

32 - 530 - 382

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE FERHAT ABBES - SETIF

Institut d'Optique et Mécanique de Précision



THESE DE MAGISTER

Présentée par : CHAKRI Abdelaziz

Thème

**ELABORATION ET CARACTERISATION
DES BRIQUES REFRACTAIRES DE CHAMOTTE
A PARTIR DES MATIERES PREMIERES LOCALES**

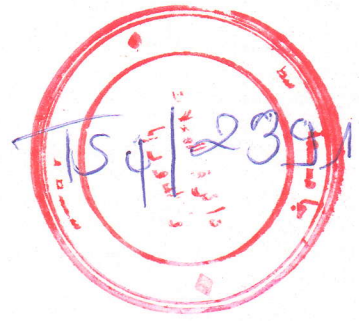
Soutenu le : 02 Juillet 1995

devant la Commission d'Examen

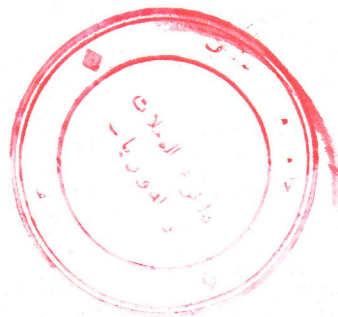
JURY : MM.

A. HARABI	Président
H. OSMANI	Rapporteur
N. BOUAOUADJA	Examineur
H. SATHA	Examineur
F. GHELDANE	Examineur
M. HAMIDOUCHE	Invité





A mes Parents
A mes frères et sœurs
A ma femme et ma fille
et
A tous ceux qui me sont chers.



REMERCIEMENTS

J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur OSMANI HOCINE, maître de conférence à l'université de Sétif, qui a guidé ce travail, pour son aide continue, sa disponibilité, ses précieux conseils et son soutien durant la réalisation de cette thèse.

Je tiens aussi à exprimer ma gratitude à Monsieur HARABI ABDELHAMID, maître de conférence à l'université de Constantine pour l'honneur qu'il me fait en président le jury.

Je remercie Monsieur BOUAOUADJA NOURREDINE, maître de conférence à l'université de Sétif, d'avoir accepté de juger ce travail, ses remarques ont été utiles.

Mes vifs remerciements s'adressent également à Messieurs GHELDANE FARID, chargé de cours à l'université d' Annaba et SATHA HAMID, chargé de cours à l'université de Guelma d'avoir accepté de juger ce travail.

Je remercie également Monsieur HAMIDOUCHE MOHAMED, chargé de cours à l'université de Sétif pour son soutien et d'avoir mis à ma disposition sa documentation.

Qu'il me soit aussi permis au terme de cette thèse de remercier Messieurs K. AZZOUG, K. LOUCIF, M. ARIF, H. BAHRI, B. BEGGAR, A. HECHICHE, B. SERKHANE et A. BENSLIM. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde sympathie.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	01
CHAPITRE I : GENERALITES	04
I.1 Définition des produits réfractaires	04
I.2 Classification des réfractaires	06
I.3 Propriétés physiques des réfractaires	07
I.4 Propriétés fonctionnelles des réfractaires	14
CHAPITRE II : ETUDE DU DIAGRAMME SILICE -ALUMINE	28
II.1 Silice	28
II.2 Alumine	30
II.3 Système Silice-Alumine	31
CHAPITRE III : MATIERES PREMIERES UTILISEES ET TECHNOLOGIE	36
DE FABRICATION	
III.1 Matières premières utilisées pour la fabrication des réfractaires argileux	36
III.2 Technologie de fabrication des produits réfractaires	43
CHAPITRE IV : ACTION DE CERTAINS FACTEURS PHYSIQUES SUR LES	53
CARACTERISTIQUES DES PRODUITS REFRACTAIRES	
IV.1 Granularité	53
IV.2 Pression	60
IV.3 Humidité	62
IV.4 Température	64
IV.5 Palier de cuisson	66
CHAPITRE V : CHOIX ET ETUDE DES MATIERES PREMIERES	68
V.1 Introduction	68
V.2 Etude des matières premières	69

CHAPITRE VI : ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE, DE	82
L'HUMIDITE ET DE LA PRESSION SUR LES CARACTERISTIQUE	
DES BRIQUES REFRACTAIRES DE CHAMOTTE	
VI.1 Généralités	82
VI.2 Etude de l'influence de la granulométrie	88
VI.3 Etude de l'influence de l'humidité	94
VI.4 Etude de l'influence de la pression	99
CHAPITRE VII : OBTENTION DES BRIQUES REFRACTAIRES AVEC LES	105
CONDITIONS OPTIMALES ET CARACTERISATION	
VII.1 Obtention des briques réfractaires	105
VII.2 Caractéristiques de la brique fabriquée	105
VII.3 Tableau récapitulatif des valeurs moyennes obtenues	111
VII.4 Classification de la brique obtenue	112
CONCLUSION	113
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	116
ANNEXE : ESSAIS REALISES	121

INTRODUCTION

L'industrie céramique est l'une des plus anciennes activités humaines. C'est un art issu du passé et aussi un matériau et une technique largement implantés dans de nombreux secteurs industriels.

Parmi les branches de la céramique les réfractaires possèdent une importance capitale pour beaucoup d'industries telles que:

- La sidérurgie;
- La métallurgie des métaux non ferreux;
- La verrerie;
- La pétrochimie;
- La cimenterie, etc...

La technologie de production des réfractaires a connu un développement rapide dans plusieurs pays, mais reste toujours négligée dans le notre, bien que tous nos besoins en matériaux réfractaires soient importés.

Dans le but de développer et de donner un essor à cette industrie, on a pris soins de traiter un thème portant sur l'obtention d'un type de réfractaire très répandu et pouvant être produit au pays avec des matières premières locales, et cela sans recourir à de très grands investissements.

Le travail à été élaboré en deux parties :

Une partie théorique traitant certaines notions générales sur les réfractaires au chapitre I. Le diagramme silice-alumine étant étudié au chapitre II.

La présentation des matières premières notamment utilisées pour l'obtention des réfractaires argileux et la technologie de fabrication se trouve au chapitre III. Le chapitre IV rassemble un certain nombre de travaux bibliographiques traitant l'influence de certains facteurs physiques sur les caractéristiques des réfractaires.

La seconde partie traitant de l'expérimentation renferme le chapitre V qui est consacré à l'étude et au choix des matières premières.

Le chapitre VI présente les résultats de l'influence de la granulométrie, de l'humidité et de la pression sur les caractéristiques des briques réfractaires. L'absorption, la masse volumique, la porosité, le retrait et la résistance à la compression y ont été déterminées. Le dernier point étudié rassemble les divers caractéristiques de la brique réfractaire obtenue.

CHAPITRE I GENERALITES

SOMMAIRE

I.1	DEFINITION DES PRODUITS REFRACTAIRES	04
I.2	CLASSIFICATION DES REFRACTAIRES	06
I.2.1	Composition chimique	06
I.2.2	Réfractarité	07
I.2.3	Structure	07
I.2.4	Mode de fabrication	07
I.3	PROPRIETES PHYSIQUES DES REFRACTAIRES	07
I.3.1	Porosité	07
I.3.2	Capacité thermique	08
I.3.3	Dilatation thermique	09
I.3.3.1	Coefficient de dilatation linéaire	10
I.3.3.2	Coefficient de dilatation volumique	10
I.3.4	Conductivité thermique	11
I.3.5	Pouvoir de diffusion thermique	12
I.3.6	Conductibilité électrique	12
I.4.	PROPRIETES FONCTIONNELLES DES REFRACTAIRES	14
I.4.1	Réfractarité	14
I.4.2	Résistance mécanique aux températures élevées	14
I.4.3	Température de déformation sous charge	15
I.4.3.1	Généralités	15
I.4.3.2	Mécanismes de fluage des céramiques	16
I.4.4	Stabilité de volume des réfractaires	19
I.4.5	Stabilité chimique des réfractaires	20
I.4.5.1	Facteurs chimiques	20
I.4.5.2	Facteurs physiques	21
I.4.6	Résistance aux chocs thermiques	22
I.4.6.1	Définition	22
I.4.6.2	Contraintes thermiques	23
I.4.6.3	Processus de rupture des matériaux	24
I.4.6.4	Amélioration de la résistance aux chocs thermiques	25

I. GENERALITES

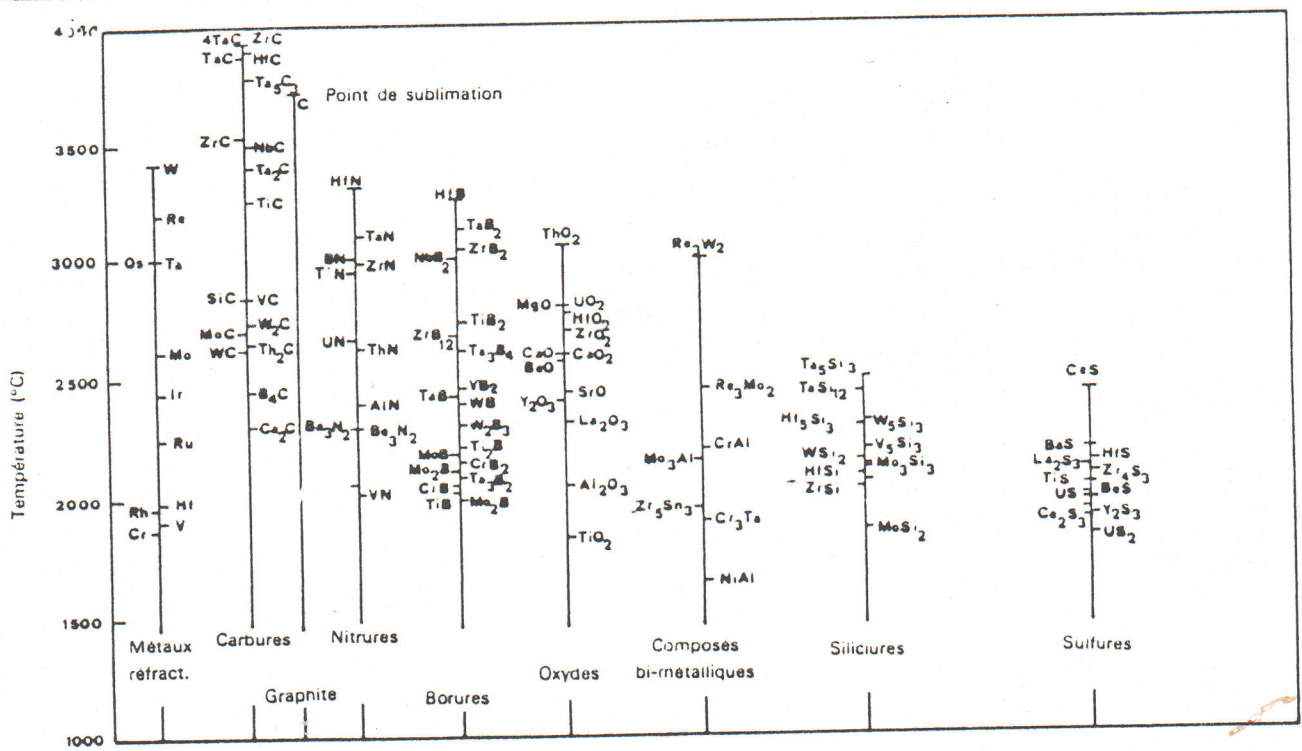
I.1 DEFINITION DES PRODUITS REFRACTAIRES:

La définition conventionnelle fait référence à la résistance pyroscopique des produits ou matières réfractaires, c'est leur ramollissement en fonction de la température et non leur point de fusion.

La notion de "résistance pyroscopique" est due au fait que les produits réfractaires industriels ne sont pas des corps cristallins purs. Ils sont le plus souvent constitués d'un mélange de corps cristallisés (phase cristalline) et de corps amorphes (phase vitreuse). A haute température, ils ne subissent pas de fusion franche. On observe un ramollissement progressif de la masse avec la température, suivi de la fusion complète de la phase vitreuse ensuite la fusion des éléments cristallisés.

Un réfractaire, matière réfractaire ou produit réfractaire, est constitué de matières et produits non métalliques (à l'exception de quelques impuretés) dont la résistance pyroscopique est équivalente à 1500°C au minimum [1].

D'après Komar [2] les matériaux résistant aux températures supérieures à 1580 °C et répondant aux exigences principales suivantes : réfractarité, résistance sous charge à des hautes températures, stabilité thermique, étanchéité aux gaz, résistance aux laitiers et stabilité de volume et de forme sont appelés "matériaux réfractaires". Le tableau I.1 présente les températures de fusion de quelques substances réfractaires.



I.2 CLASSIFICATION DES REFRACTAIRES :

Vue la diversité de constitution et du mode de fabrication, les produits céramiques réfractaires sont classés selon : la composition chimique, la réfractarité, la structure et le mode de fabrication.

I.2.1 Composition chimique :

Le tableau I.2 donne la classification des produits réfractaires en tenant compte de la composition chimique d'après les normes ISO 1109 et AFNOR NF B40 -002.

	subdivisions	Teneur limite en oxyde principal	
SYSTEME $Al_2O_3-SiO_2$	produits à haute teneur en alumine -Groupe1	$Al_2O_3 \geq 56 \%$	
	produits à haute teneur en alumine -Groupe 2	$45 \% \leq Al_2O_3 \leq 56 \%$	
	produits argileux	Groupe	$30 \% \leq Al_2O_3 < 45 \%$
		30	$30 \leq Al_2O_3 < 33$
		33	$33 \leq Al_2O_3 < 37$
		37	$37 \leq Al_2O_3 < 40$
		40	$40 \leq Al_2O_3 < 42$
		42	$42 \leq Al_2O_3 < 45$
	produits silico-argileux	$10 \% \leq Al_2O_3 < 30 \%$; $SiO_2 < 85 \%$	
	produits siliceux	$85 \% \leq SiO_2 < 93 \%$	
	produits de silice	$SiO_2 \geq 93 \%$	
Produits à base de $MgO-Cr_2O_3-SiO_2$	Produits basiques: -produits de magnésie -produits de magnésie-chrome -produits de chrome-magnésie -produits de chromite -produits de forstérite -produits de dolomie	$MgO \geq 80 \%$ $55 \% \leq MgO < 80 \%$ $25 \% \leq MgO < 55 \%$ $Cr_2O_3 \geq 25 \%$ $MgO \leq 25 \%$	
	Produits spéciaux -produits à base de : -carbone (amorphe) -graphites -zircon $ZrSiO_4$ -zircone ZrO_2 -carbure de silicium SiC -carbures (autres que le carbure de silicium) -Produits à base de plusieurs oxydes (autres que ceux des produits basiques). -Produits à base d'oxydes purs : Al_2O_3 , MgO , SiO_2 , ThO_2 , etc. Ces oxydes purs, nitrures, carbures et borures sont réservés à des usages spéciaux et aux laboratoires.	-nitrures -borures -spinelles (autres que la chromite) -etc.	

Tab. I.2 : Classification des réfractaires selon la composition chimique [4].

I.2.2 Réfractarité :

Le tableau ci-dessous donne la classification des produits réfractaires compte tenu de la réfractarité.

Températures en °C			
1350 1580	1580 1770	1770 2000	>2000
Réfractaires	Hautement réfractaires	Très hautement réfractaires	Super réfractaires

Tab. I.3 : Classification des réfractaires selon la réfractarité [5].

I.2.3 Structure :

Le tableau qui suit présente la classification des produits réfractaires d'après la structure.

Porosité	0 à 3 %	3 à 10 %	10 à 16 %	16 à 30 %	30 à 45 %	45 à 85 %	>85 %
Structure	Super dense	Trop dense	Dense	Peu dense	Ordinaire	Léger	Super léger

Tab. I.4 : Classification des réfractaires d'après la structure [5].

I.2.4 Mode fabrication :

- a) produits réfractaires façonnés : cuits, non cuits, électrofondus, etc...
- b) produits réfractaires non façonnés : produits broyés réfractaires, enduits et réfractaires, masses maçonner, etc...
- c) produits réfractaires poreux façonnés : matériaux fibreux, etc...

I.3 PROPRIETES PHYSIQUES DES REFRACTAIRES :

I.3.1 Porosité:

La stabilité des réfractaires dépend de la porosité. Cette dernière varie dans de larges limites : de 1% pour les réfractaires fondus à 80% pour les calorifuges.

La porosité du réfractaire dépend du système de façonnage, du degré de cuisson, de la porosité des grains utilisés, de la granulométrie employée et dans une moindre mesure, de la forme des grains et du pourcentage en fondants.

La porosité influe grandement sur de nombreuses propriétés : la résistance mécanique diminue d'abord lentement, puis plus rapidement. La résistance à l'affaissement sous charge décroît de façon analogue. La conductivité thermique diminue également lorsque la porosité croît, tandis que la perméabilité augmente d'abord lentement puis plus rapidement. Cette dernière propriété est d'ailleurs fortement influencée par les dimensions et la forme des pores.

Les pores dans les réfractaires peuvent être ouverts ou fermés.

a) Porosité ouverte :

C'est le rapport du volume de l'ensemble des pores ouverts au volume apparent du produit. Les pores ouverts sont, par définition, ceux pénétrés par l'eau ou le liquide d'imprégnation au cours de l'essai.

b) Porosité fermée :

C'est le rapport entre le volume des pores fermés et celui du produit. Les pores fermés sont, par définition, ceux qui ne sont pas pénétrés par l'eau ou le liquide d'imprégnation .

La porosité globale est la somme des deux porosités précédentes .

I.3.2 Capacité thermique :

La capacité thermique des réfractaires joue un grand rôle dans le choix des matériaux réfractaires, par exemple pour les régénérateurs et les fours à fonctionnement discontinu . Elle intervient dans tous les processus qui entraînent une accumulation de chaleur . En général la valeur de la capacité thermique des réfractaires varie de 0,4 à 1,7 kj / kg degré.

La figure I.1 donne la capacité thermique de quelques matériaux céramiques à différentes températures.

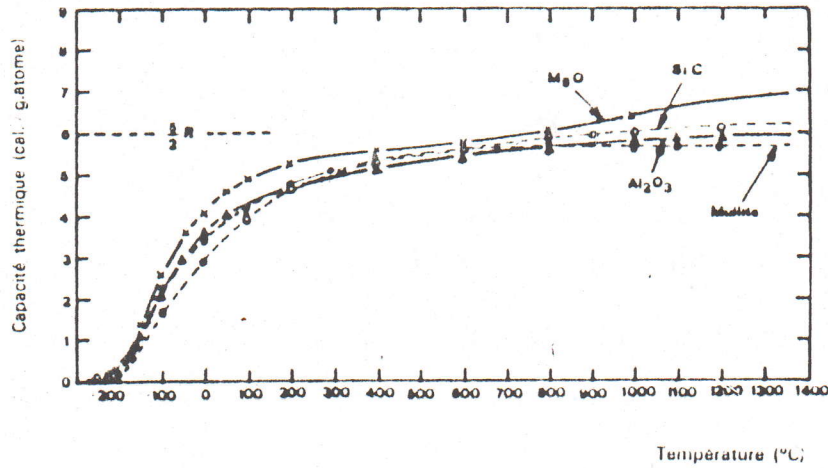


Fig. I.1 : Capacité thermique de quelques matériaux céramiques à différentes températures [3].

I.3.3 Dilatation thermique :

La dilatation thermique d'un matériau est due à l'amplitude des vibrations atomiques de la structure sous l'effet de la température [6].

La figure I.2 schématise l'influence de la température sur les distances interatomiques [7].

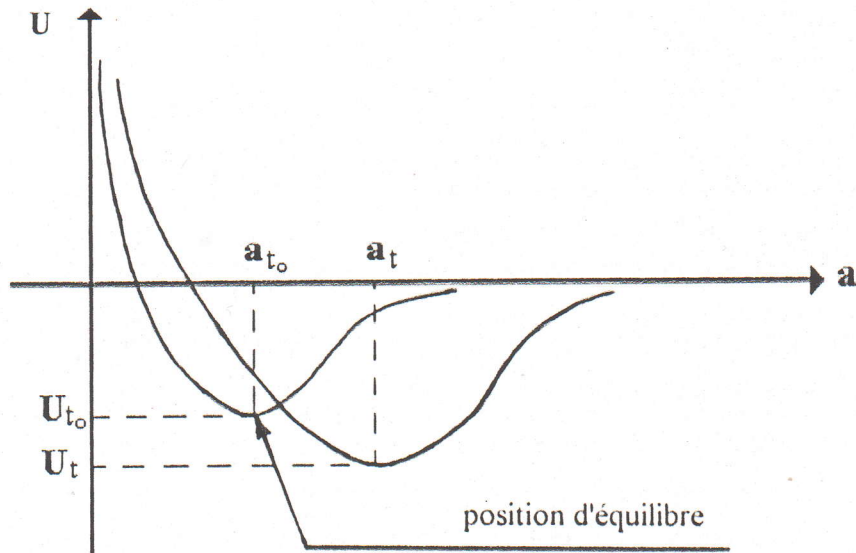


Fig. I.2 : Influence de la température sur les distances interatomiques [7].

La dilatation thermique est directement liée à la nature de la liaison interatomique. Elle sera d'autant moins marquée que la liaison est plus forte [7]. Les variations de longueur et de volume associées aux changements de température sont importantes pour beaucoup d'applications. Elles sont aussi la cause principale de la génération des micro-fissures.

I.3.3.1 Coefficient de dilatation linéaire :

Ce coefficient est exprimé par :

$$\alpha = \frac{\Delta l}{l_0 \cdot \Delta T} \quad (1.1)$$

Où :

l_0 = longueur initiale de l'échantillon

ΔT = variation de la température

α est donné en $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ou en K^{-1}

Il est à noter que le coefficient de dilatation linéaire augmente avec la température. Ceci se comprend à l'examen des courbes donnant l'énergie d'interaction en fonction de la distance inter atomique [7].

I.3.3.2 Coefficient de dilatation volumique :

Ce coefficient correspond à la variation du volume V d'un matériau en fonction de la température.

$$\gamma = \frac{\Delta V}{V_0 \Delta T} \quad (1.2)$$

Où :

V_0 = volume initial

γ est donné en $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ou en K^{-1}

Pour un matériau à structure cristalline isotrope (C.C., C.F.C. ...) la dilatation volumique correspond à environ trois fois la dilatation linéaire [7] :

$$\gamma = 3 \cdot \alpha$$

Lorsque les matériaux anisotropes sont soumis à une température uniforme le changement de dilatation au sein du grain (Fig. I.3.a) ou de grain à grain (Fig. I.3.b) engendre des contraintes thermiques [8].

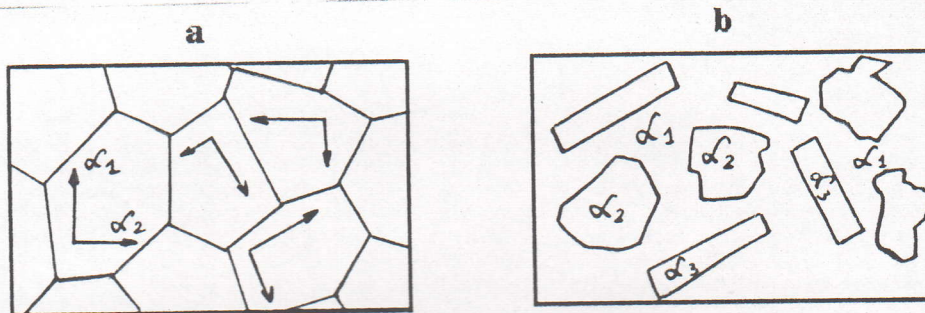


Fig. I.3 : Génération des contraintes dans les céramiques [8]

- a) Contraintes dues à l'anisotropie des coefficients de dilatation thermique $\alpha_1 \neq \alpha_2$
- b) Contraintes dues à la différence de dilatation thermique ($\alpha_1 \neq \alpha_2 \neq \alpha_3 \dots$) des différents constituants.

I.3.4 Conductivité thermique:

En général la conductivité de la chaleur des réfractaires doit être basse, sauf dans le cas où la chaleur est transmise à travers des réfractaires (par exemple, dans les récupérateurs et les moufles).

Selon la loi de Fourier, la conduction thermique est exprimée par:

$$Q = \lambda \cdot A \cdot \frac{dT}{dS} \quad (1.3)$$

Où :

λ = coefficient de conductivité thermique du corps en [kcal / m / h °C]

A = section en [m²]

$\frac{dT}{dS}$ = gradient de température en [°C / m]

La conductivité thermique est liée à la composition chimique, à l'état d'agrégation et à la température. Elle est également dépendante de la forme, de la grosseur, de l'orientation et de la répartition des pores.

A partir des considérations purement théoriques, il en résulte donc que dans les substances vitreuses, la conductivité thermique croît en fonction de la température par

contre dans les corps cristallins, elle est inversement proportionnelle à la température (Fig. I.4).

I.3.5 Pouvoir de diffusion thermique " Thermo Diffusion " :

C'est le rapport entre la conductivité thermique et le produit de la chaleur spécifique par la densité. Cette diffusion thermique "a" est liée à la conductibilité thermique " λ ", à la chaleur spécifique "c" ainsi qu'à la densité apparente P_v par la relation :

$$a = \frac{\lambda}{c \cdot P_v} \quad [\text{m}^2 / \text{h}] \quad (1.4)$$

La thermo diffusion détermine la vitesse de variation de la température à l'intérieur d'un corps lorsque celui-ci est chauffé ou refroidi brutalement à sa surface. Plus la valeur de "a" est grande, plus le matériau est résistant aux chocs thermiques (le corps conduit la chaleur et sans l'accumuler) [9] (Fig. I.5).

I.3.6 Conductibilité électrique:

La plupart des réfractaires à basse température sont des diélectriques. Lors de l'augmentation de la température à l'intérieur des réfractaires on voit apparaître la phase liquide. Cette dernière favorise l'augmentation de la conductibilité électrique.

D'autre part, la composition chimique des réfractaires influe sur la conductibilité électrique.

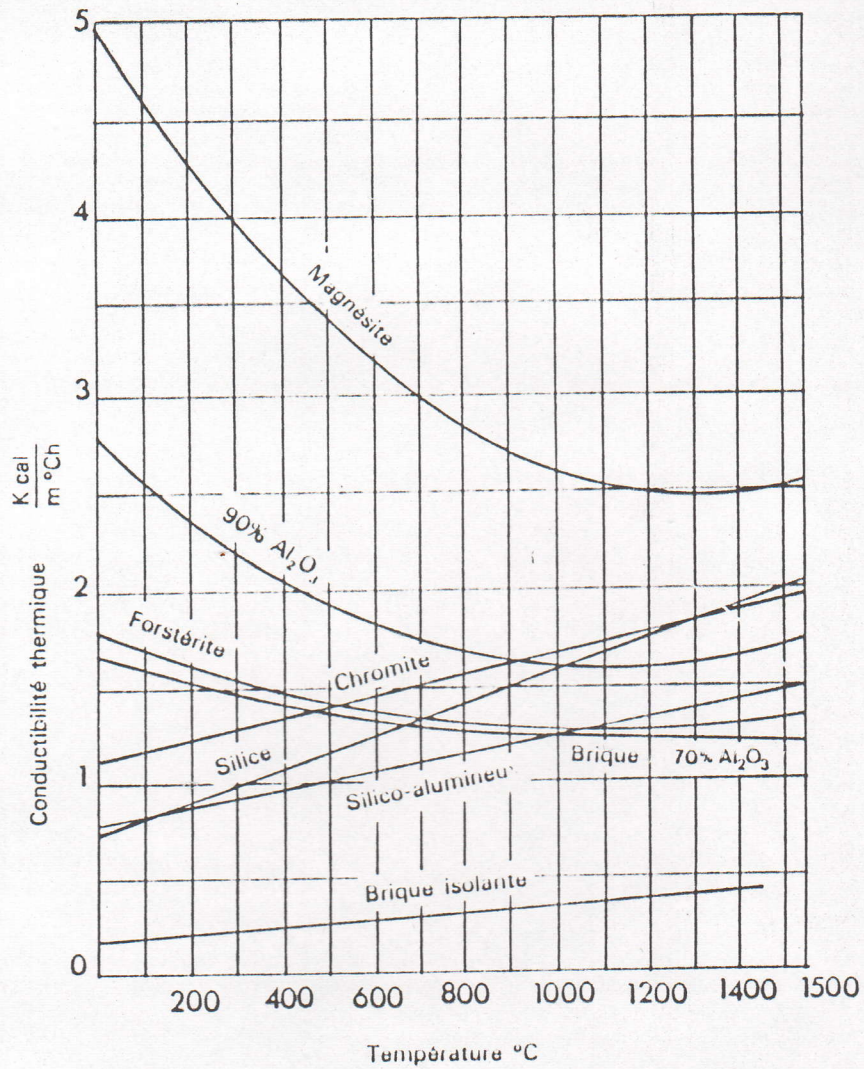


Fig. I.4 : Relations entre la conductibilité thermique et la température [3].

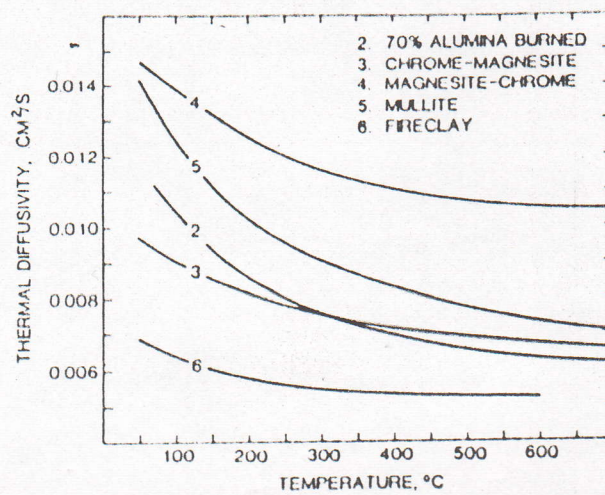


Fig.I.5 : Diffusion thermique de cinq briques réfractaires en fonction de la température [9].

I.4 PROPRIETES FONCTIONNELLES DES REFRACTAIRES:

I.4.1 Réfractarité:

La réfractarité est une propriété essentielle des matériaux pour conserver la solidité mécanique sous l'action de la haute température [10].

Selon la théorie de Braniski [11], la réfractarité des matériaux serait en relation avec la configuration électronique des atomes qui les constitue.

La réfractarité dépend de la composition chimique des réfractaires et de la présence des additifs. Les alcalis diminuent la réfractarité et les alcalino-terreux le sont moins. En effet la réfractarité diminue avec l'augmentation du taux d'impuretés [10]. Ainsi la dispersion (granulométrie) détermine le caractère d'interaction entre les impuretés et la substance principale; plus la finesse de mouture de la substance réfractaire est grande plus la réfractarité est réduite. Enfin plus la vitesse de chauffe est petite, plus la température de réfractarité est moindre car les processus de transformations passent et s'achèvent complètement.

I.4.2 Résistance mécanique aux températures élevées:

Sous l'effet de la température, les réfractaires commencent à se ramollir et perdent leur résistance surtout sous charge dans les constructions. Dans les fours, le chargement réel sur les réfractaires peut atteindre 80 N/cm² [10].

La figure I.6 présente la variation du module de rupture en fonction de la température.

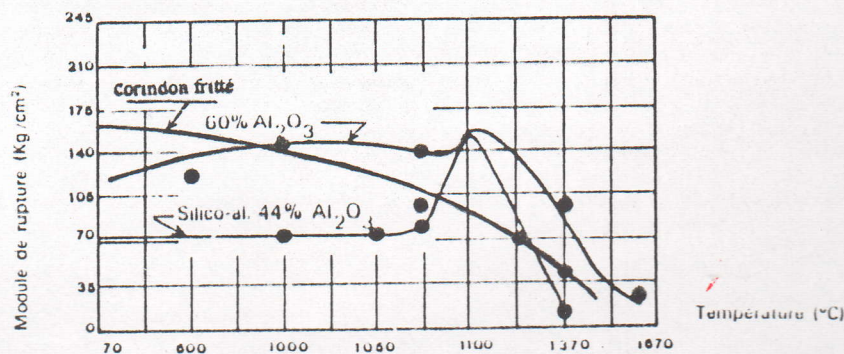


Fig. I.6 : Module de rupture en fonction de la température [3, 12].



On remarque deux tendances différentes avec la température:

- Soit une résistance mécanique qui diminue régulièrement à partir de 800 à 1000 °C, dans le cas des réfractaires monophasés. Cette diminution de résistance est expliquée par la mobilité des atomes sous l'action de la température.

- Soit une résistance mécanique qui présente un maximum entre 900 et 1200 °C, dans le cas des réfractaires polyphasés; au dessus de cette température la phase vitreuse a tendance à devenir plastique [12].

I.4.3 Température de déformation sous charge:

I.4.3.1 Généralités:

Le comportement en fluage des céramiques : la déformation que subit un matériau lorsqu'il est soumis à une charge et température constantes représente l'une des caractéristiques imposées aux matériaux réfractaires [13].

Un essai de fluage se traduit par une courbe déformation-temps. La déformation totale sera due à la superposition de plusieurs types de déformation (Fig. I.7). Elle est composée d'une [14]:

- déformation visco-élastique " ϵ_{ve} " qui est prépondérante dans la zone de fluage primaire: On a essentiellement un glissement bloqué par les aspérités dans les joints, avec une possible visualisation de halos de déformation bloqués dans les joints de grains (halos ayant pour origine ni les ajouts ni les défauts dans les joints);
- déformation par mécanisme de diffusion " ϵ_{diff} " d'un ou plusieurs éléments constituant le matériau; le fluage sera alors contrôlé par l'espèce qui diffuse le plus rapidement. Cette déformation est prédominante dans la zone de fluage stationnaire;
- déformation par cavitation " ϵ_{cav} " rendue possible par le glissement aux joints de grains et avec changement de volume. Ce mécanisme domine le stade de fluage tertiaire. Il intervient également très souvent dans le domaine de fluage stationnaire.

La déformation totale par fluage " ϵ_t " sera donc donnée par :

$$\epsilon_t = \epsilon_{ve} + \epsilon_{diff} + \epsilon_{cav} \quad (1.5)$$

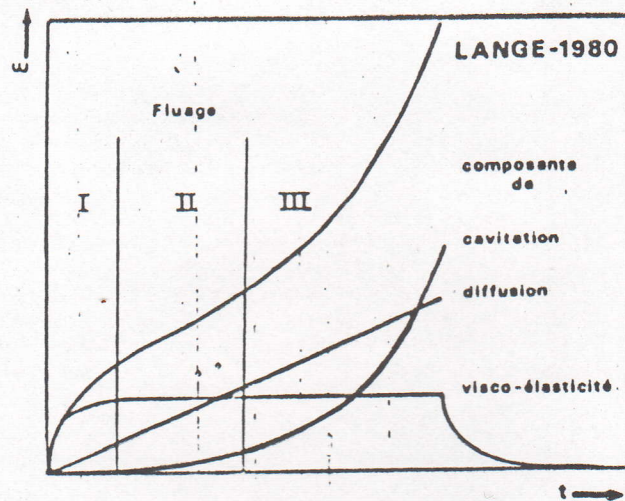


Fig. I.7 : Décomposition de la déformation totale en fluage d'une céramique selon trois mécanismes élémentaires [14].

