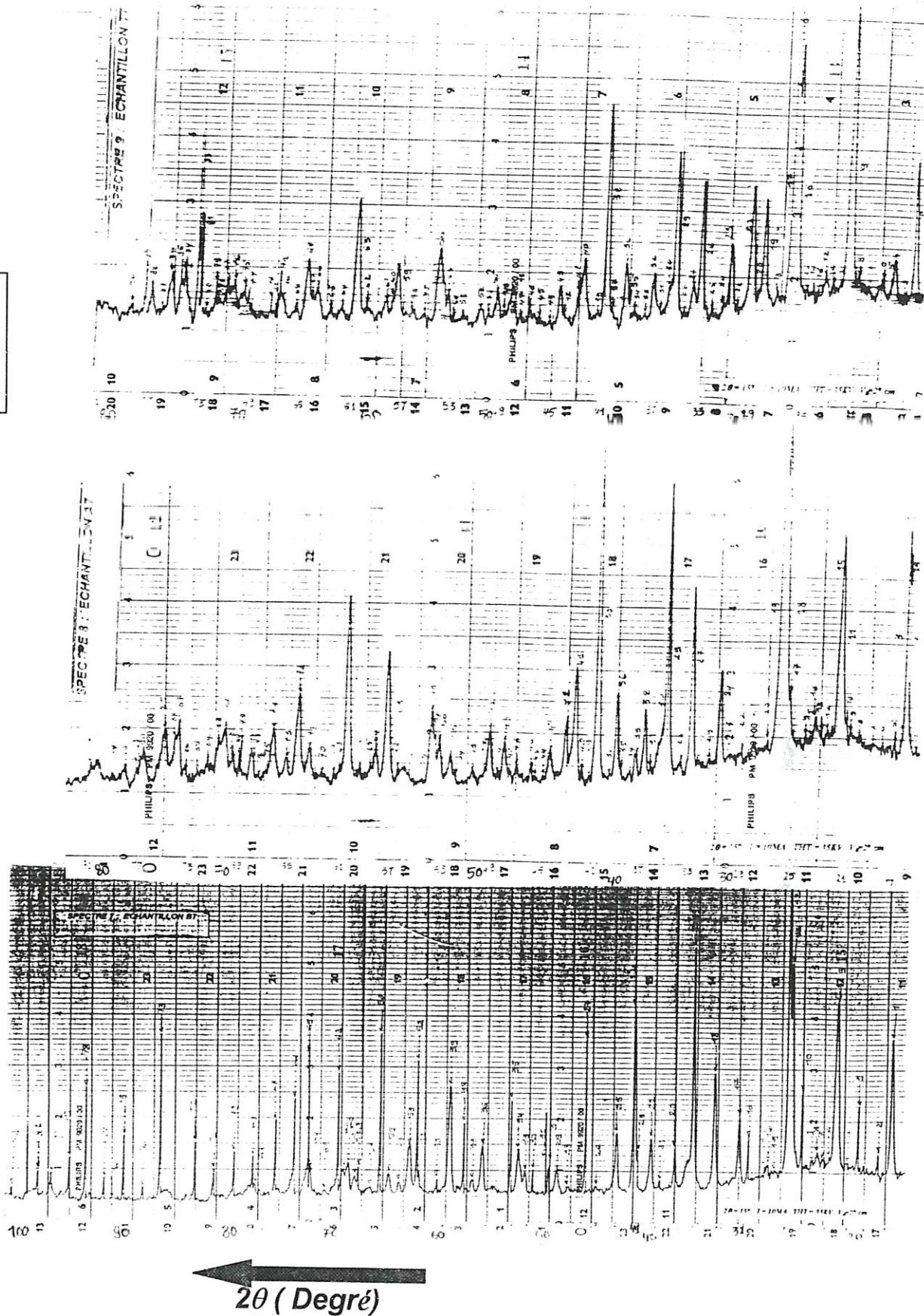


FIG 26. : SPECTRES DE DIFFRACTION DES RX DES COMPOSES B7, A7 et T7.

Intensité (u.a) ↑

Spectre 10: [] 2°/cm
Spectre 11: [] 2°/dm
Spectre 12: [] 2°/cm

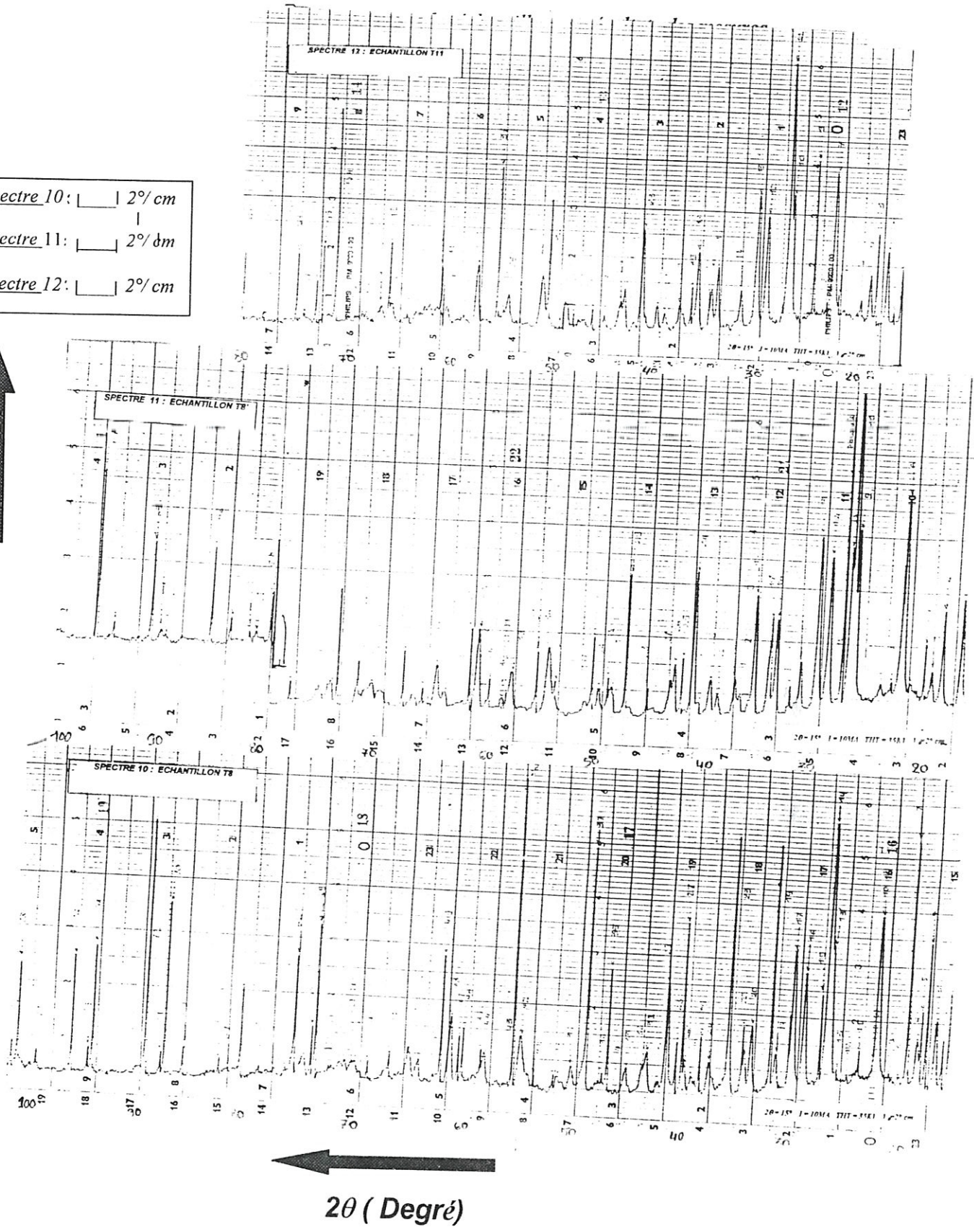


FIG.27 : SPECTRES DE DIFFRACTION DES RX DES COMPOSES T8, T8' et T11.



IV.3.3 DEPOUILLEMENT DES PSECTRES DES DIFFERENTS ECHANTILLONS.

