

## I.1. DÉFINITION : [2].

La racine grecque du mot céramique est kéramos qui signifie argile. Du point de vue de leur composition chimique et de leur structure, les céramiques sont des matériaux solides de synthèse, non organique (hors précurseurs carbonés et liants) et non métalliques (ce qui correspond à la meilleure définition des céramiques), et qui peuvent éventuellement englober les verres qui sont essentiellement des oxydes ou halogénures non cristallisés, mais qui ne présentent pas d'ordre à grande distance.

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

Le phénomène de céramisation commence à être compris, et les chercheurs ont entrepris d'analyser et de modéliser les étapes de la fabrication. Grâce aux connaissances scientifiques acquises, il est possible de réaliser des modèles mathématiques permettant de visualiser et de simuler les étapes d'élaboration pour comprendre et maîtriser la fragilité du matériau.

En fait, trois définitions permettent de préciser les notions de technologie céramique, de matériau céramique et de produit céramique :

- **Technologie céramique** : procédé de fabrication consistant à façonner à la forme désirée un objet composé de poudres minérales, puis par cuisson à haute température, à consolider cet objet dont la forme reste conservée.
- **Matériau céramique** : matériau solide artificiel constitué de minéraux anhydres cristallisés, éventuellement associés à une phase vitreuse, formés par synthèse à haute température.
- **Produit céramique** : pièce constituée d'un matériau céramique, obtenue généralement par un procédé spécifique (technologie céramique).

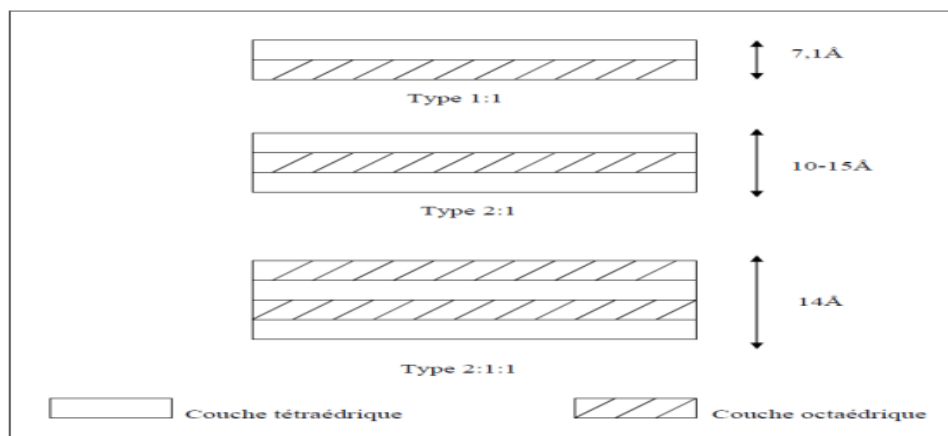
## I.2. MATIERES PREMIERES POUR LA FABRICATION DES CERAMIQUE : [5].

Le principe de fabrication de la céramique est fondé sur la propriété que possède l'argile avec l'eau, dans des proportions convenables, une pâte liante et ductile que l'on peut modeler et cuire afin d'obtenir sans déformation des produits finaux durs et sonores. Les matières premières se subdivisent en deux groupes :

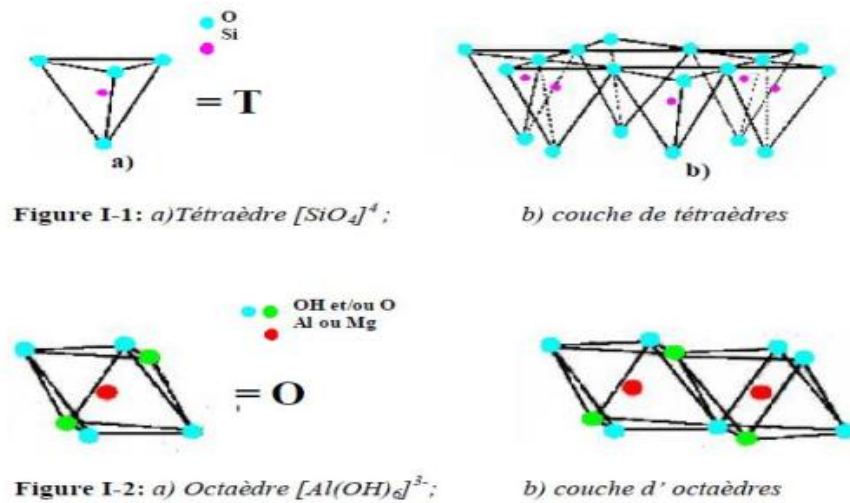
- Matières premières plastiques.
- Matières premières non plastiques.

Les matières premières sont rarement pures et à côté des phases principales, par exemple la kaolinite dans les argiles et les kaolins, se trouve d'autres éléments secondaires avec des pourcentages qui peuvent être assez importants, par exemple : les micas dans les kaolins et les argiles, les composés de faible concentration, le plus souvent : des oxydes métalliques, sont considérés comme des impuretés. La concentration et la nature de ces impuretés jouent un rôle très important sur les propriétés thermodynamiques et microstructurales des matériaux élaborés, et cela d'autant plus que leur élimination sélective ou totale est le plus souvent difficile et onéreuse.

Les argiles ont une origine géologique secondaire, elles ont été formées par la dégradation des roches ignées (volcaniques) dues à des phénomènes d'érosion et d'altération chimique sous l'action des agents atmosphériques. La nature des produits argileux formés dépendra de la nature de la roche mère et des conditions climatiques et du drainage.