A cette équation, s'ajoutent encore deux termes, dus à deux mécanismes supplémentaires [15]:

- déformation intragranulaire par mouvement de dislocations " ϵ_{intrag} " ;
- déformation due à un mécanisme de dissolution - reprécipitation sous l'effet de la contrainte, " ϵ_{dp} " .

L'équation globale de la déformation totale par fluage devient alors :

$$\epsilon_t = \epsilon_{ve} + \epsilon_{diff} + \epsilon_{cav} + \epsilon_{intrag} + \epsilon_{dp} \quad (1.6)$$

I.4.3.2 Mécanismes de fluage des céramiques:

Dans le domaine secondaire ou stationnaire, la vitesse de fluage " $\dot{\epsilon}$ " est donnée d'une façon générale par l'équation:

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \frac{Gb}{KT} D \cdot (b/d)^p (\sigma/G)^n \quad (1.7)$$

Où :

A = constante sans dimension

G = module de cisaillement

b = vecteur de Burgers

K = constante de Boltzmann

T = température absolue

D = coefficient de diffusion approprié

d = taille moyenne des grains

σ = contrainte appliquée

n = exposant de la contrainte.

Le coefficient de diffusion est donné par:

$$D = D_0 \exp(-Q / RT) \quad (1.8)$$

Où :

D_0 = facteur de fréquence

Q = énergie d'activation du processus de diffusion considéré

R = constante des gaz parfaits.

Le type du mécanisme de fluage sera déterminé par le type de diffusion mis en jeu et par les valeurs de p, n et Q. Dans le cas des céramiques, trois mécanismes essentiels peuvent intervenir [6]: un mécanisme de fluage diffusion de type NABARRO-HERRING [16, 17], un mécanisme de type COBLE [18] et un mécanisme par glissement au joints de grains.

a) Fluage diffusion NABARRO-HERRING :

Dans le cas d'un fluage diffusion en volume, la vitesse de fluage est donnée par l'expression:

$$\dot{\epsilon} = A \frac{\Omega}{KT} Dv \frac{1}{d^2} \sigma \quad (1.9)$$

Où :

A = une constante

Ω = le volume atomique de l'espèce diffusante

D_v = coefficient d'autodiffusion en volume

d = taille moyenne des grains.

En conséquence, ce fluage par transport de matière à travers le grain présente les caractéristiques suivantes:

- La vitesse du fluage stationnaire " $\dot{\epsilon}$ " varie linéairement avec la contrainte appliquée " σ " et le coefficient d'autodiffusion en volume " D_v ",
- $\dot{\epsilon}$ sera d'autant plus grande que la température est élevée et l'énergie d'activation du fluage sera égale à celle de l'autodiffusion,
- Le mécanisme proposé sera d'autant plus important si la structure sera composée de grains fins ($\dot{\epsilon}$ est inversement proportionnelle au carré de la taille de grain "d").

b) Fluage diffusion COBLE :

Dans ce cas le transport de matière se fait par diffusion le long des joints de grains. Il est plus rapide. La vitesse de fluage stationnaires " $\dot{\epsilon}$ " est donnée par :

$$\dot{\epsilon} = A \frac{\Omega}{KT} D_j \delta \frac{1}{d^3} \sigma \quad (1.10)$$

Où :

A = une constante

D_j = coefficient d'autodiffusion dans les joints de grains

δ = épaisseur du joint de grains.

c) Glissement aux joints de grains :

Le fluage visqueux d'un polycristal par des processus diffusionnels, s'accompagne nécessairement, pour maintenir la cohésion des grains, d'un glissement intergranulaire. Inversement, lorsqu'un agrégat polycristallin se déforme, le glissement intergranulaire le long de joints non plans engendre des contraintes normales. Le processus

d'accommodation de ces incompatibilités peut être de nature élastique diffusionnelle ou plastique par mouvement de dislocations dans le cas où les contraintes sont très élevées [6].

RAJ et ASHBY [19] ont proposé un modèle dans le cas bidimensionnel où le polycristal est schématisé par un pavage compacte d'hexagones soumis à une contrainte de cisaillement, et où la diffusion dans les joints de grains et la diffusion en volume contribuent toutes deux à la déformation. Ils obtiennent l'équation suivante :

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot \frac{\Omega}{KT} \frac{1}{d^2} \sigma \cdot Dv \left(1 + \frac{\pi}{2d} \cdot \frac{Dj^\delta}{Dv} \right) \quad (1.11)$$

L'expression de $\dot{\varepsilon}$ est identique à celle déterminée dans le cas des mécanismes de fluage précédents avec un coefficient d'autodiffusion effectif, D_{eff} :

$$D_{eff} = Dv \left(1 + \frac{\pi}{2d} \cdot \frac{Dj^\delta}{Dv} \right) \quad (1.12)$$

En conclusion, le fluage visqueux diffusionnel et le glissement intergranulaire sont des mécanismes couplés. C'est la façon dont se fait l'accommodation qui contrôle la quantité de glissement et la vitesse de déformation résultante.

1.4.4 Stabilité de volume des réfractaires :

La conservation de la constance de volume est une propriété positive des réfractaires, évitant ainsi l'apparition de tensions complémentaires menant à la démolition du revêtement.

Lors du service dans les fours les réfractaires changent de volume à cause de l'extension thermique ou du retrait.

La variation de volume est exprimée en pourcent du volume primitif et est obtenue par les formules suivantes [3] :

$$Rv\% = \frac{V_o - V_i}{V_o} \cdot 100 \quad (1.13)$$

$$Dv\% = \frac{Vi - Vo}{Vo} \cdot 100 \quad (1.14)$$

Où :

Rv = retrait cubique

Dv = dilatation cubique;

Vo = volume primitif de l'éprouvette

Vi = volume de l'éprouvette après chauffage.

1.4.5 Stabilité chimique des réfractaires :

La stabilité chimique des réfractaires est le pouvoir des matériaux à résister à l'action destructive des substances, solides, liquides ou gazeuses. Cette propriété dépend de la composition chimique des réfractaires et des substances corrosives, de la porosité du réfractaire et de la température.

Les facteurs agissant sur la stabilité chimique des réfractaires se divisent en deux groupes :

1.4.5.1 Facteurs chimiques :

a) Composition chimique du corps corrosif par ordre croissant :

Oxyde de fer (les ferreux sont les plus dangereux), alcalino-terreux (CaO, MgO), alcalins (Na₂O, K₂O) et leurs combinaisons, notamment les carbonates et les sulfates.

En verrerie les plus dangereux sont les carbonates, les sulfates de soude, les carbonates de potasse; en métallurgie les ajouts calciques, etc...

La combinaison des agents corrosifs avec les éléments de la brique réfractaire sera plus ou moins rapide suivant l'état dans lequel se trouvent ces agents (solides, liquides ou gazeux).

A l'état gazeux, ces agents ne posent pas trop de problèmes avec les produits denses, sauf dans le cas de températures très élevées dues à une surpuissance calorifique. En particulier, la teneur en soufre, conduit à des composés visqueux dès 800°C avec la silice [3].

b) Composition chimique du réfractaire :

Chaque qualité de réfractaire, réagit de façon différente aux agents corrosifs. Les réfractaires basiques (magnésie, magnésie-chromite, dolomie, etc...) sont stables vis vis des laitiers basiques. Les réfractaires acides (silice, demi-acide) sont stables contre l'action corrodante des laitiers acides.

En d'autres termes, si la composition chimique du laitier est proche à celle du réfractaire, l'action corrodante sera faible [10].

En général, les produits riches en mullite résistent mieux. Cependant la mullite est plus attaquée par les sulfates que par les carbonates.

c) Atmosphère :

Suivant sa nature (oxydante ou réductrice), elle peut changer complètement la nature des produits formés et permet la formation d'autres combinaisons plus ou moins fusibles. Par exemple, quand l'atmosphère est réductrice, les sels de fer passent à l'état ferreux donnant des combinaisons très fusibles par rapport à celles données par les sels ferriques.

Il est à noter que, les réfractaires à base d'oxydes résistent mieux aux atmosphères oxydantes [20].

1.4.5.2 Facteurs physiques :

a) Texture du produit :

La texture du produit est caractérisée par le nombre, la grandeur et la forme des pores, la répartition et la grosseur des grains, la proportion d'éléments très fins et enfin l'importance du liant vitreux.

Plus la structure est poreuse et perméable plus elle est intensivement attaquée par les scories.

Lorsque les pores sont de grandes tailles, la corrosion sera plus rapide et la surface des réfractaires prendra un aspect alvéolaire.

Les fissures et les fentes seront l'une des causes d'attaque rapide, car les agents corrosifs pourront pénétrer par ces fentes pour créer des crevasses se propageant de proche en proche jusqu'à destruction totale de la brique [21].

b) Viscosité des agents corrosifs :

La viscosité des agents d'attaque est également primordiale. En effet, plus ces agents sont fluides, plus ils pourront pénétrer dans la brique et causeront la destruction.

c) Température et temps:

Une attaque par les agents corrosifs est d'autant plus violente, que la température est plus élevée. Certaines combinaisons ne peuvent se former au-dessous d'une température limite.

Le temps de maintien des températures a également un effet très important car les verres formés étant très souvent visqueux (une attaque sera d'autant plus violente que le temps de maintien de la température est plus élevé) [22].

I.4.6 Résistance aux chocs thermiques:

I.4.6.1 Définition :

La résistance thermique est la capacité des réfractaires à résister aux variations brusques de températures sans démolissement. Elle est caractérisée par le nombre de cycles thermiques : réchauffages et refroidissements brusques dans l'eau ou bien dans l'atmosphère ambiante.

On distingue le choc thermique ascendant et le choc thermique descendant [23].

a) Choc thermique ascendant:

C'est le résultat de la mise en contact brutale d'un corps de température (T_i) avec un milieu de température (T_f) et avec $T_f > T_i$. Dans ce cas l'extérieur du solide est comprimé alors que le coeur est tendu.

b) Choc thermique descendant:

C'est le résultat de la mise en contact brutale d'un corps de température (T_i) avec un milieu de température (T_f) et avec $T_f < T_i$. Dans ce cas, la surface refroidie du corps tend à se contracter, mais le coeur toujours chaud reste dilaté et il en limite la contraction. La surface est sollicitée en tension et le coeur en compression.

La répartition des contraintes pendant le choc thermique (ascendant, descendant) est représentée par la figure I.8.

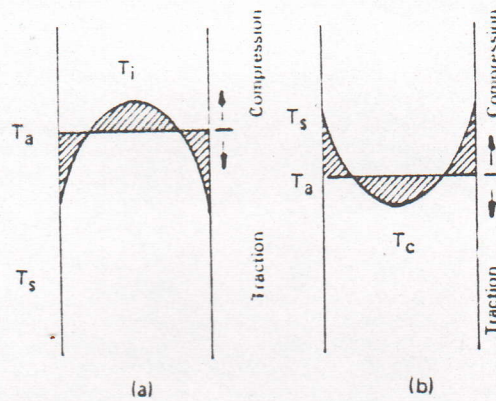


Fig. I.8 : Distribution des températures et des efforts [24].

a) refroidissement de la surface b) chauffage de la surface

I.4.6.2 Contraintes thermiques:

Les contraintes thermiques engendrées lors d'un choc thermique peuvent être importantes et causer la rupture du matériau. Si les contraintes sont faibles mais retardées, le matériau se rompt de façon retardée : c'est la propagation sous critique. Si les contraintes sont transitoires, la probabilité de rupture dépend de l'amplitude de la contrainte atteinte au voisinage des défauts préexistants [8].

L'effet des tensions thermiques sur les différents types de matériaux dépend du niveau des tensions, de leur distribution dans le matériau et de leur durée, aussi bien que des caractéristiques du matériau : plasticité, homogénéité, porosité, géométrie, etc... [3].

Les contraintes thermiques sont liées aux propriétés suivantes:

- coefficient de dilatation
- module d'élasticité
- diffusivité thermique (thermo-diffusion).

Les lois principales régissant l'équilibre des forces dans un corps lors du choc thermique sont:

- La loi de dilatation thermique :

$$\frac{\Delta l}{l} = \alpha \cdot \Delta T \quad (1.15)$$

- La loi de Hooke :

$$\Delta\sigma = E \cdot \frac{\Delta l}{l} \quad (1.16)$$

- La loi de Fourier :

$$\frac{\delta T}{\delta t} = a \cdot \left[\frac{\delta^2 T}{\delta x^2} + \frac{\delta^2 T}{\delta y^2} + \frac{\delta^2 T}{\delta z^2} \right] \quad (1.17)$$

En combinant les équations (1, 15) et (1.16) on a [3] :

$$\Delta\sigma = E \cdot \alpha \cdot \Delta T \leq R_{méc} \quad (1.18)$$

Où :

$R_{méc}$ = résistance mécanique du matériau

E = module de Young

α = coefficient de dilatation thermique

ΔT = variation de la température.

I.4.6.3 Processus de rupture des matériaux :

Le processus de rupture des matériaux passe par deux étapes :

Première étape : création et apparition des fissures.

Deuxième étape : propagation des fissures.

Donc deux paramètres de résistance au choc thermique peuvent être considérés, l'un relatif au début des fissures, l'autre relatif à la propagation des fissures.

Le premier paramètre est appelé "facteur de résistance à la fissuration". Il est défini par Kingery [24] selon les deux expressions suivantes :

- pour un choc thermique dur (par exemple, trempe à l'eau d'éprouvettes de petites dimensions) :

$$R = \frac{\sigma (1 - \mu)}{E \cdot \alpha} \quad (1.19)$$

- pour un choc thermique mou (dans lesquels les échanges thermiques sont relativement lents) :

$$R' = \frac{\sigma(1 - \mu)}{E \cdot \alpha} \lambda \quad (1.20)$$

Où :

- σ = effort de flexion
- μ = coefficient de poisson
- E = module d'élasticité
- α = coefficient de dilatation thermique
- λ = coefficient de conductivité thermique.

Le deuxième paramètre "facteur de résistance à la dégradation par choc thermique" est développé par Hasselman [25] et s'exprime par :

$$R''' = \frac{GE}{\sigma^2(1 - \mu)} \quad (1.21)$$

G = énergie de surface de fracture.

On peut constater l'opposition entre les formules R et R''' contenant le rapport $\frac{\sigma}{E}$ dans la première est $\frac{E}{\sigma^2}$ dans la seconde. Il en résulte qu'un matériau ne peut présenter à la fois une bonne résistance à l'initiation des fissures (E faible et σ élevée) et une bonne résistance à la propagation (E élevé, σ faible), mais qu'un bon comportement apparent aux chocs thermiques peut provenir de l'une ou de l'autre de ces qualités [26, 27].

1.4.6.4 Amélioration de la résistance aux chocs thermiques :

Une texture rigide ou pauvre en pores rend une brique sensible aux chocs thermiques.

Une structure résistante aux chocs thermiques est faite d'une manière qu'elle peut stopper le développement et la propagation des fissures.

L'amélioration de la résistance aux chocs thermiques peut se faire soit [21] :

- Par création de micro fissures : les produits obtenus par le mélange d'une grande quantité de matière inerte avec de l'argile crue présentent une résistance aux chocs thermiques améliorée. A la cuisson, la matière inerte (chamotte) ne subit aucune transformation, par contre le liant (argile crue), en se frittant, s'arrache de la chamotte et provoque des micro fissures.
- Par armement des matières : les tensions agissantes lors de choc thermique sont affaiblies par les fibres résistantes obtenues à base de $Al_2O_3-SiO_2$, SiO_2 , SiC , etc...
- Par création de la porosité fermée : la porosité fermée dans le produit fini provient de la différence de retraits de cuisson entre la matrice et le liant. Les conditions sous lesquelles la porosité fermée apparait dans le produit fini exigent aussi qu'il n y ait aucune libération de gaz des pores fermés durant la cuisson, sinon la porosité ouverte se forme.

CHAPITRE II ETUDE DU DIAGRAMME SILICE-ALUMINE

SOMMAIRE

II.1	LA SILICE	28
II.2	L'ALUMINE	30
II.3	LE SYSTEME SILICE-ALUMINE	31
	II.3.1 Structure cristallographique de la mullite	33
	II.3.2 Propriétés de la mullite	34



II. ETUDE DU DIAGRAMME SILICE-ALUMINE

II.1 LA SILICE:

La silice ou oxyde de silicium SiO_2 est le constituant le plus répandu de l'écorce terrestre (supérieur à 50 %). Il existe sous deux états différents :

- Etat hydraté: $\text{SiO}_2 \cdot n \text{H}_2\text{O}$, n étant variable, généralement 3 ou 4.
- Etat anhydre: se présente sous trois formes cristallisées : quartz, tridymite, cristobalite et une forme non cristallisée, le verre de silice.

Chacune de ces variétés présente une courbe de dilatation particulière (Fig. II.1).

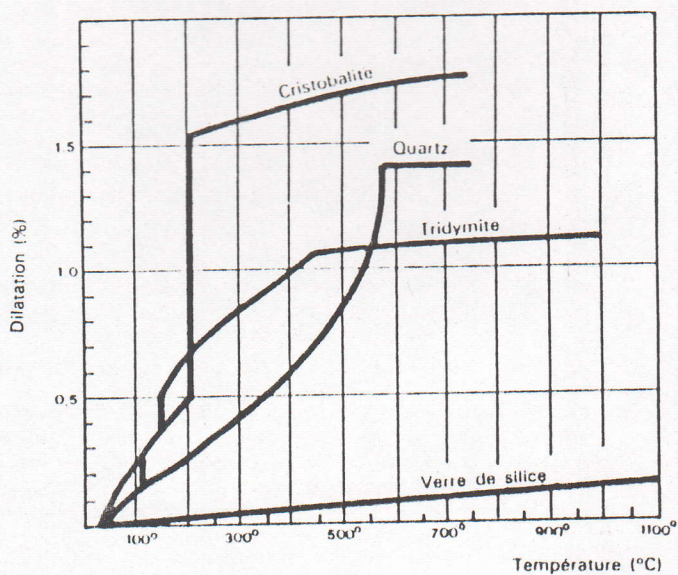
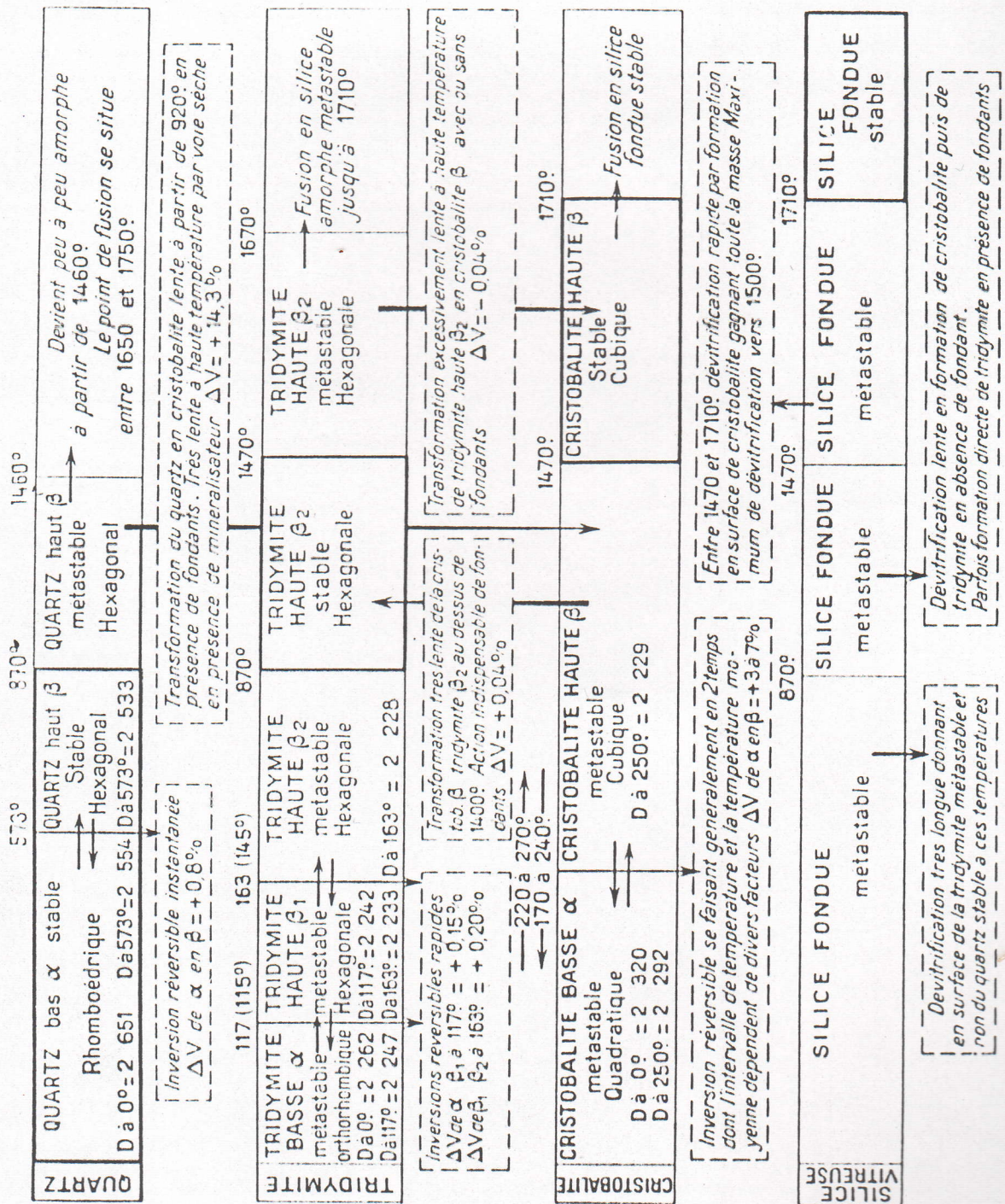


Fig.II.1 : Dilatation de diverses variétés de silice [28].

Le tableau II.1 présente les transformations de la silice en fonction de la température. Ces transformations sont complexes et de nature différente, réversibles et irréversibles.



Tab.II.1 : Transformations et divers états de la silice [50].

II.3 SYSTEME SILICE - ALUMINE :

Entre l'alumine et la silice, il existe un grand nombre de composés naturels pouvant servir de matières premières à la fabrication des matériaux réfractaires.

Le diagramme d'équilibre (fig. II.2) établi par Bowen et Grieg [29] donne la température de fusion et de solidification en fonction de la proportion silice-alumine, en supposant que chaque mélange soit considéré en équilibre parfait.

Au point de vue classement des réfractaires, les produits de silice se placent sur la branche gauche de la courbe. Plus ces produits contiennent de l'alumine, plus ils seront fusibles. Sur la branche de droite se situent tous les produits silico-alumineux, alumineux, de bauxite, de sillimanite, etc... Plus la teneur en alumine est élevée, plus ils sont réfractaires. Nous aurons ensuite la zone des produits de corindon et là aussi plus les produits seront riches en alumine, plus ils seront réfractaires.

Le diagramme de Bowen et Grieg ne s'applique qu'à des produits exempts d'impuretés. Il est considérablement modifié par la présence des fondants.

A haute température (pression normale) le système silice-alumine présente une seule phase cristalline stable qui est la mullite.

La mullite se cristallise dans le système orthorhombique et de composition chimique située dans l'intervalle $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ et $2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot \text{SiO}_2$ [30].

Les travaux de Aksay et Pask [31] montrent qu'il existe un point eutectique entre la mullite et la cristoballite à 1587 °C et 0.5 % mole SiO_2 . Ces auteurs ont conclu que la mullite, dans l'équilibre stable présente un point de fusion non congruente vers la température 1828 °C et que l'intervalle de solution solide stable, en présence d'alumine, est (70,5 - 74 % mole Al_2O_3) à des températures inférieures à 1753° et (70 - 71,6 % mole Al_2O_3) à 1813°C (Fig.II.3).

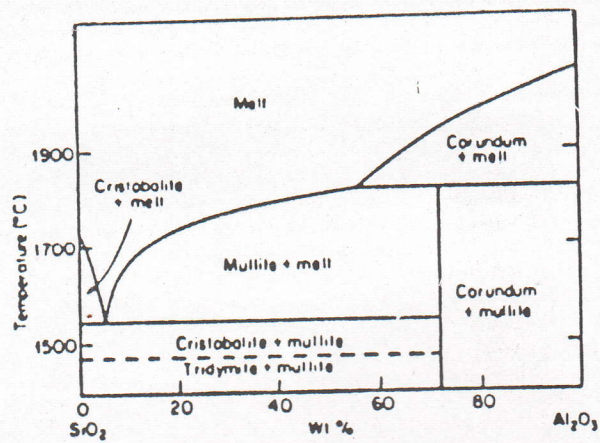


Fig. II.2 : Systeme $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Bowen et Grieg) [29].

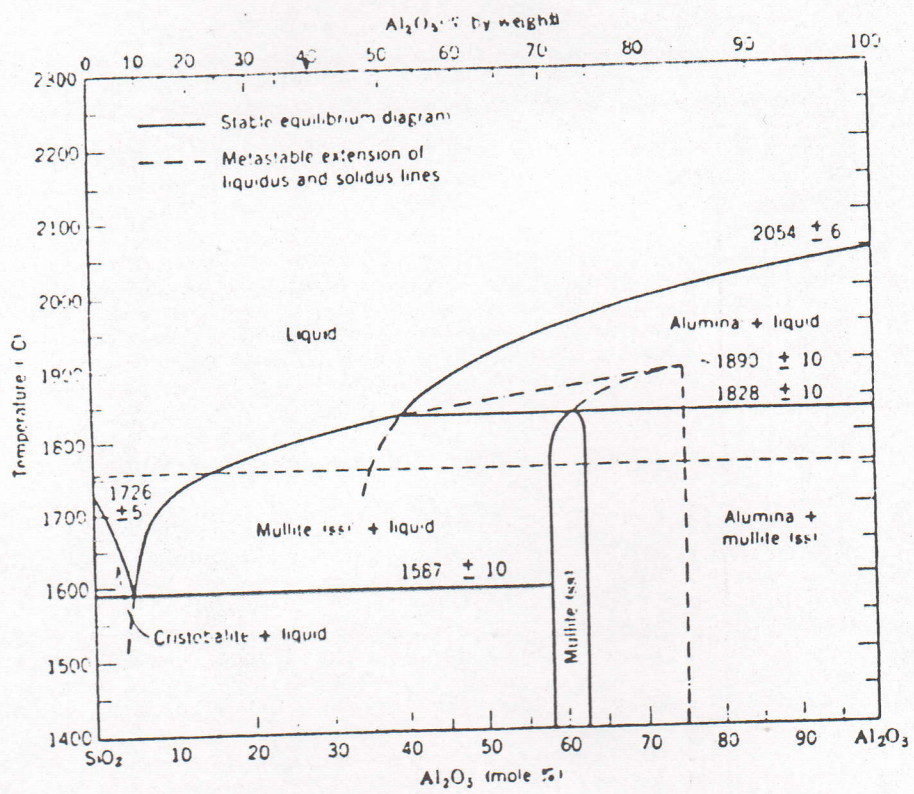


Fig. II.3 : Systeme $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ d'après Aksay et Pask [31]

II.3.1 Structure cristallographique de la mullite :

La similitude entre la structure de la sillimanite et celle de la mullite a permis à Taylor [32] de suggérer que la structure de cette dernière pourrait être dérivée de la sillimanite (Fig. II.4). On note que la sillimanite est le silicate d'alumine de composition $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$, stable uniquement à haute pression et à température élevée.

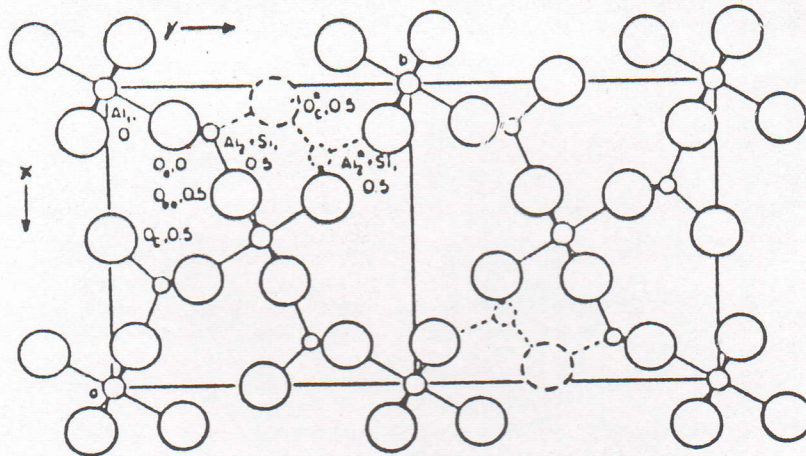


Fig. II.4 : Projection dans (0 0 1) de la structure de mullite [32].

D'après Lee et al. [33], les dimensions de la cellule unitaire sont les suivantes :

$$a = 7,55 \text{ \AA}^\circ, \quad b = 7,69 \text{ \AA}^\circ \quad \text{et} \quad c = 2,88 \text{ \AA}^\circ.$$

La composition chimique de la mullite a été établie à partir des relations suivantes :

$$|\text{Al}_{4+2x} \text{Si}_{2-2x} \text{O}_{10-x}|, \quad \text{le rapport } (M : N) = \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 \text{ est donné par :}$$

$$|M : N| = \frac{1 + \frac{x}{2}}{1 - x}$$

Durovic [34] a proposé une autre expression :

$$\text{Al} | \text{Si}_{2-x} \text{Al}_x \text{O}_{11/2 - x/2} | \quad \text{avec} \quad 1,25 \leq x \leq 1,40$$

II.3.2 Propriétés de la mullite:

La mullite est caractérisée par:

- Une grande réflectivité.
- Un faible coefficient de dilatation thermique .
- Une faible conductivité thermique .
- Une bonne stabilité thermique .
- Une bonne résistance au choc thermique .

Le tableau ci-dessous présente quelques propriétés de la mullite.

Propriétés	Valeur	Référence
Densité théorique (g/cm ³)	3,16	Burnham [35]
Température de fusion (°C)	1850	Aramaki et Roy [36]
Coefficient de dilatation (°C ⁻¹)	4,5 .10 ⁻⁶ (20 - 1325°C)	Shaffer [37]
Module de Young (GPa)	230	Aliprandi [3]
Résistance au choc thermique de la mullite pure	10 cycles à 600 °C et 4 -5 cycles à 700 °C	De Portu [38]

Tab. II.3 : Quelques propriétés de la mullite.

CHAPITRE III MATIERES PREMIERES UTILISEES ET TECHNOLOGIE DE FABRICATION

SOMMAIRE

III.1 MATIERES PREMIERES UTILISEES POUR LA FABRICATION	36
DES REFRACTAIRES ARGILEUX	
III.1.1 Généralités	36
III.1.2 Kaolin	36
III.1.3 Argiles réfractaires	37
III.1.4 Halloysite	37
III.1.5 Ball clay	38
III.1.6 Transformation des impuretés	38
III.1.7 Transformations des argiles kaolinitiques lors du traitement thermique	40
III.2 TECHNOLOGIE DE FABRICATION DES PRODUITS REFRACTAIRES	43
III.2.1 Moulage en pâte plastique	43
III.2.2 Moulage à sec	43
III.2.3 Moulage en surcomprimé	43
III.2.3.1 Mode opératoire	44
III.2.3.2 Caractéristiques générales des produits surcomprimés	45
III.2.4 Schéma technologique de la fabrication des réfractaires	46
III.2.5 Différents stades de fabrication des produits réfractaires	46
III.2.5.1 Séchage des matières premières	47
III.2.5.2 Concassage et broyage	47
III.2.5.3 Tamisage	47
III.2.5.4 Stockage des éléments broyés	48
III.2.5.5 Réalisation des mélanges	48
III.2.5.6 Mélange	48
III.2.5.7 Pressage	49
III.2.5.8 Séchage	49
III.2.5.9 Cuisson	50

III. MATIÈRES PREMIÈRES UTILISÉES ET TECHNOLOGIE DE FABRICATION

III.1 MATIÈRES PREMIÈRES UTILISÉES POUR LA FABRICATION DES REFRACTAIRES ARGILEUX :

III.1.1 Généralités :

L'argile est l'une des matières premières de base pour la fabrication des produits céramiques. Pour le céramiste, le terme "argile" désigne un matériau donnant, après humidification une pâte plastique. Pour le minéralogiste, "argile" désigne un minéral ayant une structure phylliteuse.

Les argiles utilisées en céramique appartiennent à deux familles principales et à deux familles secondaires :

- La famille de la kaolinite qui est utilisée pour les réfractaires et les produits sanitaires (carreaux, vaisselle ...).
- La famille de l'illite qui est utilisée pour la fabrication des produits rouges (tuiles et briques).
- les familles de la montmorillonite et de l'hallowysite.

Dans ce qui suit, nous allons présenter les argiles destinées à la fabrication des réfractaires.

III.1.2 Kaolin :

Le minéral essentiel du kaolin est la kaolinite.

Le motif commun aux différentes kaolinites est donné par la figure III.1

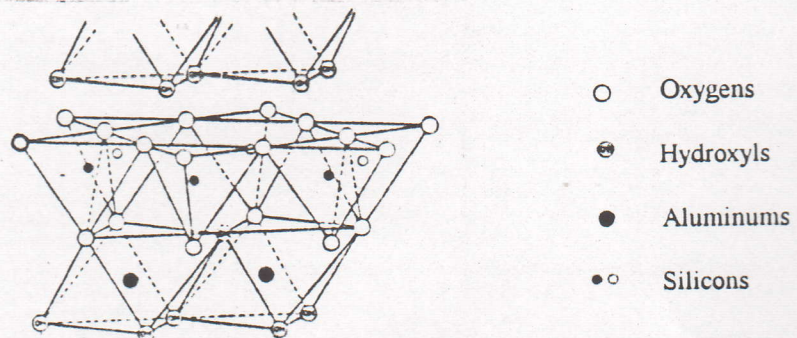
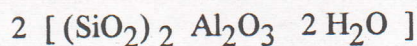


Fig.III.1 : Structure de la kaolinite selon Gruner [39].

C'est une structure à deux couches, la première où le silicium est en position tétraédrique par rapport à des atomes d'oxygène et l'autre où les ions aluminium sont en position octaédrique par rapport à des groupements hydroxydes et les oxygènes mis en commun avec la couche tétraédrique.

