

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

**UNIVERSITE DE JIJEL**

جامعة جيجل  
مكتبة كلية الهندسة والتكنولوجيا  
رقم المراد: M252A



Faculté des sciences et de la technologie

Département de génie des procédés

Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du Diplôme du Master en Génie  
procédés

Option : génie des matériaux

Thème

**ELABORATION ET CARACTERISATION  
D'UNE PATE DE REPARATION DE CERAMIQUE  
SANITAIRE**

Réalisé par :

Hamdi Nabil

Belharimi Elhamlaoui

Encadré par :

Mr. Atamnia Kamel

Promotion 2015/2016

# Dédicace

*À nos chers parents.*

*À nos frères.*

*À nos sœurs et leurs époux et leurs enfants.*

*À toute nos familles.*

*À toutes nos amis et nos collègues.*

*À toutes ces étonnantes personnes qui font autre*

*part de ce travail par leurs soutiens,*

*encouragements et n'importe genre d'aide*

*sincèrement c'est un très grand*

*Plaisir pour nous.*

*Pour tous ces personnes*

*Nous dédie ce modeste travail*



# Remerciement

*Avant tous, nous remercions tout qui nous a  
donné la force, le courage et la patience pour  
réaliser ce modeste travail.*

*Nous remercions mon encadreur  
Mr « Atamnia Kamel », à l'Université de  
Lijel, pour avoir dirigé dans l'élaboration de ce  
travail pour sa disponibilité, sa compréhension, et  
se conseil.*

*Au membre du jury pour de nous avoir honorés en  
acceptant de jury notre travail*

*Nos remerciements vont aussi à :*

*L'ensemble du personnel de la STS D'EL-  
MILIA*



# *Sommaire*

**Liste des tableaux.**

**Liste des figures.**

**Nomenclature.**

**Introduction générale** ..... 1

## *Partie théorique*

### **Chapitre I : généralité sur les céramiques**

I.1. Introduction ..... 2

I.2. Généralité..... 2

I.3. Classification des produits céramiques..... 2

    I.3.a. Selon leur application ..... 2

    I.3.b. Selon leur mode d'élaboration et la forme finale..... 3

    I.3.c. Selon leur composition chimique ..... 3

I.4. Les défauts dans les céramiques ..... 3

### **Chapitre II : la pâte céramique**

II.1. Définition de la pâte céramique ..... 4

II.2. Les matières premières..... 4

    II.2.1. Les matières premières plastiques ..... 4

        II.2.1.a. Les Kaolins..... 4

        II.2.1.b. Les argiles ..... 4

II.2.2. Les matières premières non plastiques.....	5
II.2.2.a. Les dégraissants.....	5
II.2.2.b. Les fondants.....	5
II.2.3. Les propriétés des matières premières argileuses.....	6
II.3. Les caractéristiques de la pâte.....	6
II.3.a. Densité.....	6
II.3.b. la prise en masse.....	7
II.3.c. Le retrait.....	7
II.3.d. La perméabilité.....	7
II.3.e. La forme et le taille des grains.....	8
II.3.e.1. Forme des grains.....	8
II.3.e.2. Dimension des grains.....	8
II.4. Etude de la chaine technologie de la fabrication et mise en forme de la pâte céramique.....	9
II.4.1. Le concassage et le broyage.....	10
II.4.2. Le tamisage.....	10
II.4.3. Le dosage.....	10
II.4.3.a. Le dosage en volume.....	10
II.4.3.b. Le dosage en poids.....	11
II.4.4. Le mélange et homogénéisation.....	11
II.4.4.a. par voie sèche.....	11
II.4.4.b. par voie humide.....	11
II.4.5. Le malaxage.....	11
II.4.6. La mise en forme.....	11

II.4.7. Le séchage.....	12
• Effets de séchage.....	12
• Le durcissement.....	12
• Le retrait et la perte de poids.....	12
II.4.8. L'émaillage.....	13
II.4.9. La cuisson.....	13
II.4.10. les Fours de cuisson.....	13
II.4.10.1.Fours intermittents (périodiques).....	13
II.4.10.2. Fours continus.....	13
• Fours tunnels.....	13
• Fours à chambre (Hoffmann).....	14
II.4.11. Décoration.....	14

### **Chapitre III : Les émaux (les glaçures)**

III.1. Définition de l'émail.....	15
III.2. Les matières premières destinées à la fabrication des glaçures.....	15
III.2.1. Fondants.....	15
III.2.2. Les alcalino-terreux.....	15
III.2.3. Les aluminosilicates.....	16
III.2.4. Les réfractaires.....	16
III.2.5. Produit d'addition.....	16
III.3. Fabrication des émaux.....	17
III.3.1. frites.....	17
III.3.2. colorants.....	17
III.4. préparation de la barbotine.....	17
III.5. propriétés des émaux.....	18
III.5.1. propriétés thermique.....	18
a. Dilatation d'émail.....	18
b. La tension superficielle de la glaçure fondue.....	19
c. La fusibilité.....	19
d. La résistance thermique.....	20
III.5.2. Les propriétés physiques.....	20
a. La viscosité.....	20
b. Retrait de la couche de la glaçure au séchage.....	20

III.5.3. Les propriétés chimiques .....	21
- Résistance aux attaques chimiques .....	21
<b>Chapitre IV : les rayons X</b>	
IV.1. Diffraction des rayons X.....	22
IV.2. Méthode des poudres .....	23
IV.2.1. Définition d'une poudre.....	23
IV.2.2 Principe de la méthode des poudres : .....	24
IV.2.2.1 Diffractomètre Bragg – Brentano .....	24
a. La configuration $\theta$ - $\theta$ .....	24
b. La configuration $\theta$ - $2\theta$ .....	24
IV.2.3. Diagramme de poudre.....	24
<b>Chapitre V : la pâte de réparation</b>	
V.1. Généralité sur la pâte de réparation .....	26
V.2. La préparation de la pâte de réparation .....	26
V.3. La classification de la pâte.....	28
a. Pâtes non vitrifiées .....	28
b. Pâtes vitrifiées .....	28
V.4. Les caractéristiques de la pâte de réparation.....	28
V.4.1. Plasticité.....	28
V.4.1.1 Limites de liquidité (WL) et de plasticité (WP) .....	28
V.4.2. Le coefficient de dilatation thermique .....	29
V.4.3. La fusibilité.....	29
V.4.4. La température de fusion de la pâte de réparation .....	30
V.4.5. La tension superficielle de la pâte de réparation.....	30

# *Partie pratique*

## **Chapitre I : Les moyens d'investigation**

I.1. les moyens d'investigation .....	32
I.2. L'analyse chimique des matières premières .....	32
a- L'humidité .....	33
b- protocole expérimentale .....	33
I.3 Calcul l'humidité .....	34
* Pour la pâte .....	34
* Pour l'émail.....	34
I.4. Calcul la composition chimique de l'émail et la pâte.....	35
I.5. Elaboration des échantillons.....	38
I.6. Le calcul des quantités nécessaires de la pâte et de l'émail pour chaque dosage.....	40
I.7. L'élaboration de la pâte de réparation .....	41

## **Chapitre II : Méthodes de caractérisation**

II.1. la plasticité.....	42
II.1.1. Mesure de la plasticité.....	42
II.1.1.a. L'appareillage nécessaire .....	42
II.1.1.b. Protocole expérimentale.....	42
II.1.2. Calcule de la plasticité.....	43
II.2.Calcul du coefficient de dilatation thermique .....	51
II.3.La fusibilité .....	55



II.3.1. Calcul du coefficient de fusibilité .....	55
II.4. La tension superficielle .....	58
II.4.1. Détermination de la tension superficielle.....	58
II.4.2. Calcul la tension superficielle pour chaque dosage .....	58
II.5. L'interprétation de résultats d'analyse par les rayons X.....	59
<b>Conclusion générale</b> .....	61
<b>Références bibliographiques</b>	
<b>Annexe</b>	

# *Nomenclature*

**ASTM** : American Society for Testing and Materials.

**S.C.S** : Société céramique sanitaire.

**C.E.T.I.M** : Centre d'études et de services technologiques de l'industrie des matériaux

**M.P** : Matières premières.

**D.O** : Différents oxydes.

**P.F** : perte au feu.

**Kaolin RMD** : kaolin remblend.

**M** : Mullite.

**Q** : Quartz.

**Z** : Zircon.

**B** : Labradorite.

# *Liste des tableaux*

## **Partie théorique**

### **Chapitre II :**

<b>Tableau N°01 :</b> Présente quelques matières premières plastiques.....	5
<b>Tableau N°02 :</b> présente quelque matière première non plastique.....	6

### **Chapitre V :**

<b>Tableau .01 :</b> les domaines de plasticité.....	29
--	----

## *Partie pratique*

### **Chapitre I :**

<b>Tableau .01 :</b> pourcentage des matières premières destinées à la préparation de 'émail.....	33
<b>Tableau .02 :</b> pourcentage des matières premières destinées à la préparation de pâte de tesson.....	33
<b>Tableau 03 :</b> La détermination de taux de l'humidité de la pâte de tesson.....	34
<b>Tableau 04 :</b> La détermination de taux de l'humidité de l'émail.....	34
<b>Tableau a<sub>1</sub> :</b> La composition chimique de Kaolin RMD.....	35
<b>Tableau a<sub>2</sub> :</b> La composition chimique de feldspath sodique.....	35
<b>Tableau a<sub>3</sub> :</b> La composition chimique de Quartz.....	36
<b>Tableau a<sub>4</sub> :</b> La composition chimique de Carbonate de calcium(CaCO <sub>3</sub> ).....	36
<b>Tableau a<sub>5</sub> :</b> La composition chimique de Zircon.....	36

<b>Tableau a<sub>6</sub> : La composition chimique de Dolomie.</b>	36
<b>Tableau N°05 : La composition chimique de l'émail.</b>	37
<b>Tableau N°06 : La composition chimique de la pâte.</b>	37
<b>Tableau N°07 : la composition des différents dosages.</b>	38
<b>Tableau N°08 : La composition chimique de dosage 1.</b>	38
<b>Tableau N°09: La composition chimique de dosage 2.</b>	39
<b>Tableau N°10 : La composition chimique de dosage 3.</b>	39
<b>Tableau N°11: La composition chimique de dosage 4.</b>	39
<b>Tableau N°12: La composition chimique de dosage 5.</b>	39
<b>Tableau N° 13 : . La quantité de matière nécessaire de l'émail et de la pâte pour chaque dosage</b>	40

## **Chapitre II :**

<b>Tableau N° 01 : Les différents paramètres du dosage 1</b>	43
<b>Tableau N° 02 Les différents paramètres du dosage 2</b>	45
<b>Tableau N°03 : Les différents paramètres du dosage 3.</b>	47
<b>Tableau N°04 : Les différents paramètres du dosage 4</b>	49
<b>Tableau N°05 : Les différents paramètres du dosage 5</b>	50
<b>Tableau N°6 : coefficient oxydes des oxydes.</b>	52
<b>Tableau N° 07 : Le coefficient de dilatation thermique pour chaque dosage.</b>	54
<b>Tableau N°08 : Le pourcentage des fondants dans différents dosages.</b>	54
<b>Tableau N°09 : Les coefficients de fusibilité.</b>	55
<b>Tableau N°10 : Coefficient de fusibilité des dosages.</b>	55

<b>Tableau N°11 : La relation entre K et la température de fusion.</b> .....	56
<b>Tableau N°12 : Les dimensions de cône de fusibilité de chaque dosage.</b> .....	56
<b>Tableau N°13 : Les facteurs propres de la tension superficielle de chaque oxyde.</b> ...	58
<b>Tableau N°14 : La tension superficielle différente dosages.</b> .....	59

# *Liste des figures*

## *Partie théorique*

### **Chapitre II :**

**Figure N°1 :** les étapes de la fabrication d'un produit céramique ..... 9

### **Chapitre IV :**

**Figure.01 :** d'un diffractomètre à compteur. .... 22

**Figure 02 :** Théorie de la diffraction. .... 22

**Figure 03 :** Orientation préférentiel des grains. .... 23

**Figure 04 :** Définition des angles dans le montage Bragg-Brentano ..... 24

**Figure 05 :** Montage « $\Theta$ - $\Theta$ (échantillon fixe) et « $\Theta$  - $2\Theta$  » (tube fixe). .... 25

**Figure. 06 :** Diagramme de poudre  $I=f(\Theta)$ . .... 25

### **Chapitre V :**

**FigureN°01 :** procédé général de préparation d'une pâte de réparation. .... 27

## *Partie pratique*

### **Chapitre II :**

**Figure N°01 :** M (H%) en fonction de M (h/h') de dosage 1 ..... 44

**Figure N°02 :** M (H%) en fonction de M (h/h') de dosage 2. .... 46

**Figure N°03 :** M(H%) en fonction de M(h/h') de dosage 3. .... 48

**Figure N°04 :** M (H%) en fonction de M (h/h') de dosage 4 ..... 49

<b>Figure N°05 : M (H%) en fonction de M (h/h) de dosage 5.</b> .....	51
<b>Figure N°06 : les cônes de fusibilité de chaque dosage.</b> .....	64
<b>Figure N°07 : pièce avant la réparation</b> .....	57
<b>Figure N°08: pièce après la réparation</b> .....	57
<b>Figure N°09 : Diffractogramme des dosages (D1, D2, D3, D4 et D5).</b> .....	59



***Introduction  
générale***



## **Introduction générale :**

Le mot céramique objet de la cuisson d'une terre argileuse qui peut être émaillée ou vitrifiée en surface extérieur pour donner de la faïence ou bien la porcelaine...etc.

Les matériaux céramiques sont des matériaux inorganiques non métalliques et très intéressants dans le domaine de la technologie.

Les matériaux céramiques présentent une caractéristique essentielle par rapport d'autres matériaux ; les atomes ou constituant de leur réseau cristallin sont en général très solidement liés entre eux par liaisons fortes (ioniques).

Les céramiques contiennent des défauts : des pores et des fissures dues à leur mise en œuvre, des fissures dues aux contraintes thermiques, à la corrosion ou à l'abrasion.

Et pour cacher ces défauts (les trous et les fissures), on utilise la pâte de réparation ; est un mélange de l'émail et de la pâte destiné à la fabrication du tesson céramique à des pourcentages différents, donc elle joue un rôle très important pour la protection de l'environnement et dans l'économie.

### **Le but de travail**

Le but de notre travail est l'élaboration et caractérisation d'une pâte de réparation pour la céramique sanitaire.

Notre étude est divisée en deux partie l'une théorique et l'autre expérimentale.

Dans la partie théorique on trouve cinq chapitres :

- 1<sup>er</sup> chapitre : Généralité sur les céramiques.
- 2<sup>eme</sup> chapitre : la pâte céramique.
- 3<sup>eme</sup> chapitre : les émaux.
- 4<sup>eme</sup> chapitre : les rayons X.
- 5<sup>eme</sup> chapitre : la pâte de réparation

Dans la partie expérimentale il y a deux chapitres ; le premier chapitre est basé sur les moyens d'investigation et le deuxième est parlé sur les méthodes de caractérisation.

On termine notre travail par une conclusion générale.



*Partie*  
*Théorique*



*Chapitre I*

*Généralité sur  
les  
céramiques*



## 1.1. Introduction

Les céramiques sont définies selon le Larousse comme étant « Art de fabriquer les poteries, fondé sur la propriété des argiles de donner avec l'eau une pâte plastique, facile à façonner, devenant dure, solide et inaltérable après cuisson ». La société américaine ASTM (American Society for Testing and Materials) définit une céramique comme : « un article ayant un corps vitrifié ou non, de structure cristalline ou partiellement cristalline, ou de verre, dont le corps est formé de substances essentiellement inorganiques et non métalliques, et qui est formé par une masse en fusion qui se solidifie en se refroidissant, ou qui est formé et porté à maturité, en même temps ou ultérieurement, par l'action de la chaleur. » Les céramiques sont des matériaux inorganiques, non métalliques, nécessitant de hautes températures lors de leur fabrication. Il s'agit en général d'oxydes métalliques, et plus généralement de métaux oxydés, mais pas uniquement. Les céramiques ont en général une structure cristalline, parfois associée à une phase amorphe. Lorsque la majorité est amorphe, on parle de vitrocéramique ; lorsque la totalité est amorphe, on parle du verre [01].

## 1.2. Généralités

Le terme céramique a pour origine le mot grec *keramikos*, qui fait référence à la poterie et à la « terre brûlée ». Les céramiques constituent une gamme très étendue de matériaux non métalliques. Elles sont toutes élaborées par des procédés thermiques et incluent de nombreux silicates et oxydes. Beaucoup d'entre eux sont issues des argiles naturelles qui servent à la fabrication de tuiles et de briques et qui sont durcies par chauffage. Les constituants principaux sont les argiles et les aluminosilicates provenant des feldspaths. Aujourd'hui la gamme de matières premières est beaucoup plus étendue.

Les céramiques possèdent trois avantages importants par rapport à d'autres matériaux concurrents: les matières premières utilisées pour leur fabrication sont relativement disponibles et peu onéreuses, elles sont peu denses et résistent à des températures très élevées, là où la plupart des métaux perdent leur résistance. Enfin elles ont des propriétés optiques, électriques, chimiques, magnétiques, thermiques, etc. qui les rendent irremplaçables dans de nombreuses industries.

## 1.3. Classification des produits céramiques

Les céramiques peuvent être classées selon plusieurs paramètres ; selon leur application, leur mode d'élaboration et leur composition chimique:

### 1.3.a. Selon leur application : on peut distinguer

- **Les céramiques traditionnelles:** à usage alimentaire, pour le bâtiment ou l'ornementation: Poterie, vaisselle, faïence, porcelaine, carrelage, briques, tuiles;
- **Les céramiques techniques ou industrielles**

- céramiques électroniques (faibles courants), ou céramiques fonctionnelles : céramiques diélectriques (isolantes), conductrices, magnétiques...etc.
- céramiques électrotechniques (fortes puissances),
- céramiques réfractaires, pour applications thermiques,

### I.3.b. Selon leur mode d'élaboration et la forme finale

- **céramiques façonnées** : pièce livrée sous sa forme définitive,
  - pièces frittée sous pression atmosphérique,
  - pièce frittée sous pression (HIP, hot isostatique pressing).
  - pièce électro fondue.
- **Céramiques non façonnés (PNF)**
  - produit livré sous la forme de mortier destiné à être coulé ou projeté puis

« Cuit » sur place ;

- Céramiques pour protection thermique (revêtir une pièce métallique).

### I.3.c. Selon leur composition chimique

- **Céramiques siliceux** ;
- **Céramiques alumineux** : la teneur en d'alumine ( $Al_2O_3$ ) varie entre 30 à 100 % : elles comportent l'aluminosilicate (argile, mullite), les systèmes alumine-oxyde de chrome-silice (ACS), etc.
- **Céramiques à base de magnésie (basique)**,
- **Carbure** ;
- **Nitrure** ;
- **composites** : la matrice céramique à renfort métallique, matrice céramique à renfort non métallique.

### I.4. Les défauts dans les céramiques

Les céramiques contiennent des défauts de fabrication comme les pores et les fissures dues à leur mode mise en œuvre, des fissures dues aux contraintes thermiques et à l'abrasion. Même si elles ne contiennent pas des fissures au départ, les écarts des modules d'élasticité entre les différentes phases feront les apparaitre lors de la mise en service.

La plupart de ces défauts ont une taille de l'ordre de la taille des particules en poudre à partir de laquelle la céramique a été fabriquée [02].

# *Chapitre II*



# *La pâte céramique*

## II.1. Définition de la pâte céramique

La pâte céramique est une masse composée d'une phase plastique et d'une phase dite dégraissante. La phase plastique est constituée par un mélange des argiles et de Kaolins. Les argiles lui confèrent la plasticité et la cohésion au tesson. Elles peuvent aussi participer au développement de la phase vitreuse au cours du traitement thermique. Les Kaolins améliorent le comportement au coulage et augmentent la blancheur de tesson.

La phase dégraissante est à l'origine de la formation d'une phase vitreuse au cours du traitement thermique. Elle renferme les feldspaths (sodiques et mixtes) et la silice ; cette dernière est à l'origine du comportement dilatométrique en accord avec celui de l'émail [03].

## II.2. Les matières premières

La fabrication des produits céramiques sanitaires fait appel à des matières premières plastiques et non plastiques. Essentiellement d'origine naturelle comme les argiles, les feldspaths, les Kaolins et la silice.

### II.2.1. Les matières premières plastiques

Les matières plastiques utilisées dans l'industrie céramique sont: les argiles et les Kaolins. Le mélange d'argile et d'eau donne une pâte plastique qui permet des déformations sans rupture et conserve la forme acquise lorsque l'effort cesse.

Son aptitude à la déformation avant rupture (malléabilité) est donc très grande, elle est capable de former avec des matériaux non plastiques des pâtes ayant une certaine malléabilité.

La plasticité est donc la propriété de l'argile la plus importante pour la pratique (avec la tenue en feu)...

#### II.2.1.a. Les Kaolins

Le terme Kaolin est d'origine chinoise. Il vient du nom d'une ville chinoise Kao-Ling [04]. La phase principale constituant le Kaolin est la Kaolinite ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ). Les Kaolins ne se trouvent plus purs dans la nature mais le plus souvent on les trouve mélangés avec d'autres minéraux détritiques (quartz, micas, etc.)

#### II.2.1.b. Les argiles

Les argiles sont formées par la dégradation de roches ignées (volcanique) due à des phénomènes d'érosion et d'altération chimique sous l'action des agents atmosphériques [05].

Les argiles sont rarement pures, leurs impuretés proviennent de plusieurs sources.

- ◆ Au cours de sédimentation.
- ◆ Par des éléments arrachés aux terrains traversés par les argiles.