Pour identifier les différentes phases qui constituent nos échantillons, nous devons comparer les raies de diffraction figurant sur nos spectres avec celles des fichiers *A.S.T.M* des substances pouvant rentrer dans la composition de nos échantillons. Le principe consiste à relever, dans un premier temps, la position (angle) de Bragg de chaque raie, ensuite par application de la loi de Bragg ($2d \sin \theta = n\lambda$), on calcul la distance interréticulaire "d", ce qui permet, après l'utilisation du fichier *A.S.T.M*, d'indexer selon la notation de *Miller* le plan (hkl) responsable sur l'apparition de la raie de diffraction.

Le fichier *A.S.T.M* (*AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS*) contient toutes les informations concernant la structure d'une substance: le réseau cristallin (paramètres de périodicité et paramètres angulaires), les indices de Miller et la distance interréticulaire d'une famille de plans. A nos jours, on compte par milliers les substances minérales et organiques possédant des fichiers *A.S.T.M*. Pour attribuer un ensemble de pics de diffraction à une substance quelconque, il suffit de prélever, sur le spectre de diffraction, les positions des trois pics les plus intenses et de calculer les distances correspondantes en appliquant la loi de Bragg. Ensuite, on vérifie sur les fichiers *A.S.T.M* si les trois distances calculées existent et on déduit par la suite la nature de la substance.

Les dépouillements des spectres des différents échantillons nous a conduit à dresser des tableaux dans lesquels figurent les positions des pics, les distances interréticulaires et les intensités relatives (voir annexe 4).

IV.3.4 INTERPRETATION DES SPECTRES ET IDENTIFICATION DES PHASES :

Le traitement des fichiers *A.S.T.M* nous a permis d'identifier les différentes phases existant dans nos échantillons. Les résultats expérimentaux de l'ensemble des raies les plus intenses comparés aux fichiers *A.S.T.M* sont présentés dans les tableaux 21, 22, 23, 24, 25, et 26.

Les spectres de diffraction des rayons X de nos échantillons se ressemblent dans l'aspect général. Ils contiennent une large structure sur laquelle sont superposées quelque raies, entre 17 et 33° (en 2θ), et un ensemble de raies provenant d'autres phases cristallines constituant une grande partie de nos échantillons (voir figures 24, 25, 26 et 27). La structure large caractérisant la phase désordonnée provient de la silice amorphe qui joue un rôle très important sur les propriétés



mécaniques des briques réfractaires. Pour tous les échantillons élaborés, l'analyse aux rayons X a conduit à des spectres témoignant d'un important volume de la phase cristalline vis à vis de celui de la phase amorphe. La discussion des spectres sera portée sur l'échantillon T₃ de la série T de la zone de haute résistance mécanique, sur l'échantillon A₅ de la série A de la zone de haute résistance aux chocs thermiques et sur l'échantillon B₇ de la série B de la zone intermédiaire.

Les échantillons dont la composition renferme un taux de talc et un taux de dégraissant élevé tels que T₈, T₈' et T₁₁ seront aussi discutés.

L'analyse du spectre n°7 de l'échantillon B7 a permis d'identifier trois raies (les plus intenses) (voir tableau 3 de l'annexe 4), provenant de la mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), deux raies (2 et 27) dus à la phase γ de l'alumine ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), des raies témoignant de la présence de la cristobalite (voir raies 5 et 39 sur le spectre n°7) et des traces du quartz. Le volume de la mullite est plus important que celui de la cristobalite.

N° pic	d_m	d_f	hkl	Phase
01	5.3679	5.39	110	Mullite
05	4.1543	4.05	101	Cristobalite
11	3.4241	3.428	120	Mullite
12	3.3731	3.390	210	Mullite
19	2.5446	2.54	110	Quartz
27	1.9877	1.977	400	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
39	1.5739	1.571	310	Cristobalite

Tableau 21 : Indexation de quelques principales raies provenant des phases du composé B7.

d_f : Distance interréticulaire donnée par le fichier A.S.T.M.

d_m : Distance interréticulaire relevée sur le spectre de diffraction.

La même chose est observée en analysant le spectre de diffraction de l'échantillon A₅. La phase dominante est toujours la mullite mais elle apparaît avec des raies d'intensités moins importantes. On a relevé des raies provenant des autres phases telles que l'alumine α , β et γ . L'alumine α ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$) provient de l'alumine calcinée introduite dans l'échantillon. La cristobalite est aussi présente avec des traces de quartz et de silicates d'alumines (voir tableau 22).

N° pic	d_m	d_f	hkl	Phase
03	5.7673	5.7	004	β -Al ₂ O ₃
42	3.5728	3.428	120	Mullite
43	3.4767	3.390	210	Mullite
81	2.2678	2.206	121	Mullite
118	1.6300	1.634	104	Cristobalite
124	1.5515	1.546	211	α -Al ₂ O ₃

Tableau 22 : Indexation de quelques principales raies provenant des phases du composé A5.

d_f : Distance interréticulaire donnée par le fichier A.S.T.M..

d_m : Distance interréticulaire relevée sur le spectre de diffraction..

Pour l'échantillon T₃, les raies les plus intenses qui apparaissent sur son spectre de diffraction (N°3) appartiennent aussi à la mullite (voir tableau 23 et tableau 1 de l'annexe 4). Cependant, on doit noter que les pics 1 et 3 correspondent à la mullite tandis que le deuxième, il n'existe que dans les fichiers A.S.T.M propres à l'indialite ou à la cristobalite. Pour décider de son appartenance, on regarde son intensité dans les spectres dépourvus du talc. Or, ce même pic n'est pas intense dans les compositions dépourvus du talc ; c'est pourquoi il est attribué à l'indialite. La troisième raie est donc propre à l'indialite. La brique T₃ est dominée par la mullite et l'indialite ; la cristobalite et α -Al₂O₃ se trouvent en faible quantité. On relève aussi des traces dues au quartz, silicates d'alumines, β - Al₂O₃ , γ - Al₂O₃ et le pyrope (Mg₃ Al₂(SiO₄)₃).

N° pic	d_m	d_f	hkl	Phase
12	4.1276	4.05	101	Cristobalite
18	3.4371	3.428	120	Mullite
19	3.3857	3.390	210	Mullite
22	3.1399	3.138	202	Indialite
23	2.9664	3.027	211	Indialite
52	1.9636	1.964	202	α -Al ₂ O ₃
81	1.4619	1.4625	315 , 206	Indialite

Tableau 23 : Indexation de quelques principales raies provenant des phases du composé T3.

Sur le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon T₈ (spectre N°10), nous avons relevé les mêmes raies que celles qui ont apparu sur le spectre de diffraction de l'échantillon T₃.

En comparant les raies de la mullite à partir des fichiers *A.S.T.M* avec celle de l'échantillon T₈, nous avons identifié deux raies de cette phase ; il s'agit de la première et de la troisième raie (voir tableau 4 de l'annexe 4). Le deuxième pic est attribué à l'indialite. L'indialite et la mullite sont toujours dominantes ; le cas n'est pas pareil pour la cristobalite.

On a aussi relevé des traces du quartz, du composé $MgO.Al_2O_3.SiO_2$. (magnésium silicoaluminate) et de la cordiérite β (voir tableau 24).

N° pic	d_m	d_f	hkl	Phase
07	4.6668	4.679	002	Indialite
10	4.0733	4.05	101	Cristobalite
13'	3.4112	3.428	120	Mullite
14	3.3706	3.390	210	Mullite
19	2.8376	2.841	102	Cristobalite
37	1.8863	1.875	313	Indialite

Tableau 24 : Indexation de quelques principales raies provenant des phases du composé T₈.

L'échantillon T₈ présente les mêmes phases que les échantillons T₃ et T₈. On note la présence de la mullite et de l'indialite qui sont deux phases dominantes avec, en plus, des traces provenant du quartz et de la cristobalite (voir tableau 25).

N° pic	d_m	d_f	hkl	Phase
06	4.0956	4.05	101	Cristobalite
09	3.4371	3.428	120	Mullite
10	3.3933	3.390	210	Mullite
13	3.0354	3.027	211	Indialite
24	2.2097	2.206	121	Mullite
29	1.9395	1.941	320	Indialite
52	1.2919	1.299	313	Cristobalite

Tableau 25 : Indexation de quelques principales raies provenant des phases du composé T8'.