La formule du motif est la suivante:



d'où le pourcentage en masse est:

46,5 % de silice, 39,5 % d'alumine, et 14 % d'eau, soit sur cuit 46 % d'alumine. Cette teneur en alumine est rarement rencontrée à cause de la présence des impuretés dans la kaolinite [22].

Dans le kaolin, la kaolinite se présente sous forme de plaquettes hexagonales de dimensions variables entre 0,3 et 10 μm de diamètre et 0,05 à 2 μm d'épaisseur [3]. Elle est de couleur blanche, plus ou moins friable, souvent souillée par des hydroxydes de fer, du quartz et des micas.

III.1.3 Argiles réfractaires :

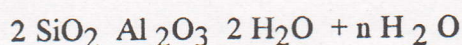
Généralement, elles sont constituées de kaolinite mélangée parfois avec de faibles proportions en d'autres types d'argiles, telle que l'halloysite. Elles se trouvent à des distances importantes de leur lieu de formation, car elles ont été entraînées par des courants d'eau. Les argiles sont plus fines et les parcelles de kaolinites ne dépassent pas 0,5 μm .

D'après Jourdain [22], Brindley en 1961 a proposé l'appellation de fires clay, pour ce type d'argiles.

III.1.4 Halloysite :

Cette argile ressemble à la kaolinite. La présence d'eau zéolitique favorise sa plasticité.

Sa composition chimique est la suivante:



Le nombre de molécules d'eau est variable.

III.1.5 Ball clay :

C'est une argile très plastique. Elle contient une forte proportion de matières organiques. Ces dernières sont à l'origine de sa grande plasticité.

III.1.6 Transformation des impuretés :

Les Kaolins et les argiles contiennent tous des minéraux associés que l'on appelle, à tort, impuretés, car ce terme comporte en lui-même un jugement de valeur négatif. Alors que très souvent ce sont ces "impuretés" qui confèrent à l'argile les propriétés les plus intéressantes.

Certaines impuretés ont une très nette influence sur la plasticité, d'autres ont un caractère fondant, même si elles ne sont pas elles-mêmes fusibles. Leurs combinaisons avec d'autres éléments de l'argile forment des composés fusibles.

a) Le fer :

Le fer est toujours présent en quantités variables dans les argiles. Un taux inférieur à 1% de " Fe_2O_3 " n'est pas gênant dans la majorité des cas. Lorsque cette teneur augmente elle donne une coloration jaune, rouge, brune ou noire, de plus en plus intense avec une action fondante [39].

Les sels de fer se trouvent sous forme de silicates, mais le plus souvent à l'état d'hydrates "limonite $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ". Ils forment des composés fusibles avec la silice et l'alumine. Les argiles réfractaires doivent en contenir fort peu [22].

Parfois le fer se présente dans les argiles sous forme de pyrites " FeS_2 , FeCuS_2 ". A la cuisson les pyrites fondues provoquent de défauts sévères (catastrophiques en faïencerie, mais également nuisibles en réfractaires) et les gaz qui s'en dégagent sont de nature corrosive et peuvent occasionner des ennuis sérieux [22, 39].

b) Sel de chaux et de magnésie:

La chaux des calcaires est très réfractaire. Avec la silice elle donnera des produits plus fusibles mais encore réfractaires. Avec l'alumine les corps obtenus seront

réfractaires. Mais le mélange des trois : chaux, silice, alumine forme des complexes à bas point de fusion.

Dans les argiles, la magnésie se présente sous forme de carbonate " MgCO_3 " ou de serpentine " $2\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ".

La chaux et la magnésie diminuent la plasticité des argiles et augmentent la perte au feu. Elles peuvent lorsqu'elles n'arrivent pas à se combiner, donner des défauts (éclatement des produits) en se réhydratant. Lorsqu'elles se combinent, elles ont une action fondante énergique [22, 39].

c) Alcalis:

Les alcalis proviennent des feldspaths non décomposés et aussi de la muscovite. Ils agissent comme fondants. Le pourcentage en " K_2O " ne doit pas dépasser 0,5 %. Lorsque la teneur en alcalis ou en " TiO_2 " est élevée la phase vitreuse augmente et le contenu en cristobalite s'affaiblit [40].

d) Eléments minéraux divers:

Il s'agit essentiellement du titane qui se présente sous forme de rutile " TiO_2 " ou d'illménite " $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$ ". Le titane peut atteindre une teneur de 2 % à 3 % en " TiO_2 ". La présence de "Ti" a tendance à renforcer la coloration due au fer.

Le manganèse est assez rare, par contre sa présence, donne de belles teintes violacées. La présence de " MnO " avec un taux élevé (supérieur à 2 %), forme avec la silice des silicates de manganèse à bas point de fusion [39, 41].

e) Matières organiques:

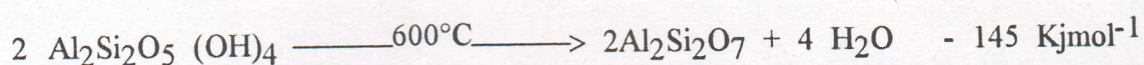
Certaines argiles contiennent des proportions très importantes de matières organiques, sous forme de lignite. A la cuisson, la combustion de ces dernières provoque une perte de masse (perte au feu). Leur existence sous forme d'humates, peut induire des propriétés intéressantes (coulabilité, plasticité, etc...). Les matières organiques sont également des agents réducteurs. Elles agissent sur les sels de fer et les

rendent solubles. Fréquemment les argiles dites "cuisant blanc" sont teintées à l'état naturel du gris au noir par les matières organiques [39].

III.1.7 Transformation des argiles Kaolinitiques lors du traitement thermique :

Le chauffage d'une argile Kaolinitique élimine l'eau hygroscopique (d'absorption) à 110 °C. Son départ provoque le rapprochement des particules et par conséquent le phénomène de retrait (retrait de séchage), mais sans modification de l'édifice cristallin [3].

A partir de 600 °C environ, un deuxième effet endothermique se produit, selon la réaction suivante [42] :



L'effet endothermique est dû à la transformation de la Kaolinite en méta-Kaolinite avec le départ de l'eau de cristallisation (constitution) " eau OH ". Ce départ provoque un retrait rapide avec une modification considérable de l'édifice cristallin.

A la température 980 °C environ un effet exothermique provoque une transformation brutale de structure sans perte de masse. Divers interprétations ont été formulées pour expliquer cet effet exothermique [43, 44].

Pour certains auteurs, la formation d'alumine γ est nécessaire à la mullitisation. D'autres, l'attribuent à la réorganisation directe du méta-kaolin en mullite.

Actuellement, on pense que le réseau instable du méta-kaolin se transforme en donnant une phase amorphe (pro-promullite), laquelle donnerait une spinelle formée d'alumine γ et de germes de mullite (promullite).

A partir de 1000 °C, plus probablement de 1100 - 1200 °C un deuxième effet exothermique se produit. Il est dû à la transformation rapide de la silice en cristobalite et à la réaction entre l'alumine et la silice pour donner de la mullite.

La mullite apparaît sous deux formes : une forme prismatique et une autre en aiguilles. Ces deux formes se distinguent non seulement sur le plan morphologique mais aussi sur le plan composition des cristaux [45].

La mullite n'est pas influencée par la présence des alcalis jusqu'à des températures d'environ 1400 °C. Toutefois on peut observer un changement dans sa composition chimique dans le sens que, à des températures de cuisson élevées, il se produit une auto-purification avec la diminution des teneurs en Fe₂O₃, TiO₂ et MgO qu'elle contenait. Mc Gee [46] a découvert que les teneurs en Fe₂O₃ et TiO₂ dans la mullite diminuent graduellement à partir de 1300 °C.

Selon Schneider [47], le passage des cations de la mullite vers la phase vitreuse commence au dessous de 1300 °C pour le magnésium, entre 1400 et 1500 °C pour le titane, et entre 1300 et 1400 °C pour le fer. Au dessus de 1400 °C, la migration du fer de la mullite est plus forte dans les cristaux les plus petits que dans les plus gros. Au delà de cette température la migration du fer devient indépendante de la taille des cristaux. Tandis que le passage du titane de la mullite vers la phase vitreuse est indépendant de la taille des cristaux.

Le taux d'échappement des cations est considérablement plus élevé pour le Fe₂O₃, que pour le TiO₂ et le MgO. La mobilité des ions de fer est beaucoup plus élevée comparée à celle du titane.

Avec l'augmentation de la température, la composition de la mullite s'oriente vers une teneur plus élevée en Al₂O₃ et plus faible en SiO₂.

La mullite se forme selon la formule suivante:



Avec la formation de la mullite, il y a libération de silice. Cette silice libérée peut rester à l'état amorphe ou se transformer en cristobalite, mais la plus grande partie se combine avec les fondants pour donner un verre très complexe qui va enrober les cristaux de mullite.

Selon Lalithambika [40], le contenu élevé en phase vitreuse favorise la cristallisation et la croissance de la mullite.

En résumé, ces transformations peuvent être représentées par le schéma suivant :

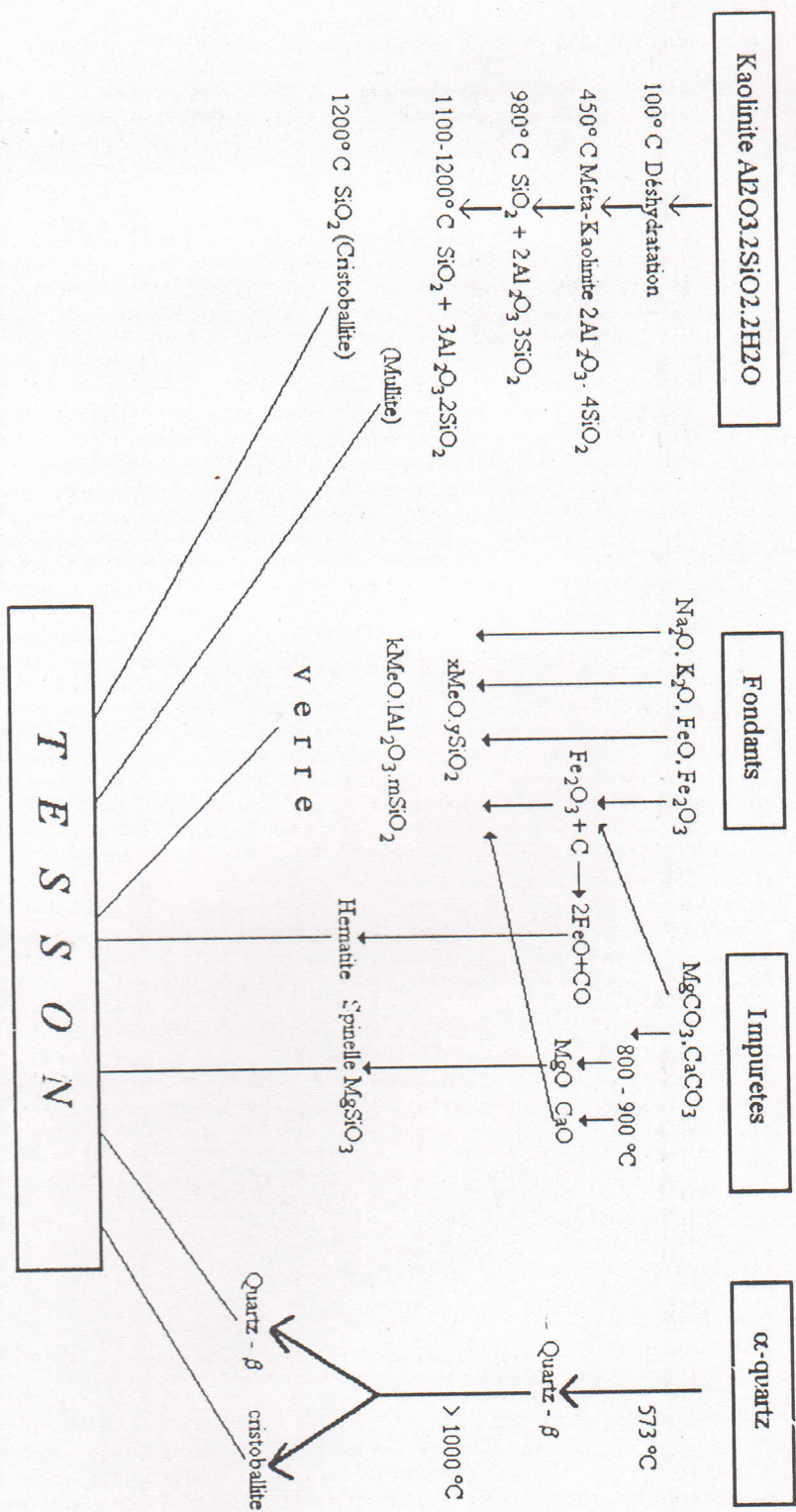


Fig. III.2 : TRANSFORMATIONS DES MATIERES LORS DU TRAITEMENT THERMIQUE [3].

III.2 TECHNOLOGIE DE FABRICATION DES PRODUITS REFRACTAIRES :

Il existe trois modes de moulage : le moulage en pâte plastique, le moulage à sec et le moulage en surcomprimé.

III.2.1 Moulage en pâte plastique :

Dans ce mode de fabrication, la quantité de dégraissant (matière inerte) devra être de telle sorte qu'elle ne nuit pas à la plasticité de l'ensemble. Autrement dit, la proportion d'argile sera importante et la quantité d'eau ajoutée devra être suffisante pour que l'argile tende vers son maximum de plasticité (17 à 25 % d'eau).

III.2.2 Moulage à sec :

Le procédé à sec ou "Dry Process", est très utilisé dans le cas de certains produits spéciaux. Il consiste à un pressage d'un mélange argile- dégraissant. Le dégraissant est souvent en proportion plus élevée que dans le mélange plastique (65 à 70 % contre 25 à 30 %). A la différence du moulage plastique, la proportion d'eau est beaucoup moindre. Elle varie de 3 à 9 %. Les produits obtenus sèchent plus vite et le retrait au séchage ainsi qu'à la cuisson sera moindre. Par conséquent les cotes seront plus rigoureuses et les déformations au démoulage sont réduites. La texture sera homogène et les défauts internes seront rares sauf le schistage. La proportion des différents éléments granulométriques est très importante et le dosage se fait en poids plus souvent qu'en volume.

III.2.3 Moulage en surcomprimé :

Le principe de ce procédé consiste à agglomérer le dégraissant par une très faible proportion d'argile, 5 à 10% juste suffisante pour lier les différents éléments granulométriques du dégraissant entre eux. Cette faible teneur en argile a beaucoup de bienfaits. Le mélange va prendre peu de retrait au séchage ainsi qu'à la cuisson. Il y a moins de déformations avec une texture plus homogène et des côtes plus exactes. Le

produit présente une compacité plus grande et une porosité moindre. Sur le plan fabrication, les mélanges demandent moins d'eau et le séchage est plus rapide.

Néanmoins, il faut déterminer la granulométrie rigoureusement et établir la proportion des grains (gros, moyens, fins et impalpables) pour assurer la plus grande compacité.

Actuellement un très grand nombre d'usines utilisent ce procédé sous des noms différents.

II.2.3.1 Mode opératoire: .

L'argile cuite ou autre matière constituent la partie inerte qui sera broyée et tamisée en vue de l'obtention de divers éléments granulométriques. Généralement, ils sont au nombre de trois :

un gros de 2 à 4 mm, un moyen de 1 à 2 mm, un fin passant au tamis de 1 mm.

Souvent, il y a addition de l'impalpable constitué par des grains égaux ou inférieurs à 75 microns. Une rigueur très stricte des proportions doit être respectée. Les grains sont ensuite enrobés d'une mince pellicule d'argile; pour cela l'argile est introduite sous forme de barbotine.

La quantité de barbotine ajoutée au mélange doit être de telle sorte que les grains soient enrobés d'une couche argileuse mince non en quantité excessive de manière que l'argile comble les vides entre les grains. Il faudra d'autant moins de barbotine que le dégraissant sera peu poreux. En effet la bouillie argileuse est absorbée par les pores.

On peut ajouter une colle (mélasse ou sulfite de cellulose) qui facilitera les manutentions lors du démoulage. La proportion est alors de 0,5 à 1 %.

La pâte venant des mélangeuses, est naturellement peu plastique. Elle nécessite l'emploi d'une pression plus forte que dans le moulage en pâte plastique, d'où le nom de surcomprimé.

Le tableau III.1 met en relief les caractéristiques particulières des produits surcomprimés. On trouve également une comparaison entre une brique surcomprimée et une brique en pâte plastique de même constituants.

	Surcomprimé	Pâte plastique
Cuit	92,2 %	67 %
Argile	7,8 %	33 %
Proportion d'eau de la pâte	5 %	18 %
Durée de séchage des gros blocs	1 jour	27 jours
Durée de cuisson	12 jours	12 jours
Durée totale de fabrication	13 jours	39 jours
Retrait au séchage	0,1 %	3,3 %
Retrait total	0,2 %	6,5 %
Densité apparente	2,03	1,85
Porosité totale	18,8	24
Résistance à l'écrasement	707 Kgf/cm ²	220 Kgf/cm ²

Tab. III.1 : Comparaison entre une brique surcomprimée
et une brique en pâte plastique[22]

III.2.3.2 Caractéristiques générales des produits surcomprimés :

En plus d'une densité nettement supérieure à celle des produits fabriqués en pâte plastique et une porosité faible, les produits surcomprimés sont caractérisés par une haute teneur en chamotte, 90% et plus.

La résistance à la compression est nettement supérieure aux produits courants. De plus, la température d'affaissement sous charge est voisine de celle de fusion du dégraissant.

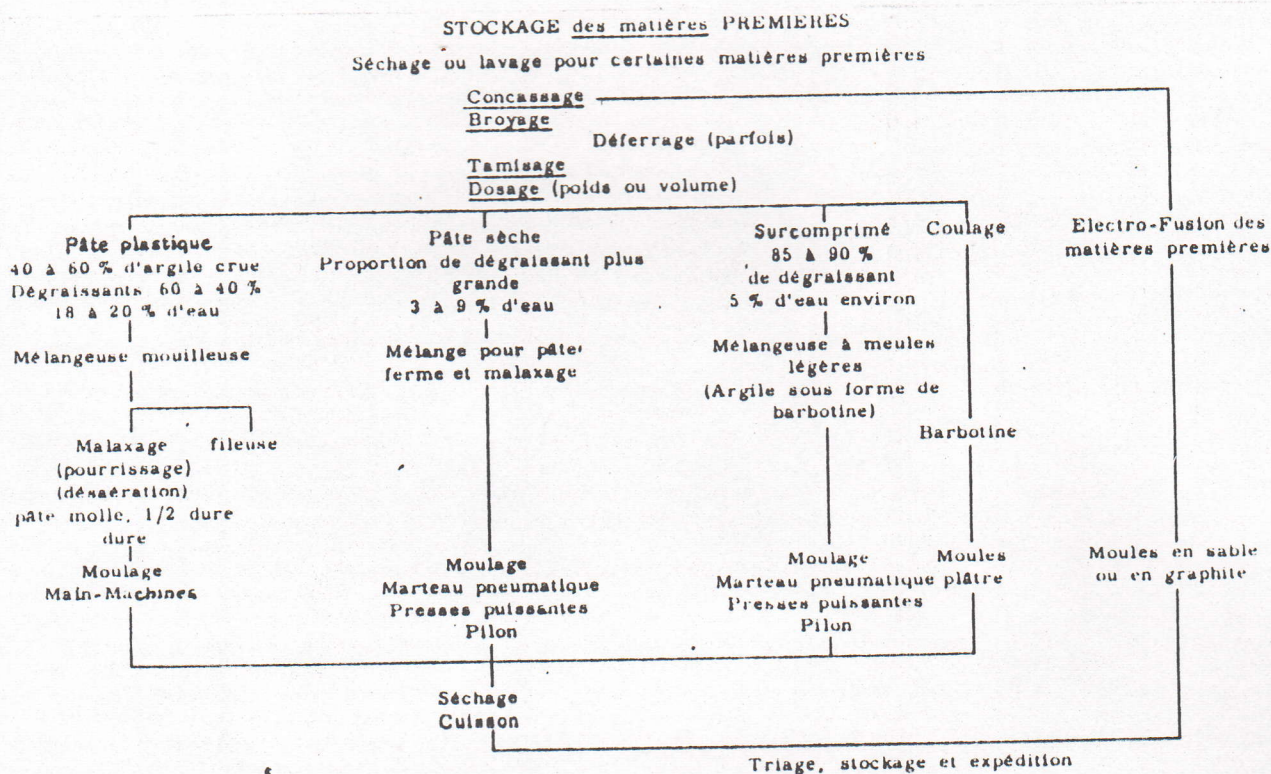
A l'emploi, ces produits montrent une résistance à la corrosion nettement supérieure à celle des silico-alumineux habituels.

Il est à noter aussi que la résistance mécanique est meilleure, en outre celle au choc thermique est légèrement améliorée.

En effet, la proportion d'argile étant très faible, il y aura peu de retrait avec peu de tensions internes.

III.2.4 Schéma technologique de la fabrication des réfractaires:

Le tableau III.2 présente l'organigramme de fabrication des réfractaires silico-alumineux et alumineux :



Tab. III. 2 : Organigramme de fabrication des réfractaires silico-alumineux et alumineux [22].

III.2.5 Différents stades de fabrication des produits réfractaires :

Dans ce qui suit, nous ne nous intéressons qu'aux procédés à sec et surcomprimé.

III.2.5.1 Séchage des matières premières :

Pour faciliter le broyage et assurer un dosage adéquat, il faut utiliser des matières séchées démunies de teneur en humidité variable.

Le dispositif à tour, à tube et atomiseurs sont les différents dispositifs de séchage.

III.2.5.2 Concassage et broyage :

Le choix des appareils doit obéir à la dureté de la matière (argile crue ou cuite, débris, silex, etc...), de la quantité à broyer par heure et de la grosseur des morceaux à broyer.

Il faut tenir compte également de l'humidité des matières premières. Dans le cas des réfractaires le broyage se fait le plus souvent à sec.

Le choix des appareils doit être enfin guidé aussi par la granulométrie à obtenir et la forme des grains. Parmi les appareils de broyage on rencontre : les concasseurs à mâchoires, les concasseurs à pendules et giratoires, les broyeurs à meules verticales dits meules ou meuletons et les broyeurs à cylindres.

III.2.5.3 Tamisage :

Le classement des éléments en différentes fractions granulométriques est indispensable et particulièrement pour le moulage à sec et en surcomprimé

Cette séparation en éléments granulométriques se fait par tamisage. Pour les fractions très fines, ils utilisent, les séparateurs à air.

Le rendement du tamisage est étroitement lié au mouvement imprimé à l'ensemble. De ce fait, il y a des tamis horizontaux fixes ou inclinés n'entraînant aucune agitation et dont le rendement est très faible. Il existe d'autres types de tamis avec un meilleur rendement. On cite à titre d'exemple les tamis suivants : les tamis à secousses à un ou plusieurs étages, les tamis vibrants, les tamis électromagnétiques et les tamis tournants ou "trommels".

III.2.5.4 Stockage des éléments broyés :

Les éléments broyés et tamisés sont stockés dans des silos en tôle ou en ciment à partir des quels on alimente les appareils de dosage et les mélangeurs.

III.2.5.5 Réalisation de mélanges :

Le dosage est presque toujours pondérale, seuls les moyens mis en oeuvre sont différents.

Suivant l'importance des quantités fabriquées, on aura des installations de pesage plus ou moins sophistiquées.

III.2.5.6 Mélange :

On se sert normalement de mélangeurs mécaniques comme les mélangeurs planétaires, à trains valseurs, les mélangeurs à meuletons et mélangeurs types pétrin boulanger. Il est à noter qu'aux mélanges pour pâte sèche ou surcomprimé, on ajoute parfois des adjuvants le plus souvent une colle améliorant la plasticité des compositions et la résistance mécanique des pièces façonnées.

On emploie généralement des sulfites de cellulose ou de la mélasse dont la proportion varie de 0,5 à 0,75%.

La quantité d'eau ajoutée pour réaliser la pâte dépend évidemment du type de fabrication et du mode de façonnage.

En effet, plus la pression de moulage est forte et moins il faut d'humidité. Pour le moulage à sec, il y aura une teneur critique en humidité dont la compacité sera maximale [5].

La chronologie du mode de mélange est à respecter de façon rigoureuse surtout pour le moulage à sec et le surcomprimé.

On brasse d'abord les éléments gros, moyens et fins; quelques minutes après on ajoute l'eau et pour le surcomprimé la barbotine d'argile. Après une certaine durée est ajouté l'impalpable, puis la colle. On finit le brassage pendant 10 à 20 minutes. Il ne faut pas prolonger cette durée si non le mélange s'échauffe, perd l'eau et par conséquent risque de devenir hétérogène [22].

III.2.5.7 Pressage :

Le pressage permet la mise en forme des pièces. Le choix des presses est très varié. Il se fait suivant la qualité des produits à obtenir, le nombre et le volume des briques, ainsi que la façon de démoulage. Les presses les plus utilisées sont : les presses mécaniques à cames, à genouillères et à friction, les presses hydrauliques et les presses isostatiques sont les plus utilisées.

III.2.5.8 Séchage :

Le séchage des produits façonnés avant cuisson constitue une opération à caractère fondamental car sa bonne conduite conditionne en grande partie la qualité des produits en fin de cycle de fabrication.

Le séchage est toujours accompagné d'un retrait plus ou moins important dû à l'évaporation de l'eau.

Pour le cas d'une brique constituée d'argile crue et d'éléments inertes ne donnant pas de retrait au séchage, la valeur du retrait dépendra sensiblement de la quantité d'argile crue introduite dans le mélange.

Les grains de différentes tailles de la matière inerte nommée également "dégraissant" vont être noyés dans l'argile crue; s'ils sont poreux, ils absorbent un peu d'eau lors de la préparation de la pâte. Une petite quantité d'eau peut adhérer à ces grains.

Au séchage, cette eau partira sans provoquer de retrait et il est possible qu'une partie soit reprise par l'argile crue en voie de séchage.

La rapidité de vaporisation ne dépend pas uniquement de la température à laquelle les produits ont été portés. Il est nécessaire que l'air soit suffisamment mobile pour pouvoir évacuer l'humidité : c'est à dire permettre un départ rapide de l'air saturé et son remplacement par de l'air non saturé [48]. Plus cet échange est rapide, plus le séchage est intense, compte tenu du transport de l'humidité de l'intérieur vers l'extérieur.

Un séchage peut se faire même à une température relativement basse à condition d'avoir une parfaite ventilation. Cette dernière évacue rapidement l'air humide.

Dans la brique, ce sera d'abord l'eau de la surface de la brique qui, s'évapore. Elle est compensée par de l'eau venant de l'intérieur de la brique. La partie centrale est la première à sécher. Toutefois il ne faut pas que l'évaporation à la surface soit plus rapide que la venue d'eau de l'intérieur car il y aurait perte de compensation et formation de couche sèche autour d'un noyau humide. Cette couche sèche ne pourra prendre son retrait par suite du noyau central qui demeure humide ce qui entraîne la production de tensions internes causant des fentes, des fissures et même des éclatements, c'est pourquoi l'on doit commencer le séchage par l'air humide.

La rapidité du séchage dépend de la vitesse d'absorption de l'eau par l'air. Cette capacité étant fonction de la température, de l'humidité du produit, de l'humidité ambiante et de la vitesse de renouvellement de l'air.

Les produits surcomprimés sèchent relativement vite (2 à 4 jours) par rapport à ceux obtenus par voie plastique (25 à 28 jours).

Il est fondamental de régler les séchoirs pour éviter la condensation de l'humidité à l'entrée de ces derniers qui entraînerait de graves défauts (fentes).

Le séchage peut être naturel ou artificiel. Naturel grâce à l'air ambiant; artificiel grâce à des séchoirs discontinus nommés séchoirs à chambres, séchoirs continus ou séchoirs tunnels. Le retrait linéaire lors du séchage n'est pas uniforme pour toutes les faces, il ne pourrait l'être que si l'évaporation est la même pour toutes les faces.

Il est évident que la face sur laquelle est posée la brique sèche moins vite même si elle se trouve sur une partie chauffée. Les retraits vont être différents : possibilité de déformation pour les grosses briques; le frottement de la surface de pose gêne le retrait, par conséquent il y aura des tensions causant des fissures immédiates ou à la cuisson.

III.2.5.9 La cuisson :

L'effet de la chaleur sur les matières naturelles ou élaborées par voie industrielle, sur les masses obtenues par le mélange de plusieurs constituants conduit à une série de transformations physico-chimiques réversibles ou irréversibles (cf. III.1.7). Ces

transformations modifiant la texture et la structure du matériau permettent d'obtenir un produit riche d'un certain nombre de qualités propre à l'usage demandé.

L'opération du cuisson est une phase finale et décisive dans la fabrication des produits réfractaires.

Elle comprend : A partir de l'état initial (matières sèches) une montée en température selon un programme donné. La cuisson de réfractaires doit répondre à plusieurs conditions dont une température suffisante pour que les transformations des matières premières soient telles qu'à l'emploi les briques ne présentent pas ou très peu de variation de volume. D'où l'obtention de la température suffisante avec maintien de celle-ci pendant un temps plus ou moins long.

Le refroidissement naturel ou programmé jusqu'à l'état final (température ambiante) permet, d'obtenir un produit consolidé avec des propriétés bien définies.

Pour les produits à base d'argile, il est important de considérer l'intervalle de frittage, c'est-à-dire l'intervalle de température entre le début de la consolidation et le début de la déformation. La température de cuisson optimale se situera dans cet intervalle pas trop proche de celle du début de la consolidation pour éviter la porosité et pas très proche de celle de l'affaissement pour éviter la déformation [49].

La température finale atteinte doit être maintenue assez longtemps car les réactions dans les pâtes céramiques s'effectuent très lentement et progressivement.

Parmi les fours utilisés dans l'industrie des réfractaires on rencontre: les fours intermittents, les fours continus à feu mobile et les fours continus à feu fixe.

CHAPITRE IV
ACTION DE CERTAINS FACTEURS PHYSIQUES SUR LES
CARACTERISTIQUES DES PRODUITS REFRACTAIRES

SOMMAIRE

IV.1	GRANULARITE	53
	IV.1.1 Formes des grains	53
	IV.1.2 Dimension des grains	53
	IV.1.3 Qualité de la chamotte	53
	IV.1.4 Nature de l'entreposage	54
	IV.1.4.1 Entreposage continu	55
	IV.1.4.2 Entreposage discontinu	56
	IV.1.4.3 Exemples de réalisations pratiques	58
IV.2	PRESSION	60
	IV.2.1 Généralités	60
	IV.2.2 Caractéristiques du compactage	60
IV.3	HUMIDITE	62
IV.4	TEMPERATURE	64
IV.5	PALIER DE CUISSON	66

IV. ACTION DE CERTAINS FACTEURS PHYSIQUES SUR LES CARACTERISTIQUES DES PRODUITS REFRACTAIRES

IV.1 GRANULARITE :

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

Selon Jouenne [50], la résistance mécanique des produits à base de chamotte est fonction de la solidité de cette chamotte et de celle du ciment qui la lie, de l'adhérence des deux phases, des vides de la matière (porosité, fissures) et des tensions internes. Elle dépend aussi de la forme des grains de chamotte.

IV.1.1 Forme des grains :

Une forme esquilleuse est préférable à la forme sphérique car la surface de contact avec l'argile est plus grande ce qui assure une meilleure cohésion du 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 [50, 51].

IV.1.2 Dimension des grains :

Les grains fins présentent une plus grande surface d'adhérence et se déchaussent moins à la cuisson, de leur enveloppe argileuse. La porosité et la perméabilité du produit sont donc diminuées et sa résistance mécanique est augmentée à froid, mais généralement au détriment des propriétés thermiques [51, 52].

IV.1.3 Qualité de la chamotte :

Une chamotte encore poreuse, donc cuite à basse température, subit à la cuisson un retrait comparable à celui de l'argile qui la cimente, prévenant ainsi tout

décollement et la formation de micro fissures dans les pellicules argileuses [50]. La pièce est plus solide, moins poreuse et mieux protégée contre la pénétration des gaz et des substances corrosives fondues. Pourtant, à cet égard, on a avantage à employer de la chamotte très fortement calcinée parce qu'elle est constituée de gros cristaux de mullite (cas des argiles kaolinitiques) beaucoup moins attaquables. Ici la nature chimique et la grosseur des cristaux l'emporte sur les considérations de granularité. Par ailleurs, une argile adhère mal à la chamotte sèche surtout si elle est poreuse, mais elle présente une très bonne adhérence à la chamotte humide.

Une chamotte ne doit pas être surcuite (cuisson inférieure à la température de grésification) pour ne pas obtenir une surface glacée empêchant ainsi l'accrochage de l'argile [5].

D'après Pitak [53] la chamotte produite dans un milieu réducteur est caractérisée par une faible stabilité pendant la recuisson et de qualité inférieure à celle produite dans un milieu oxydant.

IV.1.4 Nature de l'entreposage :

Il existe deux modes d'entreposage:

- L'entreposage continu : Il est basé sur le remplissage du volume par les grains de toutes les dimensions de certaine limite supérieure jusqu'au minimum avoisinant de zéro.
- L'entreposage discontinu : Il est constitué par des fractions de grains séparées. Les grains de la plus grande fraction forment le squelette dont les vides sont remplis par la fraction suivante. Les vides nouveaux peuvent être remplis par la troisième fraction.

La question de savoir si une répartition granulométrique doit être continue ou discontinue est encore discutée. Une graduation continue est souvent préférée pour des raisons pratiques, s'il est possible qu'un système de broyage puisse la satisfaire. On évite ainsi les pertes, mais il est rare de pouvoir utiliser l'ensemble des éléments granulés tels qu'ils sortent du broyage [50].

IV.1.4.1 Entreposage continu :

La composition la plus favorable obtenue lorsque tous les grains sont utilisés sans discontinuité de grosseur, a été établie par Andreasen, Fuller et Litzow [50]. Elle correspond à une courbe parabolique.

D'après Andreasen la répartition donnant la densité la plus grande est donnée par la formule:

$$P = 100.(X / D)^m \quad (4.1)$$

Où :

P = pourcentage des grains de diamètre plus petit que X en %

X = diamètre des grains en mm

D = diamètre des plus gros grains en mm

$1/3 < m < 1/2$ degré dépendant de la forme des grains.

La courbe de Litzow (Fig. IV.1) employée en céramique correspond à la plus grande densité de tassement.