**Figure I.1** : Structure des minéraux argileux.

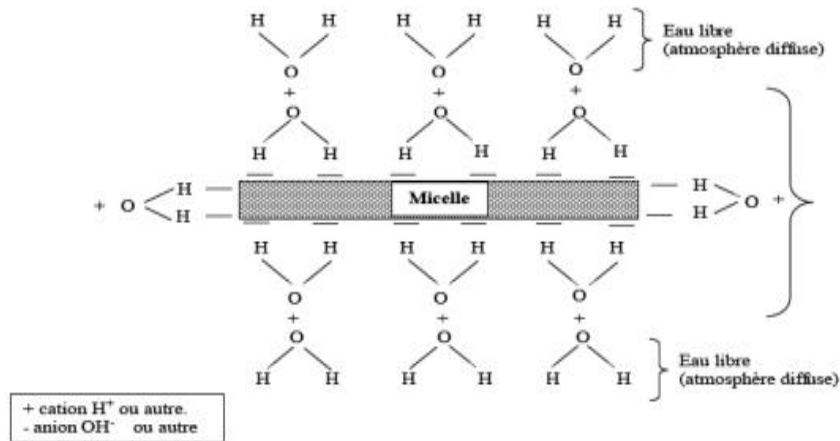


**Figure I.2 :** Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaires dans une argile (cas d'une smectite).

### I.2.1. Matières premières plastiques : [7].

Ce sont les matières premières les plus importantes pour la fabrication des produits céramiques. On peut citer les argiles. Les argiles ne constituent pas une matière définie et unique mais elles sont composées d'associations complexes des minéraux, ce sont des silicates d'alumines hydratés d'une structure feuilletée que l'on appelle phyllo silicates. Ils sont organisés en couches planes infinies constituées d'unités structurales tétraédriques (T) et octaédriques (O) reliées par leurs sommets. Ce type de structure à très grande surface spécifique associée à des caractéristiques physico chimiques très particulières, explique la capacité des argiles à admettre de nombreux échanges de cations et d'anions dans le réseau ou adsorbés en surface.

Les matières premières plastiques que l'on trouve à l'état naturel sont des silicates d'alumines, dont la structure bidimensionnelle justifie l'appellation des minéraux phylliteux. Cette morphologie particulière confère à la pâte argileuse des propriétés caractéristiques de plasticité, gonflement à l'eau, formation de colloïdes,...etc. Le mécanisme de fixation de l'eau sur les particules élémentaires, appelées micelles, permet d'expliquer le phénomène de gonflement des argiles imbibées d'eau, ainsi que le phénomène inverse appelé retrait lorsque les matières perdent l'eau au cours du séchage (Figure I.3).



**Figure I.3 :** Mécanisme de fixation de l'eau sur les micelles argileuses.

Dans une pâte plastique, chaque micelle argileuse doit être considérée avec son auréole d'eau liée, en baignant dans l'eau inter-particulaire en quantité variable. Cette disposition explique la facile mobilité des particules dans le glissement de l'une par rapport à l'autre, à l'origine de la plasticité.

Les matières premières peuvent varier considérablement en ce qui concerne leur composition chimique, minéralogique, leur pureté, leurs propriétés physiques et chimiques. Les différentes catégories de matières premières comprennent :

- Des matières premières d'origine naturelle de composition souvent hétérogène.
- Des matières premières purifiées, dont la composition chimique et les propriétés physiques sont régularisées.
- Des matières premières industrielles, synthétiques, ont subi un processus physico chimique de préparation de façon à atteindre un haut niveau de qualité.

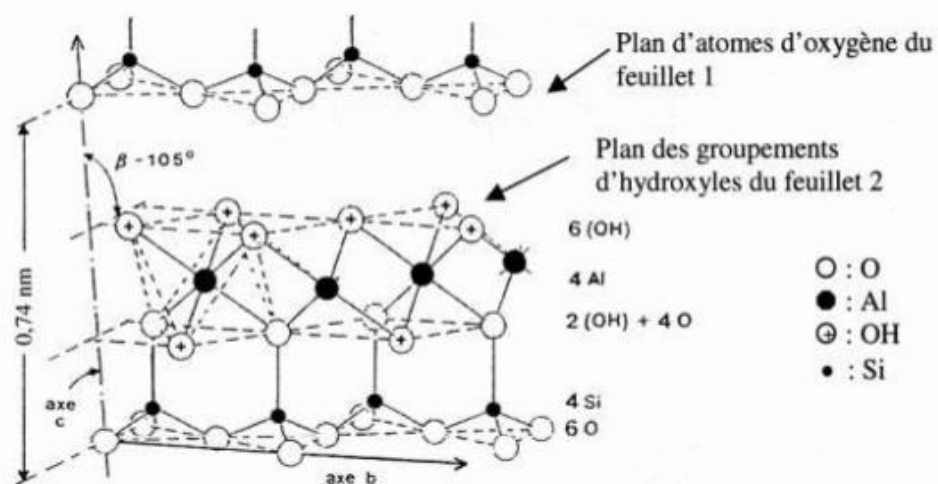
#### **I.2.1.1. Kaolin :**

La kaolinite, de formule structurale  $Si_2Al_2O_5(OH)_4$ , se présente sous forme de particules lamellaires hexagonales constituées par l'empilement de feuillets. Le feuillet élémentaire est formé par une couche de tétraèdres de silice reposant sur une couche d'octaèdres d'aluminium liés par des arrêtes communes figure I.4. Ces polyèdres sont constitués par la superposition de trois couches d'atomes d'oxygènes et d'hydroxydes.

Les feuillets sont à peu près fixes les uns par rapport aux autres et ne peuvent fixer ni eau ni cation dans leurs intervalles ; les possibilités de gonflement, le pouvoir

absorbant des bases sont donc réduits. Les kaolinites sont donc très résistantes à la chaleur. Pas de substitution dans les couches, le feuillet est neutre.

