

République Algérienne Démocratique et Populaire
Institut National des Matériaux de Construction - Boumerdès

THESE

présentée à l'I.N.M.C. pour obtenir le diplôme de

MAGISTER EN SCIENCES ET TECHNOLOGIE DES MATERIAUX DE CONSTRUCTION

OPTION: TECHNOLOGIE DE LA CERAMIQUE ET DU VERRE

Par

Hallma CHEMANI

Thème:

ETUDE ET CARACTERISATION D'UNE ARGILE FERRUGINEUSE.
OPTIMISATION ET APPLICATION AUX PRODUITS ARCHITECTURAUX.

Soutenu le 23 Décembre 1996
devant la commission d'examen

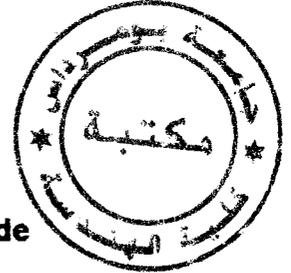
Président:	M ^r	K. HAMMOUDI	DE	Maître de conférence
Rapporteur:	M ^{me}	A. SERIER	DE	Maître de conférence
Examineurs:	M ^r	E. SADOK	DE	Maître de conférence
	M ^r	Z. SABER	PHD	Chargé de cours
	M ^r	M. HAMIANE	PHD	Maître assistant

République Algérienne Démocratique et Populaire

Institut National des Matériaux de Construction - Boumerdès

THESE

présentée à l'I.N.M.C. pour obtenir le diplôme de

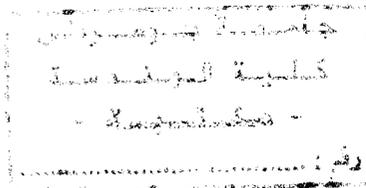


MAGISTER

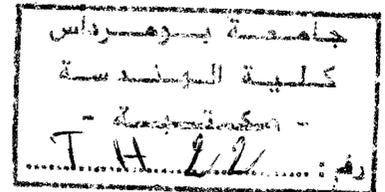
EN SCIENCES ET TECHNOLOGIE DES MATERIAUX
DE CONSTRUCTION

OPTION: TECHNOLOGIE DE LA CERAMIQUE ET DU VERRE

Par



Hallima CHEMANI



Thème:

**ETUDE ET CARACTERISATION D'UNE ARGILE FERRUGINEUSE.
OPTIMISATION ET APPLICATION AUX PRODUITS ARCHITECTURAUX.**

Soutenu le 23 Décembre 1996
devant la commission d'examen

Président:	M ^r	K. HAMMOUDI	DE	Maître de conférence
Rapporteur:	M ^{me}	A. SERIER	DE	Maître de conférence
Examineurs:	M ^r	E. SADOK	DE	Maître de conférence
	M ^r	Z. SABER	PHD	Chargé de cours
	M ^r	M. HAMIANE	PHD	Maître assistant

REMERCIEMENTS

Les travaux ayant fait l'objet de cette étude ont été réalisés:

- à l'Unité de Recherche et des Etudes Géologiques (ENDMC) de Boumerdès,*
- au Complexe Céramique de Tidjelabine (W. Boumerdès),*
- à l'Ecole Nationale Supérieure des Céramiques Industrielles (ENSCI) de Limoges (France),*
- au laboratoire Verre de l'Institut National des Matériaux de Constructions (INMC) de Boumerdès.*

Dans tous ces lieux, l'accueil, l'encouragement et l'aide nous ont été réservés et apportés par l'encadrement technique et scientifique auquel je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance.

Je tiens à témoigner toute ma reconnaissance à Madame A. SERIER Maître de conférence à l'INIM d'avoir dirigé ce travail.

Que Monsieur K. HAMMOUDI qui m'a fait l'honneur de présider le jury de cette thèse, trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

Messieurs Z. SABER, E. SADOK et M. HAMLANE, m'ont fait le grand honneur d'examiner mon travail, qu'ils trouvent ici mes remerciements les plus sincères.

Il m'est agréable de remercier tout particulièrement Messieurs:

- P. ABELARD Directeur de l'ENSCI de Limoges - Professeur,*
- J. M. GAILLARD Professeur à l'ENSCI,*
- D. SMITH Maître de Conférence à l'ENSCI,*
- G. VISAMBLIN Maître de Conférence à l'ENSCI,*

et Madame M. GASGNIER Secrétaire de direction à l'ENSCI pour toute l'aide scientifique et matérielle qu'ils m'ont apportée.

Que Monsieur M. MAIZA et tout le personnel de l'ENDMC trouvent en ces lignes mes sincères remerciements pour l'aide qu'ils m'ont apportée.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I. GENERALITES SUR LES ARGILES	3
I.1. Les argiles et leur place dans le milieu naturel	3
I.1.1. La formation des argiles	3
I.1.2. Contexte de formation des argiles	5
I.2. Les argiles en Algérie: types et domaine d'utilisation	7
I.2.1. Types d'argiles	7
I.2.2. Domaine d'utilisation des argiles	8
I.3. Les impuretés dans les argiles et leur conséquence	8
CHAPITRE II. PRINCIPAUX MINERAUX DES SUBSTANCES ARGILEUSES	11
II.1. Structure des minéraux	11
II.1.1. Minéraux à 7 Å	11
II.1.2. Minéraux à 10 Å	13
II.1.3. Minéraux à 14 Å	15
II.2. Constitution minéralogique des argiles	16
II.3. Caractéristiques des principaux minéraux argileux	16
CHAPITRE III. INFLUENCE DE L'EAU ET ACTION DE LA CHALEUR SUR LES MINERAUX ARGILEUX	18
III.1. Influence de l'eau	18
III.1.1. Mécanisme de passage de l'état solide à l'état de suspension	19
III.2. Action de la chaleur	21
III.2.1. Désydratométrie	21
III.2.2. Propriétés thermiques	22
III.3. Frittage	26
III.3.1. Action de la chaleur sur le mécanisme de frittage	27
III.3.2. Processus de vitrification des produits non poreux	30
III.3.3. Constituants du fesson	31
CHAPITRE IV. LES ARGILES ET LES PRODUITS NON POREUX: CLASSIFICATION	33
IV.1. Classification des argiles	33
IV.2. Les produits non poreux	37