- ◆ Par contact avec certaines couches du sol.

Une partie des impuretés influe sur la plasticité des argiles, l'autre est considérée comme fondants (substances qui diminuent la température de fusion de la masse ou elles sont incorporées).

Le tableau suivant donne quelques matières plastiques, ainsi que leurs formules chimiques [06].

**Tableau. II. N°01 : Présente quelques matières premières plastiques.**

Dénomination	Formule chimique
Kaolinite	$2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Halloysite	$2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + n\text{H}_2\text{O}$
Montmorillonite	$3\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot (\text{Mg}, \text{Ca}, \text{Na}, \text{K})$
Illite	$3 \text{ ou } 4 \text{ SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 (\text{Fe}, \text{Mg}, \text{K}, \text{Na}) \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot n\text{H}_2\text{O}$

### II.2.2. Les matières premières non plastiques

De façon plus usuelle on les dénomme dégraissants suivant la morphologie et la taille de leurs particules. Elles modifient les propriétés des argiles, diminuent la plasticité tout en rendant le matériau moins sensible au séchage [07].

Les matériaux non plastiques peuvent être divisés en deux classes: les dégraissants et les fondants.

#### II.2.2.a. Les dégraissants

La plasticité "propriété essentielle des argiles" peut devenir gênante lorsqu'elle est excessive. Il est alors indispensable de mélanger à l'argile des matières inertes qui par l'absence de retrait diminuent celui de masse à laquelle elles sont incorporées, en même temps que leur dispersion dans cette masse crée une sorte de squelette qui la rend poreuse. Ce qui facilite l'évaporation de l'eau on les nomme: matières dégraissantes ou matières antiplastiques [08].

#### II.2.2.b. Les fondants

On appelle ainsi la catégorie séparée des dégraissants utilisée pour provoquer la vitrification des argiles.

Les fondants sont très nombreux, mais en pratique on utilise généralement les alcalis ( $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ), et les oxydes de fer pour la préparation de la pâte.



Les fondants ne peuvent jouer leur rôle que lorsque la température à laquelle ils se combinent aux autres éléments est atteinte ; au-dessus de cette température, ils n'agissent que comme des dégraissants. Contrairement aux fondants, les dégraissants jouent son rôle sans réaction chimique. Le tableau suivant donne quelques dégraissants utilisés dans la pâte céramique [06].

**Tableau.II. N°2** : présente quelque matière première non plastique.

Dénomination	Formule chimique
Quartz	SiO <sub>2</sub>
Feldspath	6SiO <sub>2</sub> . Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Na <sub>2</sub> O (albite)
	6SiO <sub>2</sub> . Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .K <sub>2</sub> O (orthose)
	2SiO <sub>2</sub> . Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Ca <sub>2</sub> O (anorthite)
Talc	4SiO <sub>2</sub> .3MgO.H <sub>2</sub> O
Dolomie	MgCO <sub>3</sub> .CaCO <sub>3</sub>

### II.2.3. Les propriétés des matières premières argileuses

Ceux sont des aluminosilicates hydratés, représentés par les grandes familles des argiles et des kaolins formant les plastifiants qui confèrent à la pâte crue sa plasticité en raison de leurs structures lamellaires et des propriétés physico-chimiques de leurs particules. L'augmentation de la teneur en matières argileuses augmente le coefficient de dilatation et diminue la résistance au choc thermique[07].

### II.3. Les caractéristiques de la pâte

Parmi les caractéristiques de la pâte on trouve :

#### II.3.a. Densité

Dans la majorité des cas elle est mesurée par un viscosimètre à absorption d'énergie "Gall en kamp". C'est à partir du tracé de la courbe donnant, en fonction de la teneur en dispersant, tant la viscosité apparente initiale que celle après un temps de repos défini (comportement thixotrope), que l'on définit la teneur en défoulant correspondant à une vitesse de prise et à un comportement rhéologique du tesson formé compatibles. La plage de réglage est aussi conditionnée par les conditions de stockage et de transport de la barbotine.

### II.3.b. la prise en masse

Par l'élévation de la température de la barbotine on joue sur deux paramètres favorables à l'accélération de la prise.

- Diminution de la viscosité de l'eau.
- Augmentation du comportement thixotropique de la barbotine (dans le cas d'une défloculation classique carbonate, silicate de sodium) qui provoque la formation d'un tesson plus perméable [09].

### II.3.c. Le retrait

Le retrait est la réduction que subit les matières argileuses sous l'influence de la chaleur, il consiste à la diminution de dimensions linéaires et en volume de ces produits. Le premier retrait dépend au départ de l'eau que contient toujours la masse et qui est indispensable au façonnage des pièces, cette eau existe à la fois sous forme d'une pellicule superficielle entourant les grains solides, soit en remplissant des vides qui les séparent, soit en fin absorbée par les particules colloïdales constituant les argiles.

La seconde, par contre, correspond aux différentes variations de volume subites par la matière lors de la cuisson.

Les facteurs susceptibles d'entraîner une variation de volume sont nombreux: les uns dépendent de la matière elle-même tels que la décomposition et l'élimination de certain constituant entraînant ainsi la réduction de volume, ou lors d'une réaction chimique conduisant à un produit différent [10].

### II.3.d. La perméabilité

La perméabilité est la propriété d'un produit de laisser passer dans l'unité de temps un volume plus ou moins grand de fluide gazeux; le coefficient de perméabilité est une valeur numérique qui dépend que de la nature de ce produit.

Ce phénomène est extrêmement important car il est en rapport direct avec la corrosion des réfractaires, suivant son importance des agents corrosifs, laitier, scorie, etc., pouvant pénétrer plus au moins facilement dans le produit.

Il ne faut pas confondre la perméabilité et la porosité, ces deux caractéristique séant complètement distinctes, alors que cette dernière concerne uniquement le volume et le nombre de pores et non leur distribution et leur forme. La perméabilité dépend entièrement de caractéristiques des pores, elle est donc caractéristique de la texture.

D'après BARASALI, plus la température est élevée plus la perméabilité est forte jusqu'à une certaine seille marqué par le début de vitrification où la perméabilité diminue [10]. Au minimum de porosité correspond le minimum de perméabilité. Un autre minimum peut se trouver avec des grains fins puisque

les capillaires sont petits et que la perméabilité varie comme la quatrième (4<sup>ème</sup>) puissance du diamètre des capillaires.

Une forte perméabilité résulte un déchaussement des grains au cours de séchage et à la cuisson ce qui provoque des fissures.

### **II.3.e. La forme et la taille des grains**

La granulométrie d'un produit (qu'il soit compact ou réduit en poudre plus ou moins grossière) est 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.

#### **II.3.e.1. Forme des grains**

La forme des grains peut être très variable selon la matière étudiée. On trouve des grains arrondis (sphère, avides, ellipsoïdes) ; des grains en écailles et en formes libres. La forme esquilleuse est préférable car la surface de contact avec l'argile est plus grande, ce qui assure une meilleure cohésion de produit. Les surfaces rugueuses s'accrochent mieux à l'élément plastique que les surfaces lisses. La possibilité pour les grains d'entrer en contact les uns avec les autres peut être plus grande. Elles conduisent ainsi à des masses moins poreuses et plus compactes que les grains arrondis.

#### **II.3.e.2. Dimension des grains**

Les grains fins présentent une plus grande surface d'adhérence et se déchaussent moins de leur enveloppe argileuse pendant la cuisson. La porosité et la perméabilité des produits sont donc diminuées et sa résistance mécanique est augmentée à froid généralement au détriment des propriétés thermiques. Pour les argiles le tamisage humide permet de connaître sa granulométrie; la finesse des particules constituant les argiles a une grande importance notamment sur la plasticité ; beaucoup de ces particules sont inférieures au demi-micron ; certaines ont 80% d'éléments en dessous de cette dimension [10].

### II.4. Etude de la chaine technologie de la fabrication et mise en forme de la pâte céramique

Avant la préparation des pièces céramiques, les matières premières peuvent être subites à procédure suivante :

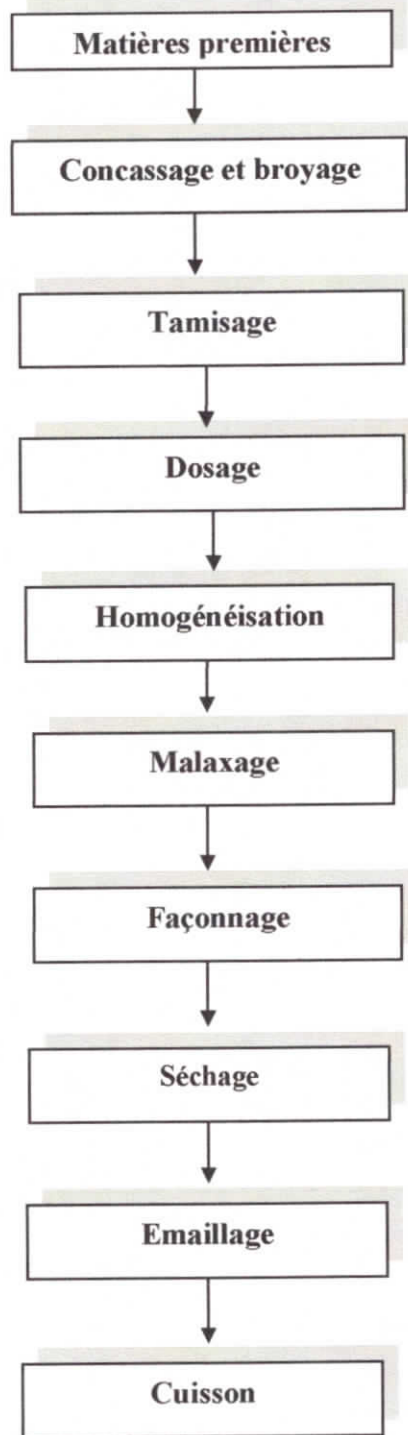


Figure N°01 : les étapes de la fabrication d'un produit céramique.

### II.4.1. Le concassage et le broyage

Avant de procéder au mélange des différents constituants d'une composition, il est nécessaire de réduire les matières premières en poudre de façon à obtenir un mélange homogène.

Le but de cette opération n'est pas seulement d'obtenir des petits fragments à partir grands morceaux, mais aussi celui d'obtenir un ensemble de fragment ayant une distribution granulométrique déterminée.

Pour avoir un broyage efficace il est nécessaire que chaque morceau soit cassé par choc avec d'autre fragment ou avec les organes mobiles de la machine ; le choix des appareils de broyage et de concassage doivent être guidés par :

- La dureté de la matière première (argile crue, feldspath).
- La quantité à broyer par heure.
- La granulométrie à obtenir ainsi que la forme.
- L'humidité.
- La force motrice dont on dispose.
- L'usure des machines.
- Les matières premières sortant des broyeurs ou des concasseurs [06].

### II.4.2. Le tamisage

C'est une opération des tinées à séparer les différentes fractions granulométriques. Les résultats obtenus constituent des données très utiles pour le dosage de matières premières.

La forme des grains obtenus par broyage peut être très variable. Selon la nature des matières broyées on peut avoir des grains des formes arrondis, des grains à arrêtes, des grains lamellaires, ... etc.

La forme des grains et leur dimension influent considérablement sur la structure et les propriétés des produits céramiques.

### II.4.3. Le dosage

C'est une opération très importante dans le procédé de fabrication à laquelle dépendent les caractéristiques et les propriétés des produits.

On peut réaliser le dosage par les deux voies :

#### II.4.3.a. Le dosage en volume

Il est réalisé par différence technique la plus simple est la brouette calibrée. L'inconvénient de ce mode est l'entassement des matières humides qui sera la cause d'erreur.

### II.4.3.b. Le dosage en poids

Ce type est le plus utilisé dans les chaînes de fabrication, il consiste à mesurer des poids importants des matières premières à l'aide des balances ou des bascules, cette opération est la plus précise.

### II.4.4. Le mélange et l'homogénéisation

C'est une opération très importante dans le procédé de fabrication des produits céramique, elle a comme but l'homogénéisation du mélange.

Il peut être exécuté par deux voies :

#### II.4.4.a. par voie sèche

Les masses sèches sont destinées au pressage et leur humidité varie de 0 à 12%, l'eau nécessaire à cette humidification est pulvérisée pendant le mélange. Elle peut contenir des adjuvants, amélioration ainsi la plasticité de la composition et la résistance mécanique des pièces façonnées.

#### II.4.4.b. par voie humide

Le mélange et le broyage sont réalisés simultanément en présence d'une quantité d'eau suffisante. La pulpe sortant de mélangeur est en phase liquide, elle est envoyée sous pression à l'aide des pompes à des filtres presses, où la phase solide se dépose et le liquide s'écoule.

### II.4.5. Le malaxage

C'est une opération qui consiste à mélanger les matières dosées dans le but de :

- Assurer une parfaite homogénéité de mélange par répartition de l'humidité c.-à-d. rendre l'humidité homogène dans tout le mélange.
- Chasser l'air qui réside dans la pâte ; cette air peut créer des fissures (les fentes), de plus sa présence diminue la plasticité de la pâte et au cours de séchage elle gêne le transport de l'eau par capillarité de l'intérieur vers la surface et lors de la cuisson elle se dilate et provoque des défauts dans la texture [11].

### II.4.6. La mise en forme

Les matières premières constituant la pâte céramique mises sous forme de suspension aqueuse plus épaisse que possible est versée au moyen d'un entonnoir dans un moule poreux et sec préparé en plâtre, le moule absorbe le liquide de la barbotine et arrête à sa surface les particules solides, de cette façon la couche de la pâte céramique moins humide se dépose le long des parois des moules, après vidage de la barbotine excédentaires, le début de séchage du moule donne un léger retrait à la pièce de forme désirée, ce qui facilite le démoulage.

Les opérations de soins spéciaux sont recommandées avant de procéder au coulage, l'introduction du talc sur les déflectueuses du moule facilite l'extraction de la pièce.

Les opérations de lissage à l'éponge, le tournage et polissage sont nécessaires pour ajuster l'épaisseur excédentaire et donner un bon état de la surface de la pièce [12].

#### II.4.7. Le séchage

Le séchage consiste essentiellement à éliminer l'eau non combinée aux constituants de la matière première, par différents procédés (séchage par ventilation et par canalisation).

Le mécanisme de séchage doit être homogène dans toute la masse de la pièce autrement dit ralentir l'évaporation superficielle de l'eau en même temps l'accélération de cheminement d'eau à travers la pâte du cœur de la pièce vers la surface, l'évaporation superficielle dépend :

- De la saturation de l'air séchant.
- De renouvellement de l'air par ventilation.
- De l'état de la surface de la pièce et épaisseur.
- De la qualité des matières premières rapport plastique / dégraissant.
- De la texture de la pâte (serrée ou poreuse).
- De l'évaporation de l'eau d'interposition (ou dessus des séchoirs).

Le séchage de la dernière phase s'opère dans le tunnel du four, les pièces portées sur des wagonnets parcourent le tunnel en sens opposé d'un flux d'air chaud ou fumées propres, tourbillonnent entre les pièces en les ventilant [12].

##### ❖ Effets de séchage

Le séchage provoque plusieurs phénomènes physiques, parmi lesquels :

##### ➤ Le durcissement

Au fur et à mesure que les pâtes perdent leur eau, elles prennent leur plasticité et deviennent plus rigides, ce qui permet leur manipulation.

##### ➤ Le retrait et la perte de poids

L'eau qui s'évapore, provoque une perte de poids et une diminution de volume due au rapprochement des particules argileuses.

On distingue deux phases :

- a) **Dans la première phase** : le retrait est proportionnel au poids d'eau éliminée; c'est le départ de l'eau libre.
- b) **Dans la deuxième phase** : l'eau s'évapore sans retrait de pâte, celle-ci devient poreuse, le volume de pores correspond au poids éliminé dans cette phase [13].

#### II.4.8. L'émaillage

L'émaillage est consisté à la couverte la surface d'une pièce céramique, la rendre imperméable et lui communique une brillance parfaite après cuisson [14].

Dans cette opération les particules de verre ou de ou de céramique à forte fraction de phase vitreuse sont déposées à froid sur le substrat, puis densifier par évaporation de la phase liquide (éventuellement réticulation par recuit).

#### II.4.9. La cuisson

Pendant cette opération, les transformations chimiques et physiques ont lieu d'une manière permanente et le produit céramique acquit son aspect définitif.

Le but de la cuisson est de provoquer par chaleur certaines réactions chimiques et transformations physiques des matières premières. Certains facteurs importants influent d'une façon directe sur ces différentes transformations à savoir la température et le temps de cuisson et la nature de l'atmosphère gazeuse du four [12].

#### II.4.10. les Fours de cuisson

Les fours de cuisson subdivisent en deux catégories : fours intermittents et fours continus.

##### II.4.10.1. Fours intermittents (périodiques)

Ils comprennent les fours intermittents et les fours à cloche, qui se composent par une chambre unique. Les produits à cuire sont amenés à l'aide d'une navette, fermés hermétiquement puis soumis à un cycle de cuisson prédéfini. On emploie généralement des brûleurs à gaz, ce qui permet de commander correctement la température et l'atmosphère du four.

On utilise également l'électricité pour chauffer ce type de fours, notamment dans la fabrication des céramiques techniques. Les fours spéciaux destinés aux céramiques techniques sont, par exemple ,les fours de type HIP (pression isostatique à chaud), les fours à haute température et les fours à atmosphère contrôlées.

Les fours intermittents servent principalement à la fabrication à petite échelle de produits spécialisés tels que les briques spéciales et les raccords de canalisation, les raccords pour tuiles, les produits réfractaires etc.

##### II.4.10.2. Fours continus

###### ➤ Fours tunnels

Ce sont essentiellement des tunnels réfractaires desservis par des rails transportant des wagonnets de four. Ces derniers comportent des supports réfractaires sur lesquels on dépose les produits séchés selon des motifs stables prédéfinis. Les wagonnets sont poussés à travers les fours à intervalles prédéfinis.



La plupart des fours tunnels fonctionnent aujourd'hui par le gaz. La température maximale située dans la zone de cuisson au centre du four. Les produits entrants sont préchauffés par les gaz chauds en provenance de la zone de cuisson, tandis que l'air entrant refroidit les produits cuits et est lui-même préchauffé pour assurer sa fonction de comburant. Une fraction de cet air en provenance de la zone de refroidissement s'évacue généralement vers les séchoirs adjacents, ce qui permet des économies significatives en combustible.

#### ➤ Fours à chambre (Hoffmann)

Ces fours sont constitués d'une série de chambres reliées, qui sont successivement remplies de produits secs (par exemple des briques), fermées hermétiquement, misés en cuisson quasi continue et où les gaz chauds sont attirés d'une chambre dans la suivante. Ce système de liaison, avec des conduits de fumée et des orifices entre les chambres, permet également de préchauffer les produits et de refroidir les effluents gazeux, ce qui améliore le rendement thermique et permet de réduire les coûts par rapport à un four intermittent. Aujourd'hui, ces fours fonctionnent principalement au gaz, mais une alimentation par le dessus, au fioul ou au charbon, se pratique occasionnellement. Ils servent principalement à la fabrication de produits spécialisés, par exemple des briques spéciales de couleur[15].

#### II.4.11. Décoration

C'est un traitement superficiel qui a pour but d'augmenter la qualité esthétique des objets élaborés et cacher quelques défauts de fabrication.

Le décor est appliqué par deux méthodes : la première est appelée décore de grand feu, la seconde est dénommé décore de petit feu.



*Chapitre III*

*Les émaux*  
*(Les glaçures)*

### III.1. Définition de l'émail

Les glaçures appelée aussi émail est un enduit vitrifiable posé sur la surface d'un tesson céramique à fin de le rendre imperméable et par conséquent augmenter sa qualité esthétique.

L'émail est une poudre fusible, composée de différents minéraux (silice, feldspath, kaolin, argile et oxydes métalliques), vitrifiable et plus ou moins opaque (fritte), peut avoir différentes couleurs.

Les dimensions de la couche de glaçures est de 0.15 à 0.50mm, L'action de recouvrir le tesson par l'émail s'appelle émaillage. On peut diminuer la durée de cuisson par une phase de préparation antérieur, dite frittage [16].

### III.2. Les matières premières destinées à la fabrication des glaçures

Les glaçures sont des produits de la famille de verre. Elles sont essentiellement constituées des alcalins, des alcalino-terreux, de silice et d'aluminosilicates.

#### III.2.1. Fondants

Ils sont destinés à abaisser la température de fusion des matières réfractaires (les sables quartzeux).

Les principaux sont :

- **Les oxydes alcalins** :  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ .
- **Le borax** : (tétra borate de sodium) sous sa forme anhydre  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  ; ou hydratée  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  [19].

#### III.2.2. Les alcalino-terreux

##### ➤ La dolomie

Est une roche qui contient essentiellement la dolomite  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$  et des impuretés argileuses, ferreuses, siliceuses et autres. Elle est de couleur grise, jaunâtre ou brune et de structure granulaire. Les propriétés des dolomites sont voisines à celles des calcaires compacts [17].

##### ➤ La craie

Est une roche terreuse, composée presque entièrement du carbonate de calcium. Quelque fois elle contient des matières argileuses et des grains de quartz. La craie est un matériau à haut degré de dispersion. Elle est de couleur blanche et on l'emploi comme pigment blanc ; elle est aussi utilisée pour la production des mastics, de ciment portland et des verres [17].

Le mélange réfractaire et fondant donne un produit plus fusible. Les alcalino-terreux  $\text{CaO}$  et  $\text{BaO}$  permettront d'obtenir des émaux chimiquement stables dont la température de fusion peut être comprise entre 800 et 900°C [19].