Parmi tous les minéraux des matières premières argileuses, la kaolinite reste l'un des plus fréquemment utilisé et souhaité pour la fabrication des céramiques de grande diffusion, c'est pour cette raison que les argiles constituées en majorité de kaolinite sont appelées argiles kaolinifiées. Dans l'industrie, le terme "kaolin" étant réservé au produit issu de la purification de ces argiles, et dans lesquels la proportion de kaolinite dépasse 80% en masse.

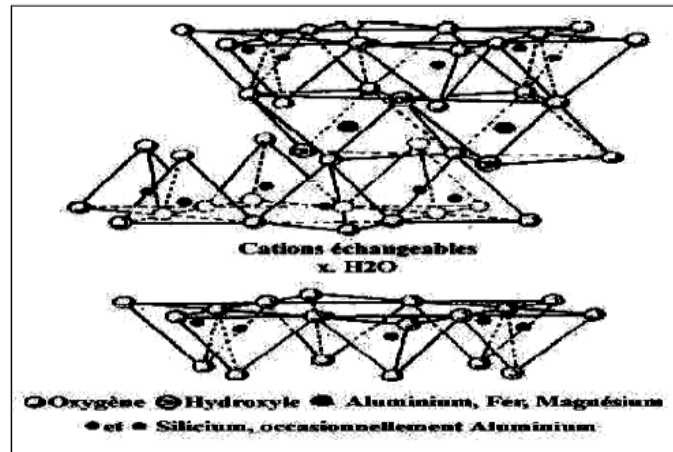


**Figure I.4 :** Structure cristallographique de la kaolinite.

#### I.2.1.2. Montmorillonite (Argile Bentonite) :

Ce sont des phyllosilicates de formule de base :  $4\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , plus riches en silice que la kaolinite ; l'adsorption d'eau et la fixation de cations sont donc très marquées. La montmorillonite fait partie des smectites, correspondant à un feuillet à 3 couches : couche tétraèdre, couche octaèdre et couche tétraèdre d'épaisseur  $10\text{\AA}$  avec des substitutions au sein de la couche octaédrique où  $\text{Al}^{3+}$  est remplacé par  $\text{Mg}^{2+}$ .

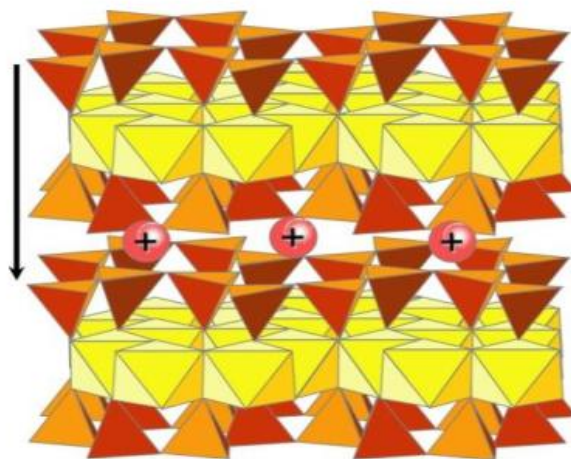
La bentonite est une argile colloïdale naturelle qui a la propriété de gonfler au contact de l'eau en donnant un gel plus ou moins épais. Selon leur origine les bentonites présentent des propriétés différentes. Sur le plan minéralogique, la bentonite est un silicate d'alumine hydraté du groupe des montmorillonites qui contient principalement les cations échangeables suivants : calcium, sodium, magnésium, potassium.



**Figure I.5 :** Structure cristallographique d'une montmorillonite.

### I.2.1.3. Illite :

L'illite est un hydro mica, il s'agit donc d'un minérale à trois couches. La structure des illites est semblable à celle de la montmorillonite, il y a remplacement de la silice par l'alumine, le sodium,.....dans les couches tétraédriques qui donne une très grande variété. Les argiles de la famille de l'illite sont parmi les minéraux les plus répandus à la surface de la terre. Les cristaux peuvent être de grande taille et le motif d'une maille élémentaire est formé d'un feuillet de 10 Å. Les feuillets sont de type T/O/T et la composition chimique approchée d'une illite est :  $[\text{Si}_{3,4}\text{Al}_{0,6}][\text{Al}_2]\text{O}_{10}(\text{OH}_2)\text{K}_{0,6}$ .



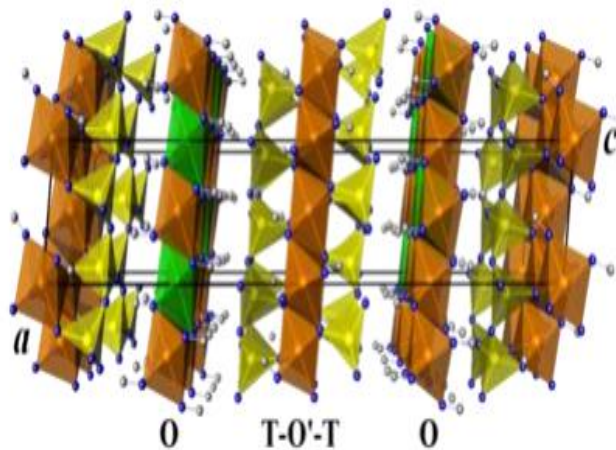
**Figure I.6 :** Structure cristallographique d'une illite.

#### I.2.1.4. Chlorites :

En minéralogie, le groupe des chlorites désigne un groupe de phyllosilicates de formule générale  $(\text{Fe, Mg, Al})_6(\text{Si, Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ . Les chlorites sont des aluminosilicates de fer ou de magnésium, généralement de couleur verdâtre, et voisins du mica par leurs structure et propriétés physico-chimiques. Les chlorites proviennent de la décomposition du mica noir. Elle se distingue de celle des minéraux argileux puis quelle consiste en l'association de feuillets de micas.