IV.2.1. Définition des produits non poreux	37
IV.2.2. Classification des produits non poreux	38
IV.2.3. Caractères fondamentaux des grès	40
IV.2.4. Technologie de fabrication des carreaux sols	41
IV.2.5. Caractéristiques d'emploi et de fabrication	43
CONCLUSION	44
CHAPITRE V. EXPERIMENTATION ET TRAITEMENT DES RESULTATS	45
V.1. Essais préliminaires	45
V.1.1. Analyse chimique	45
V.1.2. Analyse minéralogique	46
V.1.3. Analyse granulométrique	47
V.1.4. Analyse dilatométrique	48
V.2. Choix des matières complémentaires: mélanges	52
V.2.1. Analyse chimique et minéralogique	52
V.2.2. Détermination des compositions chimiques sur pâte crue et cuite	53
V.3. Fabrication des carreaux sols: grès cérames	57
V.3.1. Préparation des suspensions: barbotine	57
V.3.2. Préparation de la poudre à presser	60
V.3.3. Propriétés physico-mécaniques des carreaux	62
V.4. Interprétation des essais physico-mécaniques	75
V.4.1. Retrait sur cuit et retrait total	75
V.4.2. Porosité et masse volumique	78
V.4.3. Résistance mécanique à la flexion	83
V.4.4. Absorption d'eau	86
V.4.5. Dureté	86
V.5. Analyse thermique des mélanges des compositions	88
V.6. Choix de la composition optimale	89
V.6.1. Présélection des compositions	89
V.6.2. Composition optimisée	90
V.7. Autre utilisation de l'argile AEK	92
CONCLUSION GENERALE	94
BIBLIOGRAPHIE	96
ANNEXES	

INTRODUCTION

INTRODUCTION GENERALE

De tout temps en Algérie, les argiles ont été utilisées pour la fabrication artisanale d'articles domestiques, objets traditionnels, constructions diverses et ornement mural. Leur grande diversité a permis une large utilisation dans l'industrie céramique et les produits rouges.

Les carreaux céramiques «sols», dont les matières de base sont largement disponibles, ont tendance à remplacer progressivement les carreaux granito dont les granulats de marbre sont souvent importés.

Ces matériaux furent les premiers à répondre aux caractéristiques fonctionnelles qui réclament la dure exposition des sols et des façades intérieures et extérieures des bâtiments. Cet ancien produit est celui qui vieillit le mieux et il est devenu un produit industriel, d'où un bilan technologique qui explique un développement permanent.

Seule la fabrication des émaux à notre niveau continue à poser un problème pourtant surmontable pour rabaisser le prix de revient de ces produits et assurer ainsi une plus large utilisation aux dépens des carreaux granito.

La céramique traditionnelle continuera sans doute à évoluer dans le sens d'une automatisation toujours plus poussée, d'une sélection plus rigoureuse des matières premières et d'une adaptation de plus en plus fréquente des composants synthétiques ou semi-élaborés qui devraient assurer l'obtention des produits de caractéristiques toujours améliorées.

Les domaines d'emplois des néo-céramiques [1] sont et resteront en constante évolution. La recherche de produits nouveaux conditionne dès à présent les progrès des industries électrotechniques, électroniques, nucléaires et énergétiques. Ainsi, l'industrie

néo-céramique deviendra-t-elle vraisemblablement avant la fin du siècle une industrie « clé ».

En Algérie la grande diversité et disponibilité de l'argile a favorisé la multiplication des unités céramiques et produits rouges. C'est ainsi que dans le cadre du projet cimenterie de Bedjaia (cimenterie de la Soummam: CISO), certains types d'argiles destinées aux études de faisabilité pour la production de ciment Portland ont présenté des propriétés et des caractéristiques répondant aux exigences de la fabrication des produits architecturaux.

Compte tenu de la politique de développement de « l'entreprise régionale des cimenteries du centre: (ERCC) », et afin de répondre à un besoin du marché national, une étude nous a été proposée afin de confirmer ou d'infirmer la faisabilité pour la production des carreaux-sols céramiques à partir de l'argile d'Aït Smail EL-Kseur (AEK).

Les réserves de ce gisement sont, selon l'entreprise nationale des matériaux de construction (ENDMC), suffisantes pour alimenter une cimenterie de un million de tonne par an de clinker pendant cinquante ans.

L'objectif de notre travail consiste à fournir des données de base sur l'argile AEK et à mettre au point une formulation pour la fabrication des produits architecturaux.

La thèse se divise en deux parties:

- La partie bibliographique rappelle quelques généralités sur les matières premières puis traite de l'influence des différents paramètres sur les caractéristiques des produits et des procédés de fabrication.

- Dans la partie expérimentale, l'argile et les additifs utilisés ont fait l'objet d'une étude approfondie avant d'aborder l'optimisation de la formulation proprement dite. Les propriétés rhéologiques, physico-mécaniques et thermiques des carreaux sont déterminées.

Enfin, les enseignements essentiels de cette étude sont résumés dans la conclusion générale.

©

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

CHAPITRE I

I. GENERALITES SUR LES ARGILES

I.1. LES ARGILES ET LEUR PLACE DANS LE MILIEU NATUREL

Les argiles sont parmi les premiers matériaux utilisés par l'humanité [2, 3]. Il existe plusieurs dizaines d'espèces d'argiles courantes et depuis les années soixante, une importance particulière a été donnée aux produits mixtes (les inter-stratifiés) qui sont formés par l'empilement ordonné ou non, d'argiles de natures différentes [3, 4].

I.1.1. LA FORMATION DES ARGILES

- Origine

Les argiles [5, 6] proviennent de la destruction des minéraux silicates (feldspath, certains micas) par l'eau ou des fluides hydrothermaux selon la réaction:



La nature et la composition des minéraux présents dans les roches initiales à une grande importance:

- le quartz est inaltérable,
- la calcite se dissout intégralement etc...

Enfin, dans la nature, certaines roches (par exemples granites et gneiss) et, par voie de conséquence, les argiles qui en dérivent, sont plus répandues que d'autres.