### III.2.3. Les aluminosilicates

#### ➤ Les feldspaths

Ce sont des aluminosilicates alcalins ou alcalino-terreux comprennent de nombreuses variétés. On y trouve, associés ou non, l'orthose (feldspath potassique), l'albite (feldspathsodique) et l'anorthite (feldspath calcique).

#### ➤ Les argiles

Sont des roches sédimentaires de silicates d'alumine hydratés de différentes structures cristallines, qui donnent à l'argile ses caractéristiques [19].

#### ➤ Les Kaolins

Une forte proportion dans un émail peut provoquant un écaillage en cru. On corrige ce défaut en calcinant au préalable le kaolin à (950C°) [18].

### III.2.4. Les réfractaires

#### ➤ Le quartz

La silice est l'un des éléments les plus répandus dans la croute terrestre. Elle se trouve dans la nature sous un très grand nombre de formes : la silice anhydre et la silice hydraté.

Dans la préparation des glaçures, les différentes sortes de silice utilisées sont : le quartz, le sable, la source de silice la plus utilisée dans la préparation de glaçures est le quartz d'origine hydrothermal, son rôle est de donner la phase vitreuse et d'augmenter la résistance mécanique par combinaison avec l'alumine [20].

A ces matières on peut ajouter d'autres produits afin d'améliorer la qualité esthétique et mécanique des émaux. On parle ici des produits dits d'addition :

### III.2.5. Produit d'addition

#### ➤ les opacifiants

Les matières opacifiantes sont destinées à améliorer le pouvoir couvrant des revêtements grâce à des phénomènes de diffusion de la lumière. Le pouvoir d'opacification dépend de la taille de leurs particules dispersées dans la matrice vitreuse (la dimension optimale se situant dans l'intervalle (0.2-0.7µm), soit la plage de longueur d'onde de la lumière visible) et de la différence entre les indices de réfraction de l'opacifiant et de la matrice vitreuse.

### ➤ Colorants

La couleur est apportée, au niveau de la pâte ou au niveau de l'émail par des pigments céramique, qui doivent résister aux températures des cuissons en gardant leurs couleurs. Le plus souvent, il s'agit d'oxydes ou de combinaisons d'oxydes.

## III.3. fabrication des émaux

La fabrication des émaux constitue une partie importante des activités de chaque unité de production. Il existe deux modes:

### III.3.1.frittes

La plupart des composés à base de fondants sont soluble dans l'eau tel que les alcalins et les produits bore. Pour les rendre insolubles, on les fond ensemble avec d'autres matières premières, principalement la silice, afin de former des silicates complexes stable et insolubles. Ce produit élaboré se nomme la frite. Les frittes sont des verres bruts, les émaux et les glaçures sont des verres perfectionnés dont la composition est calculée pour adapter leur coefficient de dilatation à celui de la terre.

### III.3.2.colorants

D'une manière générale, nous pouvons dire que la plus grande partie des colorants pour émaux est fabriquée par calcination. Le principe est d'amener, sous l'influence de l'énergie thermique, les atomes ou groupes d'atome à s'arranger, par une réaction chimique, en structure cristallines stables correspondant aux types de colorants à fabriquer. Les colorants pour émaux sont des combinaisons d'oxydes métalliques ou d'éléments de transition. La calcination se fait dans des fours continus, pendant plusieurs d'heures à des températures comprises entre 700°C et 1350°C.

## III.4.préparation de la barbotine

Les matières premières sont broyées dans des appareils appelés broyeurs ou moulins. En suspension dans l'eau, l'émail liquide ou barbotine doit avoir une finesse déterminée, une masse volumique et une consistance adaptée, d'une part à la nature de l'émail lui-même, d'autre part procédé d'application sur le support.

La vitesse de rotation du broyeur est fonction de son diamètre intérieur. En plus de la grenaille d'émail, la charge se compose de produits divers :

- Agent de suspension tels que l'argile, la bentonite ;
- Réfractaires : silice, feldspath, alumine ;
- Electrolytes : les principaux sont le carbonate de potassium, le nitrite de soude, le borax... etc.
- Opacifiant et colorants ;

- Eau : vu l'importance parmi les ajouts au broyeur, elle devra être de qualité constante. a connaissance de sa composition chimique et notamment de sa dureté sera nécessaire pour définir le choix des électrolytes, si nécessaire, elle devra être déminéralisée.

Le broyage terminé, il est nécessaire de tamiser la mouture pour éliminer les grenailles incomplètement broyées et les résidus divers. En plus tamisage, l'émail doit passer dans un séparateur magnétique afin d'éliminer les particules métalliques ferreuse. Un délai de 24h est recommandé, avant l'utilisation, afin que la suspension soit bien stabilisée.

### III.5. propriétés des émaux

Les glaçures céramiques présentent plusieurs propriétés sous leurs différents états, poudre, suspension, couche sèche, liquide fondu. le céramiste peut modifier ces propriétés par le choix des matériaux, le mode de préparation, le Protocole d'application, les conditions de cuisson et de refroidissement, ainsi que par le support de glaçures.

#### III.5.1. propriétés thermique

##### a. Dilatation d'émail

Les glaçures et les émaux doivent d'accorder parfaitement avec la pâte pour les céramiques au point de vue dilatation, cela entérine les risque de tressaillie ou d'écaillage sur les pièces.

##### ➤ Tréssaillage de l'émail

Le tréssaillage est l'apparition de fissures dans la couche d'émail causé par la différence de dilatation entre l'émail et le tesson (terre).

Au cours du refroidissement l'émail passe de l'état visqueux à l'état solide, si le coefficient de dilatation de l'émail n'est pas la même que celui du tesson des contraintes apparaissent vers la fin du refroidissement.

Si le coefficient de dilatation de l'émail est plus grand que celui de la terre la couche d'émail est soumise à des forces de tractions, si la limite élastique de la couche d'émail est dépassé elle se fissure.

Le tréssaillage peut être recherché pour son aspect visuel, il donne un aspect ancien à la poterie. Mécaniquement la couche d'émail n'est plus étanche mais elle garde une bonne cohésion avec le tesson.

##### ➤ Ecaillage de l'émail

Si le coefficient de dilatation de l'émail est plus faible que celui de la terre la couche d'émail est soumise à des forces de compression, si la limite élastique de la couche d'émail est dépassée elle éclate.

L'écaillage n'a aucun intérêt en céramique, il peut entraîner la destruction progressive de la couche d'émail et des parties fines du tesson.

Pour accorder les coefficients de dilatation du tesson et de l'émail deux solutions: changer de terre pour le tesson ou modifier la formule de l'émail.

### b. La tension superficielle de la glaçure fondue

La tension superficielle de la glaçure fondue est une force résultant de la cohésion, qui abaisse au minimum le nombre de molécule à la surface d'un liquide. Cela crée une sorte d'enveloppe invisible qui occupe la plus petite surface possible. la tension superficielle représente la force de la pellicule de surface du liquide.

### c. La fusibilité

Une bonne fusibilité d'une glaçure ou d'un émail doit :

- Napper convenablement à la cuisson en donnant une couche unie, lisse et glacée, sans (moutonnement) ;
- Avoir une bonne fluidité (recouvrement), les gouttes et traînés doivent s'estomper, s'aplanir et devenir invisibles ;
- Posséder cependant une bonne viscosité (évite le dépouillement des arêtes) ;
- Avoir un palier de cuisson étendu et supporter les hétérogénéités de température de four ;
- Oxydes basiques : augmentent la fusibilité, principalement le plomb et les alcalins ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ).
- Oxydes amphotères :  $\text{Al}_2\text{O}_3$  durcit la composition ainsi que  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , par contre  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  augmente la fusibilité.
- Oxydes acides :  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  augment la réfractairité tandis que  $\text{B}_2\text{O}_3$  est un fondant énergique.

On peut classer au point de vue pondéral, selon l'augmentation de la fusibilité :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ .

Un des inter est du frittage set d'améliorer la fusibilité par création d'eutectiques, en effet on s'aperçoit que la température de fusion d'un mélange de deux ou plusieurs composants ne se rapporte pas à la moyenne de leur température de fusion respective, mais plutôt qu'ils réagissent entre eux pour former de nouveaux composés capables de fondre à des températures parfois plus basse que la température de fusion de composé fondant le plus bas.

Par exemple en mélangeant de l'alumine (point de fusion à  $2050\text{C}^\circ$ ) et de la silice (point de fusion à  $1710\text{C}^\circ$ ), n'importe lequel de leurs mélanges fond en dessous de point de fusion de l'alumine et dans le cas d'un mélange composé de 10% d'alumine et de 90% de silice la température de fusion sera de  $1540\text{C}^\circ$ .

La finesse de broyage est également un élément déterminant de la fusibilité en effet plus un matériau sera broyé finement, plus la surface spécifique sera importante et la surface d'échange offerte aux réactions à la température sera augmentée.

#### d. la résistance thermique

A température élevée, les matériaux céramiques peuvent être sollicités. La sensibilité des matériaux céramiques aux tensions thermiques est l'un des facteurs principaux limitant leur utilisation. Une brusque variation de température que ce soit du côté émail peut conduire à la destruction du revêtement vitrifié. Les chocs thermiques les plus dangereux sont ceux causés par la projection de produit froid sur une surface émaillée chaude. Ils conduisent d'abord à la formation d'un réseau de fines fissures superficielles qui peuvent uniquement être détectés par test de choc thermique.

### III.5.2. Les propriétés physiques

#### a. La viscosité

Les émaux doivent posséder assez de viscosité pour ne pas dépouiller les arêtes et ne pas former de gouttes pied des pièces.

Action sur la composition : les corps suivants augmentent la viscosité, ils permettront de napper son couleur, par action décroissant :

- $\text{Al}_2\text{O}_3$  : plus énergétique.
- $\text{SiO}_2$  : énergétique.
- $\text{CaO}$  : à partir d'un certain%.
- $\text{MgO}$  : le moins d'énergie.

#### b. Retrait de la couche de la glaçure au séchage

La couche de glaçure appliquée subit ensuite un important retrait par assèchement si sa recette contient des substances argileuses prédominant, ou si elle contient de grandes quantités de substances susceptibles d'absorber de l'eau. Le retrait au séchage est inférieur lorsque la glaçure renferme davantage de substances rigides (quartz, feldspath, etc.) et est obtenue avec des poudres et des barbotines moins finement moulues. Ainsi les barbotines présentant un important retrait au séchage, comme les engobes, doivent autant que possible être appliquées sur un tesson cru, ce type de tesson présentant lui aussi un retrait au séchage approprié, tandis que des glaçures très fines s'appliquent mieux sur un tesson précuit.



### III.5.3. Les propriétés chimiques

#### - Résistance aux attaques chimiques

Les céramiques ou pièces métalliques émaillées à usage utilitaire (carreaux, vaisselle, sanitaires, ustensiles de cuisson, agroalimentaire...) doivent être résistants aux agents chimiques. On peut dire que la résistance aux agents chimique dépend essentiellement de l'acidité. Or les émaux fusibles cuits à basse température contiennent beaucoup de fondant que sont principalement des basses. On peut donc dire que plus un émail est fusible moins ils résisteront mieux aux attaques chimiques.

Les éléments qui diminuent la résistance aux attaques chimiques acides et basiques sont par ordre croissant :  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ , l'attaquabilité des émaux progressant très vite avec l'augmentation du pourcentage de ces produits.

Les éléments qui augmentent la résistance aux attaques chimiques acides sont par croissant :

- $\text{BaO}$  : à faible pourcentage.
- $\text{B}_2\text{O}_3$  : si par en excès.
- $\text{CaO}$  : efficace, sauf pour des % élevé.
- $\text{Al}_2\text{O}_3$  : à faible %.
- $\text{TiO}_2$  : à faible % cause de son pouvoir colorant.
- $\text{SiO}_2$  : le plus efficace.
- $\text{ZnO}$  : augmente la résistance aux attaques basiques mais diminue la résistance aux attaques acides pour un émail, la résistance aux agents chimiques basique est plus difficile à trouver, car, malgré ce que l'on pourrait supposer, les ions alcalins sont défavorables.



*Chapitre IV*

*Les rayons X*

### IV.1. Diffraction des rayons X

Les rayons X sont à la base de différentes techniques d'analyse comme la radiographie, la spectroscopie et la diffractométrie. Un cristal est un agencement d'atomes, d'ions ou de molécules, avec un motif se répétant périodiquement dans les trois dimensions. Les distances interatomiques sont de l'ordre de l'Angström, du même ordre de grandeur que les longueurs d'onde des rayons X : un cristal constitue donc un réseau 3D qui peut diffracter les rayons X.

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. Cette méthode ne s'applique, jusqu'récemment, qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique et ordonné des atomes dans des plans réticulaires (hkl) tridimensionnels. La méthode permet ainsi clairement de distinguer les produits amorphes (verres...) des produits cristallisés [25].

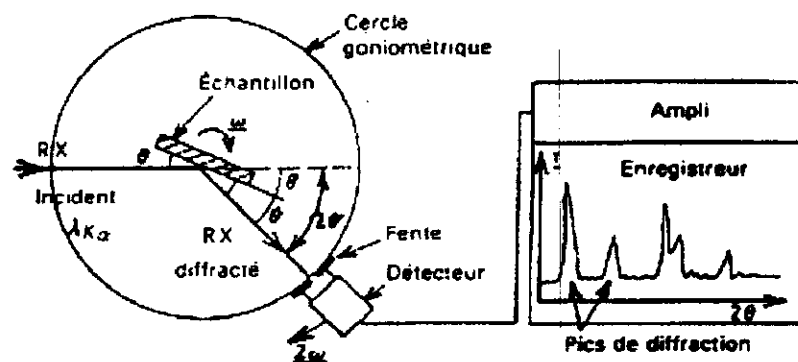


Figure.IV.01 : un diffractomètre à compteur.

Les paramètres expérimentaux sont déterminés par la condition de BARAGG :

Soit une famille de plans {hkl} d'un cristal, caractérisée par une distance inter réticulaire  $d_{hkl}$ , la diffraction se réalise si la différence de marche  $\Delta$  (Eq I.4, Eq I.5) entre deux plans est égale à un multiple de la longueur d'onde  $\lambda$  (Fig.IV.02).

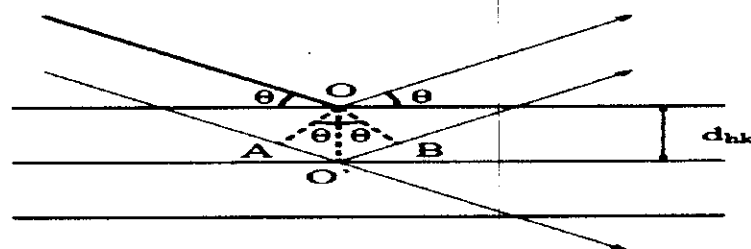


Figure.IV.02 : Théorie de la diffraction.

$$\Delta = AO' + O'B = 2 d_{hkl} \sin \theta \dots \dots \dots (3)$$

Où  $\theta$  : l'angle de diffraction ;

$d_{hkl}$  : distance inter réticulaire entre les plans de la famille  $\{hkl\}$ .

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \dots \dots \dots (4)$$

Cette relation représente la loi de Bragg, où  $n$  est l'ordre de diffraction ( $n \in \mathbb{N}$ ) et  $h, k, l$ , représente les indices de Miller (nombre premiers entre eux) [27].

## IV.2. Méthode des poudres

### IV.2.1. Définition d'une poudre

La poudre se définit de façon plus précise en cristallographie comme un échantillon poly cristallin qui par définition est formé d'un grand nombre de cristallites orientées aléatoirement les unes par rapport aux autres. Chaque cristallite est une entité monocristalline. La préparation de l'échantillon pour l'acquisition des données est une étape délicate pour l'obtention des meilleurs résultats possibles. Il faut prendre en compte trois paramètres [24] :

- \* **La statistique de compactage** : elle est liée à la quantité de matière diffractant, c'est-à-dire nombre de cristallites en position de diffraction. Pour améliorer cette statistique, il faut utiliser le plus grand volume possible de poudre et faire tourner le porte-échantillon
- \* **La taille des grains** : afin d'éviter les problèmes de micro-absorption et d'extinction, il est nécessaire de travailler avec une poudre homogène ayant des grains de petite taille. Pour un échantillon moyennement absorbant, on travaille en général avec des grains de taille inférieure ou égale à  $10 \mu\text{m}$ .
- \* **L'orientation des grains** : une distribution non aléatoire des orientations des grains donne lieu à des orientations préférentielles qui se manifestent par le renforcement de certaines familles de raies de diffraction (Fig.IV.9).

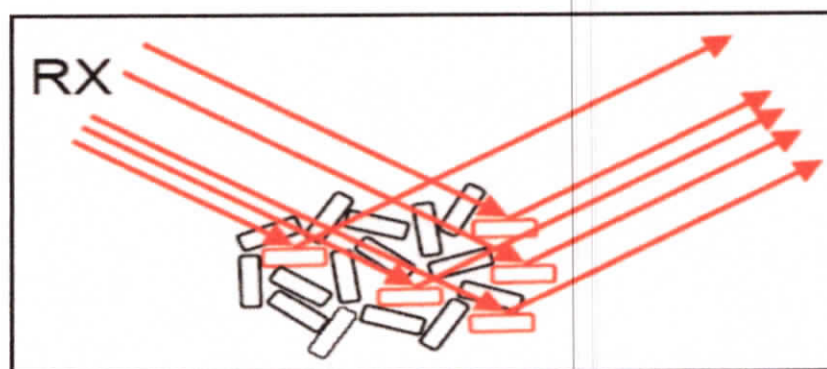


Figure. IV.03 : Orientation préférentiel des grains.

### IV.2.2 Principe de la méthode des poudres

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions ; on parle de phénomène de diffraction. On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation  $2\theta$  du faisceau ; la courbe obtenue s'appelle le diffractogramme. L'échantillon est une poudre homogène isotrope ou bien un solide composé de minuscules cristaux soudés entre eux ; on parle de fait de méthode des poudres. La source de rayons X est un tube sous vide, muni d'un dispositif permettant de ne sélectionner qu'une seule longueur d'onde (filtre, monochromateur) ; on travaille en monochromatique [24].

#### IV.2.2.1 Diffractomètre Bragg – Brentano

##### a. La configuration $\theta$ - $\theta$

L'échantillon est horizontal et immobile, le tube et le détecteur de rayons X bougent symétriquement. Si  $2\theta$  est la déviation du faisceau, l'angle entre l'horizontale et le tube vaut donc  $\theta$  de même que l'angle entre l'horizontale et le détecteur, d'où le nom du montage (Fig.10) [24].

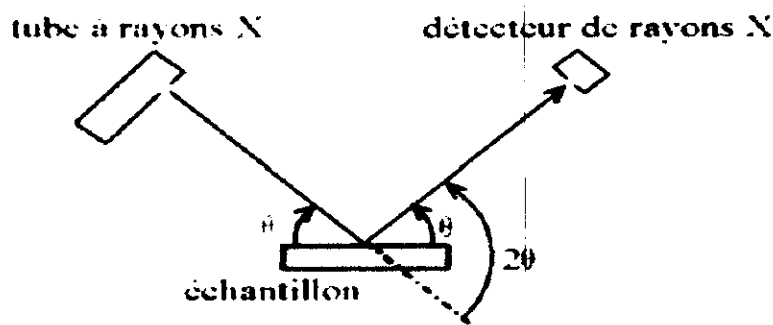


Figure .IV.4. : Définition des angles dans le montage Bragg-Brentano

##### b. La configuration $\theta$ - $2\theta$

Le tube à rayons X est fixe, l'échantillon bouge d'un angle  $\theta$  et le détecteur de rayons X d'un angle  $2\theta$  ; c'est la configuration la plus courante, en effet, le tube étant le dispositif le plus lourde le plus encombrant, il est plus simple de le fixer. (Fig.IV.05). Sur un appareil  $\theta$ - $2\theta$ , le détecteur est fixe et le porte-échantillon bouge. Sur un appareil  $\theta$ - $\theta$ , le tube et le détecteur bougent ensemble [24].