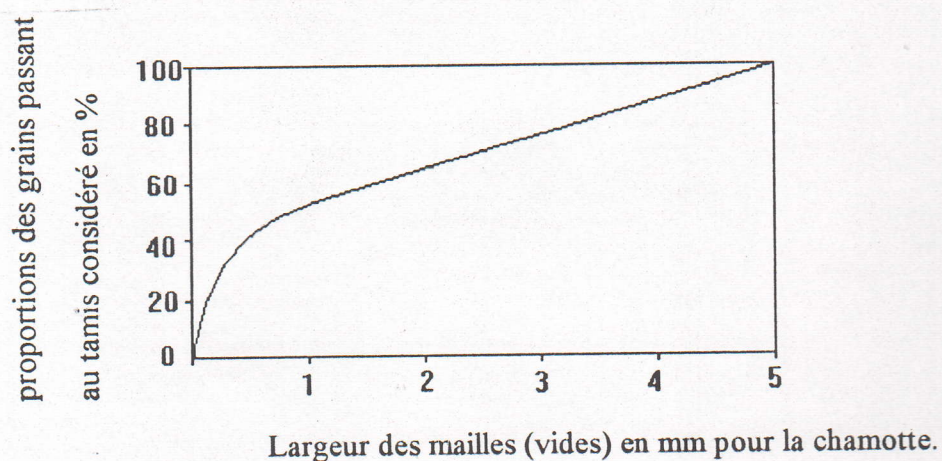


Fig.IV.1 : Répartition des grains dans les pâtes de chamotte d'après Litzow [50]

La réalisation précise de la granulométrie suivant cette formule permet d'obtenir un emballage à la porosité pas plus de 18 à 20 % [5].

IV.1.4.2 Entreposage discontinu :

L'entreposage discontinu est plus efficace parcequ'il assure l'obtention des objets à densité maximale avec une porosité réduite [54].

La proportion quantitative des deux fractions donne un effet de densification maximale quand il est égal 7/3 (70% de fractions grossières et 30% de fractions petites) Fig. IV.2.

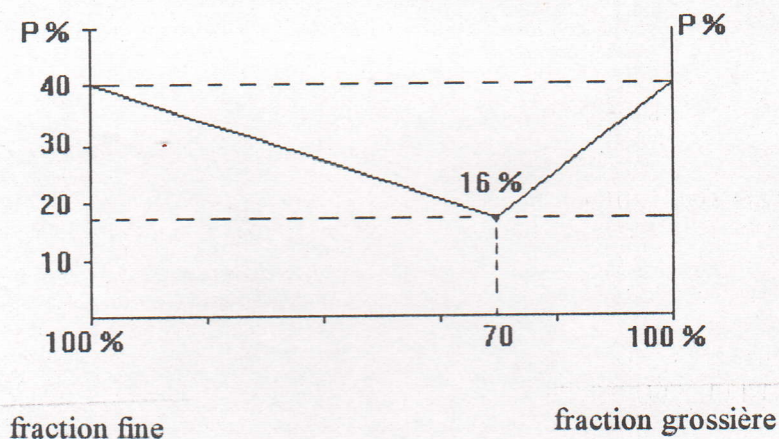


Fig.IV.2 : Variation de la porosité en fonction des proportions quantitatives des fractions grossières et fines [5].

Jouenne [50] définit un coefficient β appelé foisonnement comme étant le rapport d'un certain volume apparent V_α à son volume absolu V_a .

$$\beta = \frac{V_\alpha}{V_a} \quad (4.2)$$

La figure IV.3 montre la variation des porosités en fonction du foisonnement β , ainsi que les proportions de grains gros et fins correspondants.

Pour un foisonnement égal à 2, par exemple, le produit accuse 50 % de porosité pour une seule granulométrie et arrive à 25 % de porosité avec un mélange contenant 2/3 de gros grains et 1/3 de grains fins. Pour $\beta = 1,5$ la porosité de 33,3 % peut être réduite à 11,2 %. Pour $\beta = 2,5$ elle peut passer de 60 à 36 %. Les proportions des gros grains variant respectivement de 75 à 62,5 %.

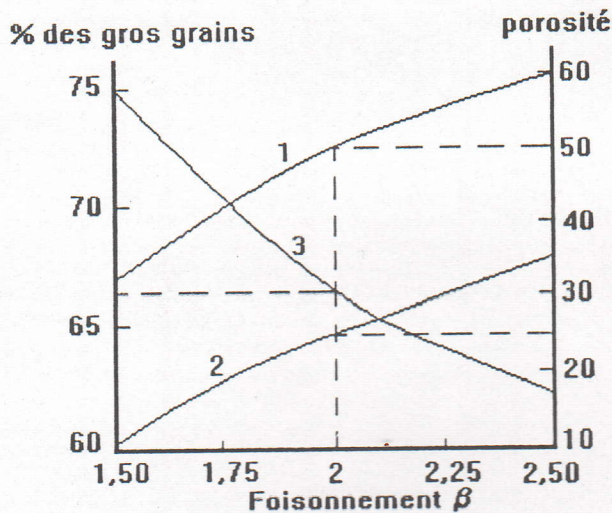


Fig. IV.3 : Variation des porosités en fonction du foisonnement β [50].

1. Porosité de compactage de grains iso-diamétriques.
2. Porosité minimale limite de mélange de gros grains et grains fins.
3. Proportions de gros grains correspondant au mélange binaire de porosité minimale.

Dans le cas des mélanges binaires, les industriels utilisent des proportions comprises entre 30/40 de fins pour 60/70 de gros afin d'obtenir un mélange de compacité maximale.

Le rapport des dimensions linéaires de grains devra être de 1 à 15 ou de 1 à 10. La quantité d'argile à introduire dans un réfractaire de granulométrie binaire doit être égale à 20 % si l'on veut que l'espace vide soit entièrement rempli par le liant plastique [50].

Selon Karaulov et al. [55] le système à trois fractions assure une densification meilleure. La composition idéale en différentes fractions correspond à : 60 - 65 % de fraction grossière, 25 - 30 % de fraction intermédiaire et 10 - 15 % de fraction fine.

La représentation graphique d'un tel système est donnée par la figure IV.4.

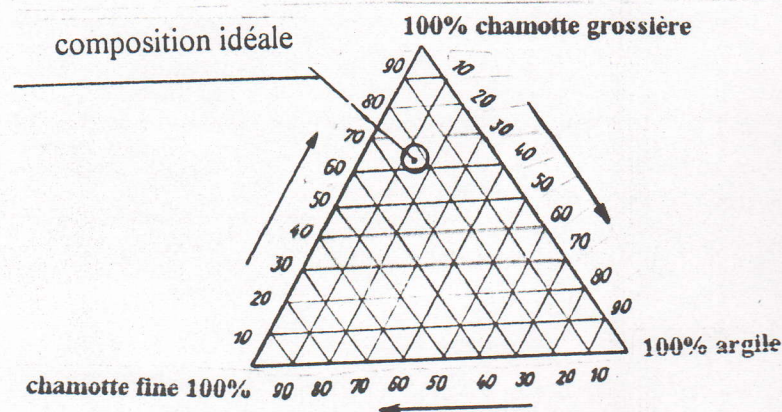


Fig. IV.4 : Représentation graphique d'un système ternaire [55].

L'utilisation d'un plus grand nombre de classes granulométriques est techniquement peu intéressante. Le risque de confusion et d'un tamisage non précis augmentent fortement avec le nombre de fractions [50].

IV.1.4.3 Exemples de réalisations pratiques :

D'après l'ouvrage de Konopicky [56] les caractéristiques des produits, silico-alumineux, obtenus par voie non plastique, à partir de trois lots de chamotte :

Fine (grains $< 0,1$ mm), moyenne (grains compris entre 0,1 et 1 mm) et grossière (grains > 1 mm) sont données par la figure IV.5 A, B, C, D, E.

-Porosité : Une brique peu poreuse résiste mieux aux attaques des scories fusibles, et d'autant plus que les grains sont plus inertes. Les pâtes les moins poreuses ne contiennent pas de grains de moyenne grosseur. Le pourcentage de gros (50 à 70) et de fin (30 à 50) correspond au compactage maximal en cru de la chamotte.

-Résistance mécanique à froid : Les produits les plus résistants sont obtenus avec un fort pourcentage de liant, mais ces pâtes présentent un grand retrait à la cuisson.

-Perméabilité : Au minimum de porosité correspond le minimum de perméabilité. Un autre minimum peut se trouver avec des grains fins. Une forte perméabilité résulte du déchaussement des grains au séchage et à la cuisson, ce qui provoque des microfissures. L'emploi d'une chamotte peu cuite réduit la perméabilité. La forme des grains a également une influence.

-Choc thermique: Une texture rigide ou pauvre en pores rend une brique sensible aux chocs thermiques. Les produits résistant le mieux sont caractérisés le plus souvent par un assemblage de grains grossiers (plus de 70 %) et de grains fins.

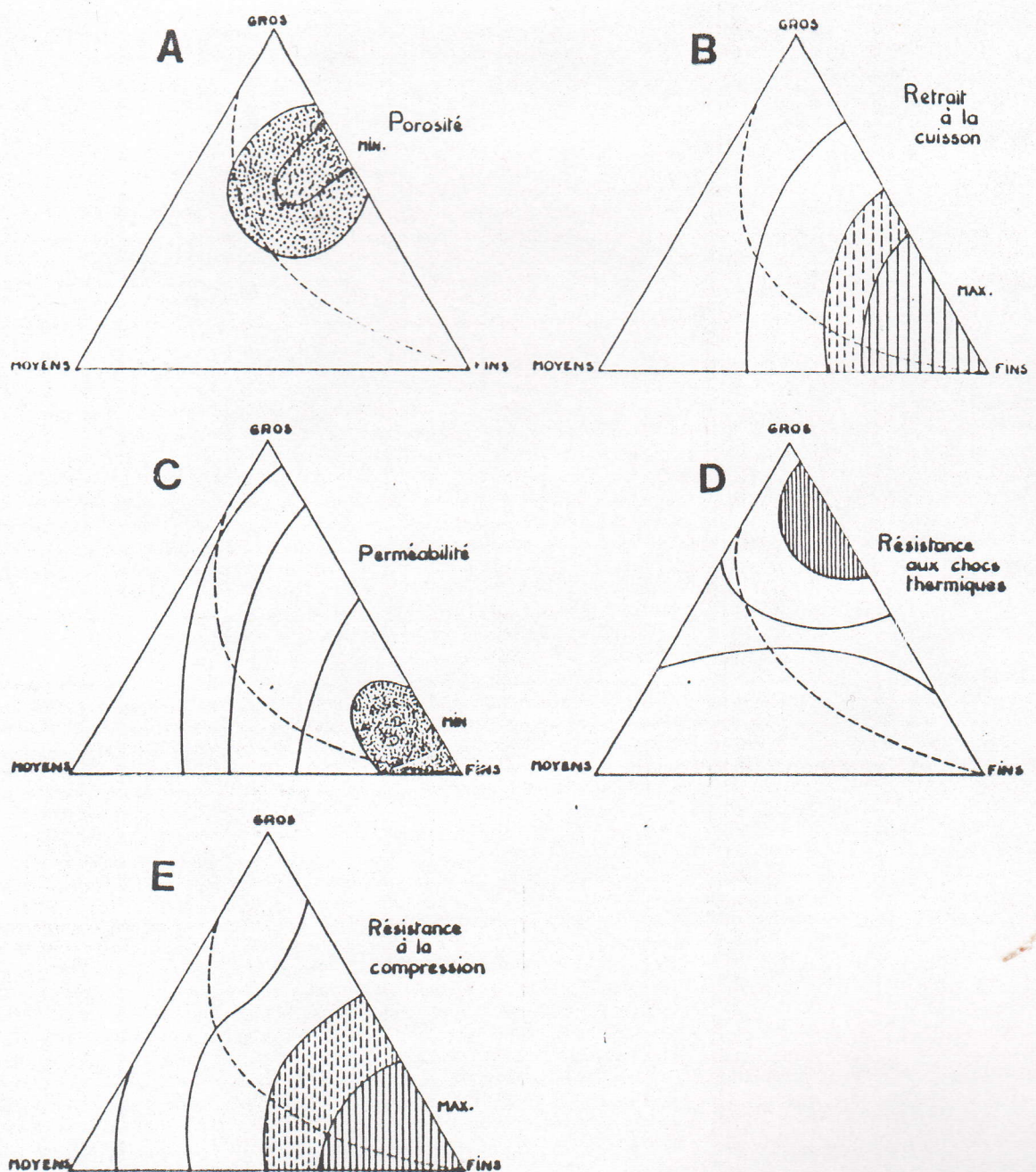


Fig. IV.5 : Variation des propriétés des briques réfractaires sous l'influence de la composition granulométrique [56].

IV.2 PRESSION :

IV.2.1 Généralités :

Lors des premiers stades du pressage, s'effectue le compactage remarquable du système mais sans déformation des grains à cause de la présence d'air. Une fois l'air est évacué du système, les particules s'approchent sans déformation et il n'y a pas de différence entre comportement des grains et granulés.

Après un certain taux de compression, le rapprochement des particules sans leur déformation devient impossible. C'est la deuxième étape de pressage; elle se caractérise par une déformation plastique irréversible des particules. Ce processus s'accompagne d'une augmentation de la surface de contact entre les particules du produit et l'air non éliminé sera comprimé.

On distingue :

- La déformation plastique qui se rapporte généralement aux granulés;
- La destruction fragile des grains.

Il existe dans les systèmes pressés des déformations réversibles (élastiques) causées par :

- dilatation de l'air renfermé et pressé;
- déformation du moule.

IV.2.2 Caractéristiques du compactage:

- Coefficient de compression (Kcomp)

$$K_{comp} = \frac{H}{h}$$

avec :

H : hauteur de remplissage du moule par la poudre;

h : hauteur du produit façonné;

b = H - h (abaissement).

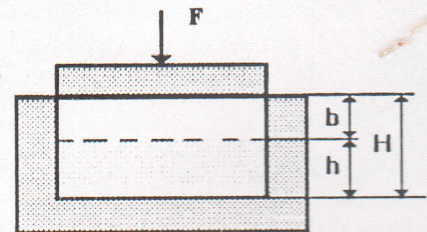


Fig. IV.6 : Caractéristiques du compactage.

La distribution de la pression à travers l'épaisseur de l'article s'exprime par la formule suivante [51] :

$$P_H = P_0 \cdot \text{EXP}[-K_f \cdot H/R] \quad (4.3)$$

Où :

P_H = pression à la distance H du poinçon

P_0 = pression appliquée sur la surface du poinçon

R = rayon hydraulique, $R = 2S / P$

S = surface de la section du produit façonné

P = périmètre de la section du produit façonné

K_f = coefficient dépendant du frottement interne dans la masse et du frottement extérieur entre la masse et le moule.

La pression de briquetage influe sur les caractéristiques des produits réfractaires. L'étude faite par Romanovskii et al. [57] sur des briques de magnésite a montré que l'élévation de la pression de 40 à 100 N/mm² engendre une diminution de la porosité ouverte et une augmentation de la densité que ce soit à l'état cru ou cuit. Ceci est vrai pour les différentes compositions.

Une seconde étude a été faite par Shulyak et al. [58] sur deux types d'argiles dont le contenu en silice et alumine sont respectivement 47,06% et 44,92% pour la première argile et 58,02% et 33,26% pour la deuxième. L'étude a montré que l'élévation de la pression de façonnage de 30 à 70 N/mm² fait augmenter la densité apparente des échantillons avant et après séchage. La densité apparente des échantillons sec a augmenté de 1,62 à 1,77 g/cm³ pour le premier et de 1,68 à 1,84 g/cm³ pour le second. L'augmentation de la densité apparente est justifiée par une diminution de la porosité ouverte de 36,6 à 30,8 % pour le premier échantillon et de 25,5 à 17,3 % pour le second.

L'excès en pression ne mène pas forcément à une augmentation de la densité, mais il sera la cause de certains défauts [21].

D'autre part le type de presse utilisé influe considérablement sur les caractéristiques des produits réfractaires. Ainsi, des briques de masse volumiques maximales constitués d'un mélange de 87% de chamotte de kaolin et de 13% d'argile brute, avec 5% d'humidité sont obtenues au moyen d'une presse qui repose sur le principe suivant :

Lorsque une brique, après avoir été pressée, est sortie du moule, puis abandonnée un certain temps, son volume s'accroît du fait de l'élasticité de la matière et de l'expulsion des gaz qui avaient été comprimés. Si une brique est soumise à deux pressages sous la même pression le volume obtenu sera plus faible en comparaison avec un seul pressage et la brique, après être sortie du moule, se dilatera moins. C'est ainsi que les auteurs [59] déclarent avoir obtenu par cette technique, à l'aide d'une pression de 250 Kgf/cm², des briques dont la masse volumique était 2,26 g/cm³ et qui possédaient une hauteur de 40 mm, alors que pour arriver directement à ce résultat, une pression de 500 Kgf / cm² aurait été nécessaire.

Le pressage isostatique comme le pressage hydraulique ont été l'objet d'une étude comparative faite par Majdic et Nowak [60]. Les résultats ont montré que le pressage isostatique confère aux produits des caractéristiques supérieures en ce qui concerne : la masse volumique avant cuisson; la réduction de la porosité; la perméabilité aux gaz; l'affaissement sous charge à haute température; la répartition des valeurs de la masse volumique à l'état cru dans un même échantillon. Le pressage hydraulique est supérieur au pressage isostatique en ce qui concerne l'accroissement de la masse volumique après cuisson et la fragmentation des grains au cours du pressage. Les résultats ont été vérifiés pour des réfractaires de magnésie, zircon et argileux.

Selon Malarkey et Wehbenberg [61], plusieurs précautions sont à prendre pour obtenir des pièces et en particulier des réfractaires, de bonne qualité après pressage isostatique telles que: la préparation de la granularité, présence du liant et l'utilité des vibrations.

Les inconvénients du pressage isostatique sont le coût élevé de la technique et la faible durée de vie du moule.

IV.3 HUMIDITE :

La dépendance de la densité du système de la pression appliquée pour des masses de diverses humidité ($W_1 > W_2$) est représentée par la figure IV.6 [5].

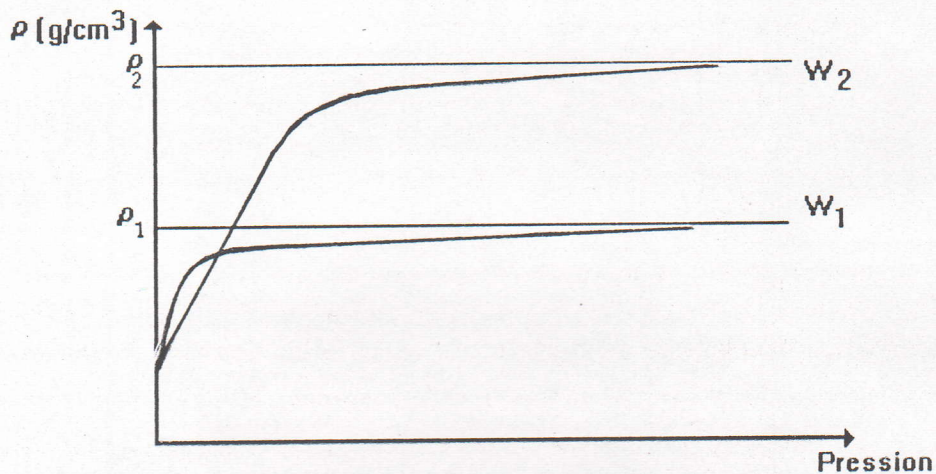


Fig. IV.6 dépendance de la densité de la pression de façonnage pour $W_1 > W_2$ [5].

Le liquide diminuant le frottement entre les particules solides facilite la densification du système, par contre le processus se termine rapidement (densité finale moindre : $\rho_1 < \rho_2$).

Plus l'humidité de la masse est moindre, plus la pression appliquée est grande. Les valeurs de la densité où la courbe à l'allure d'une droite correspondent à la valeur limite ou critique. Au delà de cette limite des défauts peuvent apparaître sur le produit pressé, tels que : le feuilletage, le schistage, etc...

Romanovskii et al. [57] ont montrés que pour l'obtention de briques de magnésie par pressage, la quantité optimale en eau doit être égale à 10 %, une quantité inférieure à celle-ci produit une masse mal formée et poussiéreuse. L'excès en eau réduit la densité à l'état cru des échantillons.

Des expériences ont été réalisées par Scott et Gilbertson [62] sur des petits disques d'alumine pressés à sec et séchés et contenant un liant organique : méthyl cellulose, copolymère de polyacrylamide ou alcool polyvinylique. Pour chacun des liants la résistance mécanique est abaissée lorsque l'humidité augmente, la diminution est rapide pour les humidités relatives supérieures à 35 %. Des pertes de résistance de 75 % ont été observées. L'eau absorbée par le liant semble agir comme un plastifiant.

IV.4 TEMPERATURE :

L'influence de la température de cuisson sur les caractéristiques des produits réfractaires a fait l'objet de plusieurs recherches.

D'après Jourdain [22], une argile à 45 % d'alumine surcuite a donné après cuisson à 1000°C pendant 3 heures 5 % de mullite. Cette teneur monte à 37 % pour une température de 1400°C et elle atteint 43 % pour une température 1600°C. Sur une argile moins alumineuse (24 % d'alumine) les pourcentages trouvés étaient respectivement 4,6 et 23 %.

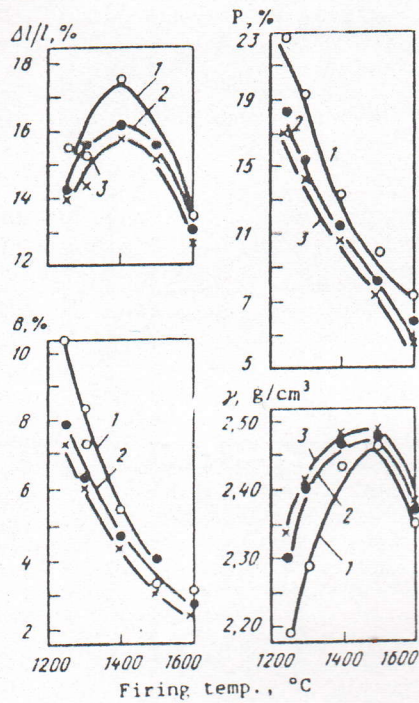
Une autre étude a été faite par Shulyak et al. [58] en utilisant deux argiles de composition chimique différente (cf. Tableau IV.1). Les échantillons ont été obtenus par pressage à sec et par voie plastique. Les résultats sont montrés par la figure IV.7 A, B, C.

Composition chimique (%)											
Argile	P.F	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	FeO	ZrO ₂
1	15,40	47,06	44,92	3,07	2,19	0,36	0,61	0,44	0,20	0,31	0,36
2	13,10	58,02	33,26	1,36	3,54	0,59	1,04	0,37	0,47	0,61	-

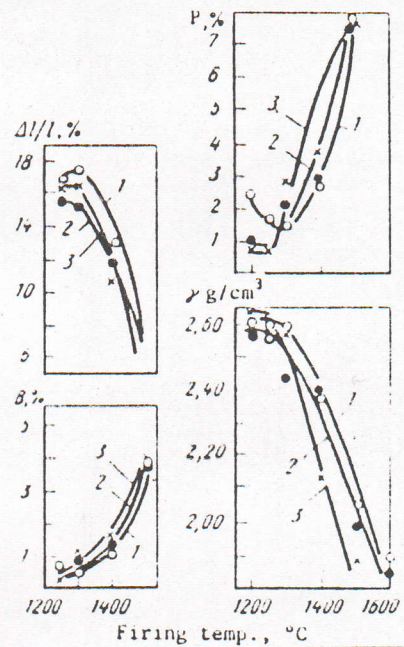
Tab. IV.1 : Composition chimique des argiles [58].

1 : Argile d'Arkalyksk.

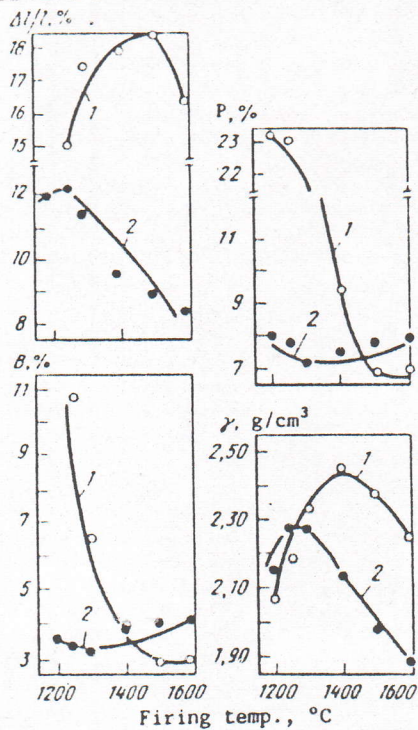
2 : Argile de Berlinsk.



A). Relation entre le retrait $\Delta l/l$, l'absorption d'eau B, porosité ouverte P et la densité apparente γ de l'argile d'Arkalyksk pressée 30 (1), 50 (2) 70 (3) N/mm² avec pressage sec (pression optimale 50 N/mm²) et la température de cuisson (température de frittage optimale 1500 °C).



B). Relation entre le retrait $\Delta l/l$, l'absorption d'eau B, porosité ouverte P et la densité apparente γ de l'argile de Berlinsk pressée 30 (1), 50 (2) 70 (3) N/mm² avec pressage sec (pression optimale 50 N/mm²) et la température (température de frittage optimale 1250 °C).



C). Relation entre le retrait $\Delta l/l$, l'absorption d'eau B, porosité ouverte P et la densité apparente γ de l'argile, et la température de cuisson (voie plastique) :
 1) argile d'Arkalyksk (température optimale 1400 °C).
 2) argile de Berlinsk (Température de frittage optimale 1250 °C).

Fig.IV.7 Influence de la température sur les caractéristiques des argiles réfractaires [58]

IV.5 PALIER DE CUISSON :

Comme les réactions dans les pâtes céramiques s'effectuent très lentement et très progressivement, le temps de maintien à la température finale doit être assez long. On constate que des briques de même composition ayant supporté des vitesses de chauffage différentes auront des retraits divers quoique cuites à la même température [22].

Oussaid [63] a travaillé sur des échantillons d'argile de Djebel Debagh (DD₃), il a procédé à leur cuisson à différentes températures avec un maintien à température maximale variable. Il a pu constater que l'augmentation du palier de cuisson engendre un accroissement du taux de mullite pour les différentes températures. Il a déterminé le taux de mullite en traitant l'échantillon par une solution aqueuse d'acide fluorhydrique (HF.). Les résultats sont présentés sur le tableau IV.2.

Température de cuisson	Palier 3h (% Mullite)	Palier 4h (% Mullite)
1320	40	45
1360	49	51
1400	57	60

Tab. IV.2 : Variation du taux de mullite en fonction de la température de cuisson pour des échantillons de même composition chimique [63].

CHAPITRE V

CHOIX ET ETUDE DES MATIERES PREMIERE

SOMMAIRE

V.1 INTRODUCTION	68
V.1.1 Kaolin de Tamazert	69
V.1.2 Argile de Djebel Debagh (DD ₃)	69
V.2 ETUDE DES MATIERES PREMIERES	69
V.2.1 Analyse chimique	69
V.2.1.1 But de l'analyse	69
V.2.1.2 Technique expérimentale	70
V.2.1.3 Résultats de l'analyse	70
V.2.1.4 Interprétation	70
V.2.2 Analyse minéralogique	71
V.2.2.1 But de l'analyse	71
V.2.2.2 Technique expérimentale	71
V.2.2.3 Résultats de l'analyse	71
V.2.2.4 Interprétation	72
V.2.3 Analyse granulométrique	72
V.2.3.1 But de l'analyse	72
V.2.3.2 Méthode utilisée	72
V.2.3.3 Tableau des résultats	74
V.2.3.4 Interprétation	74
V.2.4 Plasticité	74
V.2.4.1 Généralités	74
V.2.4.2 Technique expérimentale	75
V.2.4.3 Tableau des résultats	76
V.2.4.4 Interprétation	76
V.2.5 Détermination de la température de frittage	76
V.2.5.1 Généralités	76
V.2.5.2 Technique expérimentale	77
V.2.5.3 Tableau des résultats	78
V.2.5.4 Interprétation	78



V. CHOIX ET ETUDE DES MATIERES PREMIERES

V.1 INTRODUCTION :

Les argiles présentant un intérêt pour la production des briques réfractaires sont constituées de la kaolinite (alumineuse) et des minéraux de la famille de la kaolinite tel que l'halloysite. Elles doivent être plastiques, réfractaires, contenant une forte teneur en alumine, et une quantité minimale d'impuretés.

Les argiles suivantes ne peuvent être prise en considération pour les raisons suivantes:

- Argiles illitiques :

La structure des minéraux d'illites est semblable aux minéraux de montmorillonite.

L'illite n'est pas réfractaire, elle n'est utilisée que dans les réfractaires de qualité particulière.

- Argiles montmorillonitiques :

L'une des propriétés de la montmorillonite est de se gonfler en présence d'eau. La montmorillonite est fusible à partir de 950 °C.

- Argile de Djebel Debagh 4ème qualité (DD₄) :

Les dernières analyses faites ont montrés la présence d'une grande quantité de SO₃.

Dans le cadre de cette étude deux types d'argiles étaient à notre disposition :

- le Kaolin de Tamazert (KT) ;
- l'argile de Djebel Debagh 3ème qualité (DD₃) avec deux prélèvements. Un prélèvement du gisement de Djebel Debagh et l'autre prélèvement de l'E.C.V.E de Mila.

N.B.: Par la suite nous utiliserons la notation de (DD₃)¹ pour le premier prélèvement et (DD₃)² pour le second.

V.1.1 Kaolin de Tamazert (KT) :

C'est une roche blanche, friable avec des tâches ocre dues, essentiellement, aux oxydes de fer, dans laquelle on aperçoit souvent des débris de roche mère. des grains de Feldspath Kaolinisés, du quartz et des écailles de muscovite peuvent être distingués. Le Kaolin, débarrassé par lavages et décantations des plus grosses parties de la roche mère se présente comme une matière absorbante d'eau mise à son contact, avec laquelle il peut former une pâte plastique. Le kaolin perd sa plasticité en séchant pour donner une masse compacte s'effritant facilement. Cette masse sèche, à nouveau imbibée d'eau reprend intégralement sa plasticité.

V.1.2 Argile Djebel Debagh 3ème qualité (DD₃) :

L'halloysite de Djebel Debagh (Guelma) a été découverte durant les années cinquante. L'étude qualitative et quantitative du gisement a commencée en 1965 par SONAREM.

Le DD₃ est de couleur grise à toucher onctueux, il contient une grande quantité d'impuretés organiques. C'est une Kaolinite de type Halloysite.

V.2 ETUDE DES MATIERES PREMIERES :

Les essais et analyses ultérieures nous permettront de distinguer laquelle des argiles suscitées est apte à donner un réfractaire de bonnes qualités.

V.2.1 Analyse chimique :

V.2.1.1 But de l'analyse :

La composition chimique des matières argileuses est un des principaux facteurs déterminant leur domaine d'utilisation.

L'analyse chimique détermine la nature des oxydes qui constituent la matière première et la proportion de chacun d'eux, mais elle ne peut pas indiquer les formes minéralogiques effectives dans lesquelles ils se présentent.

L'analyse chimique peut nous donner le taux en matière volatiles se dégageant par la chaleur (perte au feu), cette dernière n'est que les eaux de constitution et les gaz

provenant de la décomposition de certains composés et particulièrement les matières organiques qui provoquent la plasticité des argiles.

Selon la composition chimique, on peut déduire les argiles réfractaires suivant le taux élevé en alumine et le plus réduit que possible en oxydes fondants comme Na₂O, K₂O, CaO, etc...

V.2.1.2 Appareillage et technique expérimentale :

L'analyse chimique a été déterminée par le spectromètre de fluorescence X de type Siemens SRS 303. Pour la technique expérimentale (cf. annexe).

V.2.1.3 Résultats de l'analyse :

Les résultats de l'analyse chimique sont donnés au tableau V.1.

Composition chimique (%)														
Argile	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	P.F	total
K.T	70,90	17,43	1,19	0,42	0,45	-	2,60	0,14	0,42	-	-	-	5,07	98,62
(DD ₃)'	39,87	38,36	1,14	0,78	0,24	0,45	0,20	0,48	0,02	0,46	0,02	0,01	17,27	99,69
(DD ₃)	33,40	34,91	1,68	0,85	0,38	6,01	0,48	0,71	0,02	1,18	0,06	0,01	20,29	99,98

Tab. V.1 : Compositions chimiques des argiles étudiées.

V.2.1.4 Interprétation :

L'analyse chimique du Kaolin de Tamazert montre la prédominance de la silice (SiO₂). Une teneur élevée en silice désigne que l'argile est souillée par le quartz libre, ce qui mène à la diminution du pouvoir liant et de la résistance mécanique en état cru et cuit, tout en augmentant la porosité du produit fini.

La faible teneur en alumine (17,43%) avec un taux relativement élevé en alcalis (K₂O = 2,6%) diminuent considérablement la réfractarité du Kaolin de Tamazert.

En conséquence le kaolin de Tamazert est écarté au stade préliminaire de notre étude.

L'argile de Djebel Debagh 3ème qualité (DD₃) présente un taux d'alumine relativement élevé (39,87 % pour le (DD₃)¹ et 33,40 % pour le (DD₃)²) avec un taux relativement faible en silice ce qui augmente la plasticité, la réfractarité, le pouvoir liant, le retrait et la résistance mécanique. Le retrait élevé peut être remédié par l'introduction d'une grande quantité de matière dégraissante avec l'argile.

Le choix des matières premières s'est fait sur le (DD₃)¹ car la présence du soufre avec un pourcentage élevé (6,01 %) dans le (DD₃)² est un inconvénient.

V.2.2 Analyse minéralogique :

V.2.2.1 But de l'analyse :

Le but de cette analyse est d'identifier le type et le nombre de minéraux qui se présentent dans une argile.

V.2.2.2 Appareillage utilisé :

L'analyse minéralogique a été réalisée par un diffractomètre à rayons X de type Philips 1710.

V.2.2.3 Résultats de l'analyse :

Les minéraux identifiés sur les diagrammes Rx (Fig.V.1 et V.2) sont donnés au tableau V.2.

Minéraux	Echantillons	
	(DD ₃) ¹	(DD ₃) ²
Kaolinite (Al ₂ O ₃ .2SiO ₂ .2H ₂ O)	70 %	26 %
HALLOYSITE (Al ₂ O ₃ .2SiO ₂ .2H ₂ O + n H ₂ O)	29 %	56 %
Al ₂ O ₃ .SO ₃ .x H ₂ O	—	15,5 %
Min - Ferrugineux	1 %	1,5 % F ₂ O ₃
MnO	—	1 %

Tab. V.2 : Compositions minéralogiques des argiles étudiées.

La composition minéralogique a été évaluée sur la base des résultats de l'analyse chimique.