On distingue deux types de chlorite :

- chlorites vrais.
- les pseudo-plastiques.



**Figure I.7 :** Structure cristallographique des chlorites.

### I.2.2. Matières premières non plastiques : [8].

#### I.2.2.1. Les Matières dégraissantes :

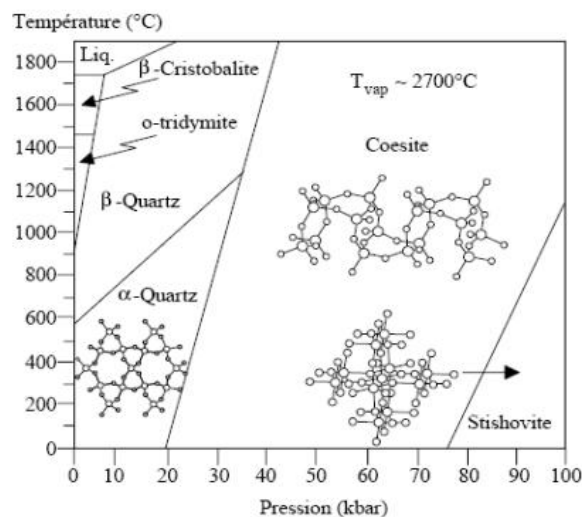
Ces matières ont pour rôle de réduire le retrait dû à la plasticité de l'argile. On les distingue aussi par le terme dégraissant. Elles ont en outre pour but d'améliorer certaines propriétés lors de la cuisson. Les ajouts de dégraissant aux argiles ont en général pour effet d'augmenter la propriété de la pâte crue, de faciliter le séchage des produits en facilitant la diffusion de l'eau au cours de séchage et de donner un squelette à la pâte en crue et en cuit.



On cite parmi les dégraissants :

**a. Sable :**

La silice est le composé le plus abondant de l'écorce terrestre à l'état libre elle se trouve surtout sous la forme cristallisée quartz  $\alpha$  (dans les quartzites), mais elle se rentre également dans la composition d'un nombre élevé de composés naturels ou artificiels. Ainsi elle est un composé essentiel des kaolins, des micas, des feldspaths à l'état naturels et elle est aussi un constituant de base des matériaux naturels transformés par cuisson pour donner les matériaux réfractaires. La silice cristallisée possède de nombreuses variétés allotropiques la plus fréquente et la plus stable est le quartz  $\alpha$  ou quartz de basse température qui se transforme en fonction de la température en plusieurs variétés allotropiques, d'abord en quartz  $\beta$  ou quartz de haute température, puis en d'autres variétés cristallographiques telles la tridymite  $\alpha$  et  $\beta$  et surtout la cristobalite  $\alpha$  et  $\beta$ .



**Figure I.8 :** Diagramme de phase de la silice  $\text{SiO}_2$ .

**b. Chamotte :**

La chamotte est une argile cuite à des hautes températures (1000-1400 °C) en dépendance du type d'argile. La chamotte est un ajout interne ne possédant pas d'inconvénient tel que le sable quartzueux qui présente une forte dilatation. Elle est issue d'un traitement thermique à haute température de certains types d'argiles. Elle est un grès déjà cuit, provenant généralement de résidus de production recyclés. La chamotte est moulue et tamisée en fonction des différentes tailles granulaires de ses composants.



Elle est ajoutée à l'argile avec un pourcentage bien défini pour conférer les caractéristiques suivantes aux produits cuits :

- Depuis l'extrusion jusqu'à la cuisson : stabilité formelle, limitation du retrait, amélioration du séchage.
- Au cours du processus de cuisson : stabilité.

#### **I.2.2.2. Les Matières fondantes : [9].**

Ces matières en général assurent l'augmentation de l'intervalle de frittage et la diminution de la température de cuisson. La fonction principale du fondant c'est de former une phase vitreuse. De cette façon, la cohésion en cuit, la densification sont facilitées et la température de cuisson réduite. Les meilleurs fondants sont ceux qui permettent d'abaisser le point de vitrification sans abaisser le point de fusion. Parmi les fondants, on peut citer :

##### **a. La Craie :**

Le minéral de cette roche est le carbonate de calcium ou calcite de formule  $\text{CaCO}_3$ .

##### **b. Les Feldspaths :**

Ce sont des minéraux constitués par des silico-aluminates de sodium de potassium et de calcium, leur action vitrifiant varie suivant la nature de l'élément fondant. Les feldspaths les plus purs cuisent blanc et fondent à des températures diverses, généralement supérieures à  $1200^\circ\text{C}$  en un verre incolore extrêmement visqueux. On peut distinguer :

- Feldspathopotassique (orthose):  $6 \text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{K}_2\text{O}$ .
- Feldspathsodique (Albite):  $6 \text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3 \text{Na}_2\text{O}$ .

Les feldspaths sont des ensembles de deux, quatre ou six molécules de silice liées à une molécule d'alumine et un oxyde de métal alcalin (potassium, sodium, calcium ou lithium). Ils sont peu colorés, mises à part les impuretés. Comme toutes les roches siliceuses, dans certains cas, les feldspaths peuvent, à la suite d'un échauffement, devenir cristallins. Les feldspaths sont considérés comme des roches mères de l'argile puisque suivant un cycle géologique naturel, les feldspaths sont destinés à se transformer en argile en libérant leurs métaux alcalins.

Il est également utilisé pour produire les glaçures, les émaux et la porcelaine.

**c. Micas :**

Les micas se présentent en lamelles ou en paillettes brillantes. Ce sont des fondants alcalins comme les feldspaths. Formule développée en oxydes (muscovite) :  $6 \text{SiO}_2$ ,  $3\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $2\text{H}_2\text{O}$ .