- Hydrolyse

Souvent, les argiles se forment dans des conditions de surface, à faibles températures, faibles pressions et à des pH proches de la neutralité (de 5 à 9). Elles résultent aussi de l'altération hydrothermale, c'est à dire de l'action des fluides, réchauffés par le magmatisme (granite ou volcanisme) ou par des trajets souterrains conséquents, figure 1.

L'hydrolyse qui consiste en un échange de cations en solutions aqueuses détruit le réseau des minéraux en les déséquilibrant (les charges sont compensées, mais pas les tailles).

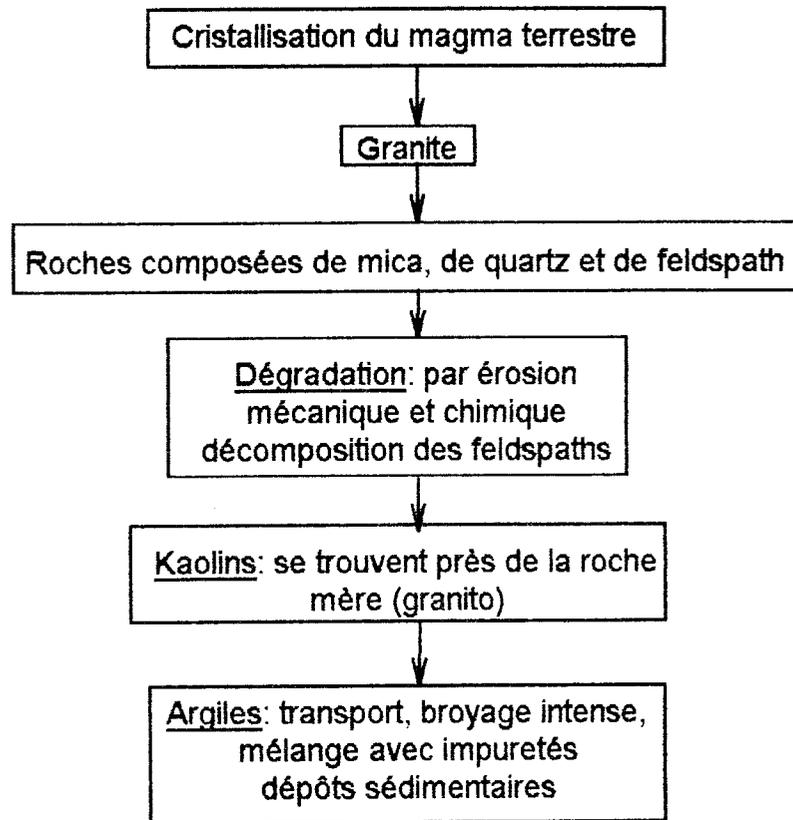
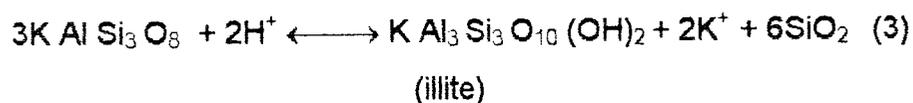
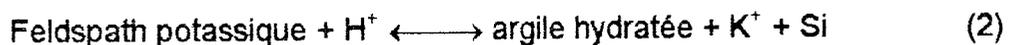
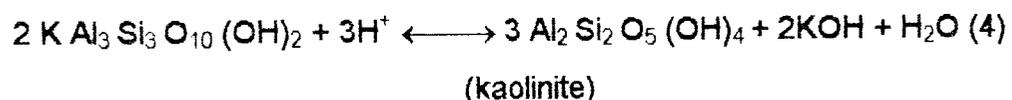


Fig. 1: Schéma simplifié de la formation des matières argileuses.

Dans le cas général, l'hydrolyse peut être décrite par les réactions suivantes:



Lorsque la réaction dure (rapport eau / roche élevé); cela entraîne:



Lorsque les minéraux ferromagnésiens (biotite, amphiboles, pyroxènes) sont soumis à l'hydrolyse, ce type de réaction tend à concentrer certains des cations libérés, sous forme d'oxydes ou d'hydroxydes résiduels, surtout dans les conditions neutres ou basiques.

I.1.2. CONTEXTE DE FORMATION DES ARGILES

Un contexte géologique défini (exemple une lagune, un sol sur granite), par des conditions qu'il génère, a une très grande importance pour la formation des argiles.

- Altération superficielle

C'est le domaine de notre environnement quotidien qui est sans doute le plus important pour la production quantitative des argiles. Dans les milieux de surface, l'eau largement présente (eau météorique); des échanges se produisent entre l'atmosphère, la biosphère et l'hydrosphère qui sont à l'origine des sols, supports minéraux de nombreux organismes, végétaux et animaux. Le développement de ces sols et leur nature dépendent notamment des quantités d'eau qui sont utilisées et de l'efficacité de l'hydrolyse, c'est à dire des facteurs géologiques comme la topographie, la température, la profondeur de la nappe phréatique, la perméabilité etc.

- Diagenèse

La diagenèse (lithification des sédiments) a lieu dans des milieux intermédiaires où l'eau est présente mais où elle est beaucoup moins renouvelée ce qui entraîne sa forte charge en anions et cations divers. Les échanges verticaux sont plus faibles que dans le milieu superficiel, les durées de réaction sont longues et la température a un rôle certain.

Par suite de l'entassement des sédiments et de la durée des réactions, les minéraux argileux se cristallisent dans des conditions proches de l'équilibre.

- Hydrothermalisme

L'hydrothermalisme [7] se déroule dans les environnements où la température est élevée. C'est un processus géologique lié à l'action des fluides et très efficace pour la

formation de masses importantes d'argiles, à condition que la perméabilité soit suffisante. Le type d'argiles obtenues est fonction du rapport fluide / roche à toutes les échelles.

Les conditions de température, de composition et de pH, auxquelles est généralement soumis le fluide, font que la kaolinite est un minéral qui se développe dans de nombreux contextes géologiques.