V.2.2.4 Interprétation :

Le dépouillement des diagrammes Rx a permis de distinguer les minéraux figurant dans le tableau précédent.

Le DD₃ est très sensible au séchage ainsi qu'au stade initial de cuisson à cause de la présence d'eau dans l'halloysite. Les molécules d'eau sont faiblement liées et s'évaporent à une température relativement basse.

V.2.3 Analyse granulométrique :

V.2.3.1 But de l'analyse :

Le but de cette analyse est de déterminer la distribution granulométrique d'une substance argileuse et d'apprécier son influence sur les propriétés technologiques.

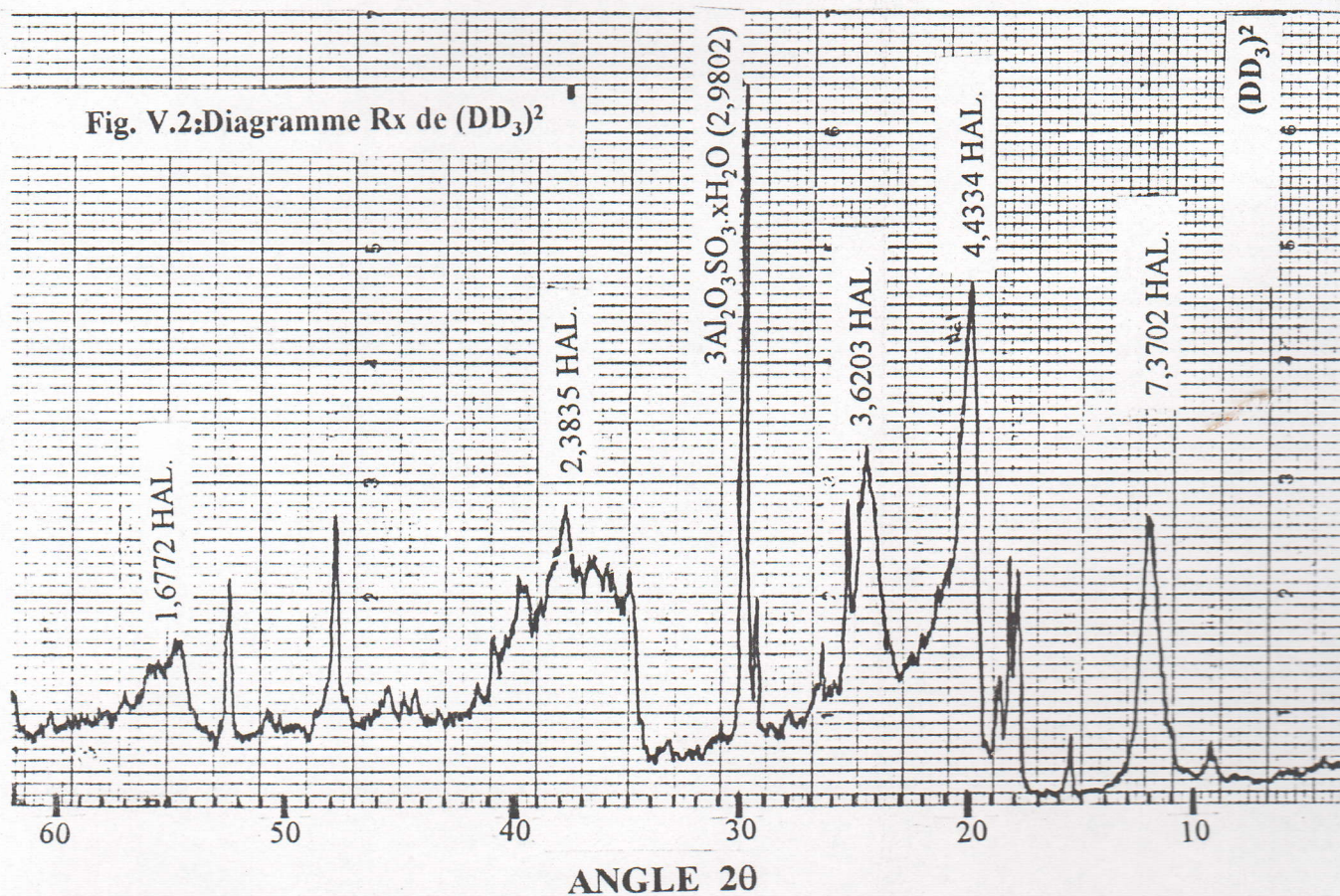
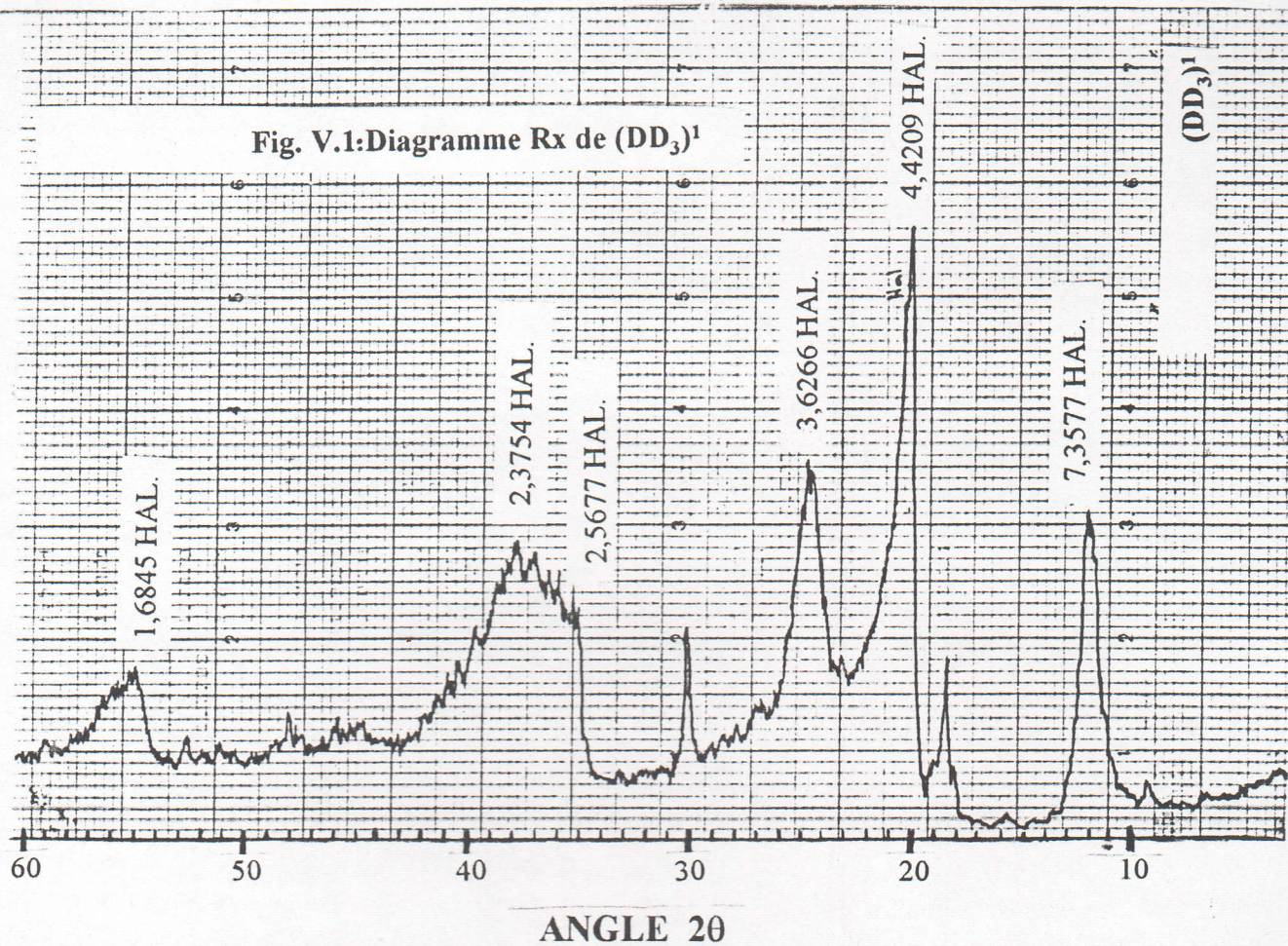
V.2.3.2 Méthode utilisée :

Les argiles sont des roches polydispersées, leurs particules ont des dimensions différentes.

La méthode la plus employée est celle de la pipette "d'Andreasen" [50] basée sur le phénomène de sédimentation des particules dans les fluides, elle permet la résolution simultanée de deux problèmes:

- détermination des dimensions des particules;
- définition du rapport quantitatif des particules.

Le principe de l'analyse est fondé sur la loi de "Stokes" [22].



V.2.3.3 Tableau des résultats :

Les résultats de l'analyse granulométrique sont représentés au tableau V.3.

Fractions	100 à 63 μm	63 à 10 μm	10 à 5 μm	5 à 1 μm	< 1 μm
(DD ₃) ¹	11,56 %	31,32 %	7,04 %	4,88 %	45,20 %

Tab. V.3 : Analyse granulométrique de l'argile (DD₃)¹.

V.2.3.4 Interprétation :

Les propriétés plastiques des minéraux argileux sont déterminées principalement par les dimensions des particules [3].

Selon Jourdain [22] la finesse des particules constituant les argiles a une grande importance notamment sur la plasticité.

D'après Jouenne [50] la plasticité d'une terre est due aux particules extra-fines qui sont constituées principalement de minéraux argileux.

L'argile (DD₃)¹ possède une teneur en fraction fine assez élevée (45,20% de particules qui sont inférieures à 1 μm). Cette teneur lui confère une meilleure plasticité et un pouvoir liant assez élevé. La plasticité élevée permettra à l'argile de contenir une quantité importante de portions inertes (dégraissantes), tout en gardant une tendance au façonnage appréciable et une résistance mécanique à sec suffisante pour la fabrication.

V.2.4 Plasticité :

V.2.4.1 Généralités :

La plasticité est l'une des propriétés essentielles des argiles.

Un matériau est dit plastique quand il peut se déformer au point d'acquies un nouvel aspect d'une manière permanente sans se rompre [64].

En céramique le terme de plasticité est employé dans le sens qui suit :

Une masse semi solide comme l'argile humide peut être plus au moins déformée par une force mécanique sans perdre sa cohésion et sans que la masse montre une tendance à reprendre sa forme initiale.

Plus une argile est plastique, plus elle nécessite de l'eau pour former une pâte de consistance "normale" (telle qu'elle ne colle pas aux doigts) [3].

V.2.4.2 Technique expérimentale :

Les propriétés plastiques étant liées à la teneur en eau, c'est à partir de celle-ci que l'on a apprécié la plasticité en fixant les humidités correspondant à des types de comportement. C'est ce que l'on appelle les limites de plasticité.

La limite inférieure de plasticité est mesurée par la détermination de la quantité de liquide nécessaire pour former par trituration un bâtonnet d'un diamètre défini.

Une seconde donnée est fournie par la teneur minimum en eau pour laquelle une fente tracée à la face supérieure d'un dépôt d'argile logé au fond d'une capsule, s'efface après que celle-ci a subi un certain nombre de chocs. Cette humidité mesure la limite supérieure de plasticité (limite de liquidité).

La différence de teneurs en eau ainsi mesurées détermine le nombre ou l'indice de plasticité.

Cette définition et les techniques de mesures ont été établies par Atterberg [65]

$$N = W_{\text{sup.}} - W_{\text{inf.}} \quad (5.1.)$$

Où :

N = nombre de plasticité

$W_{\text{sup.}}$ = limite supérieure de plasticité

$W_{\text{inf.}}$ = limite inférieure de plasticité.

Le nombre de plasticité calculé permet de déterminer la nature de l'argile (du point de vue plasticité) en se référant au tableau qui suit.

INDICE DE PLASTICITÉ "N"	NATURE DE L'ARGILE
N > 25	très plastique
N = 15 à 25	plastique
N = 7 à 15	moyennement plastique
N = 3 à 7	peu plastique
N < 3	non plastique

Tab. V.4 : Classification des argiles d'après l'indice de plasticité [65].



Pour le mode opératoire détaillé (cf. annexe).

Remarque :

La plasticité des composés argileux est difficile à définir scientifiquement et impossible à mesurer de façon précise étant donné qu'elle ne constitue pas une grandeur physique et elle doit être considérée comme la résultante de propriétés très complexes qui dépendent de plusieurs facteurs et en particulier de la méthode expérimentale [66].

V.2.4.3 Tableau des résultats :

Les résultats de l'essai de plasticité sont données au tableau V.5

ARGILE (DD ₃) ¹			
W _{inf}	W _{sup}	N	\bar{N}
25,83	47,59	21,76	23,15
22,47	46,32	23,85	
25,37	49,21	23,84	

Tab. V.5 : Valeurs des indices de plasticité de l'argile (DD₃)¹

V.2.4.4 Interprétation :

Le nombre de plasticité mesuré montre que l'argile (DD₃)¹ est plastique. Cette plasticité est due à la teneur élevée en fraction fine. Ce résultat permet l'introduction d'une importante quantité de matière dégraissante.

V.2.5 Détermination de la température de frittage :

V.2.5.1 Généralités :

Le frittage c'est l'ensemble des phénomènes de consolidation, de densification, de recristallisation et de déformation des liaisons obtenues par traitement thermique de poudres agglomérées durant ou après le compactage, à des températures inférieures au point de fusion du principal constituant [67]. D'une manière générale, la densification d'un matériau compact peut se réaliser par l'un des processus suivants :

- Frittage à l'état solide (absence de phase non cristalline);
- Frittage en présence d'une phase liquide;
- grésification (vitrification).

Parmi les différentes caractéristiques physico-chimiques, d'habitude la porosité est choisie comme paramètre pour la description des processus de frittage des corps céramiques car les variations géométriques du matériau peuvent être interprétées par les variations de dimensions et de forme des pores, qui sont liées aux phénomènes de croissance des phases cristallines [68].

On considère comme tesson fritté, les produits dont la valeur d'absorption d'eau est inférieure à 5% et la température de frittage est celle à laquelle est atteinte cette valeur de l'absorption [5].

La classification des matières argileuses d'après le niveau de frittage est donnée au tableau V.6.

Niveau de frittage	Absorption d'eau
Fortement fritté	< 2
Fritté	≤ 5
Non fritté	> 5

Tab. V.6 : Classification des matières argileuses d'après le niveau de frittage [5].

V.2.5.2 Technique expérimentale :

Le principe consiste à préparer des échantillons à partir de l'argile (DD₃)¹ et à les faire cuire à différentes températures. Les échantillons sont obtenus par voie plastique à l'aide d'une étireuse de laboratoire avec les conditions suivantes :

- Broyage inférieur à 1 mm;
- Humidité de façonnage W = 30%;
- Séchage à l'air libre pendant 24 heures, puis à l'étuve (110°C) pendant 24 heures.

Remarque : Avant de réaliser une cuisson à une température supérieure on détermine tout d'abord les caractéristiques physiques des échantillons cuits à la température qui précède.

V.2.5.3 Tableau des résultats :

Les résultats de l'influence de la température sur les caractéristiques physiques sont donnés au tableau V.7 et représentés par la figure V.3.

T(°C)	Maintien(h)	A(%)	ρ (g/cm ³)	Po(%)	Rs(%)	Rc(%)	Rt(%)
1200	2	8,39	2,030	17,34	4,66	15,52	20,18
1250	2	7,64	2,064	15,77	4,66	15,66	20,32
1300	2	7,05	2,090	14,62	4,66	16,80	21,46
1350	2	7,07	2,097	14,33	4,66	17,25	21,91
1400	2	6,80	2,105	14,23	4,66	17,53	22,19
1450	3/4	6,77	2,110	14,20	4,66	17,60	22,26

Tab.V.7 : Influence de la température sur les caractéristiques physiques de l'argile (DD₃)¹.

V.2.5.4 Interprétation :

Lors de la cuisson sous l'action de la température, la masse céramique se transforme du conglomérat de particules faiblement liées et réunies essentiellement par les forces de frottements et d'adhésion en un corps solide dense, acquit une résistance au feu et à l'action de l'eau.

A la cuisson l'argile (DD₃)¹ présente un retrait très important (17,25% à 1350°C). Il est provoqué par le rapprochement des particules solides et leur collage par la phase liquide.

A 1400°C l'absorption d'eau est supérieure à 5% (A = 6,80%). On constate que même à 1450°C l'absorption reste au dessus de 5% (A = 6,77%), donc le frittage de (DD₃)¹ n'est pas encore atteint (figure V.3).

Selon Shulyak et al. [58] à la température du frittage les grandeurs d'absorption d'eau et de la porosité ont des valeurs minimales et celles de la densité et du retrait deviennent maximales. Au delà de cette température le retrait et la densité qui avaient augmenté jusqu'alors commencent à diminuer (cf. chap. IV. figure IV.7).

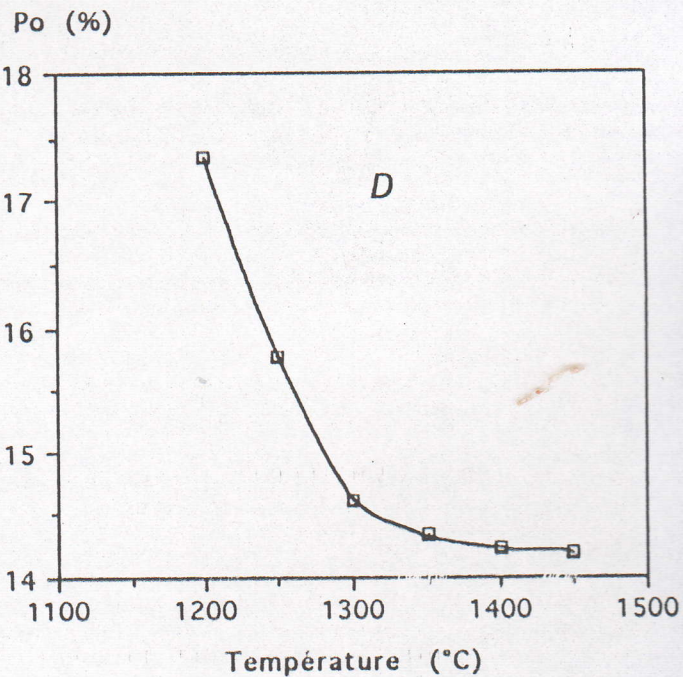
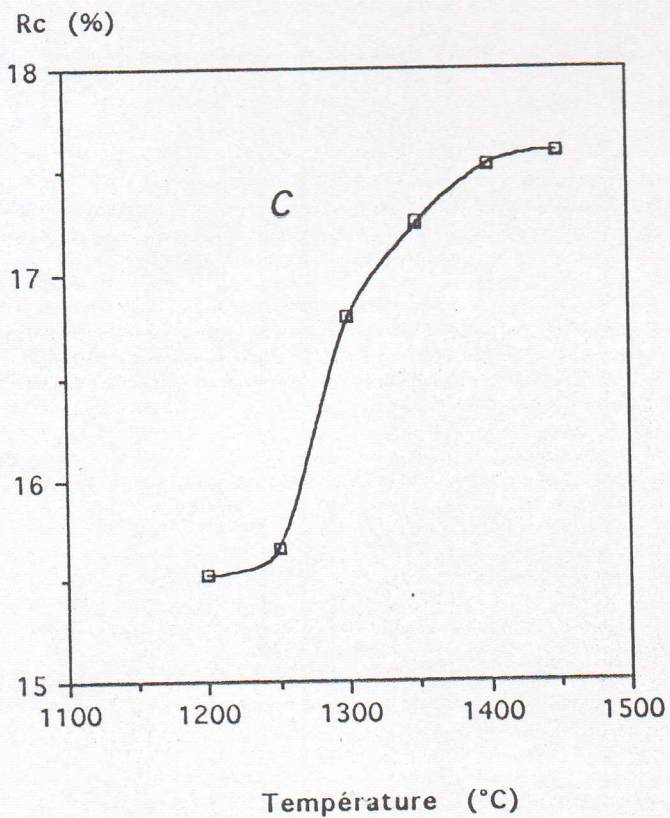
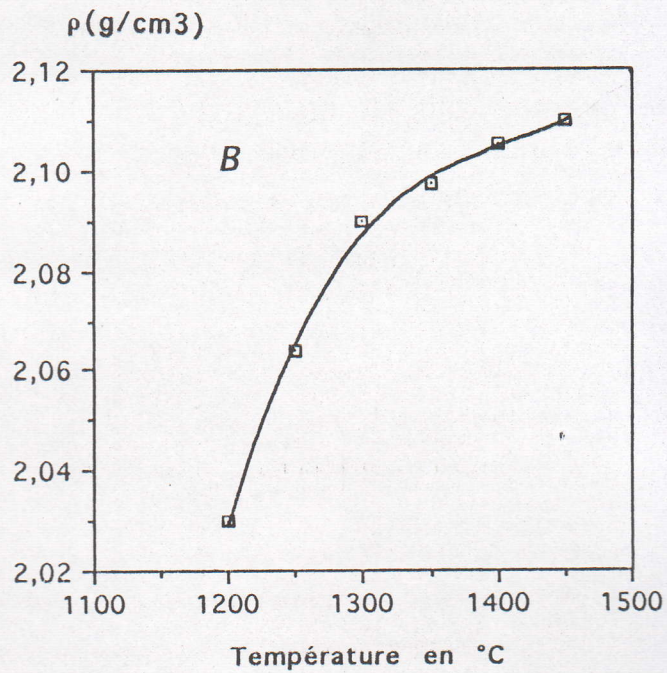
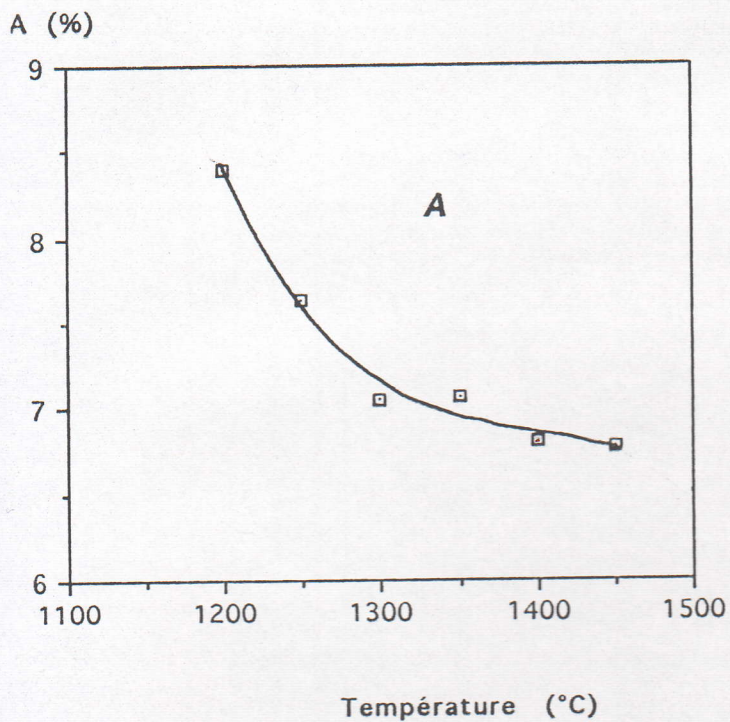


Fig.V.3:Variation des propriétés de l'argile (DD₃)¹ en fonction de la température.

A- absorption B- masse volumique C- retrait à la cuisson D-porosité ouverte

Dans notre cas, les conditions de réalisation de l'opération de cuisson à 1450°C ne nous permettent pas d'aller au delà d'un temps de maintien de 45 minutes. Un temps pareil reste insuffisant car les transformations dans les masse céramiques s'effectuent très lentement et progressivement.

CHAPITRE VI

ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE, DE L'HUMIDITE ET DE LA PRESSION SUR LES CARACTERISTIQUES DES BRIQUES REFRACTAIRES A BASE DE CHAMOTTE

SOMMAIRE

VI.1 GENERALITES	82
VI.1.1 Préparation de la chamotte	82
VI.1.2 Préparation du liant	82
VI.1.2.1 Préparation de la barbotine	84
VI.1.3 Mode de préparation des échantillons	86
VI.2 ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE	88
VI.2.1 Choix des compositions des masses	88
VI.2.2 Influence de la composition des masses sur les caractéristiques des produits crus	89
VI.2.2.1 But de l'essai	89
VI.2.2.2 Conditions de préparation des échantillons	89
VI.2.2.3 Résultats de l'essai	89
VI.2.3 Influence de la composition des masses sur les caractéristiques des produits cuits	91
VI.2.3.1 But de l'essai	91
VI.2.3.2 Résultats de l'essai	91
VI.2.4 Discussion	91
VI.3 ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'HUMIDITE	94
VI.3.1 Généralités	94
VI.3.2 Mode de préparation des échantillons	94
VI.3.3 Influence de l'humidité de façonnage sur les caractéristiques des produits crus	94
VI.3.3.1 But de l'essai	94
VI.3.3.2 Conditions de préparation des échantillons	96
VI.3.3.3 Résultats de l'essai	96
VI.3.4 Influence de l'humidité de façonnage sur les caractéristiques des produits cuits	96
VI.3.4.1 But de l'essai	96
VI.3.4.2 Résultats de l'essai	96
VI.3.5 Discussion	96
VI.4 ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA PRESSION	99
VI.4.1 Généralités	99
VI.4.2 Conditions de préparation des échantillons	99
VI.4.3 Influence de la pression sur les caractéristiques des produits crus	99
VI.4.3.1 But de l'essai	99
VI.4.3.2 Résultats de l'essai	101
VI.4.4 Influence de la pression sur les caractéristiques des produits cuits	101
VI.4.4.1 But de l'essai	101
VI.4.4.2 Résultats de l'essai	101
VI.4.5 Discussion	101

VI. ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE, DE L'HUMIDITE ET DE LA PRESSION SUR LES CARACTERISTIQUES DES BRIQUES REFRACTAIRES A BASE DE CHAMOTTE

VI.1 GENERALITES :

Le mélange pour la fabrication des réfractaires se compose habituellement de deux parties intégrantes principales :

- Liant;
- Chamotte.

VI.1.1 Préparation de la chamotte :

Pour les produits dont la teneur en alumine dépasse 35 %, il est difficile de trouver une quantité de débris suffisante ayant la teneur en alumine désirée. On est alors obligé de cuire de l'argile dont la teneur en alumine correspondra aux caractéristiques chimiques des produits à fabriquer. L'argile (DD₃)¹ remplit cette condition.

Dans le secteur des réfractaires, les caractéristiques de la chamotte doivent être rigoureusement constantes [69] :

- Variations dimensionnelles minimales à la cuisson;
- Bonne résistance à la compression à chaud (résistance pyroscopique et mullitisation);
- Densité et dureté maximales;
- Porosité et perméabilité minimales (la cuisson de la chamotte doit se faire à la température de frittage).

La figure VI.1 présente le processus technologique suivi lors de la fabrication de la chamotte préparée.

VI.1.2 Préparation du liant :

On utilise les argiles ayant un grand pouvoir liant, ce qui est le cas de l'argile (DD₃)¹.

L'argile a été finement broyée par pulvérisette (granulométrie inférieure à 75 microns). Une partie est introduite dans le mélange sous forme de barbotine (cf. VI.1.2.1), le reste est introduit sous forme de poudre.

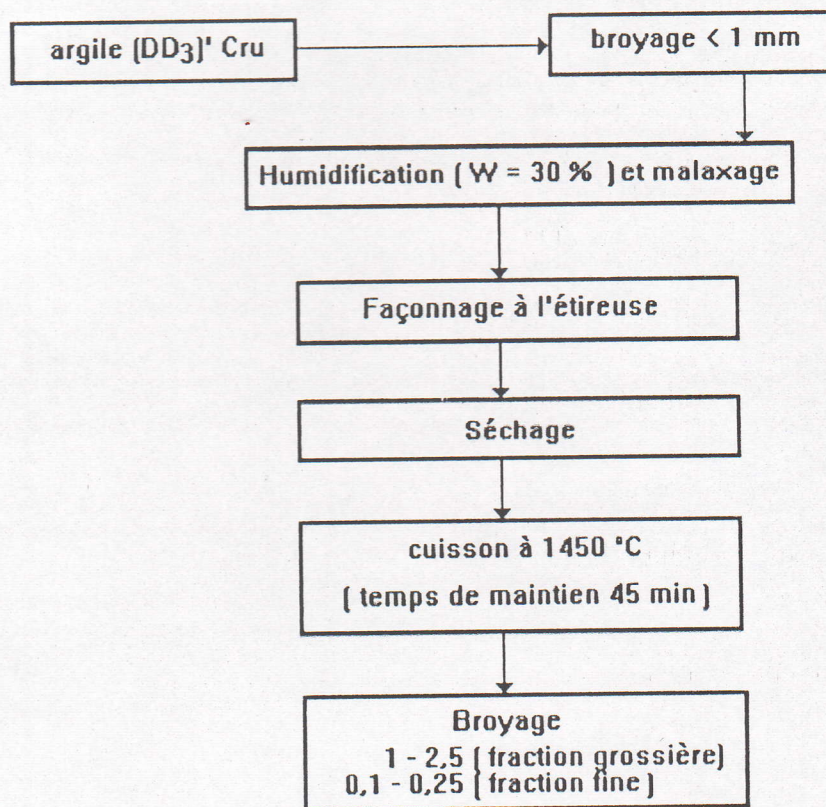


Fig. VI.1: Schéma technologique de fabrication de la chamotte

VI.1.2.1 Préparation de la barbotine :

Le procédé de fabrication en surcomprimé exige l'introduction d'une partie d'argile sous forme de suspension généralement aqueuse nommée "barbotine".

Pour cela une partie de l'argile (DD₃)¹, utilisée comme troisième fraction du système, a été introduite sous forme de barbotine.

Une barbotine doit être dense, fluide et surtout stable.

a) Coulabilité :

La courbe de la coulabilité (figure VI.2) montre qu'avec une humidité de 55 % l'argile (DD₃)¹ répond approximativement aux exigences d'une barbotine.

b) Défloculation :

Les défloculants permettent d'atteindre la viscosité désirée avec une quantité d'eau inférieure.

Dans notre cas nous avons utilisé comme défloculant le tripolyphosphate de sodium (Na₅ P₃O₁₀) qui présente une solubilité dans l'eau de 12 % [70].

Avec l'introduction de 0,3 % de (Na₅ P₃O₁₀) nous avons obtenu une coulabilité admissible avec une humidité de 52 % (figure VI.3).

N.B. : Pour plus de détails (cf. annexe).