**d. Le Talc :**

Il donne avec les argiles, des cristallisations qui confèrent au tesson une bonne résistance au choc thermique et une dilatation peu élevée. Formule développée en oxydes :  $4\text{SiO}_2$ ,  $3\text{MgO}$   $\text{H}_2\text{O}$ .

**I.3. TECHNIQUE DE CARACTERISATION DE POUDRE : [2].****I.3.1. Microscopie :**

La microscopie possède des avantages évidents puisqu'elle peut fournir facilement des informations sur la morphologie, la taille et la distribution de taille des particules. Les problèmes apparaissent lorsque l'on considère l'échantillonnage et les statistiques. La préparation des échantillons est très importante. Il faut éviter que les particules se touchent et faire attention aux possibles erreurs d'échantillonnage par exemple relatives à la ségrégation de la taille dans le lot de matières premières ou encore lorsque le nombre de particules comptées est trop faible pour être statistiquement représentatif. Ces limitations peuvent être minimisées en échantillonnant la totalité de la surface d'observation préparée et non seulement une aire centrale. Avec la possibilité d'automatiser certaines analyses en utilisant les logiciels d'analyse d'images, le nombre des particules comptées peut atteindre quelques milliers et l'erreur statistique devient acceptable (pour une erreur d'échantillonnage  $< 5 \%$ , au moins 400 particules doivent être comptées quand la distribution est relativement étroite. Pour des échantillons de poudres au-dessous du micromètre, la préparation est encore plus difficile.

L'inconvénient majeur est qu'il s'agit encore d'une procédure lente et, par conséquent, coûteuse. Malgré cela, elle est utilisée dans des applications industrielles, particulièrement lorsque la forme de particule est anisotrope et régulière.

### **I.3.2. Tamisage :**

Le tamisage est une méthode très simple, bon marché et fiable. Il n'y a pas vraiment de limite supérieure à la taille des grains qu'il permet de caractériser. Par contre, au-dessous de 50  $\mu\text{m}$ , le tamisage à sec devient difficile. Cependant, avec une poudre en suspension, une limite inférieure de 5  $\mu\text{m}$  peut être atteinte bien que la méthode ne soit pas toujours facile à mettre en œuvre. Si les particules ne sont pas sphériques, la maille du tamis ne correspondra pas au diamètre réel. Pour des raisons de précision, des précautions doivent être prises lors du nettoyage et de la manipulation des tamis avec des ouvertures inférieures à 250  $\mu\text{m}$ . Le tamisage est souvent utilisé avec les poudres granulées préparées par atomisation destinées au pressage à sec (50-500  $\mu\text{m}$ ). Il est aussi particulièrement utilisé pour la classification de poudres et l'élimination d'agglomérats de grande taille ou de particules fines non souhaitées.

### **I.3.3. Sédimentation :**

La sédimentation, que ce soit en utilisant la gravité naturelle ou une force centrifuge, est une technique d'analyse très utilisée. La limite inférieure de l'analyse à atteindre est de 10-20 nm. L'hypothèse principale faite ici concerne la forme des particules que l'on assimile à des sphères lorsque l'on applique la loi de Stokes décrivant leur déplacement dans le milieu suspensif. La méthode de détection concrètement utilisée peut également conduire à des limitations. Certains instruments utilisent l'absorption de la lumière pour estimer la vitesse de sédimentation des particules. Il faut alors tenir compte du fait que, lorsque la taille des grains est du même ordre de grandeur que la longueur d'onde de la lumière utilisée, les phénomènes de diffraction deviennent importants. L'utilisation de rayons X simplifie le problème, mais il est nécessaire alors que le matériau analysé absorbe les rayons X à un taux de dilution qui évite des problèmes d'interactions entre les particules pendant la sédimentation ( $< 2\%$  en volume) pour la plupart des poudres céramique, l'utilisation des rayons X est une très bonne méthode de détection. Les granulométries comportant une centrifugeuse à disque associée à une détection par les rayons X sont probablement le matériel le plus adapté pour obtenir à la fois précision et vitesse d'analyse des matières premières.

**Tableau I.1** : caractéristique de différentes méthodes de détermination de la taille des particules.

Méthode	Milieu	Gamme de taille [µm]	Echantillon [g]	Temps d'analyse*	Diamètre mesuré
Microscopie :					
– optique	Liquide/gaz	400-0,5	< 1	C-L	La section projetée
– électronique	Vide	400-0,001	< 0,1	C-L	Férét
Tamisage	Air	8000-37	50	M	Selon tamis utilisés
	Liquide	5000-5	5-20	L	
Sédimentation :					
– gravitation	Liquide	100-0,5	< 5	M-L	Loi de Stokes Masse
– centrifugation	Liquide	300-0,02	0,01-2	C-M	La section projetée

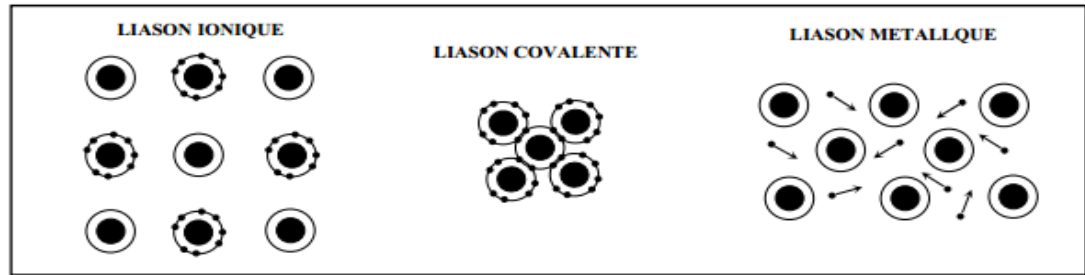
Temps d'analyse : C = court (<20 min) ; M = moyen (20-60 min) ; L = long (> 60 min).