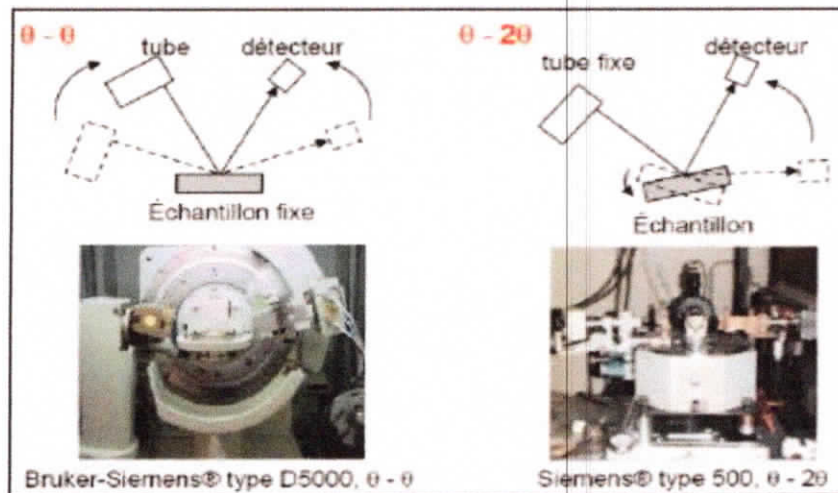
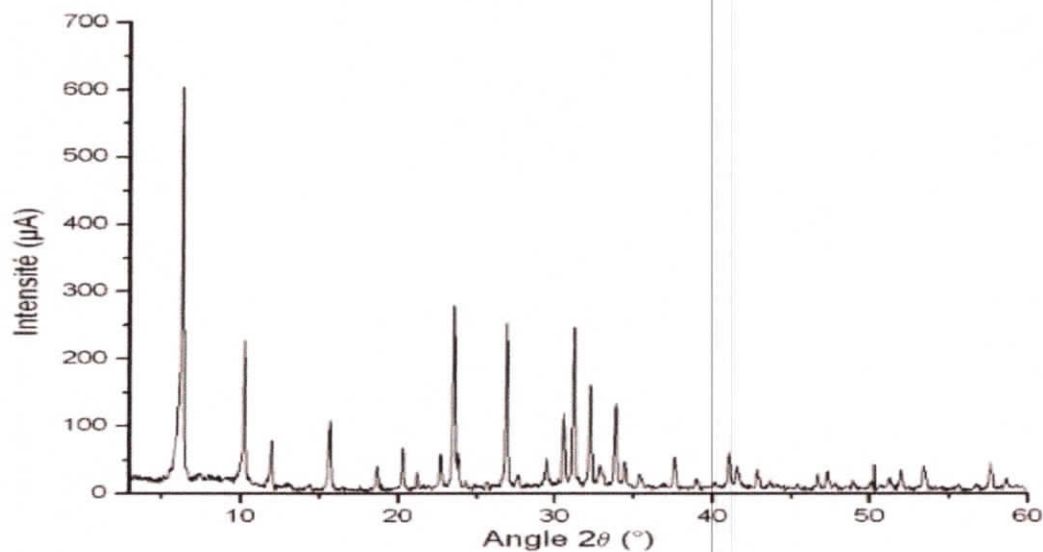


Figure .IV.05: Montage « $\theta$ - $\theta$  (échantillon fixe) et « $\theta$ - $2\theta$  » (tube fixe).

### IV.2.3. Diagramme de poudre

Pour résoudre une structure cristalline par la méthode de diffraction X sur poudre, la première étape est l'enregistrement du diagramme de diffraction [28]. Une fois l'enregistrement effectué, nous obtenons comme données brutes un diagramme en deux dimensions donnant l'encombre de coups de photons X reçus par le détecteur en fonction de sa position sur le cercle de diffraction (FigIV.06).

Figure. IV.06 : Diagramme de poudre  $I=f(\theta)$ .





*Chapitre V*

*La pâte de  
réparation*

### V.1. Généralité sur la pâte de réparation

La pâte de réparation est un mélange de l'émail et de la pâte destiné à la fabrication du tesson céramique à des pourcentages différents. Elle est utilisée pour la réparation des pièces céramiques fissurées après cuisson.

Pour préparer une telle pâte, nous partons de l'idée suivante :

- La diminution de la température de fusion: donc l'ajout de l'émail à la pâte de tesson.
- Avoir une coloration semblable à la pièce originale.

Cette pâte est étalée comme un mastic sur les fissures qui auront lieu sur les pièces céramiques après cuisson. Une autre cuisson à des températures modérées est nécessaire pour fixer la réparation de manière définitive. Elle permet la diminution des rebuts, donc elle joue un rôle économique très important ainsi que la protection de l'environnement. Elle est peut-être utilisée dans la réparation des œuvres d'art ainsi que dans les pièces archéologiques, elle est à mi-chemin entre l'émail et la pâte.

### V.2. La préparation de la pâte de réparation

La préparation de la pâte de réparation nécessite des matières premières comme (l'argile, le kaolin, le quartz, le feldspath...). Ces matières passent par plusieurs procédés (concassage, broyage, tamisage, dosage,...).

Les différents composants sont mélangés pour assurer l'homogénéité du mélange. Les agents défloculation sont incorporés à la suspension pour assurer sa stabilité. A la fin de cette étape, on obtient une suspension qui s'appelle "barbotine". Cette dernière est ensuite pressée dans des filtres presses pour extraire l'excès de l'eau [29].



Le schéma suivant présente le procédé de préparation d'une pâte de réparation

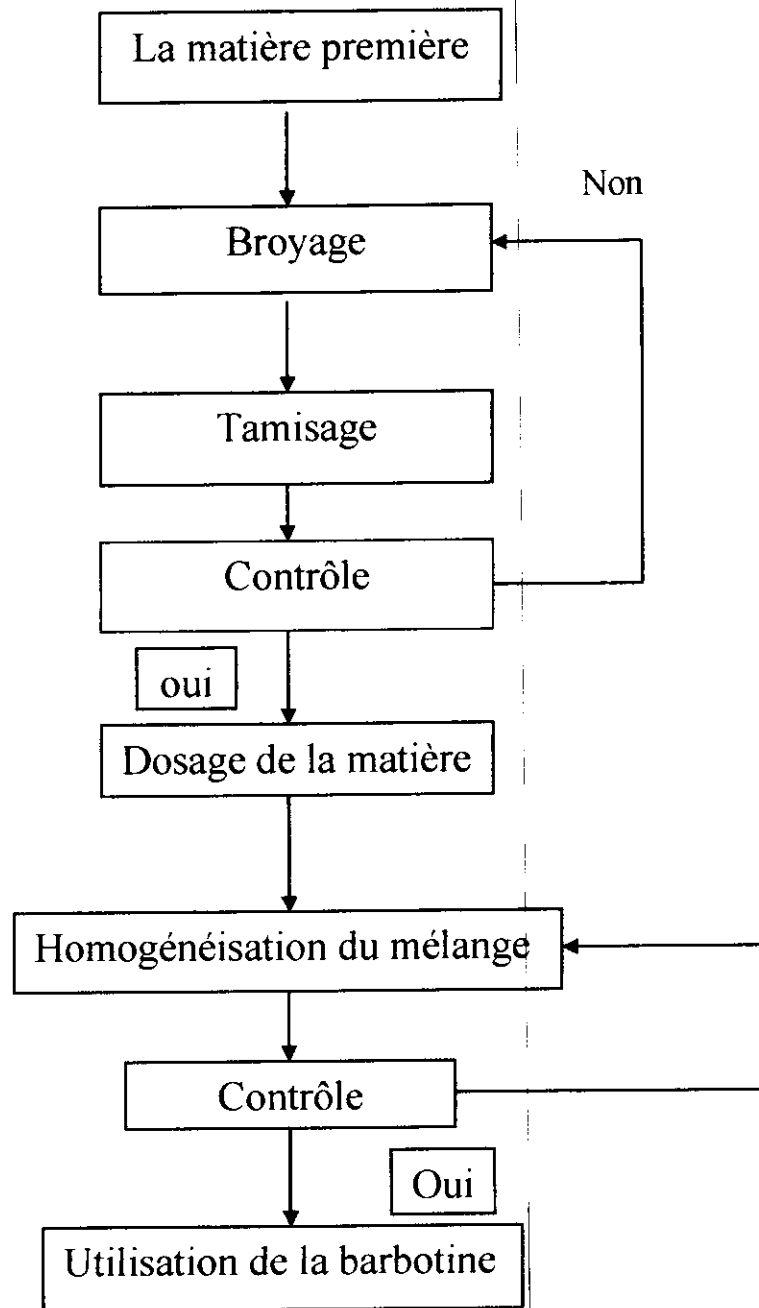


Figure.V.01 : procédé général de préparation d'une pâte de réparation.

### V.3. La classification de la pâte

La pâte peut être classée selon la forme et les dimensions des grains en deux catégories:

- Pâtes non vitrifiées.
- Pâtes vitrifiées.

#### a) Pâtes non vitrifiées

La forme lamellaire des grains conduit à leur orientation facile sous les effets mécaniques du façonnage qui occasionne la formation d'une structure anisotrope. Il résulte des différences de retrait, de résistance mécanique et électrique, de réparation des capillaires entraînant des différences de perméabilité et d'accensions des bulles gazeuses. La résistance mécanique d'un tessou susceptible de varier selon que les grains sont ronds ou anguleux. La forme anguleuse ne permet pas une transmission isotrope de la pression.

D'une façon générale, les formes anguleuses conduisent à des masses moins poreuses et plus compactes que les formes arrondies. Il est souvent utile dans les pâtes des chamottes de choisir un mélange de ces deux sortes de grains [16].

#### b) Pâtes vitrifiées

Dans les Pâtes à grès où la température de cuisson est plus élevée et la teneur en fondant notablement plus importante. Ceux-ci agissent comme éléments fusibles et provoquent le passage de la silice à la forme vitreuse d'autant plus facilement qu'elle est plus finement broyée.

La surface des grains de quartz a un rôle décisif dans le processus de vitrification et constitue la mesure de la réactivité de silice dans l'argile ou dans la pâte [16].

### V.4. Les caractéristiques de la pâte de réparation

#### V.4.1. Plasticité

La plasticité de la pâte est une des propriétés importantes, elle facilite la mise en forme des produits céramiques dont elle assure la cohésion en crue.

C'est une des mesures conventionnelles qui exprime les différences de comportement mécanique liées essentiellement à la variation de la teneur en eau.

##### V.4.1.1 Limites de liquidité ( $W_L$ ) et de plasticité ( $W_P$ )

Elles correspondent aux seuils de passage d'un matériau de l'état solide à l'état plastique ( $W_P$ ) et de l'état plastique à l'état liquide ( $W_L$ ). La limite de plasticité représente donc la teneur en eau d'un sol qui a perdu sa plasticité et se fissure en se déformant lorsqu'il est soumis à des faibles charges [21].

Le domaine de plasticité est calculé par mesure de la tangente de la courbe obtenue à partir la moyenne de l'humidité M (H%) en fonction de la moyenne du rapport des hauteurs M (h/h'), de l'échantillon avant et après compression.

Le tableau suivant présente l'estimation de la plasticité d'une pâte selon les valeurs de l'indice de plasticité:

**Tableau .V.01 : les domaines de plasticité[16].**

Domaine de plasticité	% H <sub>2</sub> O
Basse plasticité	≤ 22
Basse-moyenne plasticité	22 - 26
Plasticité moyenne	26 - 30
Moyenne-haute plasticité	30 - 34
Haute plasticité	≥ 34

#### V.4.2. Le coefficient de dilatation thermique

Il caractérise la capacité d'allongement des dimensions de la matière pour une augmentation de température donnée.

Lorsque les températures de fusion des différents dosages sont inconnues, donc on fait le calcul de coefficient de dilatation thermique pour avoir une idée sur la fusibilité des dosages.

Il est calculé par la relation suivante:

$$\alpha = \alpha_1 p_1 + \alpha_2 p_2 + \alpha_3 p_3 \dots \dots \dots + \alpha_n p_n = \sum \alpha_i p_i \dots \dots \dots (1)$$

Avec :

$p_i$  : Le pourcentage molaire des différents oxydes.

$\alpha_i$  : représente un facteur propre à chaque oxyde.

$\alpha$  : représente le coefficient de dilatation thermique.

#### V.4.3. La fusibilité

C'est l'aptitude qu'ont les émaux fondre puis a s'écouler elle dépend de la granulométrie des constituants de la cinétique de cuisson ou de fusion et la viscosité et de la tension superficielle des masses fondue.

La finesse de broyage est également un élément déterminant de la fusibilité en effet plus un matériau sera broyé finement, plus la surface spécifique sera importante et la surface d'échange offerte aux réactions à la température sera augmentée.

Le coefficient de fusibilité K est calculé par la formule suivante:

$$K = \frac{a_1 n_1 + a_2 n_2 + \dots + a_i n_i}{b_1 m_1 + b_2 m_2 + \dots + b_i m_i} \quad (2)$$

Avec :

$a_i$  : coefficient de fusibilité des oxydes fusibles (CaO, Na<sub>2</sub>O, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO).

$b_i$  : coefficient de fusibilité des oxydes difficilement fusible (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

n et m : teneur pondérale des oxydes correspondants.

#### V.4.4. La température de fusion de la pâte de réparation

La température de fusion dépend de coefficient de dilatation thermique, lorsque la température augmente le coefficient de dilatation thermique diminue, est qu'on la valeur de coefficient de dilatation thermique de l'émail est supérieur à la valeur de coefficient de dilatation thermique de la pâte, et la pâte de réparation est un mélange de l'émail et la pâte ; donc la température de fusion de la pâte de réparation est entre la température de fusion de la pâte et de l'émail.

Pour déterminer la composition et la température de fusion de chaque dosage de la pâte de réparation on fait l'analyse par Rx.

#### V.4.5. La tension superficielle de la pâte de réparation

La tension superficielle de la pâte au cours de la fusion est la force qui tend à empêcher un liquide de s'étaler sur une surface plane sous l'effet de la gravité et la viscosité. C'est pourquoi les liquides qui ont une tension élevée s'étalent difficilement sur cette surface: ils les mouillent mal. Si la pâte fondue présente une tension élevée et par conséquent une importante viscosité, elle adhère mal au tesson et fond généralement pour former des ilots et des gouttes et non pas pour former une surface plane et homogène.

Ce défaut peut disparaître en augmentant la température de cuisson, la tension superficielle diminuant quand la température augmente. Plus la tension superficielle de la pâte est faible, plus sa surface régulière et lisse.

La tension superficielle (G) peut être calculée par la formule suivante:

$$G = \sum (g_i \cdot P_i) \dots\dots\dots (3)$$

Avec :

$g_i$  : coefficient de la tension relatif à l'oxyde considéré (dynes/cm) à 1300°C.

$P_i$  : % molaire respectif de l'oxyde dans la composition moléculaire.



*Partie*

*Pratique*



*Chapitre I*

*Les moyens  
d'investigations*

### I.1.les moyens d'investigation

Ceux sont des méthodes de caractérisation utilisées pour déterminer les différents propriétés et comportements de matières premières et de matériaux tels que : la composition chimiques, l'humidité, le coefficient de dilatation thermique, la fusibilité et la tension superficielle.

### I.2. L'analyse chimique des matières premières

L'analyse chimique des matières premières sont effectuées dans le laboratoire du "centre d'études et de services technologiques de l'industrie des matériaux de construction (C.E.T.I.M)" à Boumerdes- Algérie, par la méthode de fluorescence des rayons X est fournis par la société céramique sanitaire d'El-Milia (S.C.S)

Le tableau suivant représente la composition chimique des matières premières destinées à la préparation de l'émail :

**Tableau .I.01** : pourcentage des matières premières destinées à la préparation de l'émail.

M.P D.O	Quartz	Kaolin Remblend	Dolomie	Carbonate deCaCO <sub>3</sub>	Silicate de Zirconium	Feldspath sodique 2
SiO <sub>2</sub>	98.5	48	0.2	0.06	33	68
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.45	36.5	0.036	0.09	1.1	19.0
TiO <sub>2</sub>	0.04	0.05	0.02	0	0.15	0.045
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.4	1.01	0.034	0.02	0.07	0.11
CaO	0.8	0.07	31.45	55.63	0	1.20
MgO	0.13	0.30	20.38	0.01	0	0.05
K <sub>2</sub> O	0.2	2	0	0	0	0.20
Na <sub>2</sub> O	0.09	0.1	0	0	0	10.0
ZnO	0	-	0	0	0	-
ZrO <sub>2</sub>	-	-	0	0	66	-
P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-	-
P.A.F	-	12.0	47	43.8	0	0.30



Le tableau suivant représente la composition chimique des matières premières destinées à la préparation de la pâte de tesson :

**Tableau .I.02 :** pourcentage des matières premières destinées à la préparation de la pâte de tesson.

M.P D.O	Argile	Kaolin Remblend	Kaolin LPC	Kaolin KT2	Feldspath potassique	Feldspath sodique 1	Quartz
SiO <sub>2</sub>	53	48	48.5	49.30	68.3	69.0	96.33
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30	36.5	36	33.50	16.2	17.0	0.63
TiO <sub>2</sub>	1.0	0.05	0.06	0.24	0.02	0.35	0.08
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.2	1.01	1.0	1.59	0.12	0.15	0.26
CaO	0.2	0.07	0.05	0.08	0.2	0.75	1.20
MgO	0.3	0.30	0.30	0.40	-	0.10	0.51
K <sub>2</sub> O	2.0	2	2.15	2.75	10.2	0.25	0.18
Na <sub>2</sub> O	0.2	0.1	0.15	0.09	2.0	9.5	0.45
P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-	0.20	-
Li <sub>2</sub> O	-	-	-	-	-	-	-
Carbone	2.2	-	-	-	-	-	-
P.A.F	12.2	12.0	11.7	10.5	0.5	0.32	1.37

### a- Le taux de L'humidité

C'est le pourcentage d'eau dans un matériau ou dans une matière première, mesuré pour faire un dosage correcte des échantillons.

#### L'appareillage

- La balance
- Les capsules
- L'étuve

### b- protocole expérimentale

On pèse une masse de l'échantillon humide ( $M_h$ ) dans une capsule, on le chauffe dans une étuve à 110°C pendant 30 minutes, on répète la pesée et le chauffage jusqu'à ce que la masse devienne constante, on la note ( $M_s$ )

Le taux de l'humidité H(%) est calculé par la formule:

$$H(\%) = \frac{M_h - M_s}{M_h} * 100$$

$M_h$  : la masse de la matière humide ;  $M_s$  : la masse sèche.

### I.3. Calcul le taux de l'humidité

#### Pour la pâte :

On pèse une quantité (100g) de la pâte à l'étuve, on pèse l'échantillon chaque 30 minutes de chauffage jusqu'à une valeur d'une masse fixe à température 110°C. Les résultats sont représentés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau.I.03** : La détermination de taux de l'humidité de la pâte de tesson.

Temps de séchage (min)	0	30	60	90	120	150
Masse (g)	100	89	78.7	72.7	72.5	72.5

L'humidité sera :  $H\% = \frac{M_h - M_s}{M_h} * 100$ .

$M_h = 100$  g ,  $M_s = 72.5$ g .

$$H\% = \frac{100 - 72.5}{100} * 100 = 27.5\% .$$

L'humidité de la pâte sera **27.5%**

#### Pour l'émail

On met une quantité (100g) de l'émail à l'étuve, on pèse l'échantillon chaque 30 minutes jusqu'à une masse fixe à température 110°C.

Les résultats sont représentés dans le tableau ci-dessous

**Tableau.I.04** : La détermination de taux de l'humidité de l'émail.

Temps de séchage (min)	0	30	60	90	120	150
Masse (g)	100	86.9	75	68.6	68.6	68.6

$$H\% = \frac{M_h - M_s}{M_h} * 100 \iff H\% = \frac{100 - 68.6}{100} * 100 = 30.4\% .$$

L'humidité de l'email est **30.4%**.

#### I.4. Calcul la composition chimique de l'émail et la pâte

❖ **L'émail** : est constituée des matières premières suivantes

- Kaolin RMD : 9%.
- Feldspath sodique : 35%.
- Quartz ( Bir el-Ather) : 26%.
- Carbonate de calcium: 10%.
- Zircon ( $ZrO_2$ ) : 9%.
- Dolomie: 8%.
- Oxyde de Zinc ( $ZnO$ ): 3%

A partir des résultats de l'analyse chimique citée ci-dessus dans les tableaux N°01 on calcul la composition chimique de l'émail:

##### 1. Kaolin RMD

Dans 100g (Kaolin RMD)  $\longrightarrow$  48g de ( $SiO_2$ ).

9g (Kaolin RMD)  $\longrightarrow$  (m) g de ( $SiO_2$ ).

$$m(SiO_2) = 4.32g.$$

De la même manière, on calcul les masses des différentes oxydes pour toutes les matières premières :

**Tableau.I.a<sub>1</sub>** : La composition chimique de Kaolin RMD.

D.O	$SiO_2$	$Al_2O_3$	$TiO_2$	$Fe_2O_3$	CaO	MgO	$K_2O$	$Na_2O$	PF
%	4.32	3.28	0.004	0.09	0.006	0.027	0.18	0.009	1.08

##### 2. Feldspath sodique

**Tableau.I.a<sub>2</sub>** : La composition chimique de feldspath sodique.

D.O	$SiO_2$	$Al_2O_3$	$TiO_2$	$Fe_2O_3$	CaO	MgO	$K_2O$	$Na_2O$	PF
%	23.8	6.65	0.015	0.038	0.42	0.017	0.07	3.5	0.105

## 3. Quartz ( Bir el-Ather)

Tableau.I.a<sub>3</sub> : La composition chimique de Quartz.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
%	25.61	0.11	0.01	0.104	0.20	0.033	0.052	0.023

4. Carbonate de calcium(CaCO<sub>3</sub>)Tableau.I.a<sub>4</sub> : La composition chimique de Carbonate de calcium(CaCO<sub>3</sub>).

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	PF
%	0.006	0.009	0.002	5.56	0.001	4.38

5. Zircon (ZrO<sub>2</sub>) :Tableau.I.a<sub>5</sub> : La composition chimique de Zircon.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>
%	2.97	0.099	0.013	0.006	5.94

## 6. Dolomie :

Tableau.I.a<sub>6</sub> : La composition chimique de Dolomie.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	PF
%	0.016	0.002	0.001	0.002	2.51	1.63	3.76

La masse totale de chaque oxyde dans l'émail sera la somme de cet oxyde dans toutes les matières premières:

$$m(\text{SiO}_2) = 4.32_{(\text{Kaolin RMD})} + 23.8_{(\text{Feldspath sodique})} + 25.61_{(\text{Quartz})} + 0.006_{(\text{CaCO}_3)} + 2.97_{(\text{zircon})} + 0.016_{(\text{dolomie})}$$

$$= 56.72\text{g}$$

De la même manière on calcul la somme des différents oxydes qui constituent l'émail: les résultats sont données dans le tableau suivant :

Tableau.I.05 : La composition chimique de l'émail.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	ZrO <sub>2</sub>	ZnO	PF	TOT
%	56.72	10.15	0.044	0.208	8.69	1.7	0.302	3.53	5.94	3	9.32	99.6

❖ La barbotine (pâte) : est constituée des matières premières suivantes :

- Argile Hycast : 26%.
- Kaolin KT2 : 5%.
- Kaolin LPC : 9%.
- Kaolin RMD : 13%.
- Feldspath sodique : 7.6%.
- Feldspath potassique : 11.4%.
- Quartz : 28%.