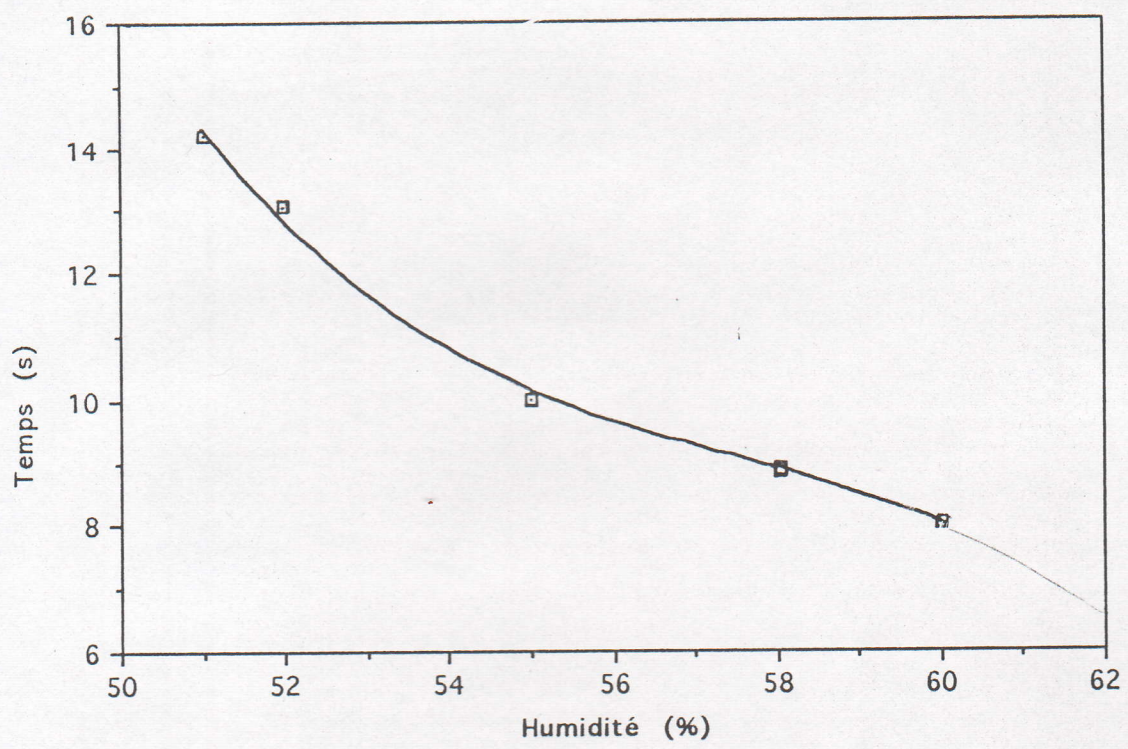


Fig. VI.2 : courbe de coulabilité

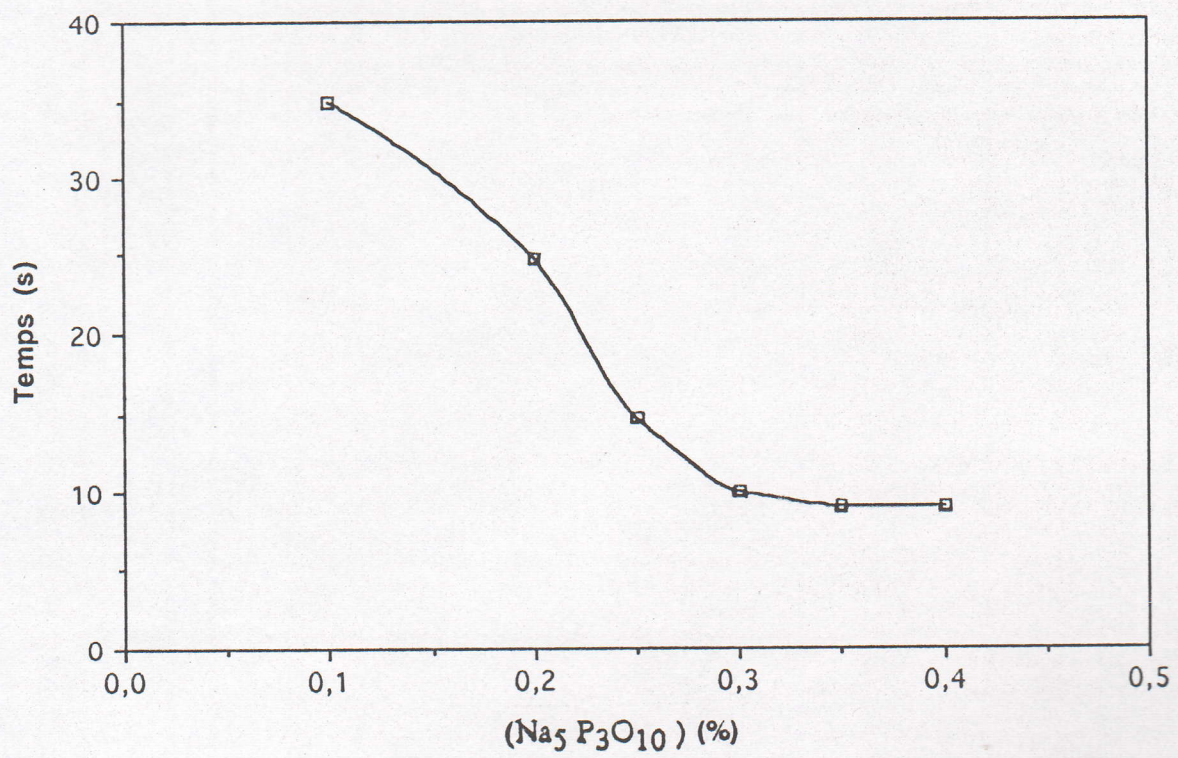


Fig. VI.3 : Courbe de défloculation

VI.1.3 Mode de préparation des échantillons :

La figure qui suit présente le processus technologique de la fabrication des échantillons de briques réfractaires :

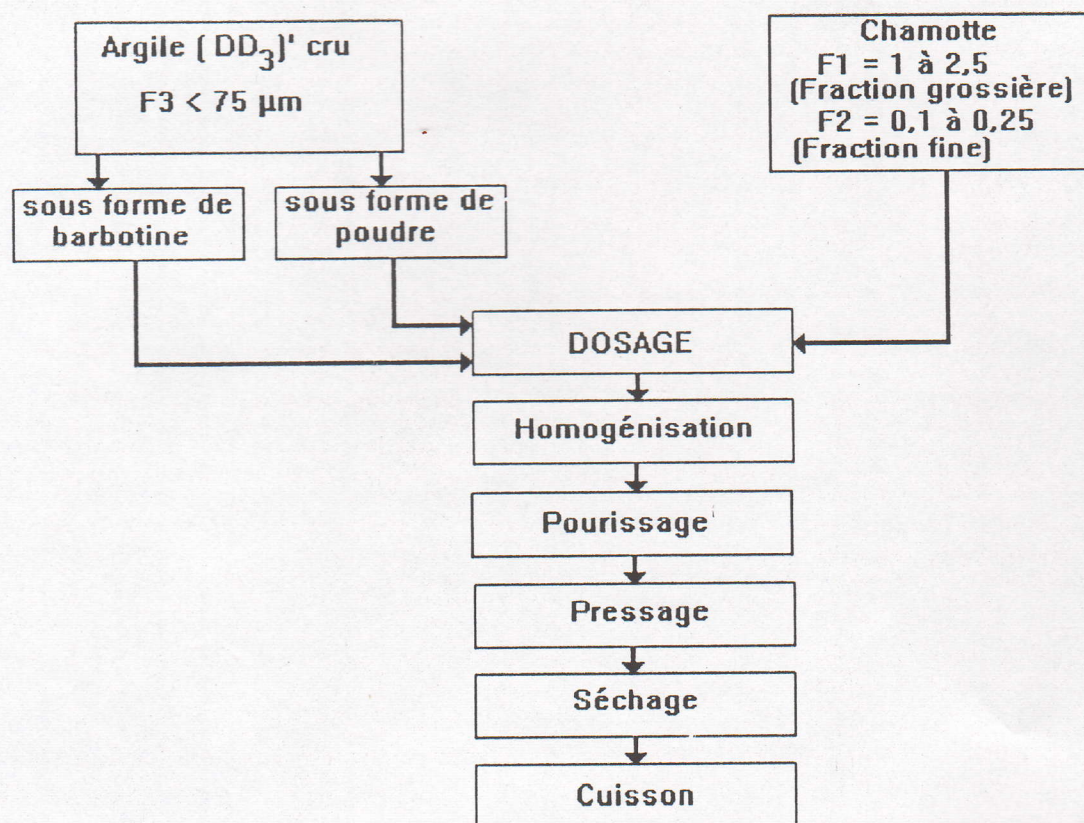


Fig.VI.4; Processus technologique de fabrication des échantillons de briques réfractaires.

a) Dosage :

Le dosage s'est fait en poids. Le mélange et l'humidification des différentes fractions granulométriques sont faits de la manière suivante :

On brasse tout d'abord les gros grains (F1) puis les fractions fines (F2). On ajoute ensuite une quantité d'argile sous forme de barbotine, on effectue un brassage manuel, en dernier lieu l'argile restante est introduite sous forme de poudre.

b) Homogénéisation :

Le manque de mélangeurs au laboratoire nous a obligé d'utiliser des sachets en plastique pour l'homogénéisation.

Le temps d'homogénéisation ne doit pas dépasser 10 à 20 minutes afin que le mélange ne s'échauffe pas et ne perde pas de l'eau.

c) Pourrissage :

L'humidité des masses était de 8 %. On laisse chaque masse dans un sachet en plastique pendant au moins 24 heures, pour avoir une meilleure distribution d'humidité.

d) Pressage :

Le pressage a été réalisé à l'aide d'une presse hydraulique unilatérale.

On a effectué deux pressés :

- 1ère pressé : $\sigma = 15 \text{ N/mm}^2$ pour la désaération du mélange;
- 2ème pressé : $\sigma = 30 \text{ N/mm}^2$ pression finale.

Le pressage est effectué de telle sorte qu'il n'y aura pas de déséquilibre de presse. Ce dernier peut engendrer des défauts sur les cotés et provoquer des cassures d'angles des échantillons préparés.

e) Séchage :

Le séchage des produits s'est effectué comme suit :

Un séchage s'effectue à l'air libre durant 4 à 8 heures, le second peut aller de 4 à 24 heures dans une étuve à 110 °C.

f) Cuisson :

La cuisson a été réalisée dans un four électrique à une température de 1450°C avec un maintien de 45 minutes au maximum.

Remarques :

- Le four utilisé ne permet pas d'établir les courbes de montée en température et les courbes de refroidissement;
- Un temps de maintien de 45 minutes reste insuffisant.

VI.2. ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE :

VI.2.1 Choix des compositions des masses :

Nous avons vu au paragraphe IV.1.2 que dans le cas des mélanges binaires la composition assurant une compacité maximale est formée de 30 à 40 % de fractions fines et 60 à 70 % de fractions grossières. La quantité d'argile à introduire dans un mélange de granulométrie binaire doit être égale à 20 % si l'on veut que l'espace vide soit entièrement rempli. Le rapport des dimensions linéaires de grains devra être de 1 à 15 ou de 1 à 10.

En se basant sur ceci nous avons opter pour le choix de la composition de masse suivante :

- 85 % de chamotte à base de $(DD_3)^1$ représentant deux fractions:

* 1ère fraction : fraction grossière notée F1 = 1 à 2,5 mm et variant entre 45 et 65 %;

* 2ème fraction : fraction fine notée F2 = 0,1 à 0,25 mm et variant entre 20 et 40 %.

- 15 % de liant à base de $(DD_3)^1$ représentant la troisième fraction (granulométrie inférieure à 75 microns).

Il a fallu donc préparer plusieurs compositions qui sont notés par la suite C1, C2, C3, etc... (tableau VI.1).

Le mode de préparation des échantillons est donné par la figure VI.4.

Le tableau VI.1 présente la composition des masses :

Fractions Compositions	F1 (%)	F2 (%)	F2 / F1	Liant (%)
C1	65	20	0,30	15
C2	60	25	0,41	15
C3	55	30	0,54	15
C4	50	35	0,70	15
C5	45	40	0,88	15

Tab. VI.1 : Compositions des masses

VI.2.2 Influence de la composition des masses sur les caractéristiques des produits à l'état cru :

VI.2.2.1 But de l'essai :

L'essai consiste à apprécier le changement de densité et de résistance à la compression du produit cru en fonction de la variation des compositions des masses.

VI.2.2.2 Conditions de préparation des échantillons:

- Compositions C1, C2, C3, C4 et C5;
- Humidité de façonnage $W = 8 \%$;
- Pression de façonnage $P = 30 \text{ N/mm}^2$;
- Température de cuisson $T = 1450 \text{ }^\circ\text{C}$;
- Temps de maintien = 45 mn.

VI.2.2.3 Résultats de l'essai :

Les résultats de l'essai sont donnés au tableau VI.2 et représentés par la figure VI.5.

Paramètres Compositions	m_s [g]	m_h [g]	m_i [g]	ρ [g/cm^3]	Rcomp. (kgf/cm^2)
C1	146,38	150,29	76,67	1,59	28,32
C2	145,05	148,56	77,36	1,63	32,80
C3	146,98	151,25	77,34	1,59	31,30
C4	139,92	143,19	72,21	1,57	29,42
C5	142,67	145,98	71,85	1,54	26,40

Tab. VI.2 : Résultats de l'influence de la composition des masses sur les caractéristiques du produit cru.

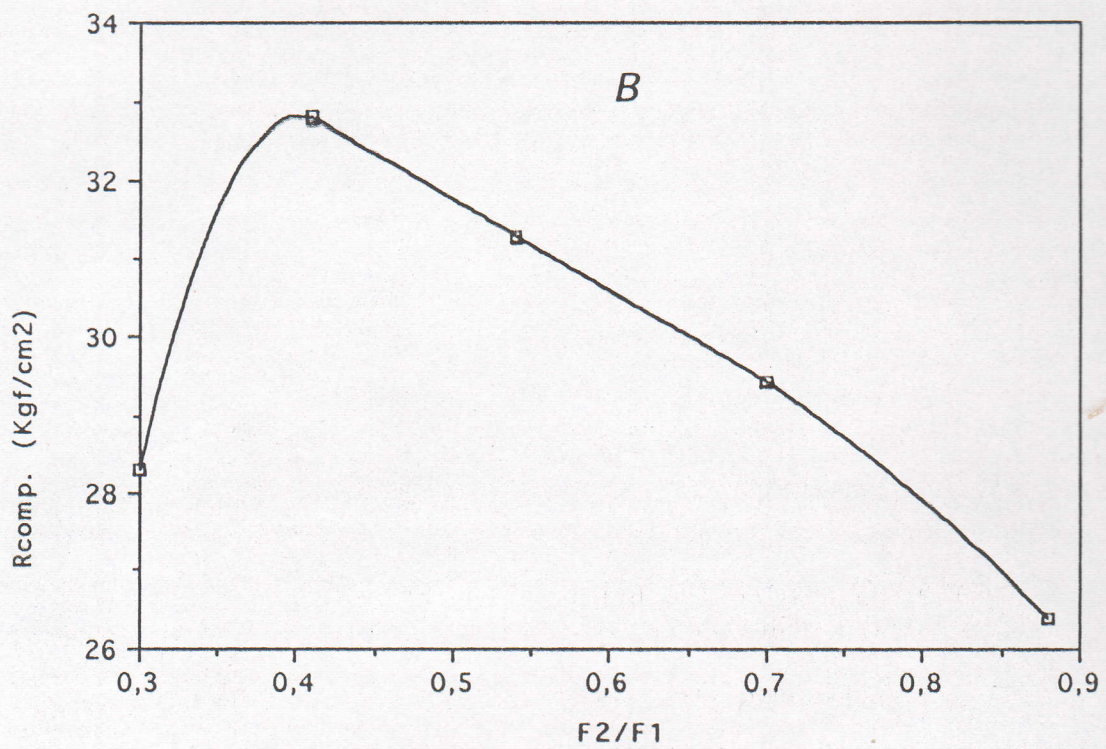
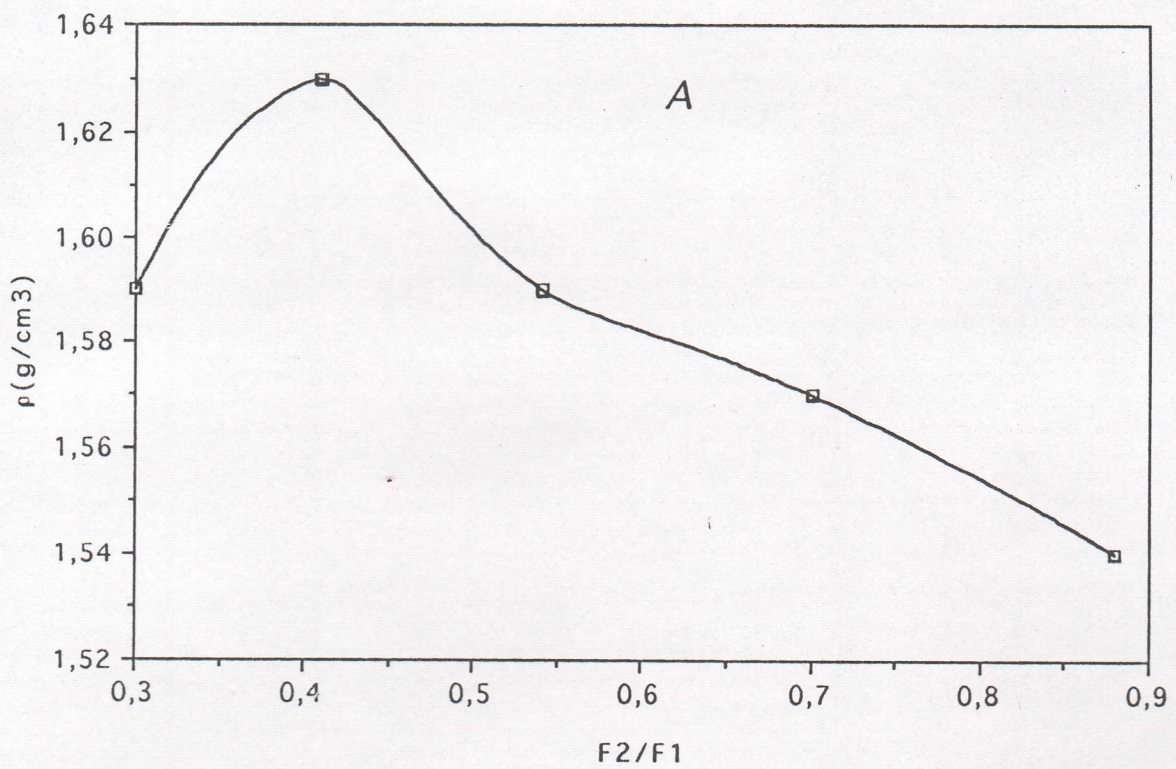


Fig.VI.5: Variation des caractéristiques des briques réfractaires à l'état cru en fonction de la composition granulométrique

A- masse volumique

B- résistance à la compression

VI.2.3 Influence de la composition des masses sur les caractéristiques des produits cuits :

VI.2.3.1 But de l'essai :

L'essai consiste à apprécier le changement des caractéristiques physico-mécaniques du produit cuit en fonction de la variation des compositions des masses.

VI.2.3.2 Résultats de l'essai :

Les résultats de l'essai ci-dessus sont représentés par la figure VI.6.

VI.2.4 Discussion :

Le choix de la granulométrie obéit à un grand nombre de paramètres. Ces derniers sont liées directement aux conditions d'utilisation du produit fini (cf. Chap.IV). Dans cette optique, nous avons étudié l'influence des fractions granulométriques sur les propriétés physiques et mécaniques. Cette étude a permis de faire une comparaison des résultats obtenus des différentes nuances. Il semble que la composition "C₂" ($F_2 / F_1 = 0,4$) présente de nombreux avantages que ce soit sur cru ou sur cuit. On assiste à une porosité et à un retrait minimaux avec une densité et une résistance à la compression maximales (fig. VI.5 et VI.6). Ce taux de porosité minimale est dû aux pores laissés par la disparition des matières organiques lors de la cuisson. Il semble aussi que les particules fines de liant fondent à des températures relativement basses. Cette fusion prématurée de ces particules fines (en partie de silice) engendre des micro fissurations accompagnées d'un retrait abordable.

Pour des valeurs de fractions inférieures à la composition "C₂", les propriétés mécaniques ne cessent de s'améliorer jusqu'à un maximum au point "C₂". Ceci est expliqué par une diminution progressive de la porosité, d'où une croissance monotone de la masse volumique. Cette évolution entraîne une amélioration de la résistance à la compression avec une diminution importante du retrait à la cuisson. Cette amélioration est attribuée aux différents mécanismes cités antérieurement (cf. Chap.IV).

Au delà des maximums des courbes obtenues, l'augmentation de la teneur en fraction fine ($F_2 / F_1 > 0,4$) fait défaut l'homogénéité de la masse. Cette perturbation provoque

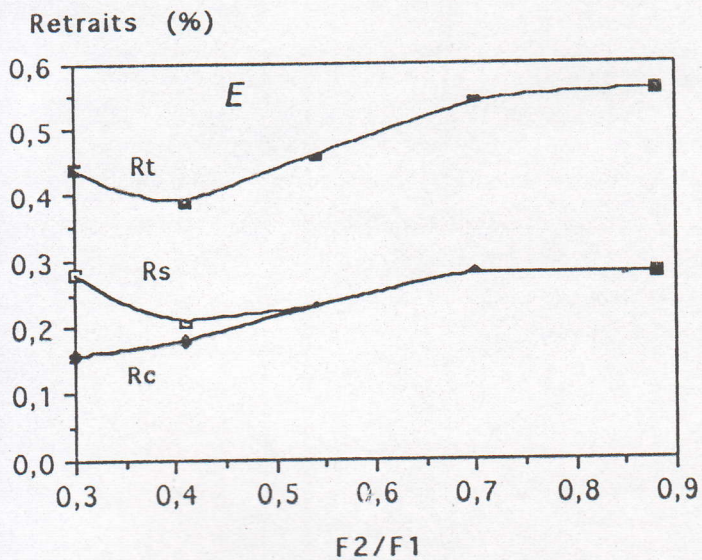
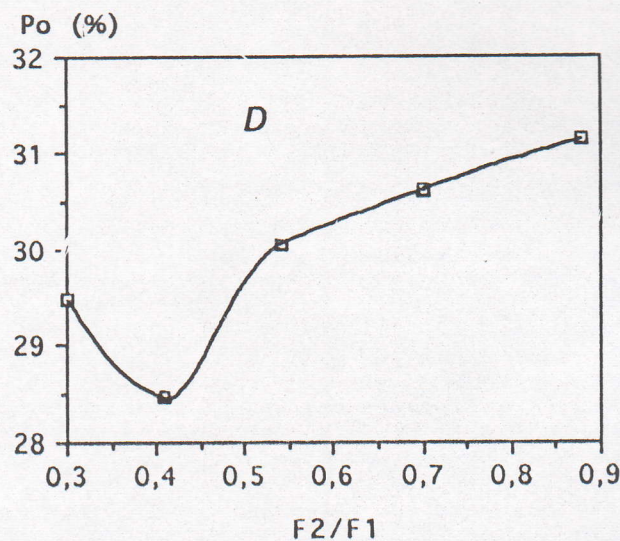
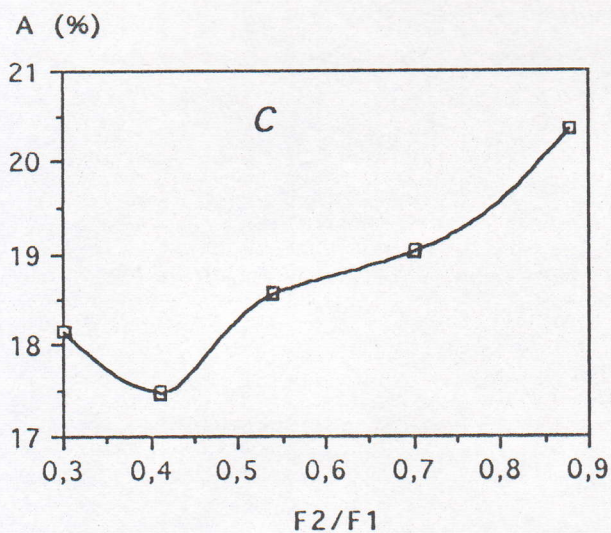
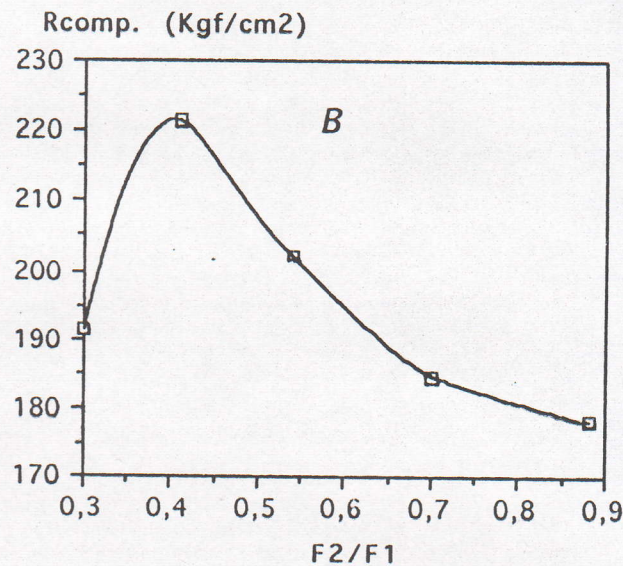
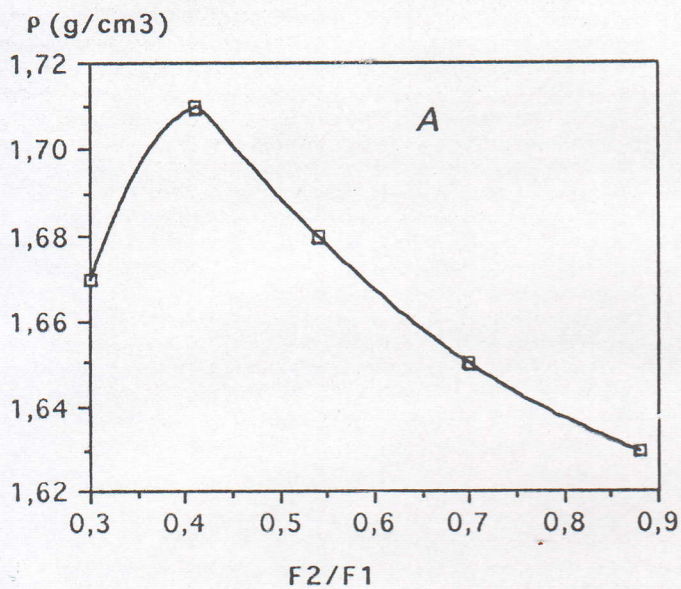


Fig. VI.6: Variation des caractéristiques des briques réfractaires à l'état cuit en fonction de la composition granulométrique

A- masse volumique B- résistance à la compression
 C- Absorption d'eau D- porosité ouverte
 E- Retraits

une diminution de la densité d'entreposage. L'excès de particules fines de chamotte, remplit non seulement les pores inter-gros grains mais, elles ont tendance à écarter les gros grains. Ce qui favorise la formation d'un taux de porosité important. Par conséquent, ces mécanismes seront suivis d'un affaiblissement des propriétés mécaniques.

Enfin, on constate que la composition "C₂" est la plus adéquate. De ce fait, elle servira de support pour la suite de notre travail.



VI.3 ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'HUMIDITE :

VI.3.1 Généralités :

L'humidité de façonnage a une grande influence sur la qualité des produits. Elle doit être précise, car une valeur différente de celle-ci peut être la cause de naissance de plusieurs défauts. Pour une valeur inférieure la masse céramique ne se compacte pas bien à cause d'un manque en liant liquide. Pour une valeur excessive, on assiste à un collage de la masse céramique au poinçon de la presse et la migration de cette eau provoquera une porosité élevée.

VI.3.2 Mode de préparation des échantillons :

Le mode de préparation des échantillons est le même que précédemment, mais en gardant la composition granulométrique qui a donnée des résultats meilleurs du point de vue caractéristiques (densité et résistance élevées et absorption et retrait faibles). Dans notre cas c'est la composition granulométrique "C2" (fig. VI.5 et VI.6), ce qui correspond à :

- 85 % de chamotte composée de deux fractions : 60 % de fractions grossières (F1) et 25 % de fractions fines (F2);
- 15 % de liant.

VI.3.3 Influence de l'humidité de façonnage sur les caractéristiques des produits à l'état cru:

VI.3.3.1 But de l'essai :

L'essai consiste à apprécier le changement de densité et de résistance à la compression du produit cru en fonction de la variation de l'humidité de façonnage.

VI.3.3.2 Conditions de préparation des échantillons :

- Composition C2;
- Humidité de façonnage $W = 5$ à 13% avec un pas de 2% ;
- Pression de façonnage $P = 30 \text{ N/mm}^2$;
- Température de cuisson $T = 1450 \text{ }^\circ\text{C}$;
- Temps de maintien = 45 mn.

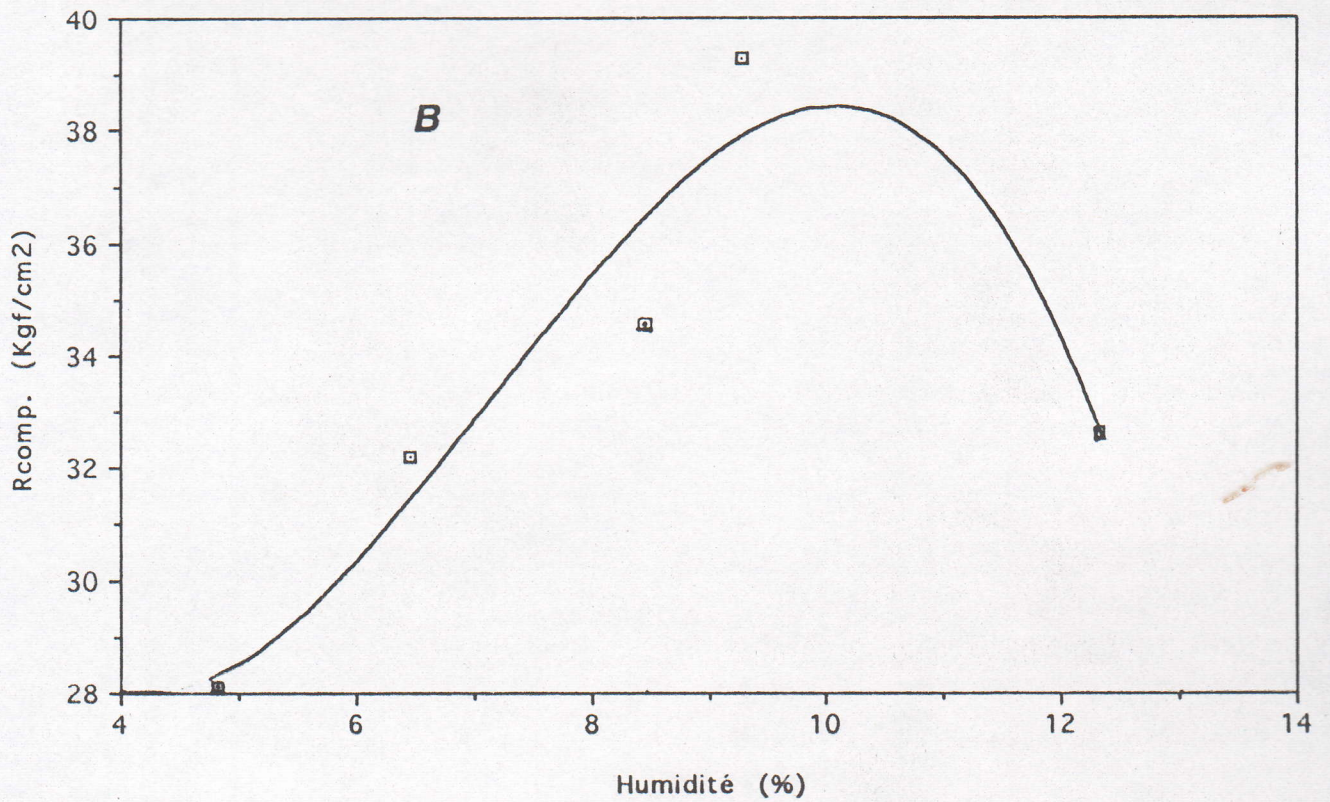
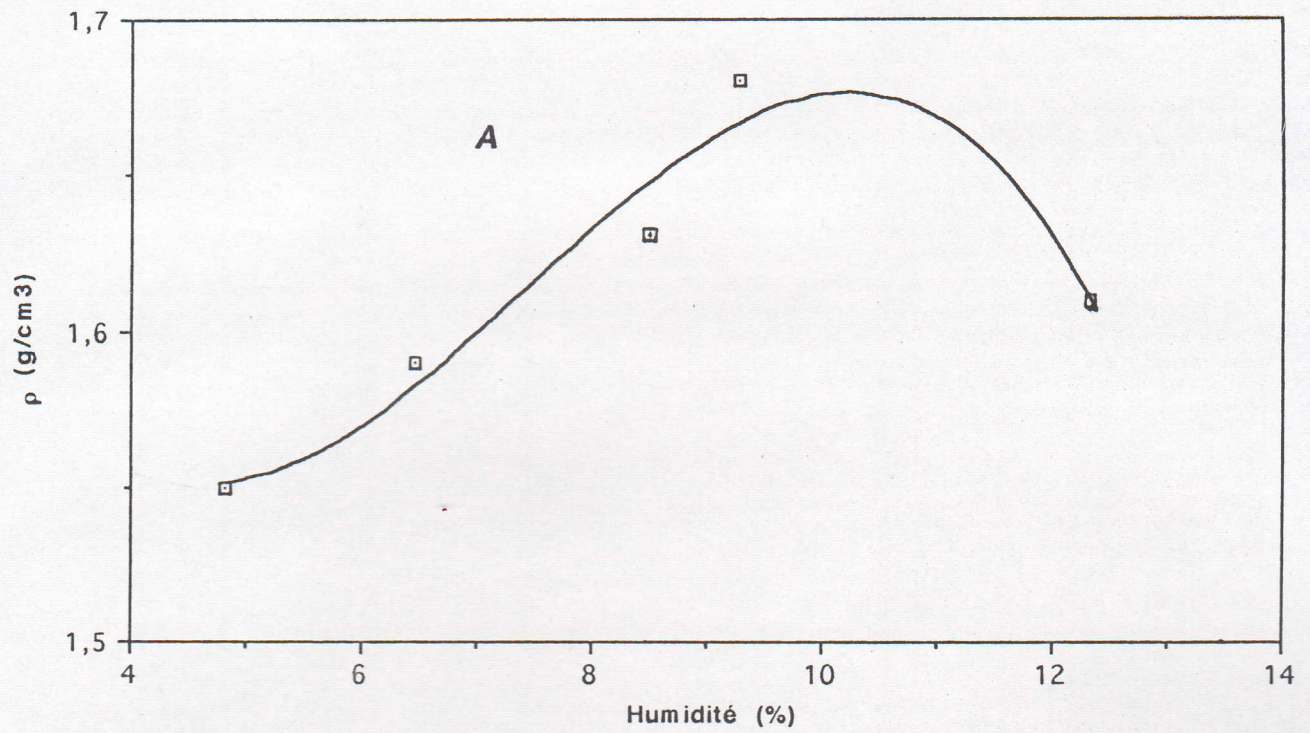


Fig.VI.7: Variation des caractéristiques des briques réfractaires à l'état cru en fonction de l'humidité.

A- masse volumique B- résistance à la compression

VI.3.3.3 Résultats de l'essai :

Les résultats de l'essai suscit  sont donn s au tableau VI.3 et repr sent s par la figure VI.7.

Wth [%]	Wr [%]	m _s [g]	m _h [g]	m _i [g]	ρ [g/cm ³]	Rcomp. [kgf/cm ²]
5	4,82	146,23	149,88	74,57	1,55	28,12
7	6,46	142,73	146,48	74,71	1,59	32,21
9	8,48	145,62	148,99	77,50	1,63	34,63
11	9,28	147,56	148,46	78,37	1,68	39,29
13	12,32	145,64	148,46	76,15	1,61	32,60

Tab. VI.3 : Influence de l'humidit  sur les caract ristiques du produit cru.

VI.3.4 Influence de l'humidit  de fa onnage sur les caract ristiques des produits cuits :

VI.3.4.1 But de l'essai :

Nous avons  tudi  l'influence de la variation de l'humidit  de fa onnage sur les caract ristiques physico-m caniques du produit cuit.

VI.3.4.2 R sultats de l'essai :

Pour une meilleure confrontation, nous avons rassembl  les diff rents r sultats dans la figure VI.8.