Par ailleurs, la présence d'ions divers en particulier Cl^- permet une plus grande efficacité et une meilleure élimination d'oxydes résiduels (Fe par exemple). C'est ce qui explique la plus grande pureté et donc une homogénéité des aptitudes industrielles, que présentent les kaolins formés en milieu hydrothermal.

Dans la nature se forme les argiles suivantes:

* **Les argiles primaires:** ce sont des kaolins qui sont présents sur les lieux de leur formation avec parfois quelques rares argiles résiduelles.

* **Les argiles secondaires:** ce sont des argiles sédimentaires qui sont préalablement charriées par les eaux de ruissellement et déposées dans les roches mères où elles se sont formées. Ces argiles sont plus fines et leurs parties les plus lourdes se déposent dans l'eau par ordre de densité.

Les feldspaths les plus courants donnant naissance aux argiles sont:

- le feldspath potassique (orthose) $\text{K}_2\text{O Al}_2\text{O}_3, 6\text{SiO}_2$,
- le feldspath sodique (albite) $\text{Na}_2\text{O Al}_2\text{O}_3, 6\text{SiO}_2$,
- le feldspath calcique (anorthite) $\text{CaO Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2$.

Mais il est rare de rencontrer dans la nature des formules types aussi parfaites que celles-ci. En effet, les feldspaths contiennent souvent les deux oxydes alliés (K_2O , Na_2O) parfois une plus forte proportion d' Al_2O_3 et de SiO_2 ainsi que des impuretés tel que l'oxyde de fer.

Lorsque le feldspath ou une roche de même nature se désagrège par érosion, les parties alcalines et calcaires relativement solubles sont entraînées par les eaux. Il ne reste donc que l'alumine et la silice, dont une partie se décompose sous l'influence de réactions chimiques.

A la suite de cela, il se forme la kaolinite: $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$, renfermant: 46,5% de silice, 39,5% d'oxyde d'aluminium et 14 % d'eau.

I.2. LES ARGILES EN ALGERIE: TYPES ET DOMAINE D'UTILISATION

I.2.1. TYPES D'ARGILES

Les matières argileuses en Algérie sont très répandues et diversifiées, particulièrement dans les régions telliennes. Elles sont beaucoup moins disponibles dans les régions sahariennes et sub-sahariennes.

Les différentes variétés d'argiles sont parfois rencontrées dans une même région suivant les schémas structuraux et les milieux de dépôts (sédimentation) très complexes de la zone alpine de l'Afrique du Nord.

Elles sont de type marin, fluviales, lacustres ou continentales; on y rencontre des associations d'argiles polyminérales de nature montmorillonites, illitiques, kaolinitiques et à degré moindre chloritiques.

Les formations géologiques argileuses les plus connues sont de quatre types:

- les argiles miocènes,
- les argiles numidiennes,
- les argiles pliocènes,
- les dépôts alluviaux.

* **Les argiles miocènes:** ce sont des remplissages de sillons et fossés océaniques. Elles sont les plus répandues en Algérie avec des étendues très importantes.

* **Les argiles numidiennes:** Elles sont de type marin peu profond, riches en kaolinite et parfois gréseuses suites aux apports détritiques continentaux. On les trouvent associés à d'importantes formations détritiques (argiles et grès) le long du tell septentrional (cas de l'argile d'AEK).

* **Les argiles pliocènes:** sont de type lacustre et fluviale. Elles sont souvent associées à des sables silts et évaporites (gypse, craies, sels solubles).

* **Les dépôts alluviaux:** des terrasses d'oueds, des estuaires, chenaux sont d'extension réduite et très limités dans la région.

I.2.2. DOMAINE D'UTILISATION DES ARGILES

Le domaine d'utilisation des argiles est assez vaste, on les trouve en particulier dans l'habitat, les grands travaux d'art et d'ingénieur, les industries pharmaceutiques médicales, chimique, pétrolière, minière, agro alimentaire etc.

I.3. LES IMPURETES DANS LES ARGILES ET LEUR CONSEQUENCE

Généralement les roches argileuses ne se composent pas de minéraux argileux purs. Elles renferment en plus un certain nombre d'impuretés qui peuvent jouer différents rôles: neutres, nuisibles ou utiles [8, 9]. Ces impuretés agissent soit sur la qualité du produit fini, soit sur les équipements tout en provoquant la corrosion. Parmi les principales impuretés, on reconnaît:

- **Les inclusions carbonatées:** provoquent des ruptures et des éclatements et une diminution de la résistance dans le produit fini. Un broyage assez fin de la matière première contenant ces éléments peut améliorer dans une certaine mesure la qualité du produit fini.

- **Les inclusions gréseuses:** provoquent d'une part l'accélération de l'usure du matériel de préparation et d'autre part celui de fabrication.

- **Les chlorures:** sont nocifs même en teneurs faibles. Les teneurs de l'ordre de 0,2 % sont considérées comme très dangereuses [10]. La nocivité de ces chlorures réside dans l'apparition d'efflorescences dans le séchage et lors de la cuisson, dans la corrosion intense qui apparaît au niveau des installations et des équipements et même la destruction du produit fini. Il est donc indispensable de contrôler la variation du taux de ces éléments.

- **Les sulfures:** provoquent la corrosion des équipements et des installations.

- **Les sulfates:** provoquent des efflorescences (voiles ou taches blanche-jaunâtre) sur les produits. Ces efflorescences empêchent l'adhésion du mortier sur la brique. A titre indicatif, des teneurs de l'ordre de 2% en SO_3 sont considérées comme très dangereuses.

- **Les fluorures:** sont les éléments les plus corrosifs qu'on puisse rencontrer dans les roches argileuses. On peut les trouver dans les minéraux tels que la fluorine ou la cryolite.

- **Divers oxydes se trouvant dans la composition chimique comme:**

* La silice (SiO_2): elle se trouve dans les argiles sous forme liée ou libre. La forme liée est présentée par les minéraux argileux tel que: kaolinite, montmorillonite, hydro-micas, etc... et donne la meilleure réfractérité. Une forte teneur en alumine donne aux argiles une grande plasticité et une meilleure résistance aux produits secs et cuits. La forme libre est donnée par le sable quartzéux ou par de fines particules poussiéreuses; une teneur de sable plus grande de 30% diminue la plasticité, le retrait et la résistance mécanique.