A partir des résultats de l'analyse chimique cités ci-dessus dans les tableaux 2 on calcul la composition chimique de la pâte:

### 1. L'argile Hycast

100g (ArgileHycast) → 53 g (SiO<sub>2</sub>).  
 26g (Argile Hycast) → (m)g (SiO<sub>2</sub>).

$$m(\text{SiO}_2) = 13.78\text{g.}$$

De la même manière on calcul la somme des différents oxydes qui constituent la pâte, les résultats sont donnés dans le tableau suivant:

Tableau.I.06 : La composition chimique de la pâte.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Carbone	PF	TOT
%	66.91	14.83	0.33	0.53	0.36	0.31	2.33	1.14	0.015	0.572	6.77	94.09

### I.5. Elaboration des échantillons

La pâte de réparation que nous allons préparer est constituée de la pâte de tesson et de l'émail opaque élaboraient à l'usine de la céramique sanitaire d'El Milia.

Les dosages qui nous avons réalisés pour notre étude sont :

**Tableau.I.07** : la composition des différents dosages.

	Dosage 1	Dosage 2	Dosage 3	Dosage 4	Dosage 5
<b>La pâte (%)</b>	20	80	50	100	0
<b>L'émail (%)</b>	80	20	50	0	100

- Calcul de la composition chimique de chaque dosage

Pour le dosage 1 :

- Pour la pâte :

$$\begin{array}{l}
 \text{Dans 100g de la pâte} \longrightarrow 66.91 \text{ g (SiO}_2\text{)} \\
 \text{Dans 20g de la pâte} \longrightarrow \text{mg (SiO}_2\text{)}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} \text{Dans 100g de la pâte} \\ \text{Dans 20g de la pâte} \end{array}} \right\} M(\text{SiO}_2) = 13.38\text{g}$$

- Pour l'émail :

$$\begin{array}{l}
 \text{Dans 100g de l'émail} \longrightarrow 56.72 \text{ g (SiO}_2\text{)} \\
 \text{Dans 80g de l'émail} \longrightarrow \text{mg (SiO}_2\text{)}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} \text{Dans 100g de l'émail} \\ \text{Dans 80g de l'émail} \end{array}} \right\} m(\text{SiO}_2) = 45.37\text{g}$$

On calcule la composition chimique de la pâte de réparation par sommation de la masse de chaque oxyde de la pâte et de l'émail ; Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

**Tableau.I.08** : La composition chimique du dosage 1.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Carbone	PF	ZnO
%	58.75	11.08	0.105	0.272	7.02	1.42	0.7	3.04	0.003	0.1144	8.88	2.4
D.O	ZrO <sub>2</sub>	TOT										
%	4.752	98.53										

De la même manière on calcule la composition chimique de différents dosages :

**Pour le dosage 2**

**Tableau.I.09:** La composition chimique du dosage 2.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Carbone	PF	ZnO
%	65.78	13.07	0.288	0.5616	2.098	0.564	1.8504	2.028	0.0208	0.457	6.777	0.6
D.O	ZrO <sub>2</sub>	TOT										
%	1.188	95.32										

**Pour le dosage 3**

**Tableau.I.10 :** La composition chimique du dosage 3.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Carbone	PF	ZnO
%	62.61	11.975	0.186	0.429	4.565	0.99	1.8504	2.591	0.013	0.286	7.802	1.5
D.O	ZrO <sub>2</sub>	TOT										
%	2.97	96.92										

**Pour le dosage 4**

**Tableau.I.11:** La composition chimique du dosage 4.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Carbone	PF	TOT
%	68.05	13.8	0.35	0.52	0.45	0.28	2.24	1.653	0.026	0.572	6.14	94.25

**Pour le dosage 5**

**Tableau.I.12:** La composition chimique du dosage 5.

D.O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	ZrO <sub>2</sub>	ZnO	PF	TOT
%	56.72	10.15	0.044	0.208	8.69	1.7	0.302	3.53	5.94	3	9.32	99.6

**I.6. Le calcul des quantités nécessaires de la pâte et de l'email pour chaque dosage**

Première mot en calcule l'humidité de chaque constituant pour avoir un dosage exacte.

La masse de l'email humide:2000g.

Le taux de l'humidité de l'email : 30.4%.

Le taux de l'humidité de la pâte : 27.5%.

La pâte : 20%.

L'email : 80%.

**Pour l'email**

$$\begin{array}{l} 2000g \longrightarrow 100\% \\ m_{\text{email sèche}} \longrightarrow 80\% \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 2000g \\ m_{\text{email sèche}} \end{array}} \right\} m_{\text{email sèche}} = 1600g.$$

$$\begin{array}{l} 100g \longrightarrow 30.4 m_{H_2O} \\ 1600g \longrightarrow m_{H_2O} \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 100g \\ 1600g \end{array}} \right\} m_{H_2O} = 502.4g$$

$$m_{h\acute{e}} = m_{\text{email sèche}} + m_{H_2O}$$

$$m_{h\acute{e}} = 1600 + 502.4 = 2102.4g.$$

**pour la pâte**

$$\begin{array}{l} 2000g \longrightarrow 100\% \\ m_{\text{pâte sèche}} \longrightarrow 20\% \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 2000g \\ m_{\text{pâte sèche}} \end{array}} \right\} m_{\text{pâte sèche}} = 400g.$$

$$\begin{array}{l} 100g \longrightarrow 27.5 m_{H_2O} \\ 400g \longrightarrow m_{H_2O} \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 100g \\ 400g \end{array}} \right\} m_{H_2O} = 110g$$

$$m_{hp} = m_{\text{pâte sèche}} + m_{H_2O}$$

$$m_{hp} = 400 + 110 = 510g.$$

On fait le même calcul pour les différents dosages :

**Tableau.I.13 :** La quantité de matière nécessaire de l'email et de la pâte pour chaque dosage.

Dosage N°	1	2	3	4	5
M <sub>h</sub> de la pâte (g)	510	2040	1275	2550	0
M <sub>h</sub> de l'email (g)	2102.4	525.6	1314	0	2628



### I.7. L'élaboration de la pâte de réparation

#### ➤ Mode opératoire

- On pèse les quantités nécessaires de l'émail et de la barbotine (la pâte).
- Introduit les deux dans une jarre on les mélange pendant 30 minutes pour bien homogénéiser.
- Après, on verse le mélange sur les plaques en plâtre pour le séchage.
- On préparer un cône de fusibilité pour chaque dosage.
- Après séchage, on les aintroduits dans le four tunnel à température maximale 1200°C.
- En récupéré les cônes et choisi le cône qui présent la bon fusion pour faire un traitement thermique sur leur pate de réparation.
- Par examen visuel, on remarque que le dosage 01 (80% émail et 20% pâte) est le meilleur.
- On faire le concassage et tamisage de ces cônes pour obtenir des constituants très utiles pour l'opération d'analyse au rayon X.

## *Chapitre II*



# *Méthodes de caractérisation*

## II.1. la plasticité

Par définition, la plasticité  $W_p$  est la teneur en eau d'un sol caractérisant la transition entre un état plastique et un état solide.

### II.1.1. Mesure de la plasticité

Pour mesurer la plasticité on procède comme suit :

#### II.1.1.a. L'appareillage nécessaire

- La balance.
- L'étuve.
- Appareil PFEFFERKORN (plastification).

#### II.1.1.b. Protocole expérimentale

- on prend séparément trois échantillons de chaque dosage de différentes humidités (sèche, semi humide, humide). On introduit chaque échantillon dans un moule cylindrique, spécifique à l'appareil de plastification (PFEFFERKORN). Après démoulage, on mesure la hauteur de l'échantillon cylindrique ( $h$ ).
- on applique une compression par l'appareil de plastification sur l'échantillon cylindrique de hauteur ( $h$ ) pour obtenir la deuxième hauteur après compression ( $h'$ ).
- Le test est répété 5 fois pour chaque échantillon pour avoir un rapport ( $h/h'$ ) moyen.
- On pèse l'échantillon obtenu pour avoir son poids avant séchage ( $P$ ). l'échantillon est ensuite séché à l'air libre pendant 24h; puis dans l'étuve à 100°C pendant 4 heures.
- Après séchage, l'échantillon est encore pesé une autre fois pour savoir son poids après séchage ( $P'$ ).

➤ La moyenne ( $M$ ) :  $M = \frac{\sum h_i/h_i'}{5}$  ..... (II.5)

$h$ : hauteur initial de l'échantillon cylindrique,  $h'$ : hauteur final de l'échantillon cylindrique.

➤ l'humidité ( $H$ ) :  $H\% = \frac{P-P'}{P} \times 100$  ..... (II.6)

$P$  : poids avant séchage;  $P'$  : poids après séchage.

➤ La moyenne de l'humidité ( $M$ ) :  $M = \frac{\sum H_i\%}{5}$  ..... (II.7).

H% : est l'humidité.

Les résultats précédents sont résumés dans les tableaux suivants:

### II.1.2. Calcule de la plasticité

Dosage 1 :

Tableau.II.01 : Les différents paramètres du dosage 1.

	h (mm)	h' (mm)	h/h'	M(h/h')	P(g)	P'(g)	H%	M(H%)
<b>Humide</b>	39	15	2.6	2.32	67.34	54.01	19.79	19.05
	38.5	16	2.4		71	58.12	18.14	
	39.5	17	2.32		69.8	56.82	18.59	
	40	19	2.1		73.05	59.12	19.06	
	39.5	18	2.19		70.99	57.01	19.7	
<b>Semi humide</b>	40	24.5	1.63	1.89	72.2	58.56	18.9	18.82
	39	23	1.7		68.69	56.17	18.22	
	41	17	2.41		67.96	55.14	18.86	
	40	21	1.9		72.24	58.57	18.92	
	39	21	1.85		70.22	56.73	19.21	
<b>Sèche</b>	41	24	1.7	1.61	71.74	58.47	18.49	17.76
	39	24	1.63		70.75	58.56	17.22	
	40	25.5	1.57		70.49	58.39	17.16	
	40	25.5	1.57		66.17	54.41	17.77	
	40	25	1.6		69.53	56.89	18.17	

A partir de tableau ce dessus on trace le graphe suivant :

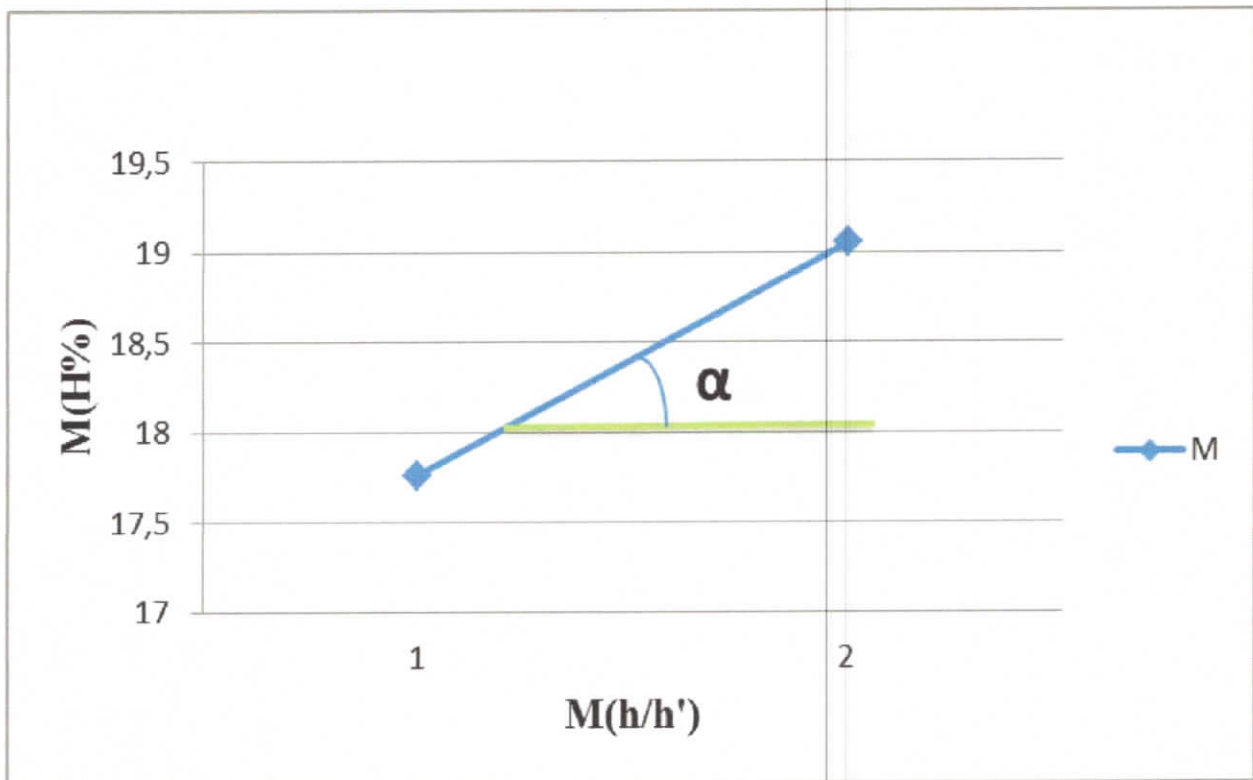


Figure N°01 :M (H%) en fonction de M (h/h') de dosage 1.

En remarque une augmentation linéaire de la moyenne de l'humidité en fonction de la moyenne du rapport h/h'.

D'après ce graphe on calcule le domaine de plasticité :

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{19.06 - 17.76}{2.32 - 1.61} = 1.83 \dots \dots \dots (1)$$

$$\text{D'autre part } \operatorname{tg} \alpha = \frac{H\% - 19.06}{3.25 - 2.32} = 1.83 \dots \dots \dots (2)$$

(3.25 : est le rapport max qui correspond au pourcentage (%) de l'eau dans la pâte).

Donc d'après (1) et (2), on trouve:  $H\% = 20.76\% \leq 22$  **pâte de basse plasticité.**

## Dosage 2 :

Tableau.II.02 : Les différents paramètres du dosage 2.

	H (mm)	H' (mm)	h/h'	M(h/h')	P(g)	P'(g)	H%	M(H%)
<b>Humide</b>	41	12	3.41	3.09	68.17	53.67	21.27	20.78
	41	13	3.15		69.19	54.68	20.97	
	41	14	2.92		70.04	55.26	21.1	
	40	13	3.07		69.03	54.59	20.91	
	41	14	2.92		68.16	54.76	19.65	
<b>Semi humide</b>	40	16	2.5	2.25	65.04	51.54	20.75	19.98
	39.5	17	2.32		63.63	50.70	20.32	
	41	18	2.27		66.26	53.04	19.95	
	40	19	2.1		70.29	56.64	19.41	
	40	19	2.1		66.03	53.16	19.49	
<b>Sèche</b>	40	20	2	1.82	64.07	51.29	19.94	19.12
	41	22	1.86		70.04	56.62	19.16	
	41	22	1.86		69.19	55.98	19.09	
	41	23.5	1.74		70.28	57.32	18.44	
	40	24	1.66		69.45	56.26	19	

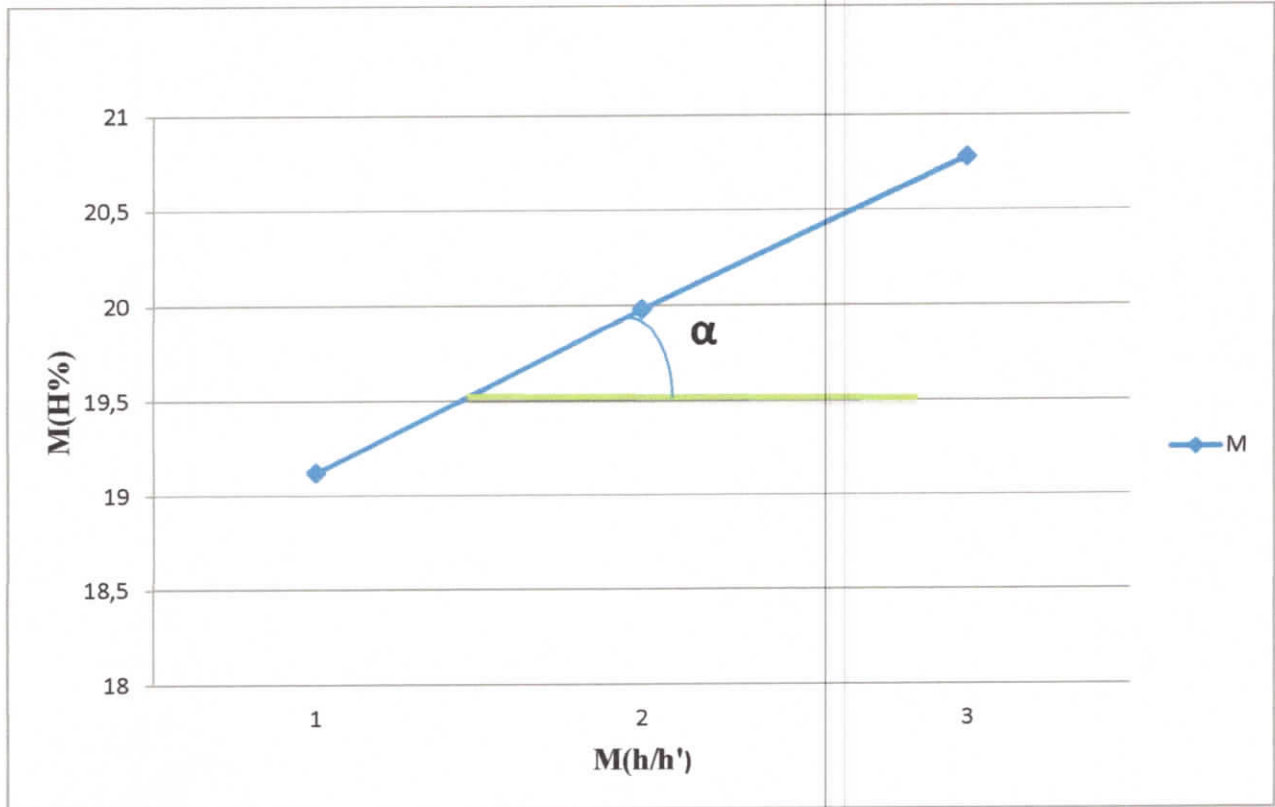


Figure.II.02 :M (H%) en fonction de M (h/h') de dosage 2.

De même manière on calcule le domaine de plasticité de dosage 2 :

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{20.78 - 19.98}{3.09 - 2.25} = 0.95 \dots \dots (1).$$

$$0.95 = \frac{H\% - 20.78}{3.25 - 3.09} \dots \dots (2).$$

De (1) et (2), on trouve:  $H\% = 20.93\% \leq 22$  **pâte de basse plasticité.**

## Dosage 3 :

Tableau.II.03 : Les différents paramètres du dosage 3

	H (mm)	H' (mm)	h/h'	M(h/h')	P(g)	P'(g)	H%	M(H%)
<b>Humide</b>	39	13	3	2.59	63.57	50.36	20.78	20.31
	40	15	2.66		68.17	54.03	20.75	
	41	16	2.56		69.95	55.89	20.1	
	39	16	2.43		70.37	56.33	19.95	
	41	17.5	2.34		72.17	57.75	19.98	
<b>Semi humide</b>	39.5	20	1.97	1.85	69.38	55.49	20.02	19.78
	41	22	1.86		71.12	57.01	19.83	
	41	22	1.86		70.79	56.80	19.76	
	40	21	1.9		71.37	57.36	19.63	
	39	23	1.69		69.04	55.94	19.67	
<b>Sèche</b>	41	25	1.64	1.59	71.58	58.06	18.88	18.38
	40	23.5	1.7		65.9	53.88	18.23	
	39	25	1.56		70.35	57.67	18.02	
	41	26	1.57		70.98	57.97	18.32	
	40	27	1.48		72.19	58.58	18.47	



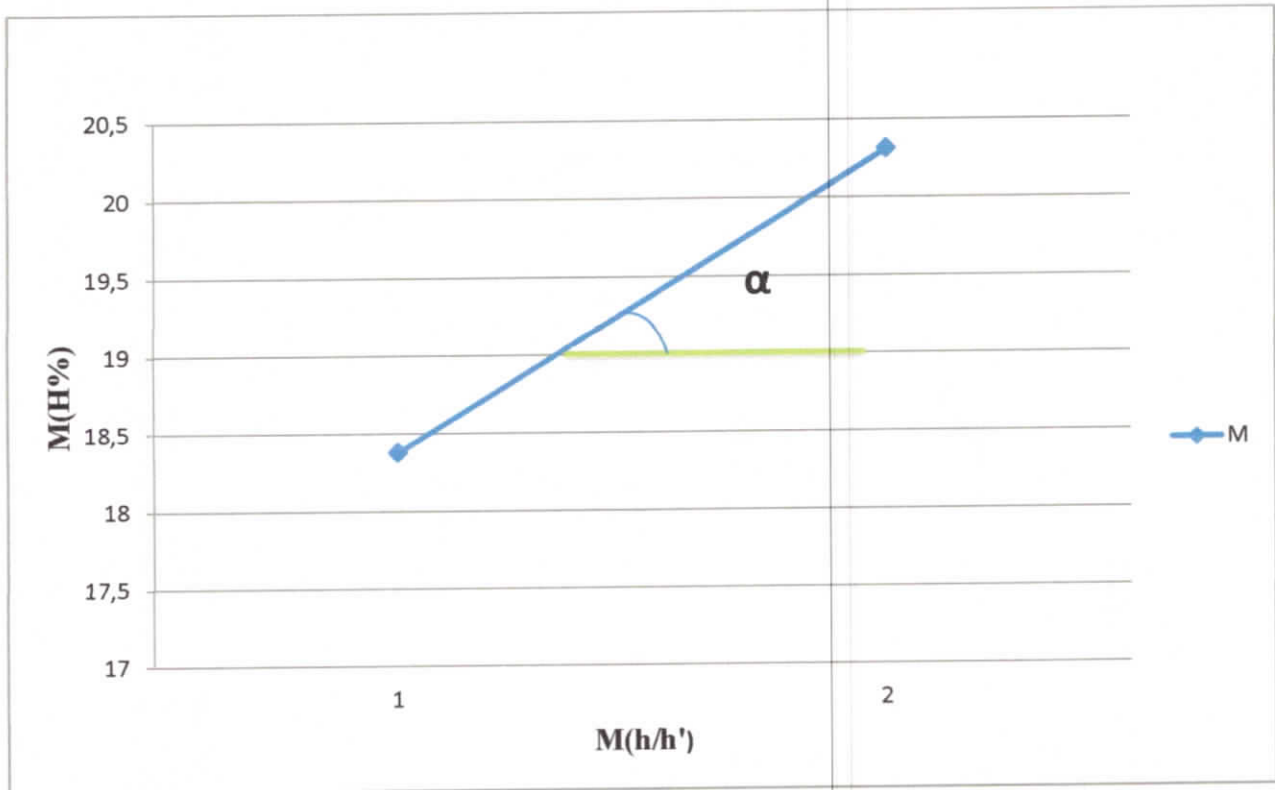


Figure N°03 : M (H%) en fonction de M(h/h') de dosage 3.