Sur le spectre de l'échantillon T₁₁, on note un pic intense (voir tableau 6 de l'annexe 4). (le premier) due à la mullite ; le deuxième et le troisième pic, intenses aussi, proviennent de l'indialite. L'indialite et la mullite sont les deux phases dominantes. On a aussi relevé des raies appartenant à la β cordiérite dont le volume ne doit pas être très significatif (voir tableau 26).

Cependant, nous tenons à signaler que les conditions expérimentales dans lesquelles nous avons opéré, pour enregistrer nos spectres, ne pouvaient pas permettre d'observer d'autres phases cristallines sur les spectres de diffractions des rayons X des échantillons T₈, T_{8'}, T₁₁.

Il s'agit de la résolution qui dépend de la vitesse de rotation du goniomètre qui était de 2°/cm pour les échantillons T₈, T_{8'}, T₁₁ et de 1°/cm pour les autres échantillons analysés.

N° pic	d_m	d_f	hkl	Phase
07	4.0733	4.05	101	Cristobalite
10	3.4241	3.428	120	Mullite
11	3.3857	3.390	210	Mullite
12	3.1291	3.138	202	Indialite
13	3.033	3.027	211	Indialite
23	2.2097	2.206	121	Mullite
37	1.6620	1.6559	314	Indialite

Tableau 26 : Indexation de quelques principales raies provenant des phases du composé T11.

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'objectif principal de cette étude a été porté sur l'amélioration des propriétés thermiques et mécaniques des produits réfractaires silico-alumineux. Pour cela, nous avons procédé à l'élaboration des échantillons avec une nouvelle formule chimique permettant de donner de bonnes propriétés thermomécaniques. En vue d'améliorer ces propriétés, nous avons joué sur la granulométrie du dégraissant, sur l'influence de l'ajout et sur l'addition du talc dont le rôle s'est avéré très important.

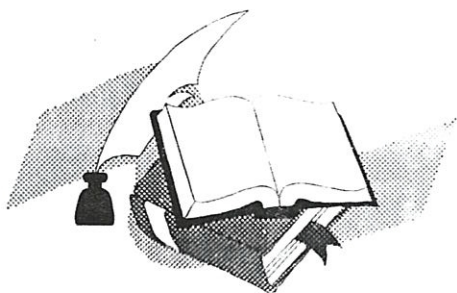
Pour sélectionner le matériau présentant de bonnes propriétés nous avons élaboré plusieurs séries d'échantillons de compositions différentes ; nous avons ensuite étudié leurs propriétés physiques, mécaniques et thermiques. La comparaison des propriétés des différents échantillons a permis de choisir le meilleur parmi eux.

Les échantillons présentant les meilleures propriétés thermomécaniques sont ceux qui contiennent le talc. L'amélioration des propriétés thermomécaniques est de plus en plus bonne que le taux de talc est plus appréciable. Ce dernier favorise la formation d'une nouvelle phase cristalline appelée "INDIALITE" dont la présence dans nos échantillons (à base de talc) a été confirmée sur les spectres de diffractions de RX. Le volume de cette phase est d'autant plus important que le taux de talc est important. Nous avons constaté que les propriétés thermomécaniques les plus intéressantes correspondaient aux échantillons renfermant un taux maximum de talc (égal à 12% dans notre cas) avec une augmentation de la quantité de dégraissant dans la formule de la pâte réfractaire.

Nous avons noté des valeurs très importantes de la résistance mécanique R_c , de l'ordre de 600 Kgf/cm^2 (échantillon T_{11}) et un nombre de cycles de 430 (échantillon T_s), chose qui n'a pas été réalisée auparavant. Ces valeurs sont atteintes à cause de la présence du talc dont le rôle s'est montré très important.

En perspective, il serait intéressant de compléter notre étude par microscopie électronique pour l'identification des phases (cristallines et amorphes) contenues dans les échantillons et pour avoir une idée sur leurs proportions.

Nous suggérons aussi le calcul du coefficient de dilatation de l'indialite, la détermination des pourcentages des oxydes par fluorescence X, la mesure de la résistance pyroscopique (ou points de ramollissement) des échantillons ainsi que l'essai d'affaissement sous charge (ou fluage).



BIBLIOGRAPHIE

- [1] **WILFIED KURZ , JEAN P. MERCIER , GERALD ZAMBELLI.** *Traité des matériaux 1: Introduction à la science des matériaux* 404 pages.
Presse Polytechniques et Universitaires Romandes PARIS 1993.
- [2] **A.JOURDAIN,** *La technologie des produits céramiques réfractaires* 590 pages.
Paris GAUTHIER - VILLARS 1966.
- [3] **J.M.DORLOT,** *Des matériaux* 467 pages . *Edition E.P. MONTREAL CANADA 1997.*
- [4] **LUCIEN LECRIVAIN,** *Céramique . GENERALITE. Techniques de l'ingénieur [A 7290], 1-23*
STRABOURGOISE, PARIS, 1989.
- [5] *Documentation de l'unité (E.C.V.E) de GUELMA.*
- [6] **HENRI LE DOUSSAL,.** *Céramique réfractaires. Techniques de l'ingénieur [A 7300], 1-18*
STRABOURGOISE, PARIS, 1989
- [7] *Cours sur les produits réfractaires (BROCHURE).*
- [8] **D. DUMORA , L. MINJOLLE, J.SALIEN,** *Matériaux isolants céramiques en électrotechnique. Techniques de l'ingénieur[D 274], 1-17*
STRABOURGOISE , PARIS , 1982.
- [9] **G.GEIRNAERT,** *L'industrie céramique, N°729 , 6 / 1979, 425-427, Edition SEPTIMA, Paris.*
- [10] **GIOVANNI ALIPRANDI,** *Matériaux réfractaires et céramiques techniques*
I. élément de céramiegie et de technologie
Argiles - produits céramiques ciment et laitiers 612 pages
Edition SEPTIMA , Paris, 1989 .
- [11] **J.A .JOUENNE,** *Traité de céramique et matériaux minéraux* 657 pages.
Edition SEPTIMA, Paris, 1990 .
- [12] **MAURICE HAUSSONNE,** *Technologie Céramique Générale.*
Volume I. J.B.BAILLIER ET FILS 1985.



- [13] J.RIGAUD, *La céramique de A à Z (56 pages)*.
Edition SEPTIMA, Paris 1993.
- [14] WALTER SCHUMANN, *Guide des pierres et minéraux*.
Traduction Thérèse Dorsaz-Montredon ,385P
Delachaux et Niestlé, SUISSE 1989.
- [15] A. BELAHMADI, *Mem., I.N.M.C BOUMERDES. 1992.*
- [16] M.FRAGNIER, M.PIANSOTTI, *L'industrie céramique, N°800 , 12/ 1985, 817- 819*.
Edition SEPTIMA, Paris.
- [17] P. GILARD, *Traité de physico- chimie des silicates tome III*
Les silicates dans l'industrie 306 pages
Edition - Publicité - Impression - Soc An . Rue de prince royal ,
64,Bruxelles 1985.
- [18] *Journées des réfractaires, Complexe sidérurgique d'EL HADJAR; 18,19,20 juill. 1995*
- [19] I.M.LOW, R. MCPHERSON, *Journal of materials science 24 (1989) 926- 936.*
- [20] J.LAMON,J.P.TORRE, *L'industrie céramique, N°729, 6 / 1979,405-411.*
Edition SEPTIMA, Paris.
- [21] T. NADJAFOV et N. NIKOPORETS, *Fours Métallurgiques tome I*
Edition O.P.U 1983.
- [22] *Catalogue DAGUSSA. Cônes pyrométriques.*
- [23] KUAN.JYE CHEN,TAIN.FEI LEE, HUAN. YEONG CHANG and YUNG.CHAO KO,
Ceramic Bulletin . vol. 61 N°8 (1982) 866-871.
- [24] EDMIN RUH ,RICHARD W. WALLACE,
Ceramic Bulletin . vol.42, N° 2 (1963) 52-56.
- [25] J.WANG, C.B.PONTON, P.M.MARQUIS, *Journal of Materials Science Letters*
11 (1992) 1301-1304.
- [26] A.BOUYOUCHEF, S. HAMMAMDA, B. TALBI, *Rev. Int. Hautes Tempér. Réfract., Fr*
1995-1996 , 30, 1-6.
- [27] A. HARABI , S.E. BARAMA, S.ACHOUR , *Rapport d'activité Année 1996*
UNITE DE RECHERCHE , UNIVERSITE DE CONSTANTINE .