VI.3.5 Discussion :

La quantit  d'eau d'une masse c ramique d finit le taux de sa plasticit . Un exc s d'eau entra ne une diminution de la viscosit . Cette diminution provoque un important frottement entre les grains de chamotte de taille plus grande que celle de ceux du liant. Ce dernier joue le r le de lubrifiant. Il forme une pellicule plastique autour des grains et favorise le glissement de ceux-ci lors du processus de compactage

D'apr s les r sultats obtenus (Fig. IV.7 et IV.8), la masse volumique et la r sistance   la compression   l' tat cru et cuit varient semblablement avec le taux

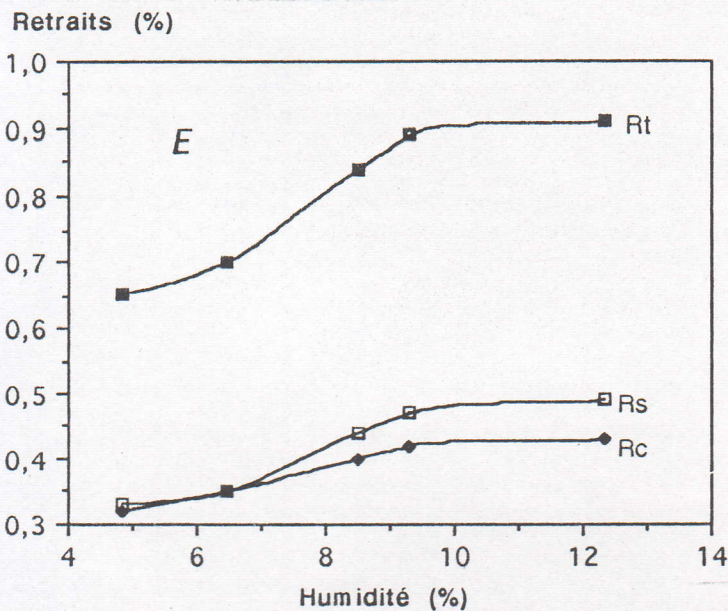
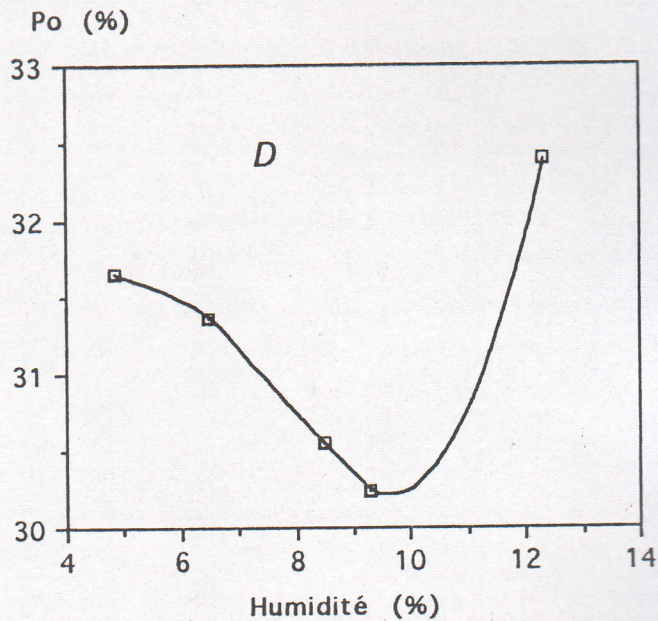
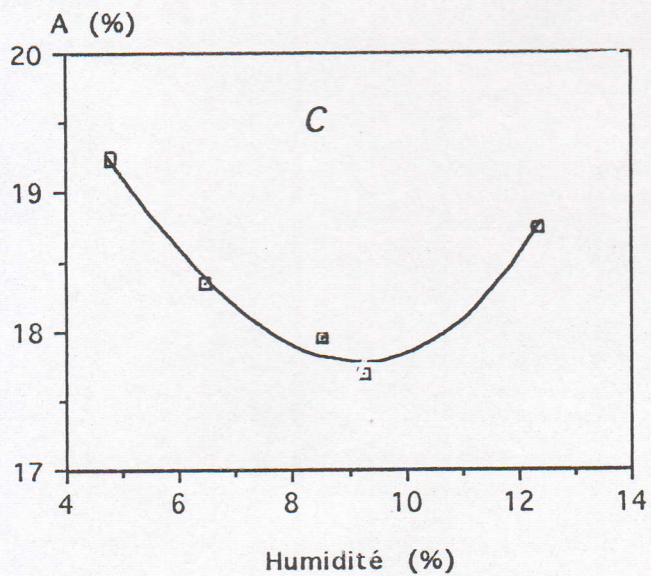
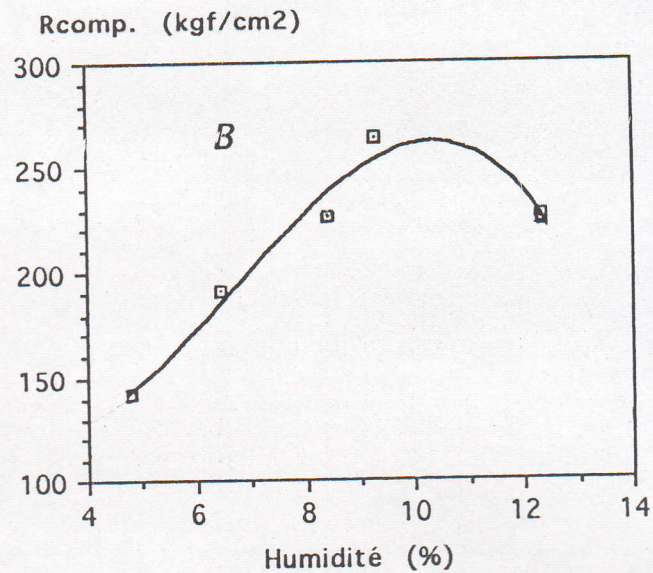
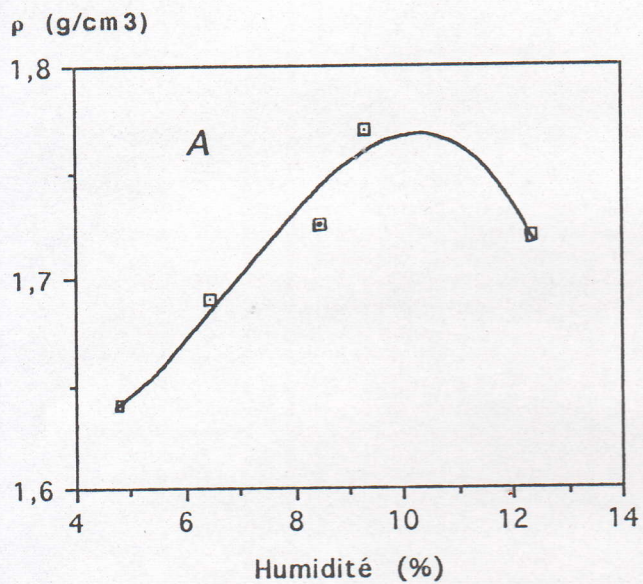


Fig.VI.8: Variation des caractéristiques des briques réfractaires à l'état cuit en fonction de l'humidité.

A- masse volumique B- résistance à la compression
 C- Absorption d'eau D- porosité ouverte
 E- Retraits

d'humidité. Les courbes présentent un maximum vers un taux de 9,28 %. Alors qu'à ce taux (9,28 %) les courbes présentant l'absorption d'eau ainsi que la porosité ouverte passent par un minimum. Cependant la courbe donnant le retrait croît modérément avec le taux d'humidité et tend à se stabiliser quand la densité est maximale.

Le taux de 9,28 % semble être l'humidité comprise entre le problème de frottement sec des particules de la pâte et de leur souillage.

Un excès d'eau (plus de 9,28 %) entraîne un dégagement de liant vers l'extérieur de la pâte. Ce dégagement est accompagné d'une extraction d'un certain pourcentage de grains fins du liant argileux, et favorise en quelque sorte la formation des amas de grains de chamotte. Un tel phénomène est néfaste au processus de compactage et entraîne la formation des pores entre les grains de chamotte ainsi qu'à l'écrasement de ces derniers. Cet accroissement de porosité semble être la cause majeure de l'augmentation de l'absorption et la diminution de la résistance à la compression et par conséquent un retrait relativement important.

En conclusion, l'humidité de 9,28 % confirme les travaux antérieurs de plusieurs chercheurs (cf. Chap. IV). Par conséquent, nous garderons ce taux d'humidité, comme valeur optimale pour pouvoir étudier l'effet de pression.

VI.4 ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA PRESSION :

VI.4.1 Généralités :

Les indices caractérisant les systèmes à façonnés sont les rapports quantitatives entre les phases solide, liquide et gazeuse.

- Phase solide :

C'est l'ensemble de tous les composants minéraux.

- Phase liquide :

Le liquide liant, temporairement est un composant indispensable dans les masses céramiques et pour n'importe quel mode de façonnage.

- Phase gazeuse :

Les pores et l'air renfermé dans le système.

On utilise lors du pressage des masses céramiques, des pressions assez grandes. Pour les réfractaires elles sont comprises entre 20 et 100 N/mm².

La densification du produit façonné se passe grâce à la réduction de la part de l'air par évacuation de ce dernier et par sa compression dans les pores.

VI.4.2 Conditions de préparation des échantillons :

La masse destinée à l'essai de l'influence de la pression est définie par :

- La composition "C2" renfermant 85 % de chamotte (60 % de F1 et 25 % de F2) et 15% d'argile;
- Humidité de façonnage 9,28 % (humidité optimale cf. VI.3);
- Pression de façonnage varie de 40 à 80N/mm² avec un pas de 10N/mm²;
- Température de cuisson T = 1450 °C;
- Temps de maintien = 45 mn.

VI.4.3 Influence de la pression sur les caractéristiques du produit à l'état cru :

VI.4.3.1 But de l'essai :

L'essai consiste à apprécier le changement des caractéristiques physico-mécaniques du produit cru en fonction de la variation de la pression de façonnage.

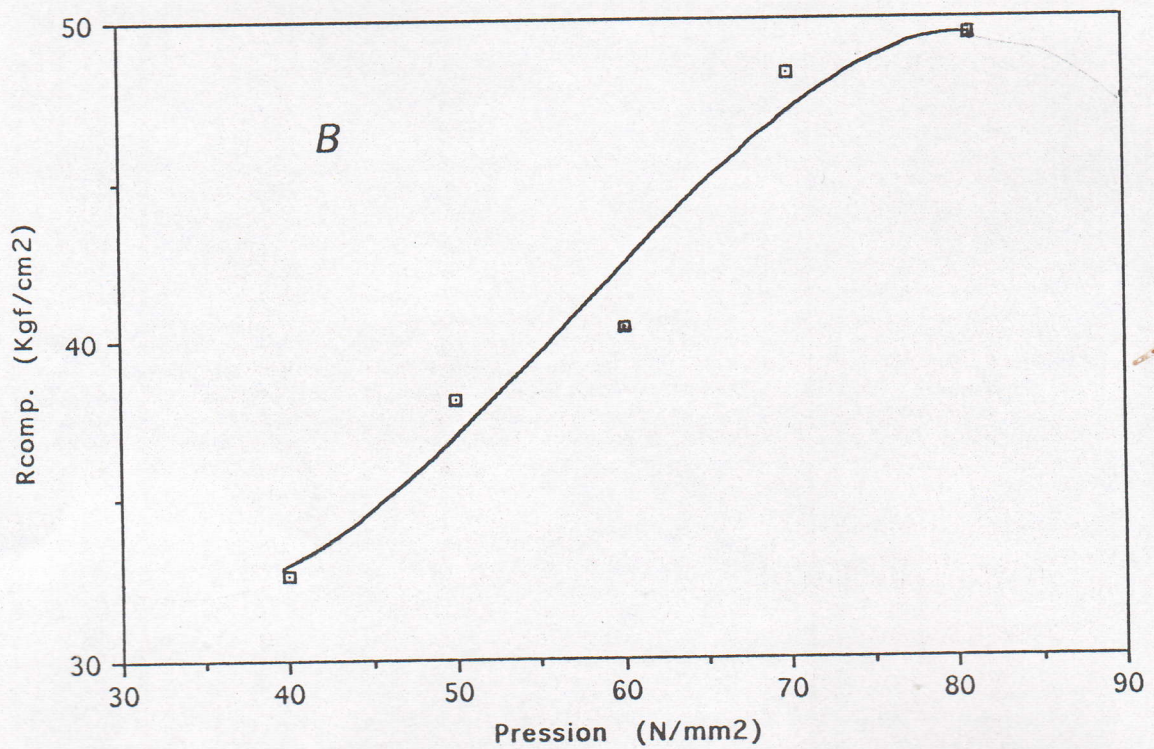
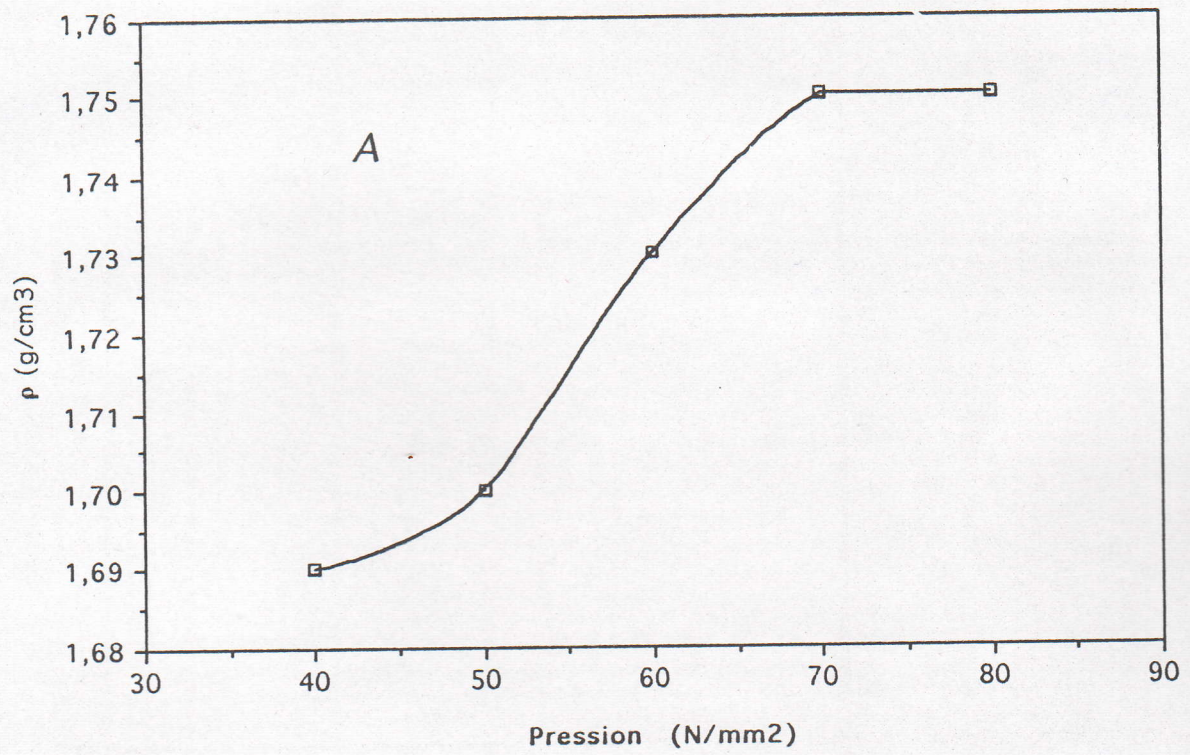


Fig.VI.9: Variation des caractéristiques des briques réfractaires à l'état cru en fonction de la pression.

A- masse volumique B- résistance à la compression

VI.4.3.2 Résultats de l'essai :

les résultats de l'essai ci-dessus sont donnés au tableau VI.6 et représentés par la figure VI.9.

Paramètres Pression (N/mm ²)	m _s (g)	m _h (g)	m _i (g)	ρ (g/cm ³)	Rcomp (kgf/cm ²)
40	138,95	141,18	75,33	1,69	32,70
50	146,98	149,96	80,84	1,70	38,14
60	141,62	143,20	77,80	1,73	40,51
70	143,08	144,37	78,98	1,75	48,36
80	143,71	146,25	80,78	1,75	49,21

Tab. I.6 : Influence de la pression sur les caractéristiques du produit cru.

VI.4.4 Influence de la pression sur les caractéristiques du produit cuit :

VI.4.4.1 But de l'essai :

L'essai consiste à apprécier le changement des caractéristiques physico-mécaniques du produit cuit en fonction de la variation de la pression de façonnage.

VI.4.4.2 Résultats de l'essai :

Les résultats de l'influence de la pression de façonnage sur les caractéristiques du produit cuit sont représentés par la figure VI.10.

VI.4.5 Discussion :

Après avoir défini la granulométrie et le taux d'humidité optimaux, on s'intéresse à l'optimisation de la pression de compactage. Nous allons étudier l'effet de la pression sur les propriétés physiques et mécaniques du réfractaire élaboré tout en fixant les paramètres suivants: humidité 9,28 % et la composition " C₂".

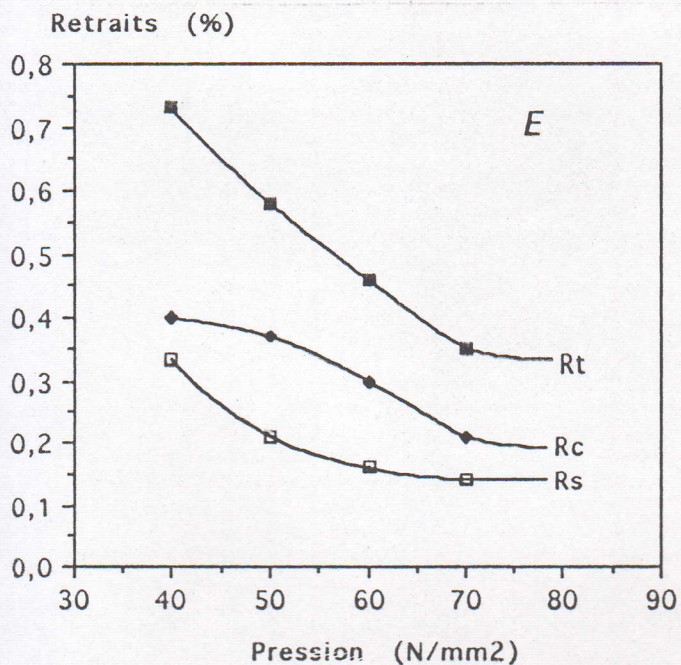
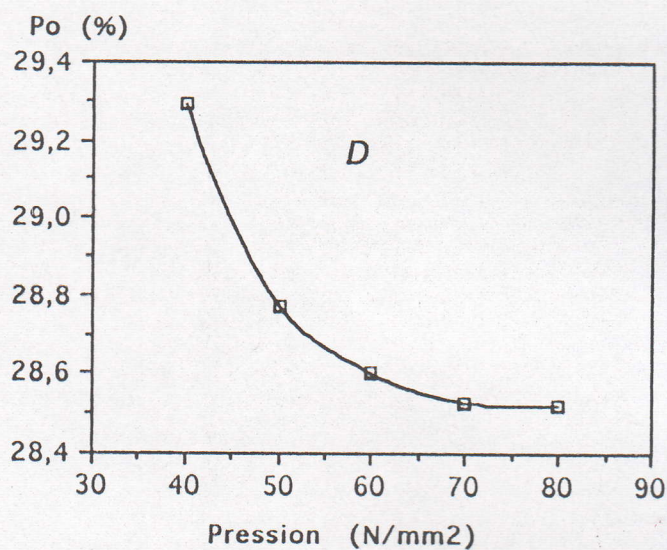
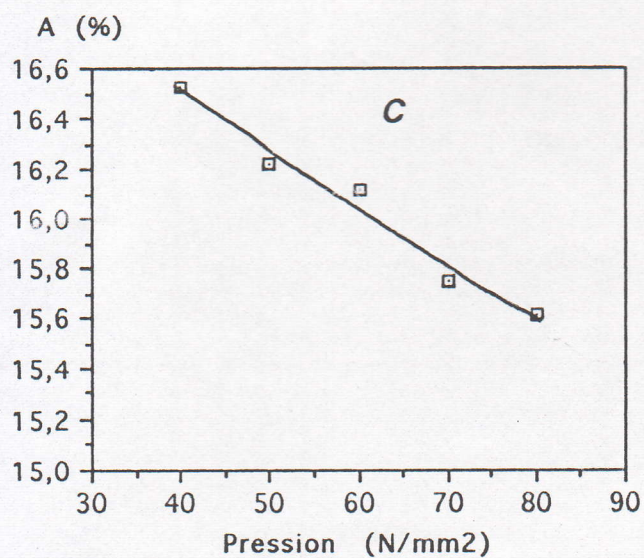
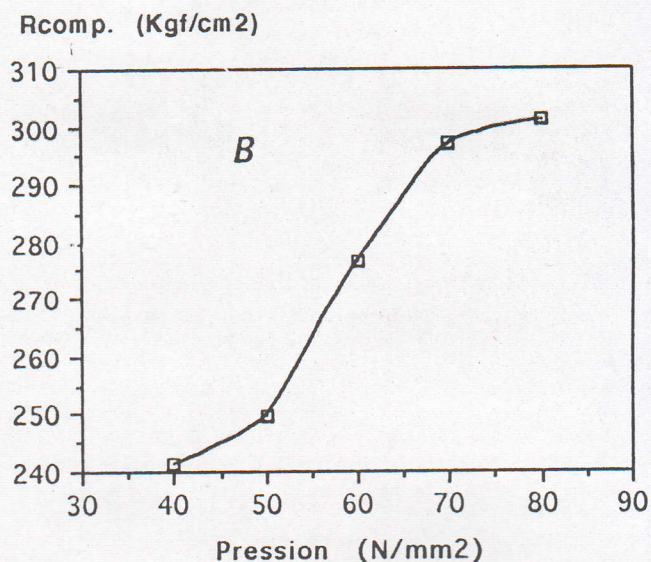
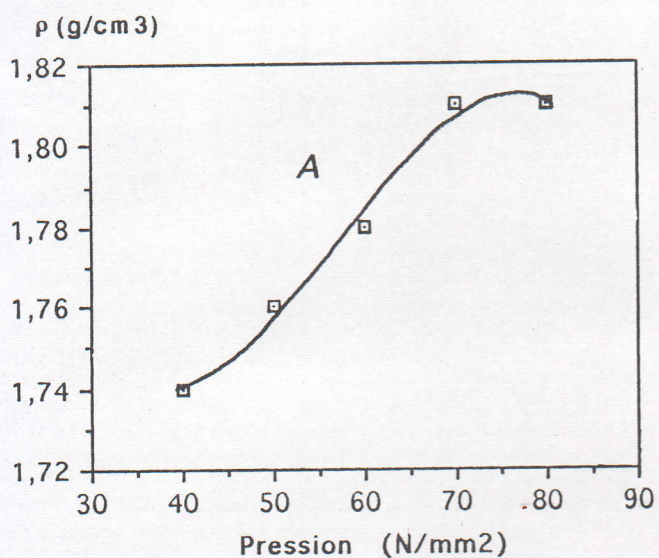


Fig.VI.10: Variation des caractéristiques des briques réfractaires à l'état cuit en fonction de la pression.

A- masse volumique B- résistance à la compression
 C- Absorption d'eau D- porosité ouverte
 E- Retraits

Dans une fourchette de pression comprise entre 40 et 80 N/mm², les résultats montrent une amélioration très nette des propriétés et caractéristiques du matériau (Fig. IV.9 et IV 10). A l'état cuit la masse volumique passe de 1,74 à 1,81 g/cm³. La résistance à la compression croit de 240 kgf/cm² (P = 40 N/mm²) pour atteindre une valeur de 300 kgf/cm² (P = 80 N/mm²).

On constate qu'au delà de 70 kgf/cm², La résistance à la compression et la masse volumique restent pratiquement constantes ainsi que le retrait. Il semble que l'augmentation de la pression (> 80 kgf/cm²) ne favorise pas la qualité du produit, au contraire, elle provoque certains défauts de pressage tel que le feuilletage; dégradation de la chamotte et en particulier lorsque il s'agit d'un pressage uniaxial.

CHAPITRE VII

OBTENTION DES BRIQUES REFRACTAIRES AVEC LES CONDITIONS OPTIMALES

SOMMAIRE

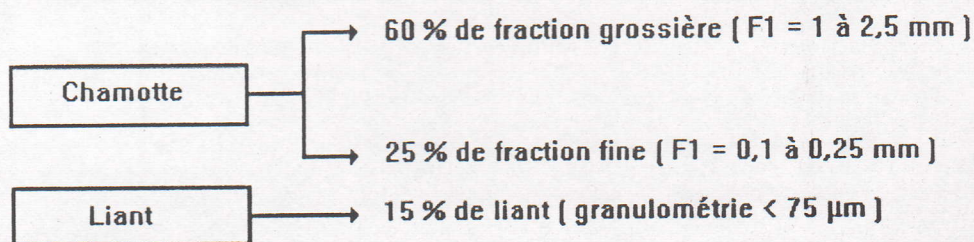
VII.1	OBTENTION DES BRIQUES REFRACTAIRES	105
VII.2	CARACTERISTIQUES DE LA BRIQUE FABRIQUEE	105
VII.2.1	Composition chimique	105
VII.2.2	Composition minéralogique	106
VII.2.3	Caractéristiques physico-mécaniques	106
VII.2.3.1	Caractéristiques avant cuisson	106
VII.2.3.2	Caractéristiques après cuisson	106
VII.2.4	Dilatométrie	108
VII.2.4.1	But de l'essai	108
VII.2.4.2	Appareillage utilisé	108
VII.2.4.3	Résultats de l'essai	109
VII.2.5	Réfractarité	110
VII.2.6	Résistance au choc thermique	111
VII.2.6.1	Technique expérimentale	111
VII.2.6.2	Résultats de l'essai	111
VII.3	TABLEAU RECAPITULATIF DES VALEURS MOYENNES OBTENUES	111
VII.4	CLASSIFICATION DE LA BRIQUE OBTENUE	112

VII OBTENTION DES BRIQUES REFRACTAIRES AVEC LES CONDITIONS OPTIMALES ET CARACTERISATION

VII.1 OBTENTION DES BRIQUES REFRACTAIRES :

Compte tenu des résultats des essais effectués sur les différentes compositions C1, C2, C3, C4 et C5; la composition C2 a donné les meilleurs résultats du point de vue caractéristiques (densité et résistance élevées; absorption et retraits faibles).

La composition C2 représente:



Les essais réalisés pour déterminer l'influence de l'humidité et de la pression sont effectués sur une seule composition, celle choisie "C2".

Les paramètres qui ont donnés de meilleurs résultats sont les suivants :

- humidité = 11 % soit réellement 9,28 %.
- pression = 70 N/mm².

VII.2 CARACTERISTIQUES DE LA BRIQUE FABRIQUEE :

VII.2.1 Composition chimique :

Le tableau suivant donne la composition chimique de la brique fabriquée. Elle a été déterminée par le spectromètre de fluorescence X de type Siemens SRS 303.

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	P.F	Total
%	51,45	43,73	0,28	1,31	0,02	0,19	0,11	0,44	0,03	1,58	0,07	0,02	0,56	99,8

Tab. VII.1 : Composition chimique de la brique réfractaire obtenue.

VII.2.2 Composition minéralogique :

Le dépouillement du diagramme RX (figure VII.1) a permis d'identifier l'existence de deux phases :

- une phase amorphe à structure vitreuse;
- une phase cristalline très bien développée et composée principalement de mullite et secondairement de tridymite avec la présence probable de sillimanite caractérisée par le raie 2,5155 Å°, les autres raies sont très voisines de celle de la mullite.

VII.2.3 Caractéristiques physico-mécaniques :

VII.2.3.1 Caractéristiques avant cuisson :

Caractéristiques Echantillons	ρ (g/cm ³)	R _s (%)	Rcomp. (Kgf/cm ²)
1	1,73	0,14	46,83
2	1,75	0,16	50,23
3	1,76	0,12	49,12
Valeurs moyennes	1,75	0,14	48,72

Tab. VII.2 : Caractéristiques physiques et mécaniques de la brique obtenue à l'état cru.

VII.2.3.2 Caractéristiques après cuisson :

Caractéristiques chantillons	A (%)	ρ (g/m ³)	Po (%)	Ms (g/cm ³)	Pt (%)	Pf (%)	Rc (%)	Rt (%)	Rcomp (Kgf/cm ²)	Cycle thermique
1	16,62	1,79	29,05	2,67	32,95	3,90	0,28	0,35	328,13	21
2	15,72	1,83	28,16	2,68	34,70	6,54	0,21	0,28	331,21	17
3	15,21	1,82	28,03	2,68	30,97	2,94	0,14	0,42	275,67	15
Valeurs moyennes	15,81	1,81	28,40	2,68	32,87	4,46	0,21	0,35	311,67	17

Tab. VII.3 : Caractéristiques physiques et mécaniques de la brique obtenue à l'état cuit.

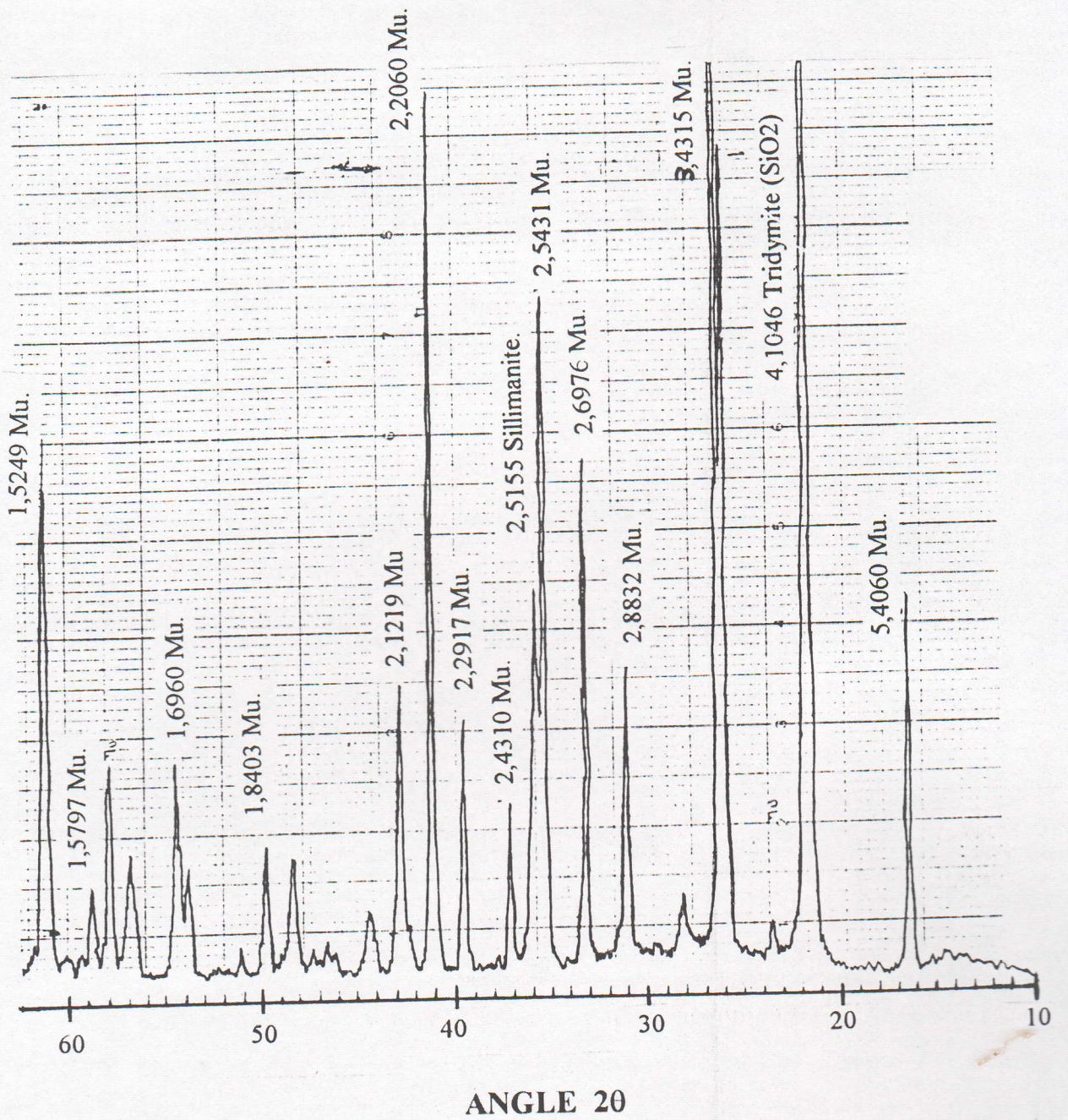


Fig. VII.1: Diagramme Rx de la brique réfractaire obtenue.

VII.2.4 Dilatométrie :

VII.2.4.1 But de l'essai :

L'analyse dilatométrique des céramiques fournit des indications intéressantes sur leur comportement en température. Il est donc indispensable de connaître la dilatation thermique des :

- a) Réfractaires crus, pour savoir leur comportement lors de la cuisson et les précautions à prendre dans certaines zones de températures par suite d'anomalies dans la courbe de dilatation;
- b) Réfractaires cuits, pour savoir quel est leur comportement à l'emploi dans les maçonneries et connaître les zones de températures dangereuses et également pour juger de l'importance des joints de dilatation à prévoir.

Les méthodes employées utilisent soit :

- Une mesure directe de dilatation de l'échantillon;
- En rapportant la dilatation de l'échantillon à celle de son support dans les dilatomètres dits "absolus";
- En la rapportant à celle d'un matériau de référence de dilatation régulière convenablement choisi dans les dilatomètres "différentiels".

VII.2.4.2 Appareillage utilisé :

Le dilatomètre utilisé est de type "CHEVENARD" DM15. Il permet la mesure de la dilatation directe.

La dilatation de l'éprouvette actionne, à l'aide d'un poussoir en alumine frittée assez long, un trépied optique donnant un spot lumineux qui se déplace dans le plan vertical. Il vient frapper une cellule elle-même reliée à un dispositif d'enregistrement composé d'un stylet qui se déplace sur une feuille d'enregistreur monté sur un tambour.

La force électromotrice donnée par le couple dans la soudure chaude est située dans un trou borgne à une des extrémités de l'éprouvette, est transmise à un indicateur électronique qui assure la rotation du cylindre de l'enregistreur. La courbe obtenue aura donc comme abscisses les températures et en ordonnées les dilatations.

L'éprouvette utilisée est de forme parallélépipédique de dimensions : 65 x 5 x 5 mm. La vitesse de montée en température était 5 °C/min.

VII.2.4.3 Résultats de l'essai :

La figure qui suit présente la variation de la dilatation en fonction de la température.

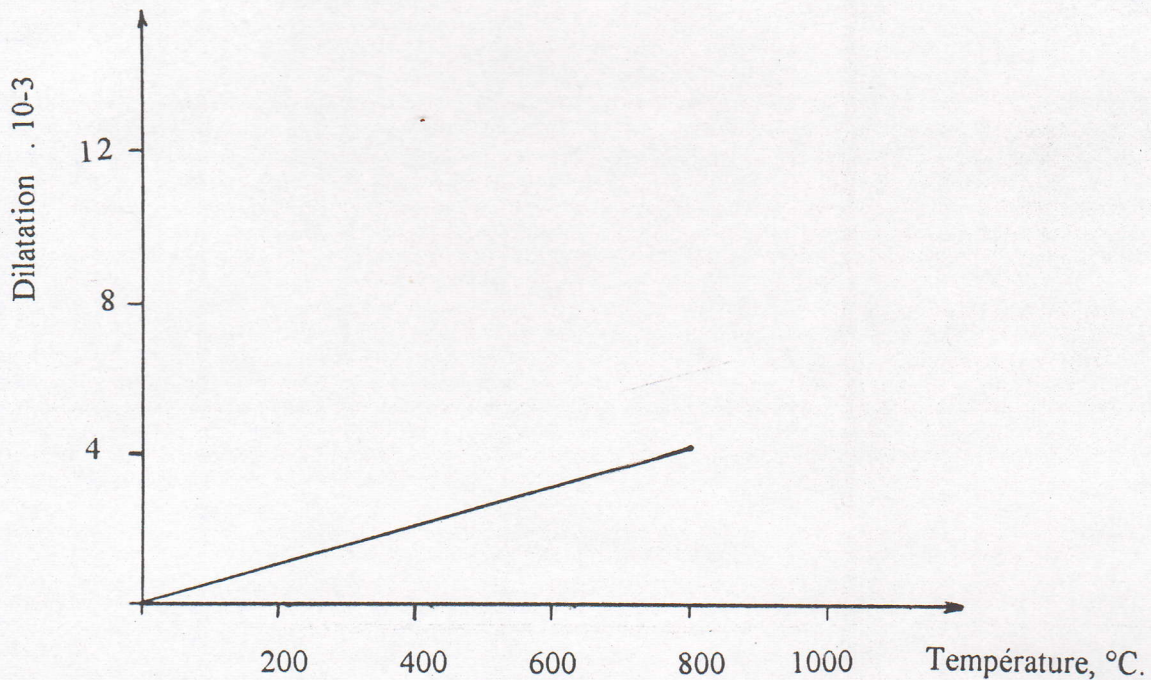


Fig. VII.2 : Dilatation en fonction de la température.