#### I.4. CARACTERISTIQUES ESSENTIELLES DES CERAMIQUES : [3].

Les matériaux céramiques présentent une caractéristique essentielle par rapport aux autres matériaux : les atomes ou constituants de leur réseau cristallin sont en général très solidement liés entre eux par des liaisons fortes.

Du point de vue de leur structure, les matériaux céramiques occupent une place particulière par rapport aux polymères organiques. D'une façon générale, le principal paramètre qui différencie ces matériaux est le type de liaison chimique, ou en d'autres termes, la structure électronique. Les céramiques sont surtout à liaison ionique ou covalente (iono-covalente), les polymères organiques sont à liaison covalente et les métaux présentent la liaison métallique (Figure I.9).

Dans la majorité des céramiques oxydes ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{UO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ...), les liaisons sont du type ionique. Les cations métalliques cèdent leurs électrons aux anions d'oxygène. Il n'y a pas a priori d'électrons disponibles jusqu'à des températures élevées pour la conductibilité électronique. Il en découle des particularités générales remarquables, dues à ce type de liaison : température de fusion élevée, inertie chimique, barrière thermique, grande dureté accompagnée malheureusement de son point faible : une grande fragilité.



**Figure I.9 :** Différentes liaisons des matériaux.

Compte tenu de cette remarque, toutes les céramiques présentent des caractéristiques similaires dues à la nature de ces liaisons atomiques :

- haut module d'élasticité.
- faible réactivité chimique, bonne tenue à la corrosion.
- haute température de fusion.
- conductibilité thermique généralement faible.
- fluage par plasticité le plus souvent négligeable, tout au moins à l'ambiante.
- bonne résistance à l'usure.
- charge de rupture pouvant être élevée, etc....
- absence de ductilité : les céramiques sont rarement déformable plastiquement.
- une faible ténacité : c'est-à-dire leur inaptitude à résister à la propagation des défauts.
- la rupture par chocs thermiques, qui est un problème crucial pour les céramiques fonctionnant à des températures variables.

## **I.5. TECHNIQUE D'ELABORATION DES CERAMIQUES : [3].**

L'art de céramiste consiste à réaliser dans la même opération le matériau et la pièce, alors que le métallurgiste produit d'abord des lingots qui, dans un second temps, sont mis en forme. En général, le cycle d'élaboration d'un produit céramique comprend trois étapes principales : la préparation de la poudre, la mise en forme puis un traitement thermique appelé frittage.

### **I.5.1. Broyage Des Poudres :**

Le but du broyage est d'augmenter la réactivité de la poudre (surface spécifique) en vue de son frittage. Les principaux mécanismes de broyage sont la rupture par impact et l'usure par frottement (attrition). Les différentes techniques de broyage sont recensées dans

le tableau I.2. La taille moyenne finale des particules dépend de la technique utilisée. Au-delà d'un certain temps de broyage, la taille des particules n'évolue plus, car l'énergie apportée n'est plus suffisante pour casser les particules de plus en plus fines qui contiennent de moins en moins d'amorces de rupture.

L'attrition est un broyage à fort rendement énergétique mettant en jeu des phénomènes de cisaillement et d'usure par frottement. Pour une consommation d'énergie faible, par rapport aux autres techniques de broyage, l'attrition permet d'obtenir assez facilement des poudres submicroniques dont les particules présentent une morphologie plus équiaxe qu'avec les autres techniques.

En général, l'attriteur est constitué d'une jarre en téflon, remplie à environ 80% de la poudre à broyer mélangée à des billes de broyage. Les billes sont généralement en zircone, alumine ou carbure de tungstène. On utilise généralement mélange 50/50 de billes de diamètre 1 mm et 2 mm. Le rapport entre la masse de billes et la masse de la poudre à broyer (taux de charge) est en général proche de 10 pour 1. Le mélange est mis en rotation à l'aide d'une pale dont la vitesse de rotation peut aller de quelques dizaines à quelques milliers de tours par minute. Le broyage peut être effectué à sec ou bien en milieu humide. La présence d'eau diminue l'efficacité du broyage mais permet d'évacuer plus facilement la chaleur dégagée par les frottements entre la poudre et les billes.

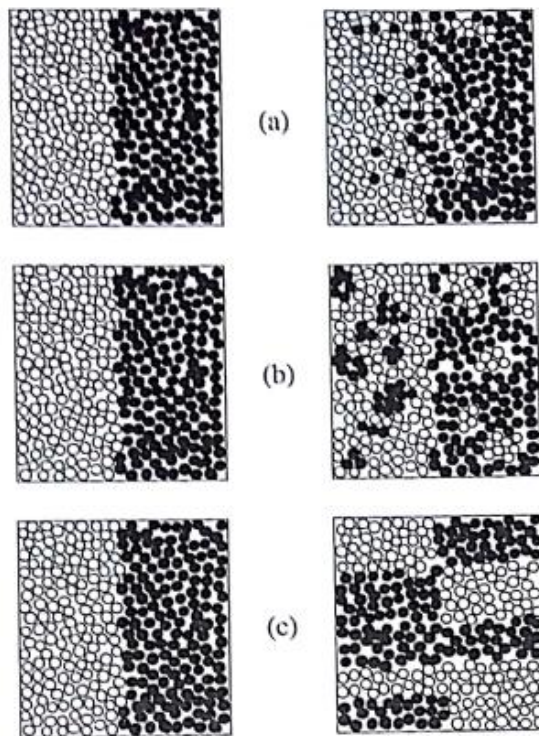
<b>Technique</b>	<b>Mécanisme de broyage</b>
Tourne-jarres	Impact
Broyeur à marteaux	Impact
Broyeur planétaire	Impact
attrition	Frottement, cisaillement