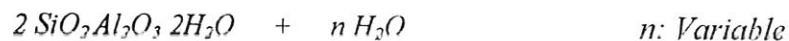
- [28] G. GORBOUNOV, B. RAZIBAOUENE, R. LASLADJ, *Bulletin de l'I.N.M.C. N°3*
(Mars 1991) 14.
- [29] CHRISTIAN OÜDET, *Sciences des Matériaux Polymères,
structure et propriétés
Introduction*
MASSON Paris Milan Barcelone 1994.
- [30] RAYMOND GAUTHERET, *Les fours électriques à résistances 88 pages.*
Edition SODEL APPEL, 1940, FRANCE.
- [31] D. BRACHET, *Revue de métallurgie-CIT* Nov. 1980, 901-907.
- [32] M. PHILIPPE, *L'Industrie Céramique, N°804, 4 / 1986, 240.* Edition SEPTIMA, Paris.
- [33] L. DEFFOUR, *L'Industrie Céramique, N°804, 4 / 1986, 221-227.* Edition SEPTIMA, Paris.
- [34] D. FRANCOIS A. PINEAU A. ZAOUÏ, *Comportement Mécanique des Matériaux,*
HERMES, PARIS, 1995.
- [35] AFNOR, *Recueil de normes françaises, Produit réfractaire.*
- [36] JOSEPH A. PASK, *Ceramics International, vol 9, N° 4, 1983. 107-113.*
- [37] A. BOUYOUCEF, S. HAMAMDA., *Rapport d'Activité. Année 1996,*
U. R.P.M.A, UNIVERSITE DE CONSTANTINE.
- [38] A. HARABI, S. E. BARAMA, S. ACHOUR, *Rapport d'Activité. Année 1996.*
U. R.P.M.A, UNIVERSITE DE CONSTANTINE.
- [39] H. ABEIDIA, *Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon,*
1992, 195p.
- [40] H. HAMMOUDI, *Mem, Institut de Métallurgie, UNIVERSITE DE ANNABA, 1992.*
- [41] M. F. ASHBY, D. R. H. JONES, *Matériaux*
2. *Microstructure et mise en oeuvre 385 pages.*
DUNOD, PARIS, 1981.
- [42] J. DANCKAERT, *Isolation Thermique Industrielle, Techniques de l'ingénieur,*
[B 105], 1-21 STRABOURGOISE, PARIS, 1990.
- [43] *Fiches techniques des matériaux réfractaires fournis. INSTITUT D'ELABORATION DE
CHANGSHA DU MINISTERE DE L'INDUSTRIE LEGERE - REPUBLIQUE POPULAIRE DE
CHINE.*



- [44] J. BARRALIS, G. MAEDER , *PRECIS DE METALLURGIE*
Elaboration, structure, propriétés, normalisation
AFNOR, NATHAN , PARIS , 1997.
- [45] Z. BOURESSACE, S. BENDJEDDOU, *Mémoire d'ingénieurs, Institut de chimie.ind. ,*
CENTRE UNIVERSITAIRE DE. GUELMA , 1993.
- [46] G.LCLARK, *Les rayons X et leurs applications,*
Traduit par M.JORAND, Dunod, Paris, 1961.
- [47] A.GUINIER, *Théorie et technique de la radiocristallographie, 3^{me} édition*
DUNOD, Paris, 1964.
- [48] J.P.EBERHART, *Méthodes physiques d'études des minéraux et des matériaux solides,*
DOIN EDITEURS, 1976
- [49] S. ROUAIGUIA, *Mem, de magister, Institut de Chimie Ind.,*
CENTRE UNIVERSITAIRE DE GUELMA , 1995.
- [50] *La norme Internationale ISO. 2478-1973 (F)*
- [51] *La norme AFNOR NF B 40-321, Mars 1976.*
- [52] *La norme AFNOR NF B 49-102, Jui 1965.*
- [53] *La norme AFNOR NF B 49-110, Jui 1972.*
- [54] *La norme AFNOR NF B 40-322, Décem 1982.*
- [55] *La norme AFNOR NF B 49-105, Juill. 1970.*
- [56] *La norme AFNOR NF B 40-308, Févr.1986.*
- [57] *La norme Internationale ISO 5018-1983 (F)*
- [58] *POWDER DIFFRACTION FILE INORGANIC PHASES ALPHABETICAL INDEX*
(Chemical and Minéral Name).
JCPOS: International centre for diffraction, DATA 1985
- [59] *GUINIER TABLE 3 d for Cu K α_1 Scientific Instrument Div,*
Printed by ENRAF NONIUS DELFT.

**ANNEXE 1****L'halloysite de djebel debagh .**

Elle a une structure analogue à la kaolinite mais contenant des molécules d'eau en nombre variable entre les feuillets élémentaires. Sa formule dualistique est :



L'halloysite de djebel debagh a été découverte durant les années cinquante par une mission Française. Elle est de couleur noir , à toucher onctueux, et contient une grande quantité d'impuretés, tel que l'éliminite qui est sous forme ultra fine donnant la couleur gris-jaunâtre à l'halloysite même à faible quantité.

Elle est de troisième qualité (DD3) ; introduite à 28% dans le mélange de la pâte réfractaire.

L'analyse thermique de l'halloysite de djebel debagh [1] , donne un crochet endothermique dont le maximum se situe à 120°C-130°C correspondant au départ de l'eau zéolitique.

Le départ de l'eau de constitution commence entre 340°C et 440°C, c'est à dire avant celui de la kaolinite. Une autre courbe relative à l'halloysite de djebel debagh donne un dédoublement du crochet endothermique, à 540°C et à 580°C.

L'halloysite de djebel debagh [11], extraite par centrifugation, donne une partie argileuse pure extrêmement fine, capable de se vitrifier à 1200°C en des lamelles transparentes glacées et très dures.





ANNEXE 2

Tableau 1: Classification des silicates utilisés comme composants céramiques.

COMPOSANTS	EXEMPLES	FORMULES
SILICATES BINAIRES	mullite forstérite	$2 \text{SiO}_2 \cdot 3 \text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{SiO}_2 \cdot 2 \text{MgO}$
SILICATES COMPLEXES	Albite* Leucite* Anorthite* Cordiérite	$6 \text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O}$ $4 \text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{K}_2\text{O}$ $2 \text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaO}$ $5 \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{MgO}$

(*) Albite, Leucite, Anorthite: Constituent des roches feldspathiques et sont des fondants indésirables dans la fabrication des réfractaires.

Tableau 2: Tableau de classification:

GROUPE	ESPECES	FORMULES
KAOLINITE	Dickite	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5 (\text{OH})_4$
	Nacrite	$\text{Al}_2\text{SiO}_5 (\text{OH})_4$
	Kaolinite	$\text{Al}_2\text{SiO}_5 (\text{OH})_4$
	Métahalloysite	$\text{Al}_2\text{SiO}_5 (\text{OH})_4$
	Halloysite	$\text{Al}_2\text{Si}_2 (\text{OH})_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
TALC	Talc	$\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10} (\text{OH})_2$





ANNEXE 3

Les talcs de luzenac*

Minéral naturel, le talc est un silicate de magnésium hydraté. A l'origine, pour qu'un talc puisse se former, il a fallu que deux massifs voisins, l'un apportant la silice l'autre le magnésium, soient en contact.

Inerte et stable chimiquement et biologiquement, le talc peut être mélangé à de nombreux produits organiques sans le dégrader. A l'état naturel, le cristal de talc se présente comme un empilement de lamelles extrêmement fines. Chaque feuillet comprend, en sandwich, une couche de magnésie hydratée comprise entre deux couches de silice. C'est le glissement des feuillets entre eux qui donne au talc une grande douceur au toucher.

Le talc de luzenac trouve de nombreuses applications dans la céramique. Les réfractaires de cordiérite tirent avantage de la chlorite qui apporte le magnésium et l'aluminium sous une forme très réactive permettant d'avoir d'exceptionnelles résistances aux chocs thermiques.

On extrait le talc et on effectue sur place un tri selon la couleur et la minéralogie. On compte alors les talcs destinés aux produits cosmétiques et pharmaceutiques et les talcs industriels.

A l'état naturel, le talc ne contient pas d'autre humidité que son eau de constitution mais, exploité en carrière, il se mouille au gré des intempéries.