* L'oxyde de titane (TiO_2): il se trouve généralement en faible quantité et donne au produit une coloration verdâtre dont la nuance dépend des autres éléments.

* L'oxyde de fer (Fe_2O_3): il donne d'une part, une coloration rouge au produit cuit et il joue d'autre part, le rôle de fondant lorsqu'il est utilisé avec une teneur assez élevée.

* La chaux et la magnésie ($\text{CaO} + \text{MgO}$): ils entrent dans la composition des roches carbonatées sous forme de CaCO_3 et MgCO_3 . Le principal minéral est la dolomie. Cette dernière joue le même rôle que la craie et se substitue à eux dans la filière céramique.

* Les oxydes alcalins (K_2O et Na_2O): ce sont des fondants qui diminuent la température de cuisson et augmentent la résistance mécanique. Une forte teneur essentiellement en K_2O démontre la présence de micas et hydro-micas. Ces oxydes rentrent dans la composition des minéraux de fieldspath dont font partie les compositions de sels solubles. Ce dernier cas est néfaste, car durant le processus de séchage ces derniers migrent à partir des couches centrales du produit vers la surface extérieure et après cuisson, ils donnent des efflorescences salissantes et peuvent même provoquer la destruction du produit (car l'évacuation de l'eau au cours de la cuisson est gênée par ce voile d'efflorescence).

* Les matières organiques: elles existent toujours dans les argiles en quantité plus ou moins grande et donnent à la matière première des nuances sombres et grises. Ce même phénomène est observé après cuisson. Les matières organiques jouent un rôle très important dans le processus de séchage. Elles se trouvent principalement sous forme colloïdale et lient une grande quantité d'eau entraînant alors une meilleure plasticité qui en s'évaporant donne un grand retrait. Ces matières organiques favorisent la fissuration.

CHAPITRE II

CHAPITRE II

II. PRINCIPAUX MINÉRAUX DES SUBSTANCES ARGILEUSES

Les minéraux argileux se présentent le plus souvent sous forme de feuillets: ce sont les phyllosilicates. Mais à côté de ceux-ci, on rencontre aussi les minéraux à faciès fibreux et parfois sphérolitiques .

Autrement dit, les minéraux argileux appartiennent à la famille des phyllosilicates et sont constitués par une couche tétraédrique bidimensionnelle T_2O_5 : où le T peut être du Si^{4+} , Al^{3+} , Fe^{3+} . Le caractère argileux est lié à quatre types de critères [11].

a) Division: les minéraux doivent se présenter sous forme de particules de très petites tailles de l'ordre de 2μ .

b) Faciès: leurs particules dissymétriques à tendance lamellaires peuvent glisser les unes sur les autres ce qui leur confère la plasticité.

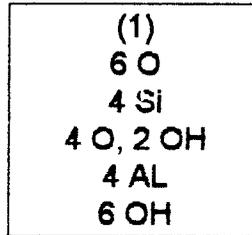
c) Dispersion: ces espèces doivent pouvoir constituer des suspensions colloïdales plus ou moins stables avec l'eau.

d) Constitution chimique: ce sont des silicates, car seuls ces composés semblent être caractérisés par les propriétés interfaciales.

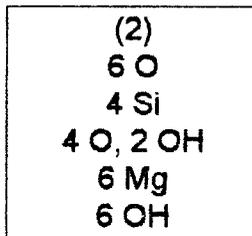
II.1. STRUCTURE DES MINÉRAUX

II.1.1. MINÉRAUX A 7 Å

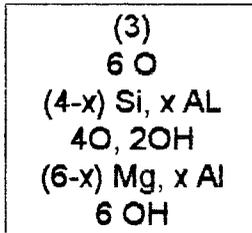
Cas des kaolinites: Leur structure est constituée par une couche tétraédrique et une couche octaédrique. La distribution dans un feuillet dioctaédrique se présente ainsi:
[11]



Dans le cas des feuillets trioctaédriques, la distribution est la même mais le 4AL^{+3} est remplacé par 6Mg^{2+} .



D'autre part, on peut envisager la substitution du Si par un élément trivalent.



a) Au microscope électronique: ces minéraux se présentent sous forme de plaquettes hexagonales et on constate certaines déformations, en particulier des élongations. Les dimensions des cristaux de kaolinite sont de l'ordre d'un micron.

b) Composition chimique: la composition chimique de ces minéraux reste constante bien que certains auteurs [12, 13, 14] ont constaté la substitution de Al^{3+} par le Fe^{3+} (kaolinite ferrifère).

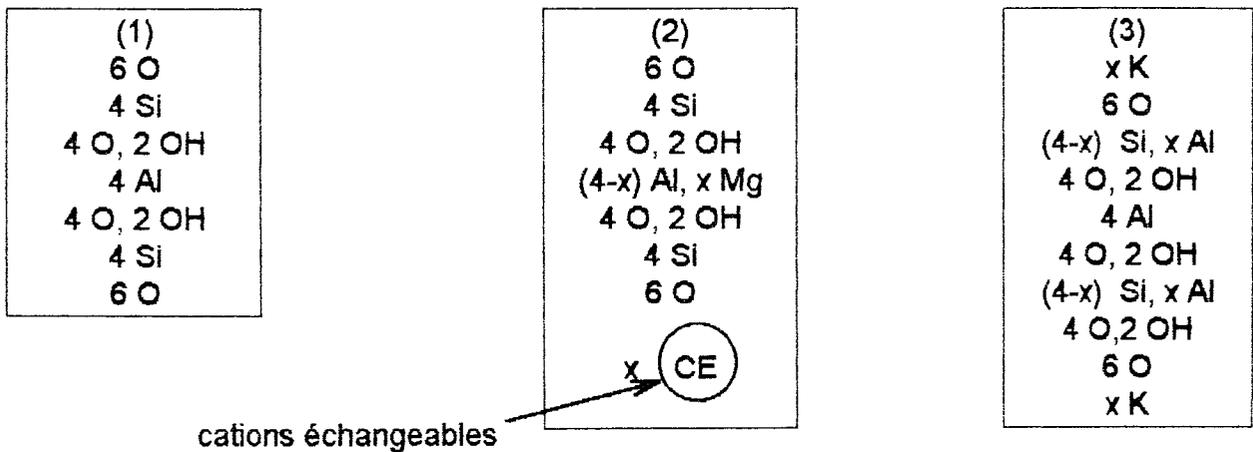
c) Caractéristiques:

- Densité: 2,4 à 2,64, renseigne sur l'origine sédimentaire ou hydrothermale [14].
- Dureté: 2 à 2,5.