De même manière on calcule le domaine de plasticité de dosage 3 :

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{20.31 - 18.38}{2.59 - 1.59} = 1.93 \dots \dots (1).$$

$$1.93 = \frac{H\% - 20.31}{3.25 - 2.59} \dots \dots (2).$$

De (1) et (2), on trouve :  $H\% = 21.58\% \leq 22$  **pâte de basse plasticité.**

Dosage 4 :

Tableau.II.04 : Les différents paramètres du dosage 4

	H (mm)	H' (mm)	h/h'	M(h/h')	P(g)	P'(g)	H%	M(H%)
<b>Humide</b>	40	16	2.5	2.78	68.59	54.46	20.6	20.88
	38	12	3.16		67.95	53.58	21.14	
	40	12	3.33		66.44	52.44	21.07	
	39	14	2.78		66.96	53.05	20.77	
	39	15	2.6		68.98	54.6	20.84	
<b>Semi humide</b>	40	18.5	2.16	2.15	70.2	56.01	20.21	20.27
	40	19.5	2.05		68.68	54.91	20.04	
	41	20	2.05		71.04	56.61	20.31	
	40	18	2.22		69.77	55.58	20.33	
	41	18	2.27		69.84	55.55	20.46	
<b>Sèche</b>	41	24	1.7	1.69	70.21	55.23	21.33	19.15
	40	22.5	1.77		69.10	55.62	19.5	
	41	24	1.7		67.89	54.75	19.35	
	40	22.5	1.77		64.64	52.17	19.29	
	40	26	1.53		67.99	56.9	16.31	

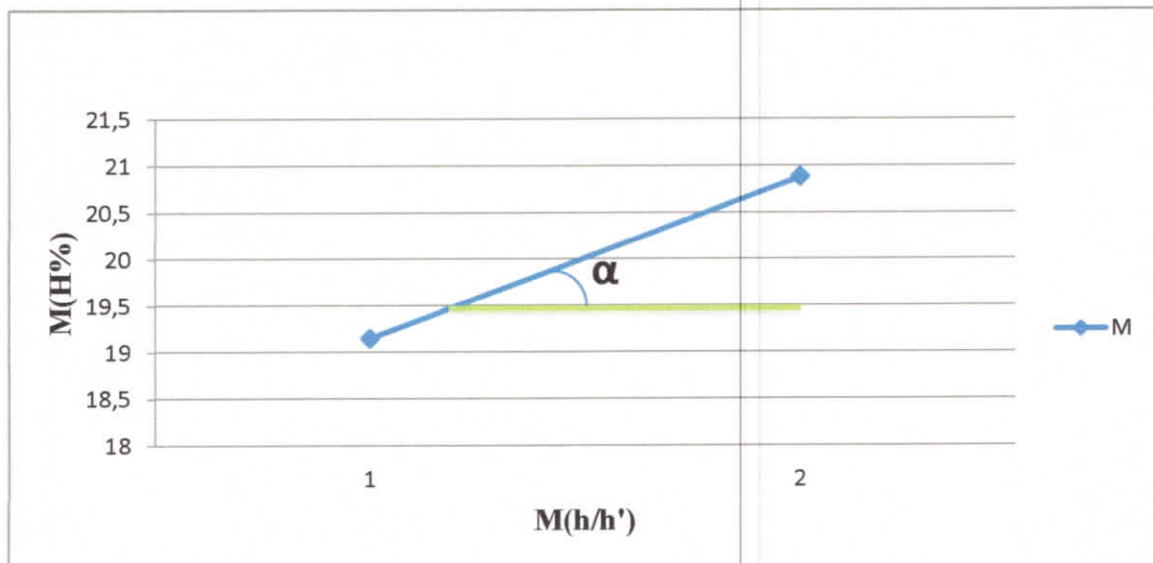


Figure.II.04 :M (H%)en fonction de M (h/h') de dosage 4.

De même manière on calcule le domaine de plasticité de dosage 4 :

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{20.88-19.15}{2.78-1.69} = 1.58 \dots \dots (1).$$

$$1.58 = \frac{H\% - 20.88}{3.25 - 2.78} \dots \dots (2).$$

De (1) et (2), on trouve :  $H\% = 21.62\% \leq 22$  **pâte de basse plasticité.**

**Dosage 5 :**

**Tableau N°05 : Les différents paramètres du dosage 5.**

	H (mm)	H' (mm)	h/h'	M(h/h')	P(g)	P'(g)	H%	M(H%)
<b>Humide</b>	37	12	3.08	2.83	69.01	54.18	21.72	21.42
	35	12	2.91		69.06	54.19	21.53	
	38	14	2.71		77.6	60.99	21.4	
	37.5	14	2.67		74.89	58.94	21.29	
	39	14	2.79		70.11	55.24	21.2	
<b>Semi humide</b>	36	18	2	2.07	72.36	57.18	20.96	20.96
	38	17.5	2.17		71.12	56.17	21.02	
	38	18	2.11		73.78	58.19	21.13	
	35	17	2.05		67.2	53.23	20.78	
	39	19	2.05		72.11	57.01	20.94	
<b>Sèche</b>	39	21	1.85	1.76	72.32	57.65	20.28	20.07
	42	23	1.82		73.02	58.33	20.11	
	41	24	1.7		73.54	58.86	19.96	
	40	23	1.73		72.53	58	20.03	
	41	24	1.7		75.69	60.56	19.98	

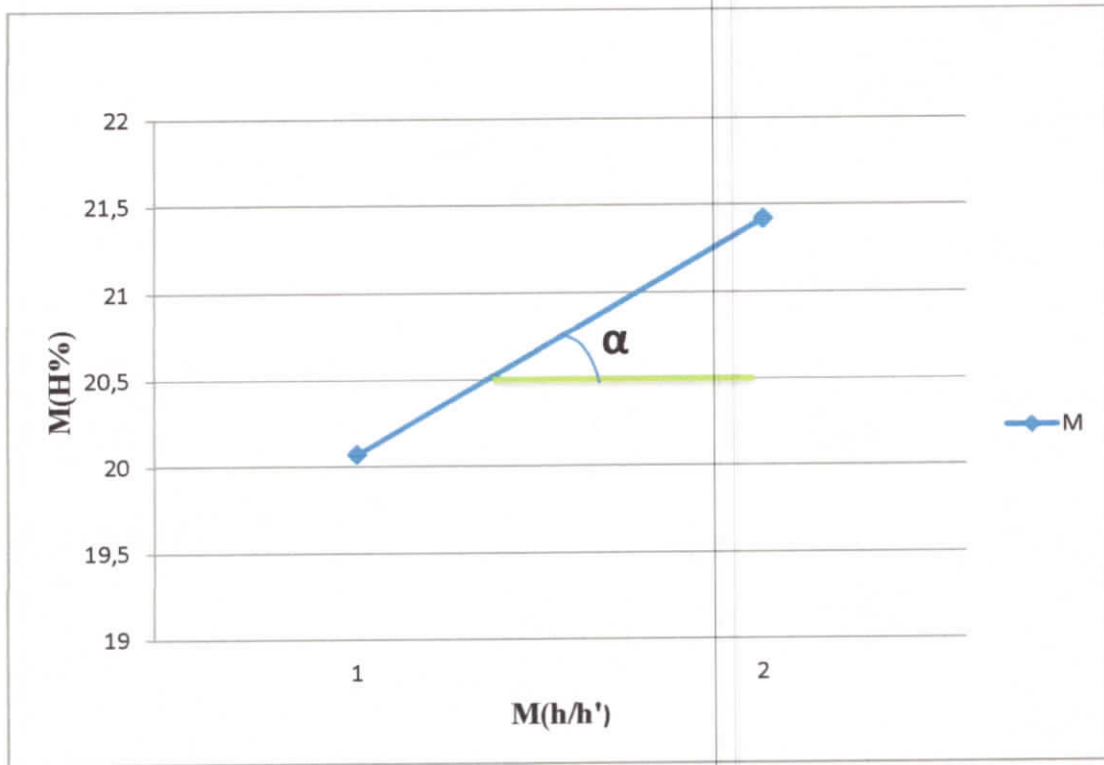


Figure.II.05 :M (H%)en fonction de M (h/h') de dosage 5.

De même manière on calcule le domaine de plasticité de dosage 5 :

$$\text{tg } \alpha = \frac{21.42 - 20.07}{2.83 - 1.76} = 1.26 \dots \dots \dots (1).$$

$$1.26 = \frac{H\% - 21.42}{3.25 - 2.83} \dots \dots \dots (2).$$

De (1) et (2), on trouve :  $H\% = 23.51\% \leq 22 - 26$  **pâte de moyenne plasticité.**

**II.2.Calcul du coefficient de dilatation thermique**

Le coefficient de dilatation se détermine de la façon suivante:

$$\alpha = \alpha_1 p_1 + \alpha_2 p_2 + \alpha_3 p_3 \dots \dots \dots + \alpha_n p_n = \sum \alpha_i p_i$$

Avec :

$P_i$  : Le pourcentage molaire des différents oxydes.

$\alpha_i$  : représente un facteur propre à chaque oxyde.

$\alpha$  : représente le coefficient de dilatation thermique.

Les facteurs propres des oxydes pour la dilatation thermique sont résumés dans le tableau suivant:

Tableau.II.06 : Les coefficients des oxydes.

D.O	Coefficient( $\alpha$ ) $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
SiO <sub>2</sub>	0.38
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-0.30
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.55
TiO <sub>2</sub>	0.30
CaO	1.30
MgO	0.60
K <sub>2</sub> O	4.65
Na <sub>2</sub> O	3.95
ZnO	0.50
ZrO <sub>2</sub>	-0.60

A partir de la composition chimique de chaque dosage, on calcule les pourcentages molaires:

**Dosage 1:**

On calcule le nombre de mole de chaque oxyde par l'équation suivant :

$$n = \frac{m}{M}$$

Avec :

n : le nombre de mole.

m : la masse de l'oxyde dans chaque dosage.

M : la masse molaire de l'oxyde.

$$\text{SiO}_2 = \frac{58.75}{60.06} = 0.97 \text{ mole.}$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{11.08}{101.94} = 0.1 \text{ mole.}$$

$$\text{TiO}_2 = \frac{0.105}{236.35} = 0.0004 \text{ mole.}$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0.272}{159.68} = 0.0017 \text{ mole.}$$

$$\text{CaO} = \frac{7.02}{56.08} = 0.12 \text{ mole.}$$

$$\text{MgO} = \frac{1.42}{40.32} = 0.035 \text{ mole.}$$

$$\text{K}_2\text{O} = \frac{0.7}{94.19} = 0.0074 \text{ mole.}$$

$$\text{Na}_2\text{O} = \frac{3.04}{61.99} = 0.05 \text{ mole.}$$

$$\text{ZnO} = \frac{2.4}{81.38} = 0.029 \text{ mole.}$$

$$\text{ZrO}_2 = \frac{4.75}{123.22} = 0.038 \text{ mole.}$$

Le nombre de mole totale est: 1.35mole.

### Le calcul du pourcentage molaire (P) de chaque oxyde de dosage 1

$$n_{\text{tot}} \longrightarrow 100\%$$

$$n_{\text{D.O}} \longrightarrow P_{(\text{D.O})}$$

P(SiO<sub>2</sub>) :

$$1.35 \text{ mole} \longrightarrow 100\%$$

$$0.97 \text{ mole} \longrightarrow P(\text{SiO}_2)$$

$$P(\text{SiO}_2) = 71.85\%.$$

De la même manière on fait les calculs pour les autres oxydes:

$$P(\text{Al}_2\text{O}_3) = 7.4\%.$$

$$P(\text{TiO}_2) = 0.03\%.$$

$$P(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 0.074\%.$$

$$P(\text{CaO}) = 8.88\%.$$

$$P(\text{MgO}) = 2.6\%$$

$$P(\text{K}_2\text{O}) = 0.54\%$$

$$P(\text{Na}_2\text{O}) = 3.7\%$$

$$P(\text{ZnO}) = 2.14 \%$$

$$P(\text{ZrO}_2) = 2.81\%$$

Le coefficient de dilatation thermique pour ce dosage sera donc :

$$\alpha_{\text{dosage 1}} = \alpha_{\text{SiO}_2} \times P_{\text{SiO}_2} + \alpha_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times P_{\text{Al}_2\text{O}_3} + \alpha_{\text{TiO}_2} \times P_{\text{TiO}_2} + \alpha_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times P_{\text{Fe}_2\text{O}_3} + \alpha_{\text{CaO}} \times P_{\text{CaO}} +$$

$$\alpha_{\text{MgO}} \times P_{\text{MgO}} + \alpha_{\text{K}_2\text{O}} \times P_{\text{K}_2\text{O}} + \alpha_{\text{Na}_2\text{O}} \times P_{\text{Na}_2\text{O}} + \alpha_{\text{ZnO}} \times P_{\text{ZnO}} + \alpha_{\text{ZrO}_2} \times P_{\text{ZrO}_2}$$

$$\alpha_{\text{dosage 1}} = 71.85 \times 0.38 + 7.4 \times (-0.30) + 0.03 \times 0.30 + 0.074 \times 0.55 + 8.88 \times 1.30 + 2.6 \times 0.60 + 0.54 \times 4.65 + 3.7 \times 3.95 + 2.14 \times 0.5 + 2.81 \times (-0.6)$$

$$\alpha_{\text{dosage 1}} = 54.7 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$$

On calcule de la même façon les coefficients de dilatation thermique de différents dosages, les résultats sont dans le tableau suivant:

**Tableau.II.07** : Le coefficient de dilatation thermique pour chaque dosage.

Dosage N°	1	2	3	4	5
$\alpha_{\text{dosage}} (10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$	54.7	48.88	53.97	46.24	55.14

Les valeurs de coefficient de dilatation thermique d'ordre croissant sont comme suit: D4, D2, D3, D1 et D5. L'augmentation de coefficient de dilatation thermique est due à l'augmentation des oxydes alcalins et alcalino-terreux dans les échantillons regroupés avec l'ordre précédent. Cette augmentation de ce genre d'oxydes (voir tableau 8) est proportionnelle à la quantité de l'émail. Ces oxydes sont connus par leur caractère fondant.

Le pourcentage de ces oxydes ( $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ) est donné dans le tableau suivant:

**Tableau.II.08** : le pourcentage des fondants dans différents dosages.

Dosage N°	1	2	3	4	5
% ( $\text{K}_2\text{O}$ , $\text{Na}_2\text{O}$ , $\text{MgO}$ , $\text{CaO}$ )	12.18	6.58	10	4.62	14.22

### II.3. La fusibilité

#### II.3.1. Calcul du coefficient de fusibilité

Pour déterminer la température de fusion on calcule le coefficient de fusibilité K par la formule suivante:

$$K = \frac{a_1 n_1 + a_2 n_2 + \dots + a_i n_i}{b_1 m_1 + b_2 m_2 + \dots + b_i m_i} \dots \dots \dots \text{(II.1)}$$

Avec :

$a_i$  : coefficient de fusibilité des oxydes fusibles (CaO, Na<sub>2</sub>O, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO).

$b_i$  : coefficient de fusibilité des oxydes difficilement fusible (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

n et m : teneur pondérale des oxydes correspondants.

**Tableau.II.09** : Les coefficients de fusibilité.

Oxydes	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>	ZnO
Coefficient	1	1.2	0.8	0.8	0.6	1	1	1.25	1.2	1

**Pour dosage 1 :**

$$K_{D1} = \frac{(7.02 \times 0.8) + (3.04 \times 1) + (0.272 \times 0.8) + (1.42 \times 0.6)}{(58.75 \times 1) + (11.08 \times 1.2) + (4.75 \times 1.2) + (1.9 \times 0.003)}$$

$$K_{D1} = 0.125.$$

De même manière on calcule le coefficient de fusibilité de chaque dosage:

**Tableau.II.10** : Coefficient de fusibilité des dosages.

Dosages	1	2	3	4	5
Fusibilité (K)	0.125	0.054	0.09	0.03	0.2

A partir des résultats précédents, on peut déterminer la température de fusion de chaque dosage en se basant sur le tableau de (A. A. Appen) :



**Tableau.II.11** : La relation entre K et la température de fusion [30].

K	T°C	K	T°C	K	T°C	K	T°C
2	750	1.5	756	1	778	0.5	1025
1.90	751	1.4	758	0.9	800	0.4	1100
1.80	753	1.3	759	0.8	829	0.3	1200
1.70	754	1.2	765	0.7	861	0.2	1300
1.6	755	1.1	771	0.6	905	0.1	1450

Donc la température de fusion de chaque dosage est :

**Dosage 1 et 3** : 1450 °C.

**Dosage 2 et 4** : > 1450 °C.

**Dosage 5** : 1300 °C.

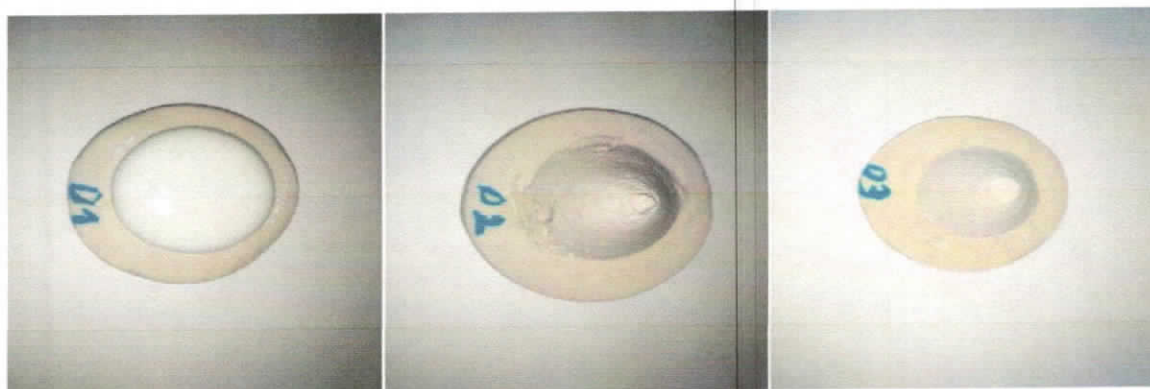
A partir des calculs précédents on remarque que les températures de fusion des dosages (1,2 et 3) sont inférieurs à celle de la pâte te tesson (dosage 4).

L'examen visuel des cônes de fusibilité de différents dosages confirme les calculs précédents :

Le tableau suivant représente les hauteurs de cône de fusibilité après la cuisson :

**Tableau.II.12** : Les dimensions de cône de fusibilité de chaque dosage.

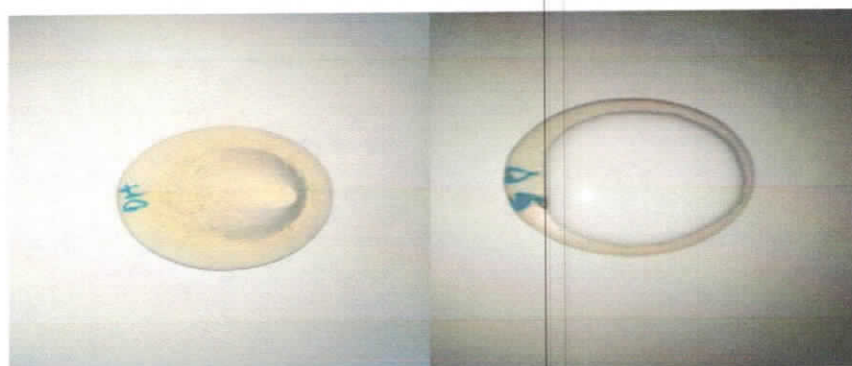
Dosage Dimensions (cm)	D1	D2	D3	D4	D5
<b>Hauteur avant la cuisson</b>	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3
<b>Hauteur après la cuisson</b>	0.8	3.13	3.09	3.24	0.6
<b>Diamètre avant la cuisson</b>	4.4	4.4	4.4	4.4	4.4
<b>Diamètre après la cuisson</b>	4.2	3.7	3.7	3.8	5.2



Dosage 1

Dosage 2

Dosage 3



Dosage 4

Dosage 5

Fig.II.06 : les cônes de fusibilité de chaque dosage.