Il est donc nécessaire d'évacuer jusqu'à 8% d'eau de contact pour réduire son humidité à 1%.

Plusieurs traitements mécaniques du talc sont à prévoir. Il faut veiller à ne pas le polluer car sa blancheur est l'une de ses caractéristiques commerciales. Le séchage est assuré par des séchoirs rotatifs.

Un laboratoire de contrôle assure en permanence une vérification de la production.

(*) Luzenac, petit village se trouvant dans le sud de Toulouse.



**ANNEXE 4****Calcul des distances interréticulaires**

Au moment, des calculs des d_{hkl} , nous avons adopté une méthode plus facile et plus rapide qui consiste à un prélèvement des d_{hkl} à partir de « LA TABLE DE GUINIER » [59].

DESCRIPTION DE LA TABLE DE GUINIER :

C'est une table qui renferme une liste des valeurs des d_{hkl} et de l'angle de diffraction en 2θ , spécifiée exactement pour la radiation $\text{Cu K}\alpha_1$ ($\lambda = 1.5402 \text{ \AA}$).

Elle donne la valeur de d_{hkl} à chaque 0.01° (2θ), dans l'intervalle $[4^\circ - 180^\circ]$ en 2θ .

N° pic	2θ (en degré)	$d=\lambda/2\sin\theta$ (en Å)	I/I ₀	N° pic	2θ (en degré)	$d=\lambda/2\sin\theta$ (en Å)	I/I ₀
1	15.30	5.7861		39	50.80	1.7957	10
2	15.80	5.6041		40	51.20	1.7826	<2
3	16.42	5.3938	50	41	53.00	1.7263	6
4	17.22	5.1450	40	42	54.20	1.6908	14
5	17.80	4.9787	30	43	55.00	1.6681	4
6	18.10	4.8968	30	44	57.60	1.5988	6
7 [ⓐ]	19.00	4.6668	16	45	58.00	1.5888	12
8	19.70	4.5026	20	46	59.60	1.5499	2
9	20.60	4.3078	20	47	60.00	1.5405	4
10	21.80	4.0733	95	48	60.80	1.5221	4
11	23.40	3.7983	8	49	61.60	1.5043	35
12	24.40	3.6449	60	50	62.24	1.4903	<2
13	25.40	3.5036	4	51	63.64	1.4609	8
13'	26.10	3.4112	95	52	64.60	1.4415	44
14 [ⓑ]	26.42	3.3706	100	53	66.40	1.4067	8
15	27.00	3.2995	10	54	68.30	1.3721	6
16	28.58	3.1206	65	55	69.58	1.3500	12
17	29.00	3.0153	85	56	70.42	1.3359	12
18	31.02	2.8804	20	57	70.90	1.3280	4
19	31.50	2.8376	14	58	71.70	1.3152	60
20	33.34	2.6851	40	59	73.18	1.2922	4
21	34.00	2.6345	25	60	73.58	1.2861	4
22	34.04	2.6315	12	61	74.22	1.2766	2
23 [ⓐ]	35.40	2.5334	20	62	75.02	1.2650	2
24	37.18	2.4161	2	63	75.82	1.2536	<2
25	38.00	2.3659	2	64	76.84	1.2395	2
26	38.70	2.3247	12	65	78.20	1.2213	4
26'	39.40	2.2850	4	66	79.82	1.2005	4
27	39.58	2.2744	20	67	81.00	1.1860	2
28	40.02	2.2510	6	68	81.80	1.1764	2
29	41.00	2.1994	60	69	85.18	1.1382	2
30	41.60	2.1691	6	70	86.80	1.1210	2
31	42.70	2.1157	25	71	87.20	1.1169	<2
32	43.16	2.0942	12	72	88.60	1.1029	2
33	44.30	2.0429	4	73	89.40	1.0950	4
34	45.40	1.9960	2	74	93.38	1.0585	2
35	46.20	1.9632	8	75	93.80	1.0549	2
36	46.76	1.9410	2	77	98.48	1.0169	<2
37	48.20	1.8863	16	78	100.18	1.0041	2
38	49.60	1.8363	10	79	100.68	1.0005	2

TABLEAU 4 : Principales raies de diffraction de l'échantillon T8

ⓐ, ⓑ et ⓐ: Les trois raies les plus intenses

CHAPITRE ANNEXE

PREDICTION DE LA DUREE DE VIE EN SERVICE DES PIECES CERAMIQUES.

(Rappel sur la mécanique linéaire de la rupture)



1. RAPPEL SUR LA THEORIE DE GRIFFITH RELATIVE AUX MATERIAUX FRAGILES.

Selon **GRIFFITH**, pour qu'une fissure se propage dans un matériau, il faut que les deux conditions suivantes soient satisfaites:

- La propagation doit être favorisée énergiquement (condition énergétique).
- Un certain mécanisme atomique ou moléculaire doit aider l'énergie élastique emmagasinée dans le matériau à se transformer en une autre forme d'énergie (condition mécanique).

La propagation des fissures se produit si dU/da est positif. "U" étant l'énergie totale du corps et "a" la longueur de la fissure dont la croissance provoquera la rupture.

GRIFFITH a montré que pour les corps fragiles, l'expression de la contrainte de rupture σ_F est:

$$\sigma_F = \sqrt{\frac{2 \cdot E \cdot \gamma}{\pi \cdot a}} \quad (1)$$

Avec :

E : Module de YOUNG

γ : Énergie superficielle

Elle a, cependant, servi de base à d'autres théories, notamment la mécanique linéaire de la rupture. Dans la mécanique linéaire de la rupture, la propagation brutale des fissures se produit lorsque l'énergie de fissuration G atteint une valeur critique G_c .

G est reliée à la distribution des contraintes à l'extrémité de la fissure, laquelle est définie par le facteur d'intensité de contraintes K qui ne dépend que de la géométrie de la charge appliquée. G et k sont liés par les expressions suivantes:

$$G = K^2/E \quad : \quad \text{état de contraintes planes.} \quad (2)$$

$$G = \frac{K^2}{E} (1 - \nu^2) \quad : \quad \text{état de déformation plane.} \quad (3)$$

ν : coefficient de poisson.

La propagation brutale des fissures est donc caractérisée par les deux critères équivalents:

$$K = K_{Ic} \quad , \quad \text{ou} \quad G = G_{Ic}.$$

(la fissure de rupture est sollicitée en mode I perpendiculaire à son plan).

Dans le cas des matériaux fragiles(exemple le verre) on a:



$$G_{Ic} = 2 \gamma_s \quad \gamma_s : \text{Energie superficielle} \quad (4)$$

On retrouve le critère de GRIFFITH car:

$$K_{Ic} = \sigma \sqrt{\pi \cdot a} = \sqrt{2 \cdot E \cdot \gamma_s} \quad (5)$$

Et enfin:

$$\sigma_{cR} = \sqrt{\frac{2 \cdot E \cdot \gamma_s}{\pi \cdot a}} \quad (6)$$

Contrairement au verre, la propagation des fissures dans les métaux nécessite une énergie de déformation plastique γ_p .

Dans ce cas, on écrit :

$$G_{Ic} = 2 \gamma_s + \gamma_p.$$

2. DIVERS MODE DE DEGRADATION DES CERAMIQUES.

Les développements récents de la mécanique linéaire de la rupture offrent le moyen de prédire la durée de vie en service de toute pièce céramique.

La dégradation d'une céramique est le résultat de la propagation des fissures à partir de défauts sous l'effet de sollicitations mécaniques ou thermiques.

2.1 DEGRADATION MECANIQUE:

◇ Résistance à la rupture:

La fissure de la rupture est sollicitée en mode I, la rupture intervient lorsque le facteur d'intensité de contrainte K_I atteindra une valeur critique K_{Ic} et se traduit par la propagation à grande vitesse d'une fissure à partir d'un défaut dit " **DEFAUT CRITIQUE** "

En pratique, les défauts sont nombreux si l'on suppose toute fois qu'il sont suffisamment éloignés les uns des autres. La résistance à la rupture est théoriquement, égale à:

$$K_{Ic} / Y a_{0max}.$$

a_{0ma} : est la taille du défaut le plus grand (dans le cas d'une tension uniforme et qui est alors le défaut critique).

Y : Facteur correctif dans le cas d'une plaque de dimension infinie.