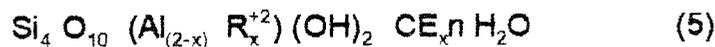
- Coloration: minéraux généralement blanc, blanc gris, blanc jaunâtre dont les paillettes ont un éclat nacré.
- Faciès: se présentent en masse onctueuse au toucher, parfois compacte.
- Fusibilité: 1730 à 1785 °C.

II.1.2. MINÉRAUX A 10A°

* **Cas de la montmorillonite:** ce groupe est caractérisé par un feuillet [11] qui comporte une couche octaédrique comprise entre deux couches tétraédriques. La distribution des constituants dans les feuillets des minéraux dioctaédriques se présente de la façon suivante:

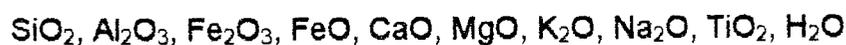


a) **Formule chimique:** formule générale de la demie maille:



- R^{2+} est constitué par Mg^{+2} et peut être substitué par Fe^{2+} , Mn^{2+} , Cr^{2+} et V, où V est logé dans la couche octaédrique seulement en petite quantité [15].

b) **Composition chimique selon [11]:**

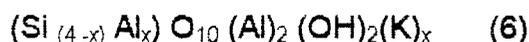


c) Caractéristiques:

- Densité: 2,04
- Dureté (1 à 2): minéral très tendre qui se laisse couper comme un savon.
- Faciès: la montmorillonite est un minéral onctueux qui se présente sous forme de masse assez compacte ressemblant à la paraffine ou au savon.
- Couleur: blanc gris, blanc, verdâtre, rose plus ou moins clair ou chamois.
- Fusibilité: la montmorillonite calcique est infusible, les masses saturées par le sodium fondent vers 1000°C.

* **Cas des illites:** le terme illite caractérise le minéral de type mica. Ce terme est restreint au type de minéraux dioctaédriques.

a) Formule générale: pour la demi maille $x \approx 0,5$



b) Composition chimique: selon les travaux de NEWMANN et SANSOM [16], les illites proviennent de l'altération d'un mica bien constitué qui se traduit par une diminution de la teneur en potassium et de l'accroissement en eau totale perdue au chauffage. D'autre part, on observe également un accroissement de la teneur en silice et un abaissement de la température de déshydratation du minéral. Ces dernières propriétés laissent à penser que la structure subit une altération profonde.

c) Caractéristiques:

- Densité: la densité varie avec la teneur en eau hygroscopique, de 2,66 à 2,12.
- Dureté: 2
- Couleur: l'illite est d'un blanc gris nacré.
- Faciès: ce sont des paillettes fines.
- Fusibilité: la température de fusion est de 1350°C.

II.1.3. MINÉRAUX A 14 Å

Cas de chlorites: les chlorites sont des minéraux à 14Å° typiques du métamorphisme, connues sous leur forme macrocristalline (orthochlorites) où la taille des cristaux est beaucoup plus réduite. Cette famille comprend deux groupes quant à la façon dont sont liés les constituants de la structure.

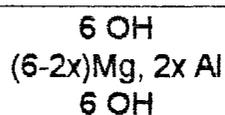
La structure des chlorites [11] se distingue de celle des minéraux argileux puisqu'elle consiste à l'association de deux feuillets, l'un appartenant à celui de la brucite, et l'autre à celui d'un mica. Cette famille comprend deux divisions, l'une correspond aux chlorites vraies et l'autre aux pseudo-chlorites.

- Les chlorites vraies sont des minéraux dans lesquels les feuillets mica sont reliés entre eux par un feuillet brucitique chargé positivement. Elles sont bien connues sous leur forme macrocristalline (orthochlorites). Dans le cas de cristaux de taille réduite, le groupe est nommé « leptochlorites ».

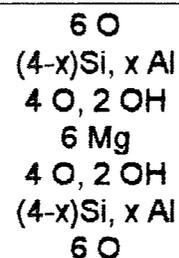
- Les pseudo-chlorites ou chlorites gonflantes occupent une place intermédiaire entre les vermiculites, les minéraux de propriétés montmorillonitiques et les chlorites.

Les différentes couches d'ions composant les feuillets se succèdent de la façon suivante:

Feuillet hydroxyde
(brucite)



Feuillet mica



Si x est égal à zéro dans le feuillet brucite, le déficit de charge doit être compensé par des cations échangeables qui se logent dans les cavités hexagonales du feuillet mica et par conséquent sous le feuillet brucitique. De l'eau peut alors pénétrer entre ces deux types de feuillets provoquant le gonflement d'où le nom de chlorite gonflante.

Si nous suivons les divisions dans les autres groupes, on classe les minéraux à 14 Å en sous groupes correspondant aux caractères di ou trioctaédriques des feuillets constitutifs.

Dans les sols, les chlorites ont été assez souvent signalées, mais cependant moins fréquemment que les illites, les kaolinites et les montmorillonites.

II.2. CONSTITUTION MINERALOGIQUE DES ARGILES

* Géologiquement:

Parmi les roches argileuses, on distingue trois principaux composants minéralogiques: les minéraux argileux, la silice et le calcaire.

* Morphologiquement:

Selon l'ère de formation, les roches argileuses présentent une consistance d'autant plus marquée qu'elles sont plus anciennes et l'on passe des argiles plus plastiques aux argiles schisteuses, aux argilos-schistes et fillades (ces dernières sont partiellement cristallisées). Bien entendu dans toutes les formes exceptées les fillades, la plasticité reste la caractéristique commune.