Avec l'augmentation de taux des fondants la température de fusion diminue; cela se traduit par la diminution des hauteurs des cônes de fusibilité.

A partir d'essai que nous avons fait sur 5 pièces de céramique sanitaire on remarque que le dosage 1 est le plus efficace.



Fig.II.7 : pièce avant la réparation Fig.II.8 : pièce après la réparation

## II.4. La tension superficielle

### II.4.1. Détermination de la tension superficielle

C'est la force qui tend à rapprocher les molécules de la surface d'un liquide sur une longueur égale à l'unité. Elle est généralement mesurée en **dyn/cm**. La tension superficielle ( $G$ ) peut être calculée par la formule :

$$G = \sum (g_i \cdot P_i) \dots\dots\dots (II.2)$$

Avec :

$g_i$  : coefficient de la tension relatif à l'oxyde considéré (dynes/cm) à 1300°C.

$P_i$  : % molaire respectif de l'oxyde dans la composition moléculaire.

Les coefficients de la tension superficielle relatifs à chaque oxyde sont rassemblés dans le tableau suivant :

**Tableau N°13** : les facteurs propres de la tension superficielle de chaque oxyde.

oxydes	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	ZrO <sub>2</sub>	ZnO
<b>g(dyn/cm)</b>	2.9	5.8	4.3	5.1	5.2	0.1	2.9	3.5	4.5

**NB:** Le pourcentage molaire de chaque oxyde est calculé dans le chapitre précédent.

### II.4.2. Calcul la tension superficielle pour chaque dosage

**Pour dosage1 :**

La tension superficielle sera donc :

$$G_{\text{dosage1}} = g_{\text{SiO}_2} \times P_{\text{SiO}_2} + g_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times P_{\text{Al}_2\text{O}_3} + g_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times P_{\text{Fe}_2\text{O}_3} + g_{\text{CaO}} \times P_{\text{CaO}} + g_{\text{MgO}} \times P_{\text{MgO}} +$$

$$g_{\text{K}_2\text{O}} \times P_{\text{K}_2\text{O}} + g_{\text{Na}_2\text{O}} \times P_{\text{Na}_2\text{O}} + g_{\text{ZrO}_2} \times P_{\text{ZrO}_2} + g_{\text{ZnO}} \times P_{\text{ZnO}} \dots\dots\dots (II.3)$$

$$G_{\text{dosage1}} = 71.85 \times 2.9 + 7.4 \times 5.8 + 0.074 \times 4.3 + 8.88 \times 5.1 + 2.6 \times 5.2 + 0.54 \times 0.1 + 3.7 \times 2.9 + 2.81 \times 3.5 + 2.14 \times 4.5.$$

$$G_{\text{dosage1}} = 340.71 \text{ dyn/cm.}$$

De la même manière on peut calculer la tension superficielle des autres dosages, les résultats sont représentés dans le tableau suivant:

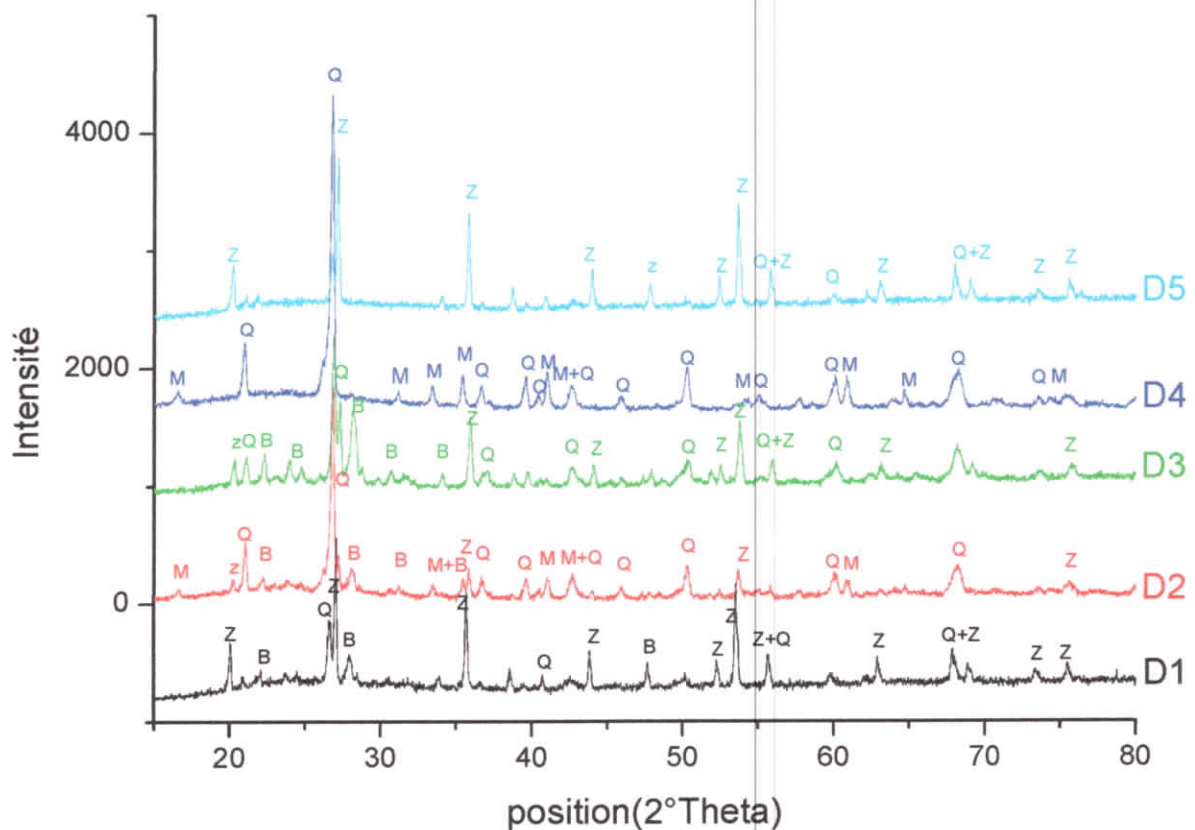
**Tableau.II.14** : La tension superficielle de différents dosages.

Dosage	1	2	3	4	5
G (dyn/cm)	340.71	323.46	330.31	316.44	348.64

Le dosage 5 possède la plus haute valeur de la tension superficielle, tandis que le dosage 4 à la plus petite valeur. La variation de la tension superficielle est proportionnelle aux taux des fondants.

La tension superficielle diminuant quand la température de cuisson augmente.

### II.5. L'interprétation de résultats d'analyse par les rayons X :

**Fig.09** : Diffractogramme des dosages (D1, D2, D3, D4 et D5).

#### Remarque

Nous remarquons que la Mullite existe seulement dans les dosages de haute contenance en pâte (D4 et D2) elle n'existe pas dans les autres dosages; c'est pour cela que le coefficient de dilatation thermique, la tension superficielle et le coefficient de fusibilité ont les plus petites valeurs à cause de la réfractarité de ce composé.

L'augmentation de coefficient de dilatation thermique, la tension superficielle et le coefficient de fusibilité est proportionnelle à la quantité de l'émail qui contient un pourcentage en oxydes alcalins et alcalino-terreux plus élevé. Ces oxydes sont connus par leur caractère anti réfractaire.

L'apparition de labradorite dans les dosages (1, 2 et 3) où coexistent (le feldspath sodique, feldspath potassique et le carbonate de calcium), elle n'apparaît pas dans les dosages où une de ces trois matières premières est absente (5 et 4). Labradorite est un composé feldspathique qui diminue la température de fusion des céramiques où il existe.

La mullite est un composé réfractaire qui se trouve uniquement dans les dosages 4 et 2 plus riche en pâte de tesson. La température de fusion de ce dosage est plus élevée.

Labradorite est composée avec la réaction les Feldspath sodique, Carbonate de calcium et Feldspath potassique qui plus élevé dans le dosage 3.



*Conclusion  
générale*

## Conclusion générale

Le stage que nous avons effectué à l'unité industrielle de céramique sanitaire SCS d'El-Milia nous permet de maîtriser les méthodes de préparation des produits céramiques (Le concassage et le broyage, Le tamisage, Le dosage....).

Nous avons pu élaborer plusieurs pâtes de réparation avec différentes propriétés. Nos échantillons sont tous des mélanges de la pâte de tesson et de l'émail opaque de l'usine à différents pourcentage.

Le calcul du coefficient de dilatation thermique, la tension superficielle et le coefficient de fusibilité montrent une diminution de la température de fusion de la pâte de réparation. Cette diminution est due à l'augmentation du taux des fondants (de 6,58 à 12,18%). elle est proportionnel à la quantité de l'émail contenue dans la pâte de réparation

La caractérisation par D.R.X permet de connaître les différentes phases existant dans la pâte de réparation : la mullite est un composé réfractaire qui se trouve uniquement dans les dosages 4 et 2 plus riche en pâte de tesson. La température de fusion de ce dosage est plus élevée.

Labradorite est produit avec la réaction les Feldspath sodique, Carbonate de calcium et Feldspath potassique qui plus élevé dans le dosage 3. Et n'existe pas dans les autres dosages à la raison de l'absence de l'un de ces éléments.

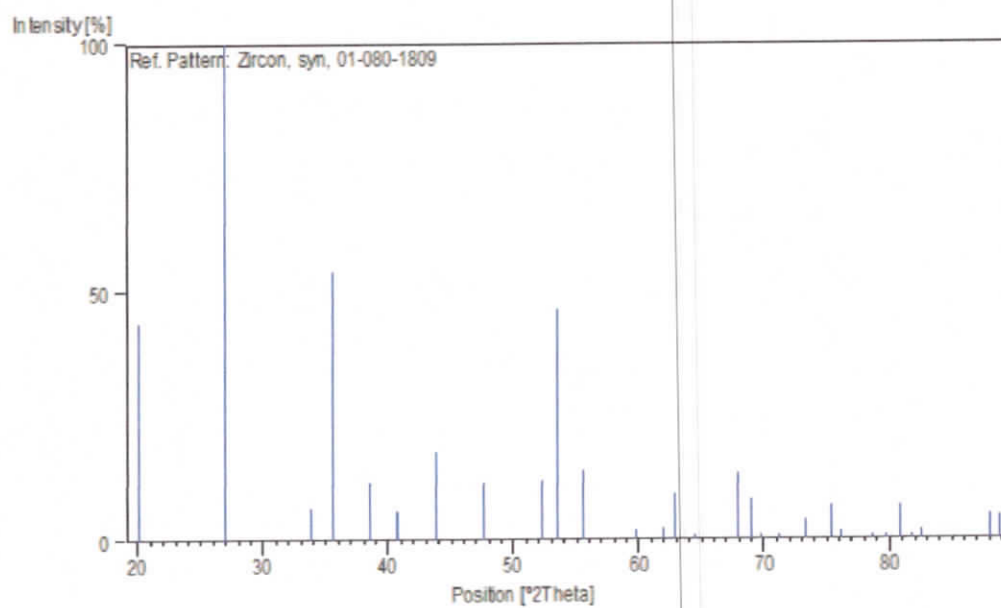
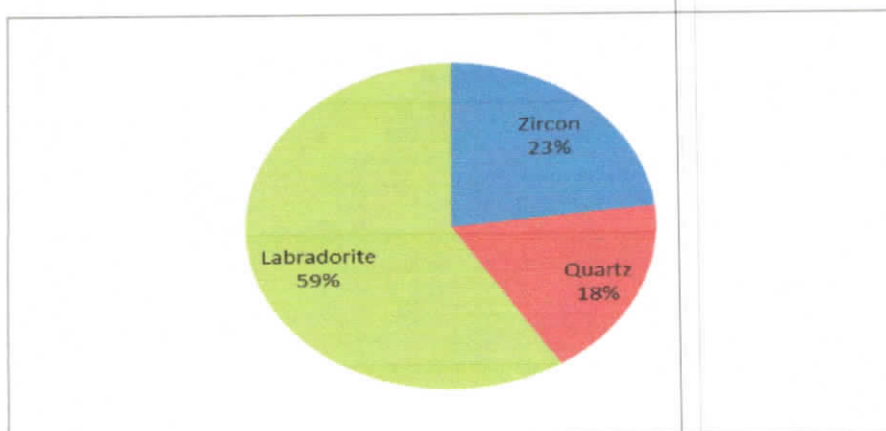
### *Références bibliographiques :*

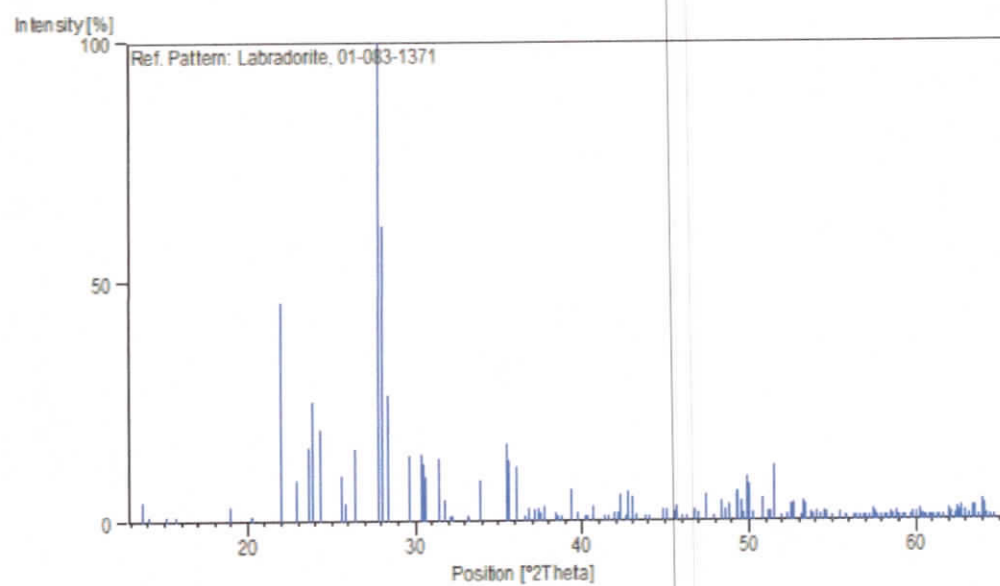
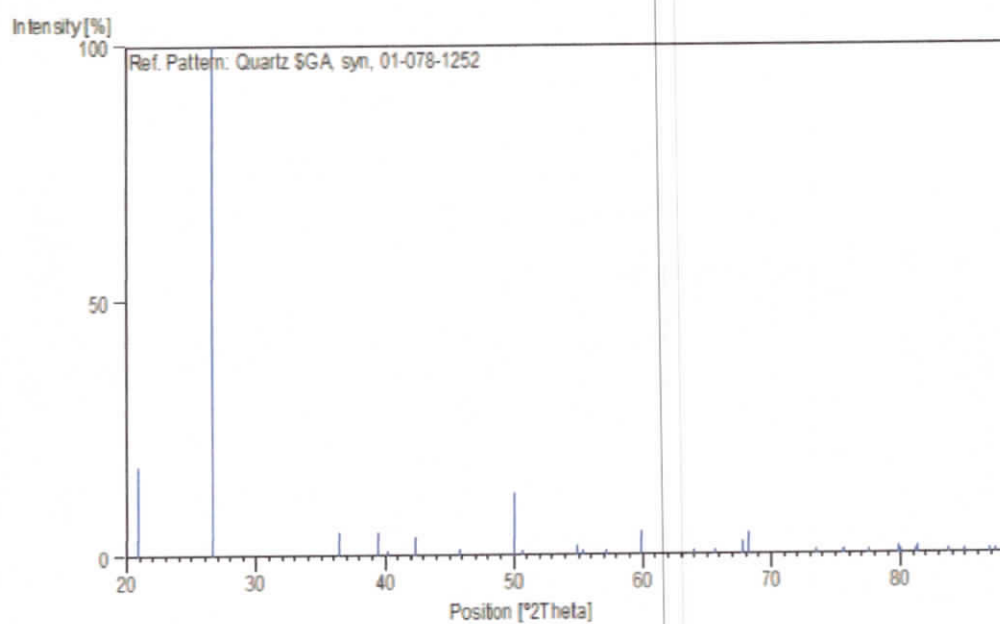
- [01] : [ft.univ-setif.dz/externe/gc/chapitre-II- produits-ceramiques.pdf](http://ft.univ-setif.dz/externe/gc/chapitre-II- produits-ceramiques.pdf).
- [02] : Michel-Dupeux : "Aide Mémoire – Science des matériaux", édition Dunod.
- [03] : Henrile Doussal et Marcel Vouillement ; « Technique de l'ingénieur » ; C940.
- [04] : Lalmi Khier ; «Etude Par Diffraction des RX de Matériaux à base de Kaolin de KT2 et DD ».  
Mémoire de Magister en Physique.
- [05] : Khedrouche Dellal – Djijlli Lamia ; « Mémoire d'ingénieur ».
- [06] : J.M. Dorlotte : « Des matériaux », édition, E.P.montreal.
- [07] : H. Boyer ; M. Nerbert ;V .Philippe « Construction électrique » troisième édition ; France.
- [08] : Hamissi. W . Chabbat. S ; « Mémoire d'ingénieur ». U. de Jijel ; 2005.
- [09] : F.Jean ; Marie Houssan ; « technique de l'ingénieur » E-1820.
- [10] : C.A.Jonenne ; « traité de céramique et matériau minéreau » ; Edition septima ;Paris ;1990.
- [11] : Belghoul Selwa – Bouou Sabah – Kerkab Fatima : "Memoire DEUA". U.de Jijel 2007.
- [12] : Document d'unité "Manuel de qualité".
- [13] : R. bourgeois / H. Chauvel / J. Kessler : "Génie des matériaux ", Edition Casteilla, Paris.
- [14] : Michel-Dupeux : "Aide Mimoreire-Science des matériaux ", édition Dunod.
- [15] : MB/FS/EIPPCB/CER\_Final Draft : " Fabrication des céramiques", Version septembre 2006.
- [16] : documentation de ceramique sanitaire d'El-milia.
- [17] : A. Komar ; « Matériaux et éléments de construction ».
- [18] : Daniel de Montmollin ; « Pratique des émaux de grès ».
- [19] : Yvette Deriemont ; « Technique d'ingénieur » ; M-1514.
- [20] : Boutaoui Sawsen – Zeliche Labiba « Mémoire de master académique » U. Jijel.