Dans le cas général où la tension n'est pas uniforme, le défaut critique est celui dont la taille a_0 donnée à partir de la relation:



$$\sigma_a = \frac{K_{Ic}}{Y \cdot \sqrt{a_0}}$$

σ_a : est la contrainte appliquée aux frontières d'un élément de volume dans lequel le défaut se trouve isolé et dont les dimensions sont suffisamment faibles pour supporter σ_a .

En corollaire, la résistance à la rupture dépend de la distribution des défauts et de leurs tailles. Ainsi, au sein d'une population d'éprouvettes de même nature, géométriquement identiques et sollicitées dans les mêmes conditions, elle varie d'une éprouvette à l'autre.

WEIRIII. a proposé un modèle statique qui conduit à une expression analytique de $F(\sigma)$. Celle-ci s'écrit dans le cas général, où les contraintes appliquées ne sont pas uniformément réparties, comme suit:

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left[- \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m dV \right]. \quad (1)$$

ou

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left[- \int_S \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m dS \right]. \quad (2)$$

Ce que l'on peut exprimer de la manière suivante :

$$F(\sigma_M) = 1 - \exp \left[- V_E \cdot \left(\frac{\sigma_M}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (3)$$

où

$$F(\sigma_M) = 1 - \exp \left[- S_E \left(\frac{\sigma_M}{\sigma_0} \right)^m \right]. \quad (4)$$

avec

$$V_E = \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_M} \right)^m dV \quad ; \quad S_E = \int_S \left(\frac{\sigma}{\sigma_M} \right)^m dS$$

σ_M : Contrainte appliquée



σ_0 et m : Caractéristiques du matériaux

S_E : Désigne la surface effectif d'une éprouvette de traction simple qui, est soumise à la contrainte σ_M .

V_E : Désigne le volume effectif d'une éprouvette de traction simple qui, est soumise à la contrainte σ_M .

Les formules 1 et 3 et les formules 2 et 4, s'appliquent lorsque la rupture tend à s'initier à partir des défauts répartis dans le volume de mesure V (respec. à la surface de mesure S) des éprouvettes.

Les paramètres m et σ_0 sont caractéristiques du matériau. Plus la dispersion des valeurs de σ_R est grande , plus m est faible.

Ce qui s'énonce qualitativement pour un matériau donné, plus V_E ou S_E sont grands , plus la contrainte moyenne à la rupture $\bar{\sigma}_R$ est faible.

Cela traduit le fait que plus la partie des éprouvettes soumise à la contrainte maximale est grande, plus on a de chances de trouver un défaut critique susceptible d'abaisser la valeur de la résistance à la rupture.

◇ Fatigue mécanique :

La croissance sous- critique d'une fissure dépend, en règle générale, du milieu extérieur ou de la température. Elle peut être décrite dans les matériaux céramiques ou vitreux[9], uniquement au moyen de la vitesse de propagation V et du facteur d'intensité de contrainte K_I .

La courbe $V = f(K_I)$ renferme en général trois régions distinctes correspondant chacune à un régime différent de la croissance de la fissure.

La relation entre V et K_I est souvent exprimée sous la forme empirique:

$$V = A K_I^n \quad (5)$$

A et n sont des constantes dépendant du matériau et de l'environnement.
 A varie en fonction de la température suivant la loi **D'ARRHENIUS**

$$A = A_0 \exp\left(\frac{-Q}{R.T}\right)$$

Néanmoins, l'un ou l'autre des domaines de la courbe $V = f(K_I)$ peut se trouver réduit, voire supprimé, suivant la nature du matériau ou les conditions d'essai.

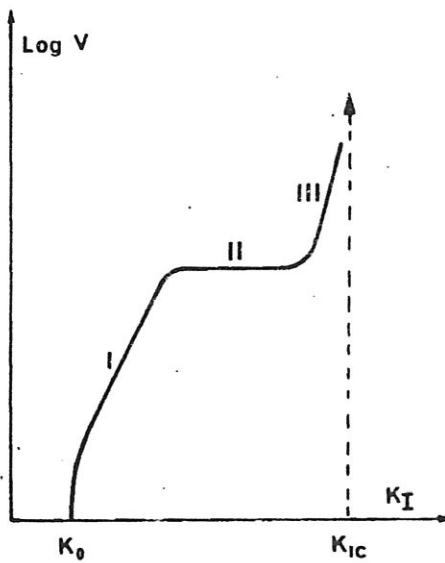


Fig.1 Evolution du facteur d'intensité de contraintes en fonction de la vitesse de la fissure v , pour un matériau (verre) placé dans un milieu corrosif.

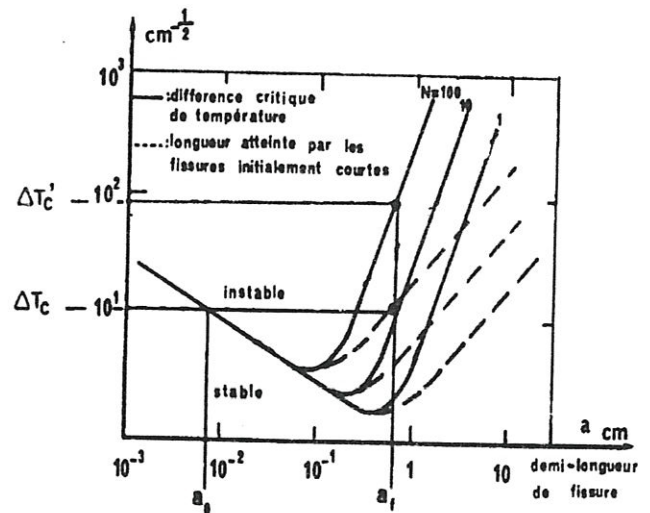


Fig.2. Variation de la température critique ΔT_c en fonction de la longueur des défauts et de leur densité.

◇ Chocs thermiques :

La différence de dilatation des éléments de volume résultant de l'établissement et de l'évolution du gradient thermique est à l'origine de contraintes.

En tout point d'une pièce, soumise à un choc thermique, les contraintes varient au cours du temps. Pour un choc de refroidissement, elles passent par un maximum au bout d'un temps qui est plus ou moins grand suivant que le point considéré est proche ou éloigné de la surface externe. Le maximum est atteint dès le début de refroidissement.

Pour déterminer l'expression des contraintes thermiques à un instant donné, on doit connaître la distribution des températures et résoudre les équations de la conduction de la chaleur.

Pour des pièces de forme simple, un certain nombre d'auteurs ont proposé une expression approchée de la contrainte thermique s'exerçant en surface à un instant donné du refroidissement.

$$\sigma_{th} = \frac{E \cdot \alpha \cdot \Delta T}{1 - \nu} B(\beta) \tag{6}$$

Avec:

E : Module d'élasticité.

α : Coefficient de dilatation



ν : Coefficient de poisson.

β : Nombre de BIOT

ΔT : Variation de la température

$$\beta = r_m \cdot h / K. \quad (7)$$

r_m : est la dimension moyenne de la pièce: demi - épaisseur dans le cas d'une plaque et rayon dans le cas d'un cylindre.

h : coefficient de transmission superficielle de la chaleur.

K : conductibilité thermique du matériau.

$B(\beta)$: est une fonction de la géométrie et du temps. C'est une fonction croissante de β et donc de r_m . Sa valeur est déterminée à un instant donné à partir des courbes standards.

◆ La formation des fissures:

On peut considérer qu'il se forme une fissure lorsque le niveau des contraintes thermiques atteint le niveau critique: $K_{IC} / Y a_0$.

a_0 : Désignant la taille du défaut critique.

La valeur correspondante ΔT_c de (ΔT), caractérise la résistance à la fissuration à grande vitesse. C'est l'intensité maximale du choc de refroidissement que peut supporter une pièce donnée sans se fissurer.

On a:

$$\Delta T_c = \frac{(1 - \nu) \cdot K_{IC}}{E \cdot \alpha \cdot B(\beta) \cdot Y \sqrt{a_0}} \quad (8)$$

Grâce à cette expression, il est théoriquement possible de prédire la valeur de ΔT_c . Toutefois, en pratique, la valeur obtenue est approximative car le facteur h ne peut être déterminé avec précision. Ainsi, pour des valeurs relativement basses de β , les chocs de refroidissement ne sont pas très sévères. Une forme approchée de la contrainte thermique en surface est donnée par:

$$\sigma_{th} = \frac{E \cdot \alpha \cdot \Delta T}{1 - \nu} \cdot C \cdot \beta \quad (9)$$

où c : est une constante de l'ordre 3.