II.3. CARACTERISTIQUES DES PRINCIPAUX MINERAUX ARGILEUX

* Kaolinite: elle est caractérisée par la rigidité de son réseau cristallin qui se modifie très peu lors de la variation de la teneur en eau. Les roches à base de kaolinite présentent par conséquent un faible retrait au séchage. Elles sont plutôt rares et très peu employées pour la production des terres cuites.

* **Montmorillonites**: leurs propriétés colloïdales sont bien marquées. Elles gonflent beaucoup si elles sont mouillées et, à la différence des kaolinites elles commencent à perdre l'eau d'hydratation à basse température (120°C au lieu de 400°C pour les kaolinites). Elles constituent le composant fondamental des bentonites, qui sont des argiles ayant les caractéristiques colloïdales les plus poussées et peuvent absorber jusqu'à 70% en poids d'eau, sans l'évacuer.

* **Illites**: Elles présentent probablement le composant argileux le plus important des argiles provenant des sédiments marins actuels, du pliocène et du quaternaire.

On remarque que la coloration accusée des roches argileuses n'a pratiquement qu'un très faible rapport avec leur composants minéralogiques, et est plutôt due à l'influence de quelques composants chimiques ou organiques particuliers: par exemple la couleur jaunâtre peut être due à l'oxydation des composants ferreux, celle gris-bleue due à la présence de FeS₂ finement réparti, la couleur brune ou noirâtre est un signe de pourcentage élevé de substances organiques.

CHAPITRE III

CHAPITRE III

III. INFLUENCE DE L'EAU ET ACTION DE LA CHALEUR SUR LES MINERAUX ARGILEUX

III.1. INFLUENCE DE L'EAU

L'eau est l'élément déterminant dans le phénomène de la plasticité. Les argiles peuvent être travaillées avec des teneurs en eau différentes et variables selon leurs caractéristiques propres. L'eau s'infiltré peu à peu par capillarité [17] lorsqu'elle est au contact de l'argile qui selon l'état d'agrégation de ses composants et de sa granulométrie, elle se mélange dans la masse. Cette eau qui, à un certain moment, a atteint sa place aussi bien par le phénomène d'hydratation des surfaces des grains que par son action lubrifiante des particules, donne à tous les grains la possibilité de glisser les uns sur les autres sous l'action des forces extérieures.

Une des caractéristiques de toutes les argiles est la durée nécessaire à permettre une absorption de la quantité d'eau et sa répartition uniforme dans le mélange.

En excluant le cas où la teneur en eau contenue est vraiment celle qui est nécessaire, deux cas peuvent se présenter:

- argiles trop humides,
- argiles trop sèches.

a) Cas de l'argile trop humide: A ce groupe appartiennent les argiles provenant des gisements alluvionnaires. Elles ont une teneur en eau trop élevée et peuvent être travailler normalement d'où il est nécessaire d'ajouter des substances capables de diminuer l'humidité du mélange. Parmi ces substances, l'efficacité des déchets de briques (chamotte) est la plus uniforme et la plus constante.

b) Cas de l'argile trop sèche: Le travail avec ce type d'argile nécessite l'ajout d'une quantité d'eau capable de rendre la masse plastique et facilement malléable. La quantité d'eau nécessaire, pour que l'argile puisse posséder la plus faible résistance en conservant tout de même une bonne consistance, peut être fixée avec précision.

III.1.1. MECANISME DE PASSAGE DE L'ETAT SOLIDE A L'ETAT DE SUSPENSION

Le système argile plus eau permet le développement de la plasticité d'une part et conditionne d'autre part les propriétés rhéologiques des pâtes argileuses et des suspensions. Seule la quantité d'eau ajoutée à une terre est à l'origine des différents « états » du système argile plus eau, à savoir:

- cohérent,
- pâte plastique,
- suspensions
 - barbotines épaisses
 - barbotines
 - engobes

Le passage d'un état à l'autre est progressif, les quantités d'eau au voisinage des limites admises étant fonction des caractéristiques du système.

Toute suspension de matière solide dans un liquide est appelée barbotine. Une barbotine céramique [18] destinée au coulage est essentiellement constituée de matières plastiques à comportement colloïdale (kaolins, argiles, marnes) et de matières non plastiques ou dégraissantes plus ou moins broyées (sables quartzeux, silex calcinés, feldspaths, pegmatites, chamottes, etc.). Le mélange de ces matières avec de l'eau possédera des caractéristiques rhéologiques dépendant de plusieurs facteurs dont certains sont liés à l'état colloïdal des argiles d'autres sont imposés par les conditions extérieures.

a) Particules colloïdales ou micelles

Observons l'exemple de la kaolinite. La structure du feuillet [19] représentée sur la figure 2, montre qu'il existe au contact de l'eau plusieurs couches de charges électriques:

- une couche d'ions négatifs adsorbés sur les faces du feuillet et sur la cassure,
- une couche molécules (polaires) d'eau, liées par attraction ion-dipôle,
- une couche d'ions positifs assurant la neutralité de tout l'ensemble et qui dépendra du pH et de la nature des électrolytes présents,
- une deuxième couche de molécules d'eau moins liée que la première du fait de l'agitation thermique.

Au delà (espace intermicellaire), les molécules d'eau ne sont liées que par des forces de Van der Waals, donc faibles; c'est l'eau libre. De la description précédente, il résulte que la grosseur des cations en présence va conditionner l'importance de l'atmosphère ionique et, par suite, les interactions entre micelles voisines.