Le coefficient de dilatation entre 20 et 800 °C est :

$$\alpha = 5,38 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$$

α est calculé d'après la formule :

$$\alpha = \frac{1}{\Delta T} \cdot \frac{\Delta L}{L} \quad (7.1)$$

Où :

$$\Delta T = T - T_0, \text{ avec } T_0 = 20 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta L / L = \text{dilatation.}$$

Il est à noter que le dilatomètre utilisée ne permet pas d'aller au delà de 800 °C.

VII.2.5 Réfractarité :

La réfractarité des matériaux céramiques est déterminée à l'aide des cônes de Seger appelés aussi montres pyroscopiques.

L'essai consiste à préparer des cônes à base du matériau considéré. Les cônes sont de même forme et grandeur que les montres étalons. Ils sont soumis à une élévation régulière de température afin de déterminer le point de leur affaissement (cf. annexe).

L'indisponibilité d'un four ayant une température supérieure à 1450°C nous a contraint d'utiliser un seul moyen pour déterminer la réfractarité.

L'essai consiste à broyer finement l'échantillon puis l'agglomérer avec une colle pour que les éléments soit infiniment en contact, puis surveiller et repérer la température de fusion à l'aide du microscope de chauffe. Ce dernier est de type Leitz, modèle IIA - P.

Nous avons constaté que la température de fusion de l'échantillon est supérieure à 1510°C .

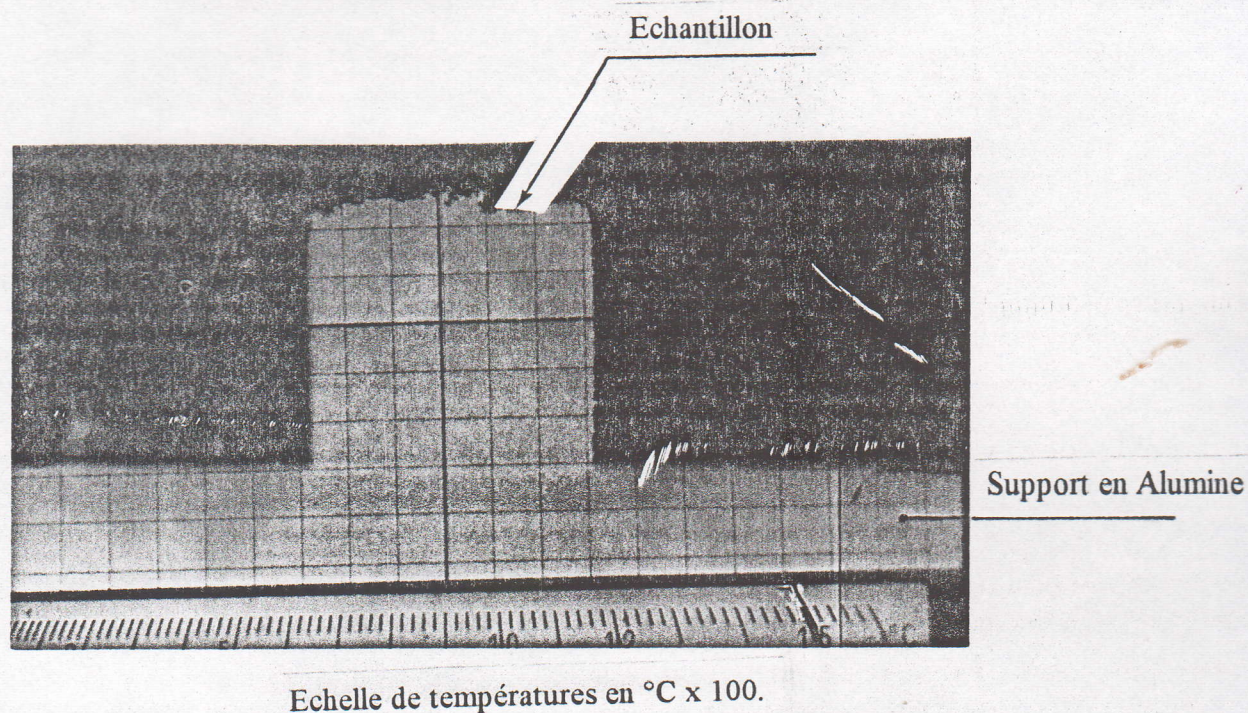


Fig. VII.3 : Photo de l'échantillon à la température de 1510°C
prise avec le microscope de chauffe

VII.2.6 Essai de choc thermique:

VII.2.6.1 Technique expérimentale:

La technique expérimentale se trouve à l'annexe.

VII.2.6.2 Résultats de l'essai:

Les résultats de l'essai de choc thermique sont donnés précédemment au tableau VII.2.

VII.3 TABLEAU RECAPITULATIF DES VALEURS MOYENNES OBTENUES :

Le tableau VII.4 rassemble les valeurs moyennes des caractéristiques physiques et mécaniques de la brique obtenue.

CARACTERISTIQUES	UNITE	VALEUR
Masse volumique sur cru	g/cm ³	1,75
Masse volumique sur cuit	g/cm ³	1,81
Retrait sur sec	%	0,14
Retrait sur cuit	%	0,21
Retrait total	%	0,35
Résistance à la compression sur cru	kgf/cm ²	48,72
Résistance à la compression sur cru	kgf/cm ²	311,67
Masse spécifique	g/cm ³	2,68
Absorption d'eau	%	15,81
Porosité ouverte	%	28,40
Porosité fermée	%	4,46
Porosité totale	%	32,87
Résistance au choc thermique	cycle	17
Réfractarité	°C	>1510
Coefficient de dilatation	°C ⁻¹	5,38 . 10 ⁻⁶ (20 - 800 °C)

Tab. VII.4 : Valeurs moyennes des caractéristiques physiques et mécaniques de la brique obtenue.

VII.4 CLASSIFICATION DE LA BRIQUE OBTENUE :

1) Teneur en Al_2O_3 = 43,73 % (cf. VII.2.1).

La brique obtenue appartient au groupe 42 des produits argileux (NORME NF B 40-002).

2) Porosité ouverte = 28,40 % (réfractaire peu dense : Pou = 16 à 30 %).

3) Résistance au choc thermique = 17 cycles (résistance moyenne).

CONCLUSION

Actuellement l'industrie des réfractaires est à son état embryonnaire dans notre pays. Nos besoins en produits réfractaires sont importés, même ceux dont la matière première est très répandue et la technologie de fabrication n'est pas compliquée.

Le travail qu'on a présenté, porte sur l'élaboration d'un réfractaire, largement utilisé, avec des matières premières locales.

Le travail est agencé en deux parties:

-Une partie théorique traitant certaines notions sur les réfractaires; le diagramme silice-alumine; la présentation des matières premières utilisées et la technologie de fabrication et enfin le rassemblement de certains travaux bibliographiques.

-Une partie expérimentale:

Nous avons étudié les matières premières locales, de façon à faire un choix adéquat.

Le Kaolin de Tamazert (K.T) a été écarté au stade préliminaire de notre étude, à cause de la faible teneur en alumine et le taux élevé en oxydes fondants (2,60 % en K_2O). Néanmoins, on constate que sa composition chimique peut être améliorée par traitement.

L'étude a montré que l'argile de Djebel Debagh de qualité 3 (DD_3) est riche en alumine et présente un taux faible en oxydes fondants. Cependant, la deuxième nuance (DD_3)² se trouve avec un pourcentage nuisible de soufre (SO_3).

Par la suite, nous avons essayé de déterminer la température de frittage de la nuance (DD_3)¹. L'absorption d'eau a été choisie comme paramètre pour la description du processus de frittage.

Nous avons constaté qu'à 1450°C avec un maintien de 45 minutes, le frittage du (DD₃)¹ n'est pas encore atteint (absorption d'eau > 5%). Un temps de maintien pareil reste insuffisant, malheureusement, les conditions de réalisation de l'opération de cuisson ne nous permettent pas d'aller au delà de 45 minutes.

Dans un deuxième temps, nous avons procédé à quelques essais de laboratoires de fabrication des briques réfractaires. Nous avons examiné l'influence de la composition granulométrique, de l'humidité de façonnage et de la pression de compactage sur les caractéristiques technologiques des briques réfractaires. La masse volumique, la résistance à la compression, l'absorption d'eau, la porosité ouverte et la retrait ont été particulièrement considérés.

L'étude montre que la variation des fractions fines et grossières de la chamotte influe grandement sur les caractéristiques des briques réfractaires. On constate que pour des valeurs inférieures à la composition "C2" ($F2/F1 = 0,4$), les propriétés physiques et mécaniques ne cessent de s'améliorer jusqu'à un maximum au point "C2". Au delà de ce dernier, l'augmentation de la teneur en fractions fines ($F2/F1 > 0,4$) favorise la formation d'un taux de porosité important. Par conséquent, on assiste à une densité d'entreposage moindre et une résistance mécanique affaiblie.

L'influence de l'humidité de façonnage sur les caractéristiques physiques et mécaniques a été aussi mise en évidence. Des pertes de résistance ont été observées lorsque l'humidité augmente. L'humidité critique est 9,28 %.

L'effet de la pression de compactage sur les caractéristiques des briques réfractaires a été aussi considéré. Sur les masses de composition granulométrique "C2" et avec un taux d'humidité de 9,28 %, on constate que l'augmentation de la pression de compactage contribue à l'amélioration de la masse volumique et de la résistance à la compression. Il semble qu'au delà d'une pression critique ($P_c = 70 \text{ kg/cm}^2$), la montée

en pression ne favorise guère la qualité du produit, au contraire des défauts de pressage sont apparus.

Enfin nous avons présenté les caractéristiques physiques et mécaniques de la brique obtenue. Nous avons accordé une attention particulière à la réfractarité, à la résistance au choc thermique et à la dilatation thermique. Le produit fini a été classé selon les normes.

Dans nos perspectives, on envisage de continuer cette étude, de façon à pouvoir pousser la température de cuisson au delà de 1450°C. Une étude dilatométrique et une analyse microscopique sont indispensables afin de pouvoir définir les points de transformations de la mullite. Il serait souhaitable d'étudier les effets des additions sur le comportement thermomécanique (fatigue thermique, fluage et coefficient de dilatation).



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] LAPOUJADE P., LE MAT Y., DEVIDTS P., "Traité pratique sur l'utilisation des produits réfractaires", Editions H. VIAL, 1986, 236p.
- [2] KOMAR A., "Matériaux et éléments de construction", Editions MIR., Moscou, 1978, 540p.
- [3] ALIPRANDI G., "Matériaux réfractaires et céramiques techniques", Editions Septima, Paris, 1979, 612p.
- [4] LEMASSON G., BLAIN L., "Matériaux de construction mécanique et électrique", 5^{ème} Editions, Dunod, Paris, 1972, 82p.
- [5] TERETCHENKO T., GORBANOV I., "Cours technologie de la céramique", Polycopie, INMC, Boumerdès, 1990, 97p.
- [6] CHERMANT J. L., "Céramiques thermomécaniques", Presses du CNRS, Paris, 1989, 189 p.
- [7] PEIGNE P., "Caractérisation des céramiques thermomécaniques de type SiC et Si₃N₄", Rapport d'activité du contrat N°= 1-628 GDF, INSA LYON, 1988, 66p.
- [8] BUSAWON M., "Etude par émission acoustique de la résistance au choc et à la fatigue thermiques des matériaux céramiques", Thèse de doctorat, INSA LYON, 1987, 250p.
- [9] MIRKOVITCH V. V., BELL K. E., "Thermal shock resistance study of six refractories". J. Can. Ceram. Soc., 1987, Vol. 56, pp. 49 - 53.
- [10] NADJAFOV T., NIKOPORETS N., "Fours métallurgiques", Tome 1, OPU ALGERIE, 1983, 107p.
- [11] LEDOUSSAL H., "Techniques de l'ingénieur", Vol. A7300, pp. 1 - 16.
- [12] GHELDANE F., "Comportement mécanique à haute température des matériaux SiC et mullite-zircone", Thèse de doctorat, INSA LYON, 1988, 146p.
- [13] GALLY M., "Contribution à l'étude du fluage sous traction d'oxydes réfractaires à température élevée", Thèse de docteur-ingénieur, INSA LYON, 1967, 51p.
- [14] LANGE F. F., DAVIS B. L., CLARKE D. R., J. Mat. Sci., 1980, Vol. 15, pp.601 - 611.
- [15] MOUSSA R., Thèse de doctorat ès sciences, Université de CAEN, Juillet 1985.
- [16] NABARRO F. R. N., "Bristol conf. on strength of solids", The phys. Soc. LONDON, 1948.
- [17] HERRING C., J. Appl. Phys., 1950, Vol. 21, p. 437.

- [18] **COBLE R. L.**, J. Appl. Phys., 1963, Vol. 34, p. 1679.
- [19] **RAJ R., ASHBY M. F.**, Met. Trans., 1971, Vol. 2, p. 113.
- [20] **LEDOUSSAL H., PROVOST G.**, "Fluage en atmosphères reductrices", Ind. Cér., 1974, N°. 671, pp. 237-244.
- [21] **EFIMOV G. V., SHEVCHENKO V. A., NAZARENKO V. V.**, "A dense chamotte refractory with a high thermal-shock resistance", Ogneupory, 1979, N°. 10, pp. 48-51.
- [22] **JOURDAIN A.**, "La technologie des produits céramiques réfractaires", Editions Villards-Gauthier, PARIS, 1966, 590p.
- [23] **HAMIDOUCHE M.**, "Comportement thermomécanique de la mullite et de la mullite-zircone", Thèse de magister, IOMP, SETIF, 1992, 141p.
- [24] **KINGERY W. D., BOWEN H. K., UHLMANN D. R.**, "Introduction to ceramics", 2^{ème} édition, J. Wiley, 1976.
- [25] **HASSELMAN D. P. H.**, "Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle ceramics, J. Amer. Ceram. Soc., 1969, V. 52, N°. 11, pp. 600-604.
- [26] **GAULT C., LEDOUSSAL H.**, "Résistance aux chocs thermiques de réfractaires polyphasés à base d'alumine", Ind. Ceram., 1984, N°. 780, pp. 116-122.
- [27] **LAPOUJADE P.**, "Considérations sur la connaissance de la conductivité thermique et de la résistance aux chocs thermiques des produits réfractaires", Ind. Ceram., 1984, N°. 782, pp.247-260.
- [28] **RIGAUD J.**, "Matières intéressant les céramiques et les matériaux minéraux", La céramique de A à Z, Editions Septima, PARIS, 1991, 56p.
- [29] **BOWEN N. L., GRIEG J. W.**, "The system $Al_2O_3 - SiO_2$ ", J. Amer. Ceram. Soc., 1924; N°. 7, p. 238.
- [30] **TORRECILLAS R.**, "Elaboration et caractérisation des matériaux céramiques à base Zircon et Mullite", D.E.A, INSA LYON, 1988, 44p.
- [31] **AKSAY A., PASK J. A.**, "Stable and metastable equilibria in the system $SiO_2 - Al_2O_3$ ", 1975, Vol. 58, p. 507.
- [32] **TAYLOR W. H., KRISTALLGER Z.**, 1928, N°. 68, p. 503.
- [33] **LEE J. S., YU S.C.**, "Characteristics of mullite prepared from Co-precipitated $3Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$ Powders", J. Mat. Sci., 1992, Vol. 27, pp. 5203 -5208.
- [34] **DUROVIC S.**, "Isomorphism between sillimanite and mullite", J. Amer. Ceram. Soc., 1962, N°. 45, p. 157.
- [35] **BURNHAM C. W.**, "The crystal structure of mullite", Yearb. Carnegie Inst., 1963, N°. 62, p. 158.

- [36] **ARAMAKI S., ROY R.**, "Revised phase diagram of the system $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ ", J. Amer. Ceram. Soc., 1962, N° 45, p. 220.
- [37] **SHAFFER T. B.**, "Materials index", Plenum Press, NEW YORK, pp. 407 - 408.
- [38] **DE PORTU G., FIORI C., SBAIZERO O.**, "Thermal-Mechanical properties of mullite and mullite-zirconia substrates", Science of ceramics, 1987, N° 14, pp.211 - 216.
- [39] **GEIRNAERT G.**, "Argiles kaoliniques et leur valorisation", Ind. Ceram., 1979, N° 729, pp. 424 - 431.
- [40] **LALITHAMBIKA M.**, "Fireclay bricks from Kerala clays", Interceram., 1988, N° 6, pp. 17 - 19.
- [41] **KRAUSE O., MÖRTL G., WEIDEMULLER C.**, "Properties and behaviour of isostatically pressed refractories for the continuous casting process on alumina-graphite and MgO-graphite basis", Ind. Ceram., 1985, N° 800, pp. 611 - 623.
- [42] **DAVIES T. W., HOOPER R. M.**, "Structural changes in kaolinite caused by rapid dehydroxylation", J. Mat. Sci., 1985, Letters 4, pp. 39 - 42.
- [43] **ZBIGNIEW D. JASTRZEBSKI**, "The nature and properties of engineering materials", 1984, p.338 - p.370, Third edition.
- [44] **CAMPOS T. W., DE SOUZA SANTOS H., DE SOUZA SANTOS P.**, "Mullite development from fibrous kaolin mineral", J. Am. Ceram. Soc., 1976, Vol. 59, N° 7-8, pp. 357 - 360.
- [45] **TKALCEC E., NAVALA D., COSIC M.**, "Distribution of titanium and aluminium in sintered mullite", J. Mat. Sci., 1990, Vol. 25, pp. 1816 - 1820.
- [46] **McGEE T. D.**, "Constitution of fireclays at high temperatures: II, Mineralogical composition", J. Am. Ceram. Soc., 1966, Vol. 49, p. 87.
- [47] **SCHNEIDER H.**, "Solubility of TiO_2 , Fe_2O_3 and MgO in mullite", Ceram. Int., 1987, Vol. 13, pp. 77 - 82.
- [48] **KRAUSE E.**, "Le séchage en céramique - principes et techniques", Editions Septima, PARIS, 1982, 275p.
- [49] **KRAUSE E., PLAUL T., ZÖLLNER R.**, "Principes et techniques de cuisson et de construction de fours céramiques", Editions Septima, Paris, 1973, 280p.
- [50] **JOUENNE C. A.**, "Traité de céramiques et matériaux minéraux", Editions Septima, Paris, 1984, 657p.

- [51] **MADJIC A., GREWEN O.**, "Influence de diverses caractéristiques du matériau et de facteurs provenant de l'équipement, sur le degré de compactage obtenu pendant le façonnage par vibration des matériaux réfractaires", *Keram. Z.*, 1980, Vol. 32, pp. 430 - 434.
- [52] **WALTHER V.**, "Influence de la granularité d'un dégraissant de chamotte sur l'amélioration de la qualité d'un tesson, dans la fabrication du grés pour canalisation", *Baustoffind*, 1985, N° . 28, p.24.
- [53] **PITAK N. V.**, "Change in stability of mullite-containing refractories", *Ogneupory*, 1984, N° 28, pp. 52 - 55.
- [54] **SERKHAÏNE B.**, Mémoire de fin d'études en technologie de la céramique, I.N.M.C. Boumerdès, 1991, 120p.
- [55] **KARAULOV A. G., KVASMAN N. M., KAMENETSKII Yu. L.**, "Optimisation of the properties of baddeleyite products using the simplex-grid planning method", *Ogneupory*, 1985, N° 11, pp.13 - 17.
- [56] **KONOPICKY K.**, "Les matériaux de construction réfractaires", Star, PARIS, 1961.
- [57] **ROMANOVSKII L. B., TEREKHIN V. A., MEDVEDOVSKAYA V. M.**, "Producing briquets of nonflat configuration from nonplastic bodies", *Ogneupory*, 1986, N° 12, pp. 26 - 28.
- [58] **SHULYAK R. S., PRIMACHENKO V. V., ZOLOTUKHINA L. N.**, "Mullite-Corundum chamotte and products based on Arkalyksk and Berlinsk clays", *Ogneupory*, 1991, N° 9, pp. 23 - 26.
- [59] **ALEKSIUK I. M., PITAK N. V., REZNIKOV L. N.**, "Press for double pressing of dense refractories", *Ogneupory*, 1973, N° 12, pp. 90 - 92.
- [60] **MADJIC A., NOWAK A. E.**, "Pressage isostatique des compositions réfractaires à gros grains (2^{ème} partie)", *Ind. Ceram.*, 1974, N° 670, pp. 386 - 399.
- [61] **MALARKEY C. J., WEHBENBERG T. M.**, "Le pressage isostatique des produits réfractaires", *Keram. Z.*, 1979, N° 31, pp. 319 - 321.
- [62] **SCOTT C. E., GILBERTSON H. J.**, "Effet of humidity on binder strength in green ceramic compacts", *Am. Ceram. Soc.*, 1982, Bull. 61, pp. 579 - 581.
- [63] **OUSSAID M.**, Mémoire de fin d'études en technologie de la céramique, I.N.M.C. Boumerdès, 1990, 97p.
- [64] **CAILLERE S., HENIN S.**, "Minéralogie des argiles", Editions Masson et Cie, PARIS, 1963.
- [65] **LABORATOIRE CENTRALE DES PONTS ET CHAUSSEES**, *Limites D'ATTERBERG*, Mode opératoire S.I.4, 1963, Dunod, PARIS, 1965.

- [66] **VAUCQUELIN M., GAULT C., BOCH P.**, "Rheology of clay mixture ceramic bodies", *Ind. Ceram.*, 1980, N°. 744, pp. 737 - 741.
- [67] **ANSEAU M. R., RUPO E. DI, LEBLUD C., CAMBIER F., FIERENS P.**, "Le frittage réactif à l'état solide de poudres céramiques", *Rev. Silicates Ind.*, 1981, N°. 42, pp. 17 - 27.
- [68] **LEBLUD C., ANSEAU M R.**, " Le frittage des céramiques", Editions Septima, Paris, 1982, 180p.
- [69] **DEFOUR L.**, "Fabrication de chamotte à Oriolles", *Ind. Ceram.*, 1986, N°. 804, pp. 221 - 229.
- [70] **BAUDET G.**, "Les mécanismes de la défloculation", *Ind. Ceram.*, 1981, N°. 754, pp. 712 - 723.

ANNEXE

ESSAIS REALISES

I. ANALYSE CHIMIQUE :

I.1 Détermination de la perte au feu (P.F) :

- Mettre 1g d'argile à étudier dans un creuset taré;
- peser le creuset avec l'échantillon après une heure de cuisson à 1000°C;
- calculer la perte au feu selon la formule suivante:

$$P.F = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100 \%$$

Où :

m_1 = masse de l'échantillon avant cuisson en (g) ;

m_2 = masse de l'échantillon après cuisson en (g) .

I.2 Préparation d'une perle:

- Sécher l'argile à étudier à la température de 110°C;
- mettre 0,8g d'argile avec 8g de fondant ($Li_2 B_4 O_7$) dans un creuset préalablement taré;
- faire la fusion à la température de 1100°C, pendant une heure;
- faire la coulée de la matière fusible dans une coupelle;
- retirer la coupelle du four et laisser refroidir;
- démouler la perle;
- passer la perle au fluorescence X.

II. PLASTICITE :

II.1 Détermination de l'humidité supérieure "Wsup":

- Mettre 120 à 150g d'argile dans une capsule en porcelaine et ajouter de l'eau en malaxant jusqu'à l'obtention d'une masse céramique homogène;
- verser la masse préparée dans un moule cylindrique (12 à 15 mm de hauteur et 60 à 100 mm de diamètre);
- niveler la surface supérieure et tracer une fente;

- hisser le moule à une hauteur de 75 mm et laisser tomber sur la table. refaire cette opération trois fois, si la fente commence à disparaître; la pâte aurait la liquidité normale, sinon on corrige par ajout d'eau ou d'argile suivant les besoins;
- prendre trois échantillons de la pâte a liquidité normale et les peser;
- sécher les échantillons dans une étuve à 110°C jusqu'à obtention d'une masse constante;
- peser les échantillons secs;
- calculer la limite de liquidité selon la formule :

$$W \text{ sup} = \frac{m_h - m_s}{m_s - m_o} \cdot 100 \%$$

Où :

m_h = masse humide;

m_s = masse sèche;

m_o = masse de la capsule vide.

II.2 Détermination de la limite de plasticité (Winf):

- Préparer une masse céramique comme précédemment;
- rouler la pâte d'argile sur une table jusqu'à ce que la pâte ne se laisse rouler sans se fissurer en bâtonnet de 3 mm de diamètre;
- corriger avec de l'argile ou de l'eau selon les besoins;
- sécher les trois prises d'échantillons jusqu'à l'obtention d'une masse constante;
- laisser refroidir dans un dessiccateur et peser les échantillons à sec;
- calculer la limite de plasticité selon la formule :

$$W \text{ inf} = \frac{m_h - m_s}{m_s - m_o} \cdot 100 \%$$

Où :

m_h = masse humide;

m_s = masse sèche;

m_o = masse de la capsule vide.

II.3 Détermination du nombre de plasticité "N" :

Le nombre de plasticité "N" est calculé selon la formule :

$$N = W_{\text{sup}} - W_{\text{inf}}$$

III. PREPARATION DE LA BARBOTINE :

III.1 Détermination de la courbe de coulabilité :

L'essai consiste à déterminer le temps nécessaire d'écoulement d'une barbotine, au travers d'un ajutage calibré, en fonction de l'humidité. Pour cela :

- On prépare une barbotine par le mélange de l'argile (DD₃)¹ et de l'eau.
- On remplit le viscosimètre à écoulement par 100 cm³ de la barbotine considérée.
- On note le temps d'écoulement nécessaire de 100 cm³ de la barbotine considérée (l'orifice d'écoulement est de 4 mm de diamètre).
- L'humidité optimale de coulabilité des barbotines, à base d'argiles réfractaires, correspond à un temps d'écoulement de 10 à 20 secondes avec une densité de 1350 à 1400 g/l. Dans notre cas l'humidité optimale était de 55 %.

III.2 Détermination de la courbe de défloculation :

Les défloculants permettent d'atteindre la coulabilité désirée avec une quantité d'eau inférieure.

- On prépare une barbotine d'argile (DD₃)¹ avec une humidité inférieure à 55 % (humidité optimale).
- On ajoute le défloculant avec un taux variable en notant à chaque fois le temps d'écoulement.
- On arrête la défloculation lorsque la coulabilité optimale est atteinte (temps d'écoulement de 10 à 20 secondes avec une densité de 1350 à 1400 g/l)

IV. MASSE VOLUMIQUE "ρ" :

La masse volumique est le quotient de la masse d'un corps par son volume.

Pour la détermination on utilise des morceaux de briques découpées à partir des pièces entières.

Les échantillons sont séchés par passage à l'étuve à 110°C jusqu'à obtention d'une masse constante " m_s ". Ils sont ensuite plongés dans un liquide pendant 24 heures.

Pour la masse volumique sur cru on utilise du kérosène.

Pour la masse volumique sur cuit on utilise de l'eau.

Après 24 heures, ils sont extraits du liquide et éponnés rapidement à l'aide d'un chiffon humide. Ils sont immédiatement pesés dans l'air " m_h " puis, amenés sous une balance hydrostatique et pesés complètement immergés " m_i ".

Le plateau immergé est suspendu par un fil fin. La masse volumique est calculée par la formule:

$$\rho = \frac{m_s \cdot d}{m_h - m_i} [g / cm^3]$$

Où :

m_s = masse de l'échantillon sec en (g);

m_h = masse de l'échantillon humide (saturé) en (g);

m_i = masse de l'échantillon immergé en (g);

d = masse spécifique du liquide.

$d_{\text{eau}} = 1g/cm^3$; $d_{\text{kérosène}} = 0,8g/cm^3$

V. MASSE SPECIFIQUE " M_s ":

La masse spécifique est le rapport de la masse d'un certain volume d'un corps à celle du même volume d'eau. Elle se détermine par le pycnomètre en employant l'eau distillée.

Avant l'essai le matériau doit être broyé et criblé à travers un tamis de 70 microns.

On sèche le tamisât à 110°C dans l'étuve jusqu'au poids constant et on le laisse refroidir dans un dessiccateur.

On remplit le pycnomètre par l'eau distillée jusqu'au repère inférieur puis on le pèse.

On verse la poudre séchée et refroidie jusqu'à ce que le niveau d'eau atteigne le repère supérieur du pycnomètre; Puis on pèse l'ensemble.

On calcule la masse spécifique par la formule :

$$M_s = \frac{M_2 - M_1}{V} [\text{g/cm}^3]$$

Où :

M_1 = masse du pycnomètre rempli d'eau (g);

M_2 = masse du pycnomètre rempli d'eau et de matériau (g);

V = volume entre les deux repères du pycnomètre (cm^3).

VI POROSITES :

VI.1 Porosité ouverte :

C'est le rapport du volume de l'ensemble des pores ouverts au volume apparent du produit. Elle s'exprime en % du volume apparent.

Les pores ouverts sont ceux pénétrés par l'eau ou le liquide d'imprégnation au cours de l'essai. Elle est déterminée selon la formule suivante :

$$P_o = \frac{m_h - m_s}{m_h - m_i} \cdot 100 \%$$

où :

m_s = masse de l'échantillon sec en (g);

m_h = masse de l'échantillon humide (saturé) pesé à l'air en (g);

m_i = masse de l'échantillon immergé en (g);

VI.2 Porosité totale :

La porosité totale est la somme de la porosité ouverte et de la porosité fermée. Elle est déterminée selon la formule suivante :

$$P_t = \left(1 - \frac{\rho}{M_s}\right) \cdot 100\%$$

Où :

ρ = masse volumique, g/cm³ (cf. paragraphe III)

M_s = masse spécifique, g/cm³ (cf. paragraphe IV)

VI.3 Porosité fermée :

Elle est exprimée par le rapport entre le volume total des pores qui ne sont pas pénétrés par l'eau ou le liquide d'imprégnation et le volume apparent de l'éprouvette.

Elle est donnée par la formule qui suit :

$$P_f = P_t - P_o$$

où :

P_f = porosité fermée en % ;

P_t = porosité totale en %;

P_o = porosité ouverte en %.

VII. ABSORPTION D'EAU :

L'absorption d'eau représente le poids d'eau qu'un produit céramique peut absorber à saturation. Elle est déterminée par la formule suivante :

$$A = \frac{m_h - m_s}{m_s} \cdot 100; [\%]$$

où :

m_s = masse de l'échantillon sec en (g);

m_h = masse de l'échantillon humide (saturé) pesé à l'air en (g).

N.B : l'absorption d'eau est déterminée simultanément avec la détermination de la masse volumique.

VIII. RETRAITS :

VIII.1 Retrait au séchage :

Il représente la diminution des dimensions du produit par suite de séchage. Il est déterminé selon la formule suivante :

$$R_s = \frac{L_o - L_s}{L_o} \cdot 100; [\%]$$

L_o et L_s sont respectivement les longueurs entre deux empreintes, avant et après séchage.

VIII.2 Retrait de cuisson :

Il représente la diminution des dimensions linéaires, que subit l'échantillon sec lors de la cuisson. Il est donné par la formule suivante:

$$R_c = \frac{L_s - L_c}{L_s} \cdot 100; [\%]$$

L_c : longueur entre deux empreintes après cuisson.

VIII.3 Retrait total :

Il représente la somme de retrait au séchage et de retrait de cuisson.

$$R_t = R_s + R_c$$

où bien

$$R_t = \frac{L_o - L_c}{L_o} \cdot 100; [\%]$$

IX. ESSAI DE COMPRESSION OU ECRASEMENT A FROID :

La Résistance à l'écrasement à température ambiante est le quotient de la charge maximale F supportée par l'éprouvette au cours de l'essai, par la section initiale S_o de cette éprouvette.

$$R_c = \frac{F}{S_o} \cdot 100; [kgf/cm^2]$$

Où :

R_c = Résistance à la compression;

F = charge maximale, en (KN);

S_o = section de l'éprouvette, en (cm^2)

N.B : dans notre cas nous avons opéré sur des éprouvettes de section carrée.



X. RESISTANCE AUX CHOCS THERMIQUES :

Essai de première importance pour les réfractaires. Il consiste à refroidir brutalement par trempe à l'eau froide des échantillons préalablement portés à une température fixe, jusqu'à rupture.

L'essai a été réalisé sur des éprouvettes de dimensions : $70 \times 70 \times 15 \text{mm}$.

Le cycle thermique d'un échantillon comprend le maintien de l'échantillon pendant 15 minutes à la température de l'essai (600°C), suivi d'une trempe à l'eau à 20°C et d'un refroidissement à l'air pendant 15 minutes.

Le tableau suivant permet d'effectuer un classement.

Nombre de cycle avant rupture	Classement
< 5	mauvaise résistance
5 à 10	médiocre
10 à 15	médiocre à moyenne
15 à 20	moyenne à bonne
20 à 25	bonne à très bonne
> 25	excellente

Tab. A.1 : Classification des réfractaires d'après la résistance au choc thermique.

XI. REFRACTARITE :

XI.1 Fabrication des cônes pyroscopique:

- Prendre l'échantillon par moyen de quartage;
- broyer l'échantillon finement (granulométrie < 75 microns);
- sécher l'échantillon jusqu'à masse constante;
- préparer une pâte plastique avec de la colle organique;
- façonner les cônes pyroscopique dans un moule métallique ou en plâtre (fig.A.1);
- sécher les cônes préparés attentivement afin d'éviter les déformations.

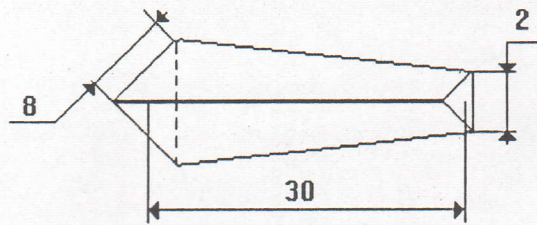


Fig. A1 Pyroscope

XI.2 Détermination de la réfractarité :

- Préparer le support avec de l'argile et de la bauxite;
- monter les cônes d'essais sur le support, encastrent les de 2 mm environ;
- les cônes doivent être inclinés d'un angle de 8 degrés sur la verticale, afin d'éviter qu'elles ne fondent sur elles-mêmes;
- régler la vitesse de chauffe de 8°C par minute;
- Lire la valeur de la température de réfractarité lorsque le sommet du cône touche le support.