La condition de rupture est satisfaite lorsque : $\sigma_{th} = \sigma_R$

σ_R : La résistance de rupture en traction.



La valeur correspondante ΔT_{\max} de (ΔT) fonction fonction est:

$$\Delta T_{\max} = \frac{\sigma_R \cdot k \cdot (1 - \nu)}{E \cdot \alpha} \cdot C \cdot \frac{1}{r_m \cdot h} \quad (10)$$

et on appelle facteur de résistance aux chocs thermiques la quantité:

$$\mathfrak{R} = \frac{\sigma_R \cdot k \cdot (1 - \nu)}{E \cdot \alpha} \quad (11)$$

Ce paramètre présente seulement un intérêt qualitatif. Il permet de choisir parmi les matériaux, le plus apte à subir sans dommage des chocs de refroidissement; i fonction l indique de plus dans quel sens on doit modifier certaines propriétés pour améliorer la tenue aux chocs thermiques. R sera d'autant plus élevé que $K \cdot \sigma_R$ est grand et $E \cdot \alpha$ est faible.

◆ La propagation des fissures :

Lors de l'étude de la propagation mécanique, il était envisagé que des variations monotones du champs des contraintes appliquées au cours du temps aient lieu. Or, dans le cas d'un choc de refroidissement c'est tout à fait différents. Dans un laps de temps très bref la contrainte en un point donné croit, passe par un maximum puis décroît. Alors, la contrainte peut passer par une valeur permettant à une fissure de se propager à grande vitesse puis diminuer d'une manière suffisamment rapide pour que la propagation se trouve interrompue avant l'apparition de la fissure.

Compte tenu des difficultés rencontrées pour expliciter l'évolution du champs des contraintes au cours du temps, HASSELMAN, a préféré s'appuyer sur le formalisme et les hypothèses qui sont à l'origine du critère de GRIFFITH [46], lequel l'énergie totale U d'un corps soumis à un choc de refroidissement d'intensité ΔT est la somme de l'énergie élastique de déformation U_E et l'énergie de surface U_S . Une fissure de longueur fonction "a" se propage si la quantité dU/da est positive ou nulle. La différence critique de température ΔT_C est la valeur de ΔT pour laquelle la condition $dU/da = 0$ est satisfaite.

Dans le cas où la distribution des contraintes est uniforme et triaxiale, l'expression de U est:

$$U = \frac{3 \cdot (\alpha \cdot \Delta T)^2 \cdot E_0}{2 \cdot (1 - 2\nu)} \left[1 + \frac{16(1 - \nu^2) \cdot N \cdot a^3}{9(1 - 2\nu)} \right] + 2\pi N \cdot a^3 \cdot \gamma \quad (12)$$

Avec:

E_0 : Module de YOUNG du matériau sans défaut (non poreux).

N : Densité volumique des défauts, supposés de forme circulaire et uniformément distribués.

γ : L'énergie spécifique de surface.

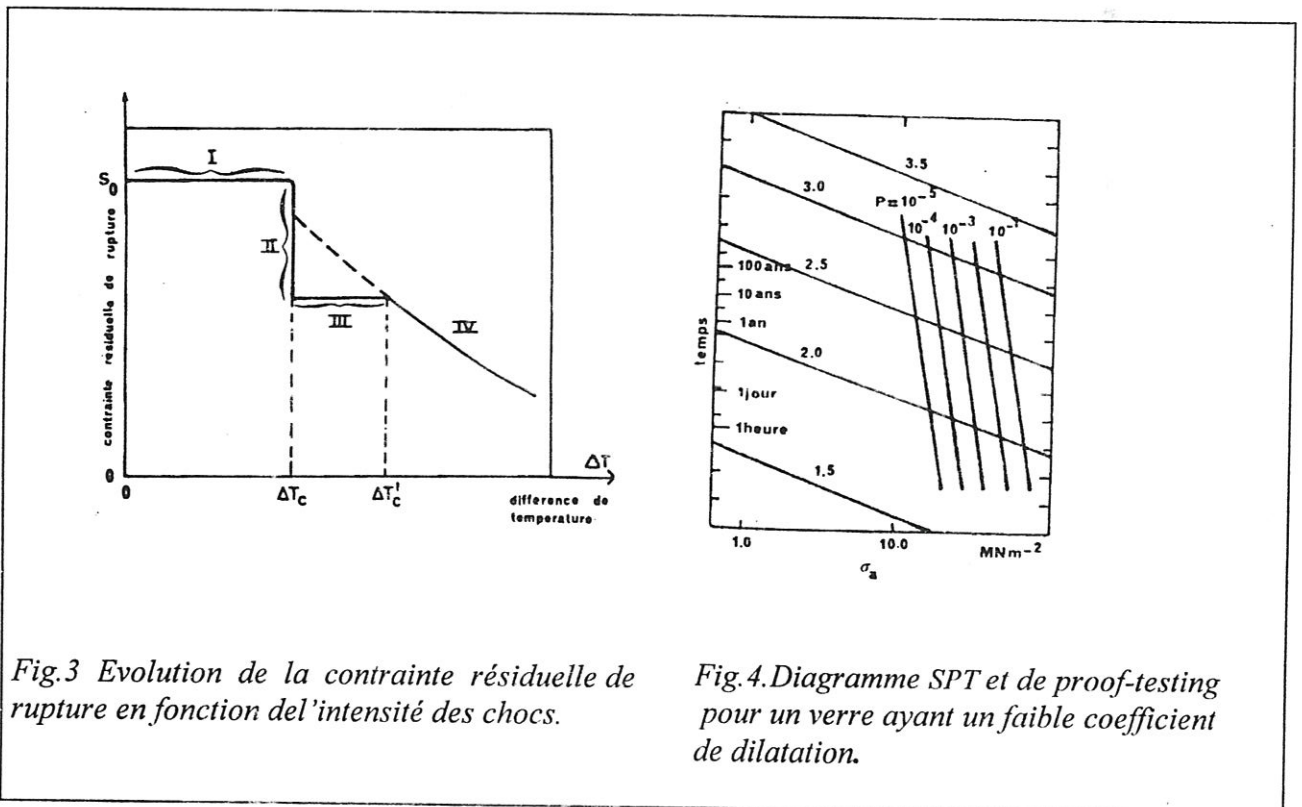
La différence critique de température s'écrit alors en fonction de la longueur a des défauts et de leur densité N , soit:

$$\Delta T_c = \left[\frac{\pi \gamma (1-2\nu)^2}{2.E_0 \alpha^2 (1-\nu^2)} \right]^{\frac{1}{2}} \left[1 + \frac{16(1-\nu)^2 N a^3}{9(1-2\nu)} \right]^{\frac{1}{2}} . a \quad (13)$$

Pour des valeurs faibles de " a ", la quantité:

$$\frac{16(1-\nu)^2 . N a^3}{9.(1-2\nu)}$$

est négligeable devant 1 et par conséquent ΔT_c ne dépendra pas de N . Pour les valeurs importantes de a , c'est 1 qui devient négligeable devant cette quantité et ΔT_c dépendra alors de N (fig.2). La propagation des fissures se traduit par une variation corrélative de la résistance résiduelle à la rupture (fig.4). Celle ci est constante tant que l'intensité du choc ne permet pas aux défauts de s'agrandir (région 1). Elle décroît brutalement après la propagation des fissures initialement courtes (région 2), puis lentement pendant la progression quasi-statistique des fissures longues (région 3).



Pour chaque étape de la fissuration, plusieurs facteurs de résistance aux chocs thermiques ont été définis suivant l'environnement thermique. Ils dépendent principalement de σ_R , E et α .



D'après le modèle de HASSELMAN, les matériaux peuvent supporter des chocs thermiques d'autant plus sévère qu'ils comportent des défauts de taille importante avec une densité élevée (fig.3).

◆ La fatigue thermique:

C'est le résultat d'une succession de chocs thermiques de directions opposées: un choc d'intensité ΔT est suivi d'un choc d'intensité $-\Delta T$ et ainsi de suite.

Il n'existe, pour l'instant, aucune théorie de la propagation des fissures en fatigue thermique. L'analyse d'HASSELMAN ne permet pas d'en décrire le mécanisme; elle concerne, en effet, des chocs répétés de même direction (des refroidissements).