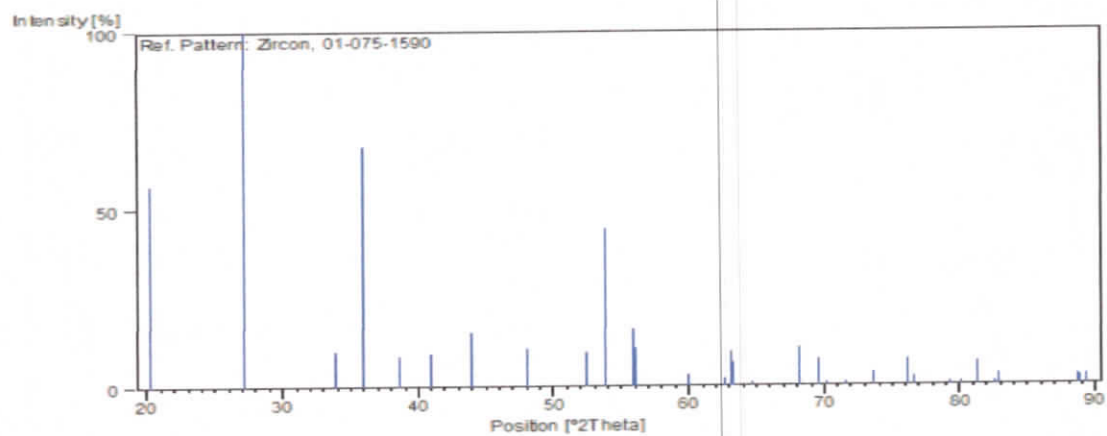
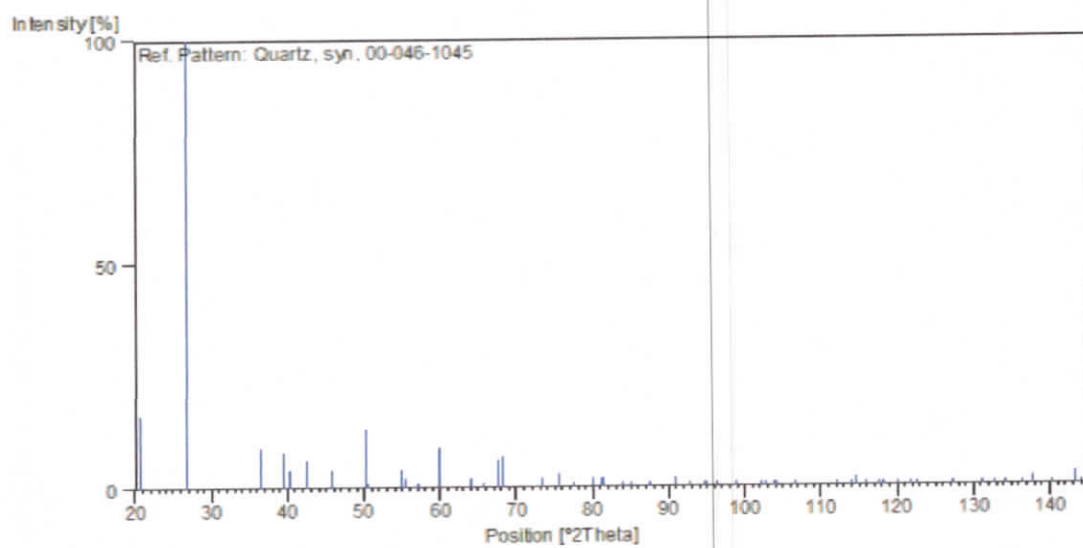
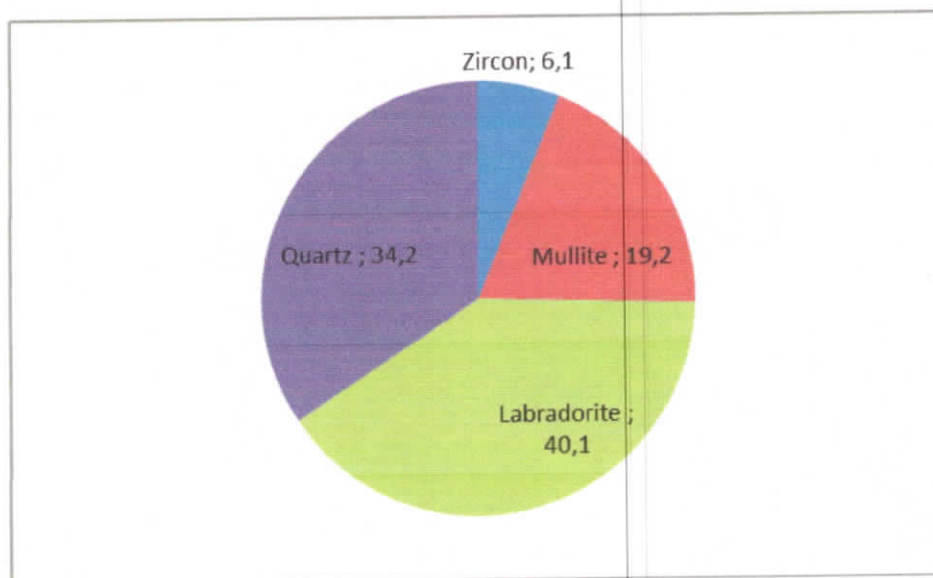
- [21] : Dominique WETSHONDO OSOMBA ; Thèse de doctorat « Caractérisation et valorisation des matériaux argileux de la Province de Kinshasa (RD Congo) » ; Académie Universitaire Wallonie Europe.
- [23] : Guinier A. Théorie et technique de la radiocristallographie (1956) Dunod, Paris.
- [24] : Zater M., Synthèse, Caractérisation et Etude Structurale par Diffraction des RX des Oxalates mixtes à base de cuivre, de titane et de plomb, Thèse de magister en chimie Université Mentouri de Constantine (2007).
- [25] : Meriem Djouama : « Mémoire de fin d'étude en Master Intitulé » : Université Med Khider Biskra.
- [26] : Ouahes R. Eléments de radiocristallographie, publisud-Paris, Office des Publications Universitaires Ben-Aknoun, Alger (1984).
- [27] : Oumezzine M., Zemni S., Cristallographie géométrique et radiocristallographie, Centre de publication universitaire, Tunis, 2008.
- [28] : Lifa S., Synthèse, Caractérisation et Etude Structurale Par DRX de l'oxalate mixte de Cuivre et de Sodium  $\text{Na}_2\text{Cu}(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , et de l'acide oxalique  $2[\frac{1}{2}(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)] \text{C}_2\text{H}_1\text{O}_4 - (\text{H}_3\text{O}^+)_2 (\text{H}_2\text{O})$ , Thèse de magister en chimie Université Mentouri Constantine (2009).
- [29] : H.Boyer ; Nerbert ; V. Philipe «Construction électrique » troisieme edition ; France.
- [30] : 22 Appen AA. The chemistry of glass. Khimiya: Leningrad; 1974 [in Russian].

Dosage1 :

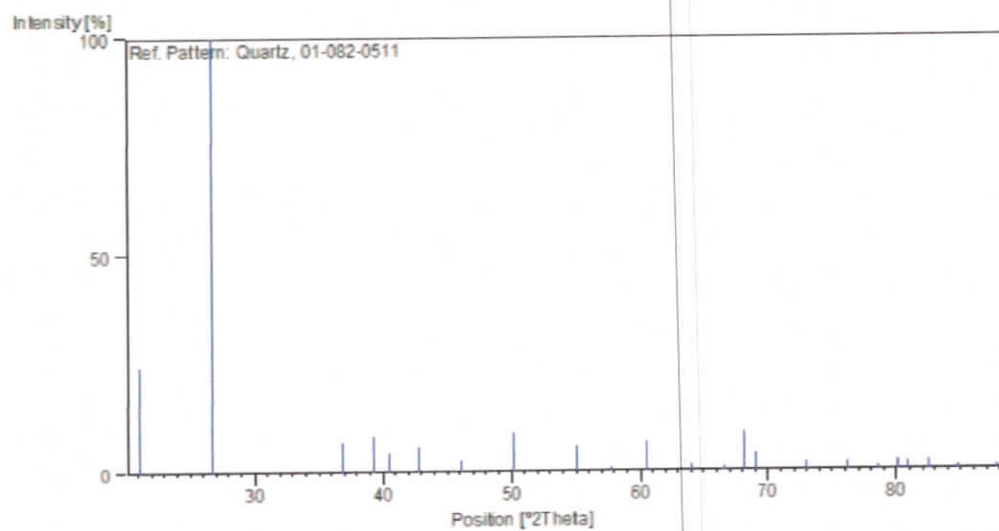
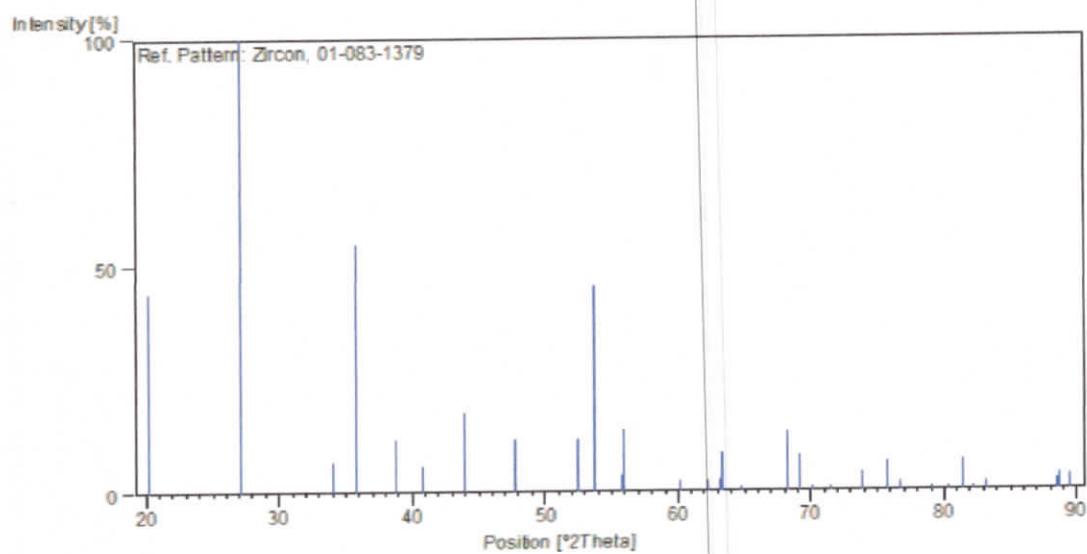
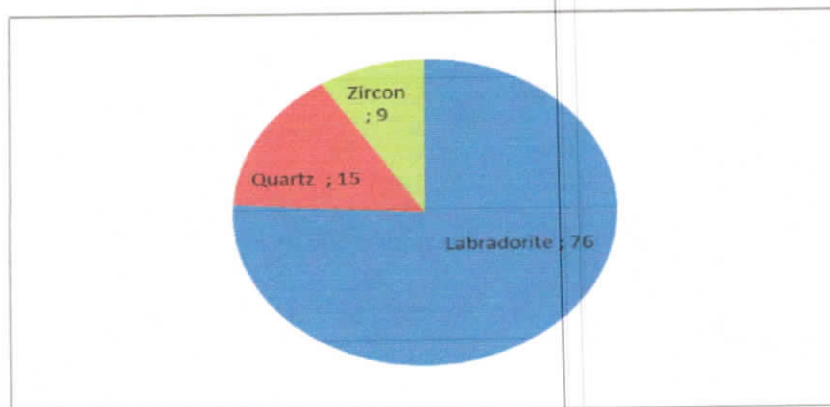


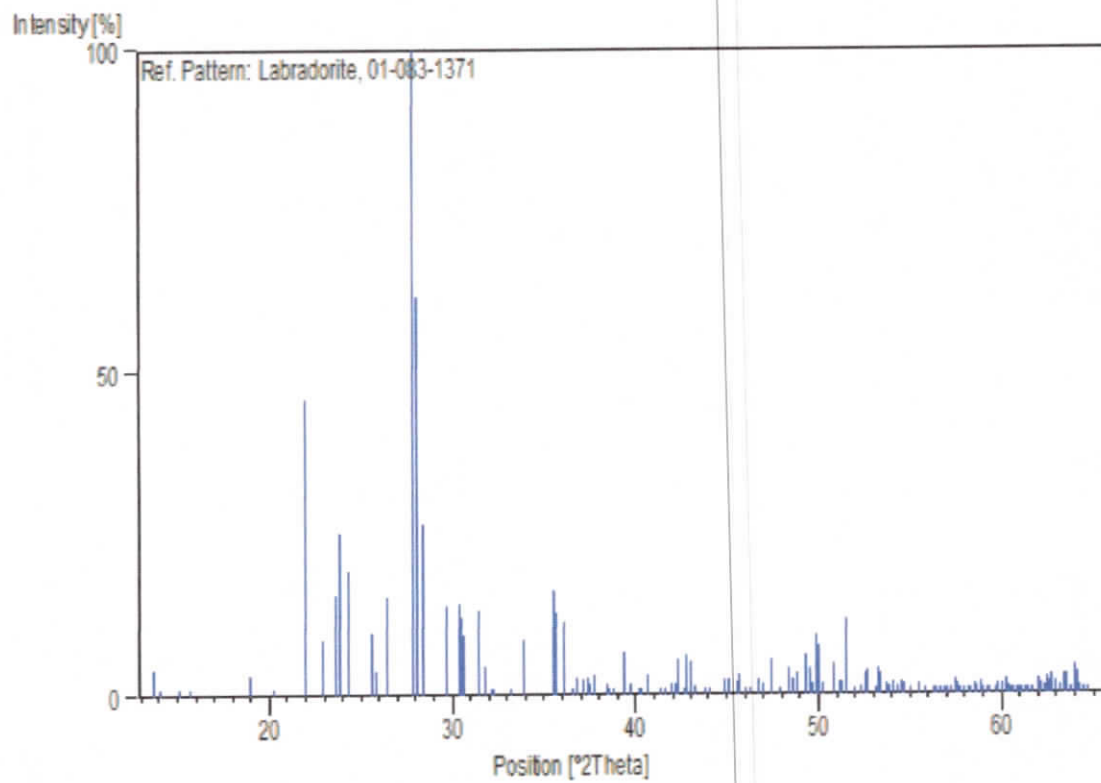
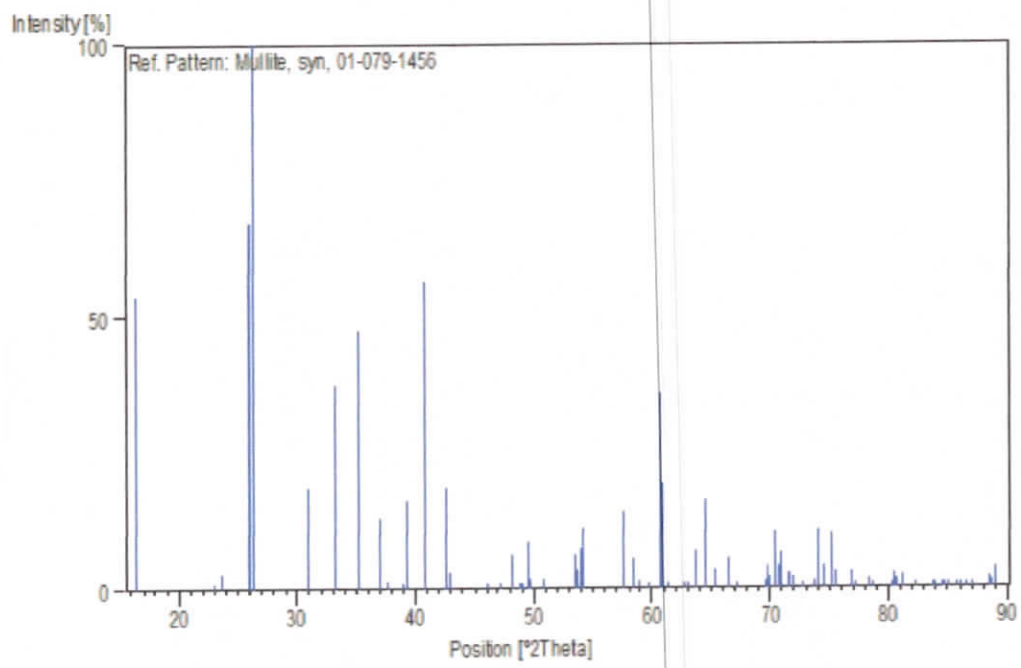


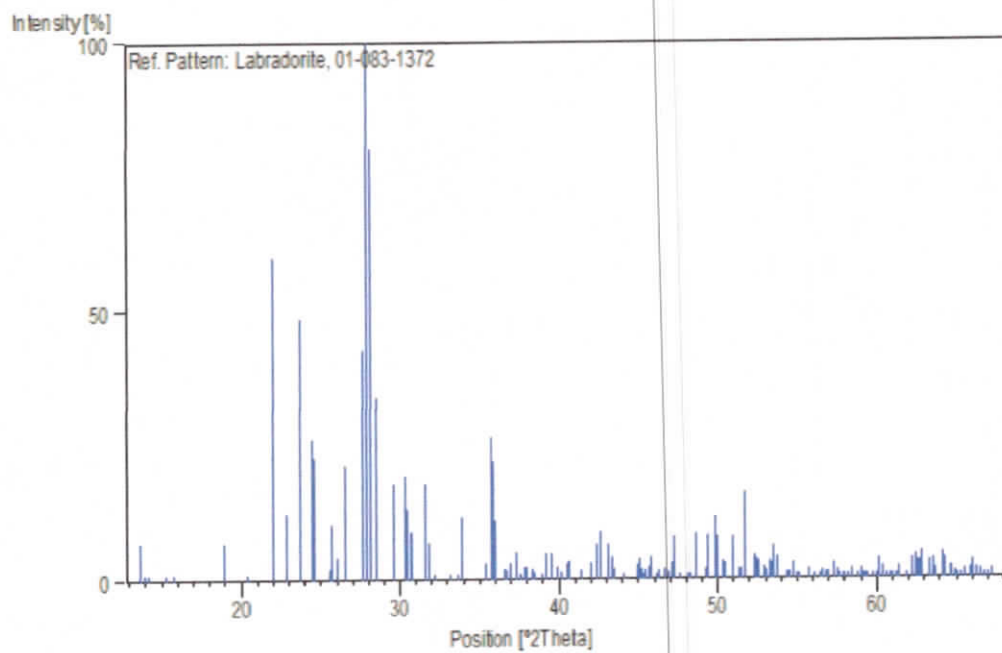
## Dosage 2 :



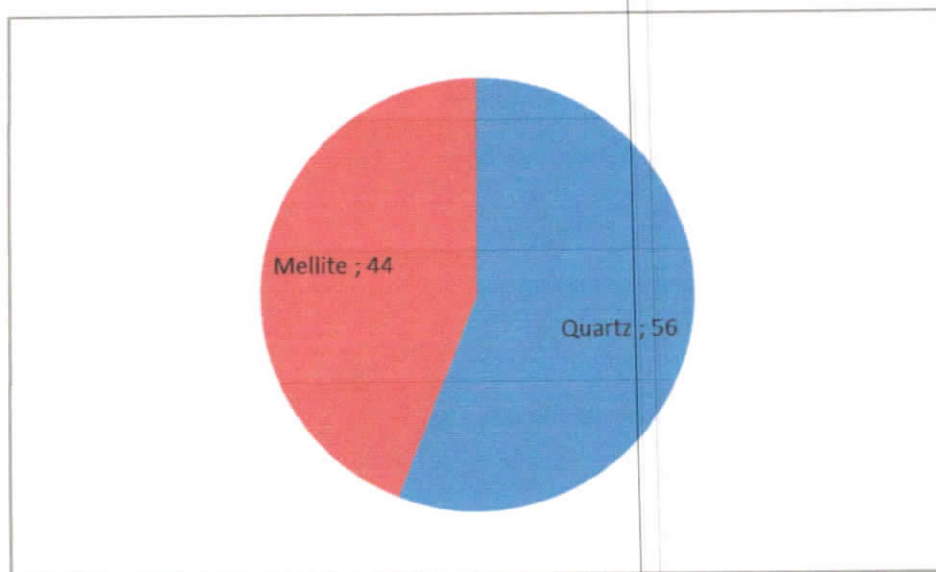
## Dosage 3 :

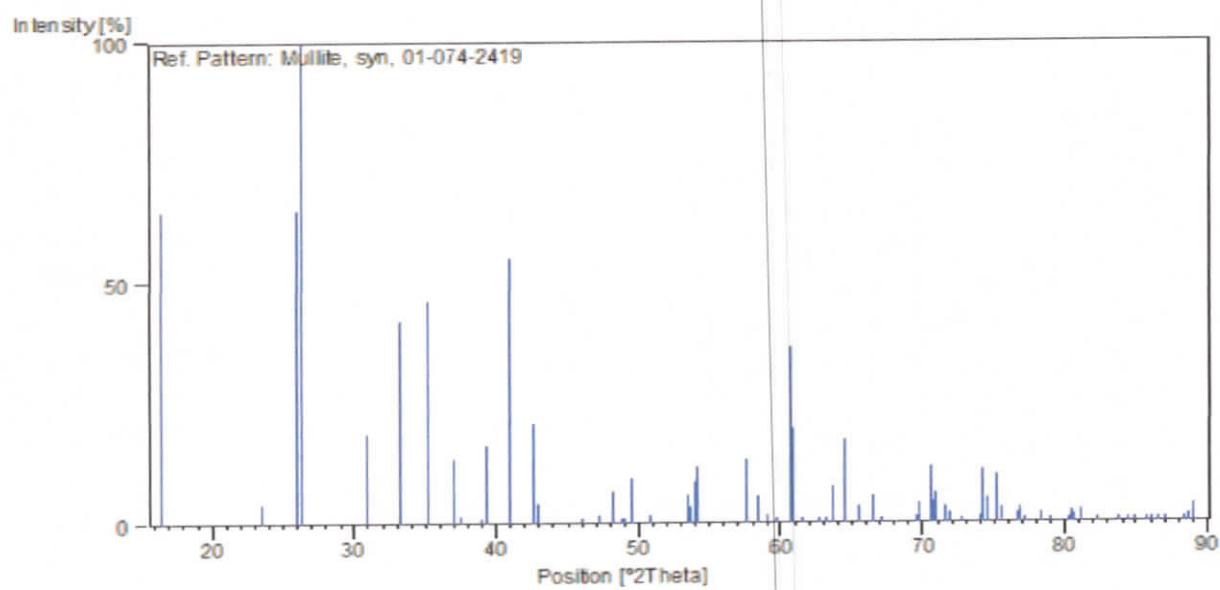
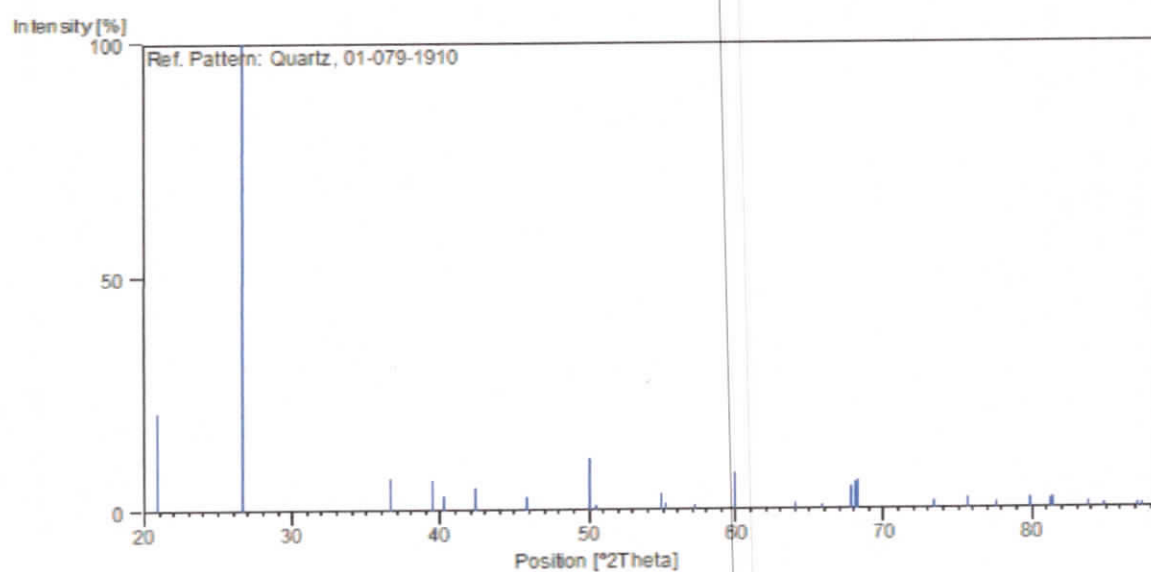






Dosage 4 :







## Dosage 5 :