**Tableau I.2 :** Techniques de broyage couramment employées.

### **I.5.2. Mélangeage : [2].**

Le mélangeage des différents composés distincts est une étape technologique importante dans plusieurs branches de l'industrie : pharmacie, détergents et, non des moindres, l'industrie des céramiques. Les céramiques traditionnelles telles que la porcelaine sont produites par mélangeage de poudres de quartz, feldspaths et kaolin. La plupart des céramiques contiennent des additifs de frittage introduits sous forme de poudres. Pour les

applications de pressage à sec, des liants organiques et des plastifiants sont ajoutés. Tous ces additifs doivent être dispersés de manière homogène lors de l'opération de mélange des poudres. Des mélangeages de poudres sont également réalisés lors de la synthèse par chamottage d'oxydes mixtes tels que  $\text{Pb}(\text{Mn } 1/2\text{Nb } 2/3)\text{O}_3$  ou  $\text{Pb}(\text{Mg } 1/3\text{Nb } 2/3)\text{O}_3$  à partir des oxydes primaires. Dans ces cas, l'absence d'homogénéité peut conduire à la formation de phases secondaires qui nuisent aux propriétés électriques finales du matériau. L'objectif d'un processus de mélangeage est d'obtenir une distribution homogène des constituants. Cette obtention dépendra de la taille des grains dont ils sont constitués, de leur forme, leur densité, leur état de surface, la chimie de leurs surfaces ainsi que de la fraction volumique des diverses phases en présence. Selon que le mélangeage est réalisé en milieu humide ou à sec, l'humidité ou la chimie de charges statiques peuvent jouer des rôles importants. Le mélangeage et la ségrégation des poudres sont des processus concurrents pouvant intervenir et il convient de choisir judicieusement la méthode de mélange afin de ne pas favoriser la ségrégation, que ce soit pendant le mélangeage proprement dit ou durant la récupération du mélange pulvérulent en fin de procédé. En général, la ségrégation des poudres sèches dépend fortement de la cohésion de la poudre, les poudres qui s'écoulent librement ayant une tendance élevée à la ségrégation, contrairement au cas des poudres ayant plus de cohésion.



**Figure I.10 :** Représentation schématisée des différents mécanismes de mélange  
:(a)diffusion ; (b) convection ; (c) cisaillement.



### **I.5.3. Mise en forme : [4].**

Il s'agit du façonnage de la matière première de départ en pièces de formes appropriées ayant une certaine consolidation. Suivant la quantité d'eau contenue dans le mélange (eau - matière sèche), on peut distinguer trois principaux modes de mise en forme : pressage à sec, moulage ou étirage d'une pâte plastique et coulage de barbotine. Le choix du procédé de mise en forme dépend de plusieurs paramètres tels que : la taille et la forme du produit à réaliser, l'état de surface, les tolérances dimensionnelles, les caractéristiques microstructurales, la productivité désirée, le coût des équipements et les aspects sécuritaire et environnemental.

#### **I.5.3.1. Pressage : [3].**

Dans cette technique, les poudres sont successivement versées dans un moule en acier, sous une faible compression exercée. Généralement, ce procédé est suivi par une pression isostatique. Ce dernier peut être envisagé pour la fabrication de pièces de formes complexes. En général, l'aptitude d'une poudre au pressage se caractérise en premier lieu par la variation de la densité relative d'un échantillon en fonction de la pression appliquée, la mesure de la densité s'effectuant soit au cours du pressage proprement dit, soit après extraction de l'échantillon du moule.

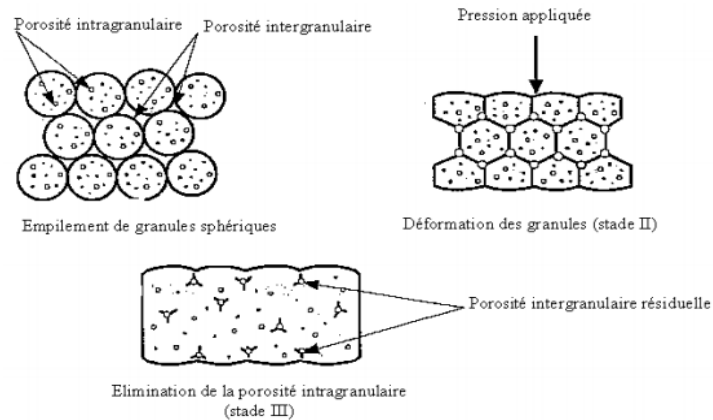
##### **I.5.3.1.1. Le Pressage uni axial :**

On admet généralement que la séquence des étapes intervenant lors du pressage d'une poudre atomisée est la suivante :

**Stade I :** Le réarrangement des granules.

**Stade II :** La déformation ou la fragmentation, des granules, conduit à l'élimination de la macroporosité entre les granules que nous désignerons aussi par porosité inter granulaire. La déformation des granules, les uns contre les autres, forme des interfaces planes, qui peuvent être visualisées sur les surfaces des échantillons pressés.

**Stade III :** Sous des pressions plus élevées, il y a élimination de la microporosité initialement présente à l'intérieur des granules, par réarrangement ou fragmentation des particules. Cette microporosité sera aussi appelée porosité intra granulaire. Dans ce stade, seul le réarrangement des particules à l'intérieur des granules, et éventuellement leur rupture sous une très forte pression, peut expliquer la diminution de la porosité intra granulaire. Ces étapes sont illustrées sur la figure I.11.



**Figure I.11** : La disparition progressive de la porosité inter granulaire et de la porosité intra granulaire durant le pressage de la poudre atomisée.