Des recherches se sont essentiellement attachées à résoudre des problèmes technologiques particuliers en utilisant des méthodes numériques de calcul pour prédire la durée de vie des pièces ou pour déterminer le champ des contraintes thermiques.

3. LA PREDICTION DES DUREES DE VIE :

3.1 Durée de vie sous contraintes mécaniques :

Considérons une pièce soumise à une tension uniforme et invariable dans le temps. Soit a_0 la taille initiale du défaut critique et soit σ_a la contrainte appliquée.

Le facteur d'intensité de contrainte s'écrit donc:

$$K_{I0} = \sigma_a \cdot Y \sqrt{a_0} \quad (14)$$

Si l'on élève rapidement le niveau de la contrainte appliquée, la rupture se produirait lorsque celle-ci atteindrait la valeur critique, égale à la résistance à la rupture.

$$\sigma_R = K_{IC} / Y \sqrt{a_0} \quad (14')$$

En maintenant la contrainte à la valeur constante $\sigma_a < \sigma_R$, la taille du défaut critique croît de façon sous-critique à la vitesse $V = da/dt$.

En désignant par "a" la taille du défaut à l'instant t, "a" la valeur correspondante du facteur d'intensité de contrainte est K_I et l'on a:

$$da = V \cdot dt = \frac{2 \cdot K_I \cdot dK_I}{\sigma_a^2 \cdot Y^2}$$

La rupture finit par se produire lorsque "a" atteint une valeur pour laquelle: $K_I = K_{IC}$; donc au bout du temps:

$$t = \int_{K_{I0}}^{K_{IC}} \frac{2 \cdot K_I \cdot dK_I}{V \cdot \sigma_a^2 \cdot Y^2} \quad (15)$$

la vitesse V dépend de K_I .

La courbe correspondante comporte, dans le cas le plus général, trois parties. Mais en pratique, on n'exprime analytiquement la fonction $V=f(K_I)$ qu'à l'aide de deux expressions, formellement identiques:

- Pour $K_I \leq K_I^*$ (région 1 et 2 de la fig.1) : $V = A \cdot K_I^n$
- Pour $K_I > K_I^*$ (région 3 de la fig.1) : $V = A' \cdot K_I^{n'}$

D'ou, d'après (15)

$$t = \frac{2}{\sigma_a \cdot Y^2} \left[\int_{K_{I0}}^{K_I^*} \frac{K_I \cdot dK_I}{V} + \int_{K_I^*}^{K_{IC}} \frac{K_I \cdot dK_I}{V} \right]$$

Soit:

$$t = \frac{2}{\sigma_a \cdot Y^2} \left[\frac{K_{II}^{*2-n} - K_{I0}^{2-n}}{A(2-n)} + \frac{K_{IC}^{2-n'} - K_I^{*2-n'}}{A'(2-n')} \right] \quad (16)$$

Comme K_I est voisin de K_{IC} et qu'en pratique n et n' sont supérieurs à 10, le deuxième terme, entre crochets dans (16), peut être négligé. Si, en outre, on suppose que la contrainte appliquée est suffisamment faible pour qu'on puisse négliger K_I^{2-n} devant K_{I0}^{2-n} , il vient:

$$t = \frac{2 \cdot K_{I0}^{2-n}}{\sigma_a^2 \cdot Y^2 \cdot A(n-2)} \quad (17)$$

Le problème qui se pose encore est lié à la connaissance de K_{I0} , ce qui traduit, d'après la relation (14), la nécessité de connaître la taille initiale "a₀" du défaut critique.

D'après les relations (14) et (14') on a:

$$K_{I0} = K_{IC} \frac{\sigma_a}{\sigma_R} \quad (18)$$

Ceci ramène le problème à la connaissance de la résistance à la rupture et évidemment de mesurer la résistance à la rupture de chacune des pièces dont on veut prédire la durée de vie (réduite à la durée de l'essai). Il faut donc se rapporter à des valeurs mesurées. Or, la résistance à la rupture est une variable aléatoire et l'on ne peut accéder qu'à la probabilité de rupture sous une contrainte qui s'exprime par unité de volume ou de surface effectifs comme suit:

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (19)$$

Considérons un lot de pièces de même type que celle envisagée jusqu'à présent et appliquons leur rapidement une contrainte $\sigma < \sigma_a$. Un pourcentage $P = F(\sigma)$, de ces pièces, ne survivra pas à cet essai; on pourra, en revanche, garantir que la résistance à la rupture de chacune des pièces restantes est supérieure à .

$$\sigma_0 \left(\ln \frac{1}{1-p} \right)^{\frac{1}{m}}$$

et que ces pièces auront d'après (17) et (18) une durée de vie minimale sous la contrainte σ_a égale à :

$$t = \frac{2 \cdot \sigma_a^{-n} \cdot K_{IC}^{2-n}}{\sigma_0^{2-n} \cdot Y^2 \cdot A(n-2)} \left(\ln \frac{1}{1-p} \right)^{\frac{n-2}{m}} \quad (20)$$

La représentation graphique des variations de t en fonction de σ_a , pour diverses valeurs de P , est désignée sous le nom de diagramme S.P.T (**STRESS - PROBABILITY - TIME TO FRACTURE**). Un exemple est donné pour un verre (fig.4).

La procédure qui consiste, après s'être fixé une valeur de P appelée «**PROBABILITE CONSENTIE**», à soumettre brutalement un lot de pièces à la contrainte.

$$\sigma_p = \sigma_0 \left(\ln \frac{1}{1-p} \right)^{\frac{11}{m}}$$

de manière à en éliminer celles dont la durée de vie serait inférieure à la valeur donnée par la formule (20) est entrée sous le nom de «**TEST-D'EPREUVE**», «**PROOF-TESTING**» .

La contrainte σ_p s'appelle «**CONTRAINTES D'EPREUVE**» «**PROOF-STRESS**» .

Pour améliorer la qualité, il faut bien voir qu'en élevant la contrainte d'épreuve, on peut garantir une durée de vie plus grande pour les pièces qui survivent au test d'épreuve.

On notera, que cette façon de procéder n'a pour but que de connaître la taille initiale du défaut critique. Les pièces qui survivent au test d'épreuve possédant des défauts critiques dont la taille n'excede pas:

$$\frac{K_{IC}^2}{Y^2 \sigma_p^2}$$

D'une façon générale, le matériau nécessite la connaissance des sollicitations en service d'une part et la connaissance d'un certain nombre de caractéristiques du matériau d'autre part. Les paramètres de **WEIBULL** qui s'obtiennent au bout d'un nombre élevé d'essais est lui même



grand, et la courbe $V = f(K_I)$ à laquelle on accède aisément grâce à des essais de double torsion.

3.2 Durée de vie sous contrainte thermique

L'étude de la fatigue thermique, doit comporter deux aspects:

- D'une part l'étude des propriétés intrinsèques du matériau, pour une valeur de ΔT donnée et à l'aide d'éprouvettes de forme simple.
- D'autre part l'étude du comportement en service du matériau.

La méthode consiste à analyser mécaniquement la propagation des fissures au cours des chocs thermique répétés et permet de caractériser les effets de la propagation de la fatigue thermique.

RESUME

Le sujet que nous avons traité dans ce mémoire tourne autour des matériaux réfractaires, symbole de l'industrie à haute température. Nous avons élaboré ces matériaux, en ajoutant le talc dans la composition de la pâte, afin d'améliorer leurs propriétés thermo-mécaniques.

Ce matériau (talc) possède des propriétés bien connues chez les céramistes.

Nous avons élaboré des échantillons à différentes granulométries, ce qui nous a permis de mettre en évidence leurs influences sur les propriétés du produits fini.

La teneur du talc a donné des valeurs très intéressantes pour la résistance mécanique et pour la résistance aux chocs thermiques. Ces deux grandeurs sont d'autant améliorées que le pourcentage du talc est important.

Cet élément donne naissance à une phase cristalline appelée « INDIALITE », qui améliore les propriétés thermo-mécaniques de nos briques.

Cette phase a été mise en évidence par des mesures de diffractions des rayons X.

MOTS -CLES :

- Réfractaire. -Silico-Alumineux - Granulométrie - Talc - Alumine - Chamotte
- Kaolin - Choc thermique - Résistance mécaniques - Porosité -Indialite -Mullite
- Phase amorphe -Rayon X.