#### **I.5.3.1.2. Le Pressage isostatique :**

Le pressage isostatique est employé pour la réalisation de pièces difficiles à obtenir en pressage uni axial : pièces présentant une direction allongée (tubes), pièces de forme complexes et/ou de volume important. Cette méthode de pressage offre l'avantage de conduire à une répartition homogène de la pression au sein de la pièce et est donc également utilisée pour élaborer des pièces nécessitant une densité en cru élevée et très uniforme (billes de roulement et de broyage, prothèses médicales).

#### **I.5.3.2. Mise en forme de pâtes plastiques : [2].**

Les méthodes de mise en forme plastique utilisent des pâtes de poudres céramiques alliées avec une teneur en eau ou liquide nettement inférieure à celle utilisée en coulages en bande ou en barbotine. Ces méthodes trouvent leur origine dans la propriété des argiles à former des pâtes quand elles sont mélangées à de petites quantités d'eau. A une époque lointaine, ces mélanges d'argiles étaient alors mis en forme à la main (briques de boue ou technologies démise en forme par modelage, par colombinage ou par moulage). Plus tard, des tables rotatives furent utilisées par les potiers pour simplifier l'obtention de formes symétriques (procédés de mise en forme par tournage). Les techniques industrielles de mise en forme de pâtes plastiques développées aujourd'hui sont essentiellement :

- l'extrusion
- le calibrage
- le moulage par injection.

**I.5.3.3. Mise en forme de barbotine (Coulage) : [3].**

Le coulage en barbotine (slip casting) consiste à couler une suspension dans un moule poreux qui va rainer le liquide grâce aux forces capillaires, laissant un tesson (couche de poudre compacte) sur la surface du moule. Après séchage, on obtient le corps en cru. Donc le coulage se décompose en deux étapes essentielles :

- formation du tesson ou « prise ».
- consolidation du tesson ou « raffermissement ».

La filtration, c'est-à-dire la formation du tesson lors du coulage, peut être considérée comme un processus d'élimination d'une partie de l'eau de la barbotine ; cette eau migre à travers la couche du tesson déjà formé, sous l'effet :

- du pouvoir de succion du plâtre (coulage classique).
- ou d'une pression appliquée sur la barbotine (coulage sous pression).

**I.5.4. Séchage : [2].**

Le séchage est une étape importante dans plusieurs des procédés de mise en forme discutés ci-dessus. Le phénomène de séchage est pratiquement toujours associé à un retrait de la pièce céramique. L'importance du retrait dépend de la méthode et les propriétés rhéologiques adaptées au procédé. Pour les pièces coulées en barbotine dans des moules poreux et celles formées plastiquement, le retrait linéaire peut prendre des valeurs comprises entre 1,5 et 7 % pour les produits non argileux et de 3 à 10 % exceptionnellement jusqu'à 20 %, dans le cas des céramiques traditionnelles silico-argileuses. L'adjonction de dégraissants à la pâte par exemple sous forme de chamottes permet, mais au détriment de la plasticité de la pâte, l'obtention de retraits quasiment nuls. Ceci est particulièrement recherché lors de la mise en forme de grosses pièces de céramiques sanitaires. Pour les films coulés en bande ou fabriqués par sol-gel, il peut être beaucoup plus élevé, d'environ 50 à 90 %.

Le séchage des céramiques est généralement caractérisé par la mesure de la perte de masse en fonction du temps. Cette mesure, exprimée classiquement en pourcentage de perte de masse rapporté à la masse finale du corps sec, peut être également présentée en fonction du taux d'humidité plutôt qu'en fonction du temps.

**I.5.5. Déliantage :**

L'obtention des formes et microstructure requises nécessite l'addition de divers liants, plastifiants, lubrifiants et agents dispersants. Pour la plupart des applications, ces

additifs doivent être éliminés avant densification. L'élimination des additifs, souvent des composés organiques, est généralement réalisée au cours d'un traitement thermique communément appelé déliantage. Dans le cas des céramiques silicoalumineuses réalisées à partir de matières premières argileuses, un premier traitement thermique appelé dégourdi peut être également réalisé qui a pour effet de transformer les argiles en un matériau non délitable dans l'eau et la céramique.

#### **I.5.6. Le Frittage : [3].**

Les céramiques sont des matériaux présentant des températures de fusion élevées (rendant impossible le coulage), une grande fragilité (façonnage par déformation impossible) et une grande dureté (rendant difficile l'usinage). Lors de la phase de frittage, l'échantillon mis en forme se densifie avec une perte de la porosité, tout en gardant sa forme. Ce traitement thermique est réalisé à une température inférieure à la température de fusion, afin de conserver une certaine tenue mécanique. On peut alors définir simplement le frittage comme étant la consolidation par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compact, avec ou sans fusion d'un ou plusieurs constituants. Lors de la cuisson. L'augmentation de la densité de la pièce s'opère par retrait volumique. Au cours du traitement si l'agitation thermique est suffisante pour permettre la diffusion de la matière, deux phénomènes coexistent simultanément : le soudage des grains et le grossissement, responsable de la réduction de surface. On distingue communément trois étapes dans le frittage qui se produisent successivement pendant la montée en température et le palier de frittage :

- réarrangement et collage des particules, quelques fois favorisés par la présence d'une phase liquide.
- densification et élimination des porosités inter granulaires.
- grossissement des grains et élimination progressive des porosités fermées.

Il existe deux types de frittage :

- en phase liquide lorsqu'une partie de la matière atteint la fusion, on a alors des phénomènes de viscosité et de mouillabilité qui entrent en jeu.
- en phase solide lorsqu'il n'y a pas fusion, ce sont alors uniquement les défauts ponctuels qui interviennent.

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