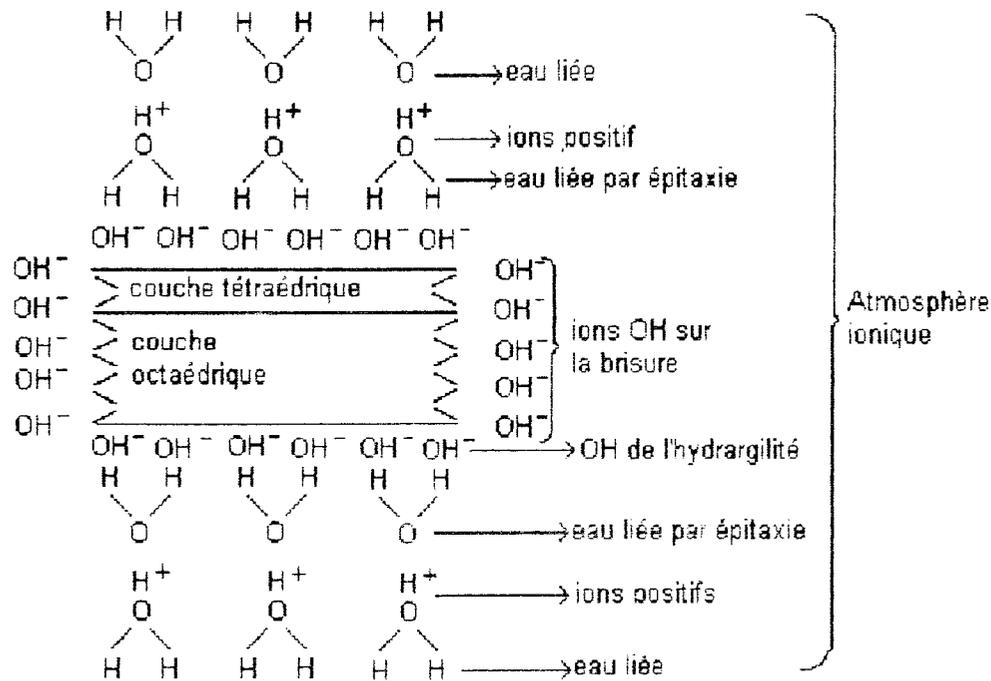


Fig. 2: Schéma d'une particule de kaolinite avec son atmosphère ionique.

b) Stabilité d'une suspension argileuse - Flocculation - Déflocculation

Si on assimile les micelles à des sphères, on peut associer à chaque particule considérée comme un mini condensateur, une distance δ au dessous de laquelle le potentiel varie linéairement pour devenir sensiblement constant aux distances supérieures. La micelle argileuse sera soumise à deux forces [20, 21, 22] de la part d'une micelle voisine:

- une force attractive de Van der Waals,
- une force électrostatique répulsive.

Si la force attractive reste toujours la même dans tous les cas, le domaine où la force répulsive se manifeste, change avec la configuration ionique de la micelle. Ainsi, dans les trois cas de la figure 3, la faible importance de l'atmosphère ionique met en évidence une distribution où à la distance δ , les forces attractives l'emportent sur les forces répulsives; il y a flocculation, la suspension forme des agglomérats, elle ne coule

pas ou coulant. Ceci se passe lorsque les cations sont petits et ou fortement chargés (protons, ions Ca^{2+}).

Par contre l'introduction de gros cations à faible charge, c'est le cas des ions sodium qui se solvatent dans l'eau, conduit à une atmosphère ionique plus importante et, à la distance δ , les forces répulsives l'emportent. Il y a polydispersion par défloculation ou peptisation (figure 4). La viscosité de la barbotine décroît et la coulabilité est assurée à condition d'éviter un excès d'ions Na^+ qui, en diminuant la constante diélectrique du milieu, conduit à une refloculation.

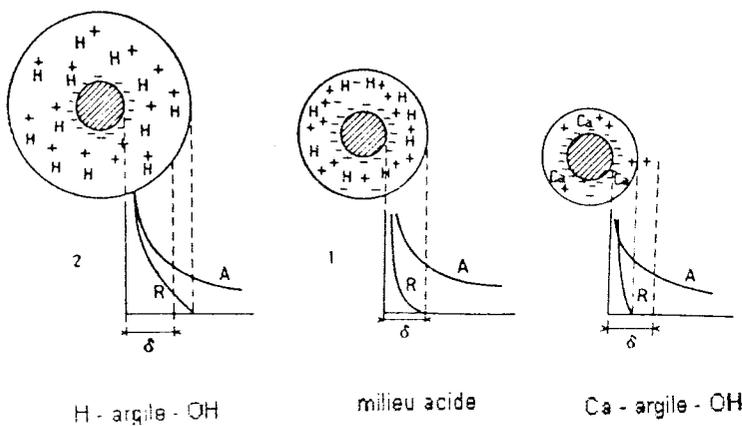


Fig. 3: Flocculation.

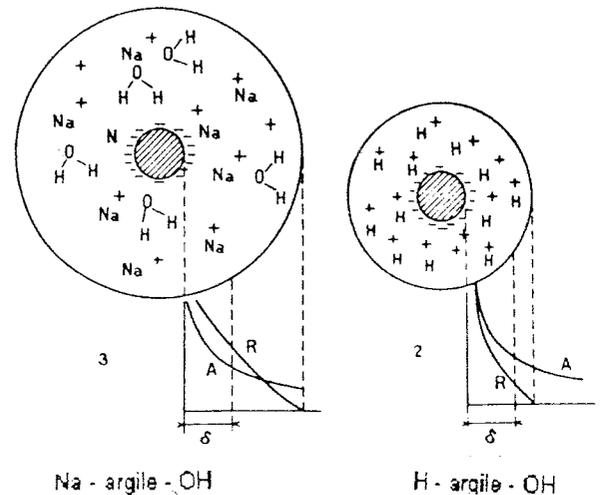


Fig. 4: Défloculation.

III.2. ACTION DE LA CHALEUR

L'action de la chaleur sur les minéraux argileux [23] se manifeste de diverses façons: perte de poids et variation de longueur. Les transformations du réseau cristallin sont accompagnées d'effets endothermiques ou exothermiques. Le microscope et les spectres de rayons X permettent de suivre le passage d'un composé à un autre. Les phénomènes de vitrification et de fusion sont observés à l'ultra-microscope et au microscope électronique.

III.2.1. DESYDRATOMETRIE

Un échantillon cuit perd du poids à une température déterminée. Cette perte de poids est enregistrée de façon continue en fonction de la température donnant une courbe caractéristique. En choisissant une même vitesse de chauffage, assez faible pour que les réactions aient le temps de se produire, les courbes des déshydratation ou thermopondérales sont comparables entre elles [24]. Il devient possible de déterminer approximativement la composition minéralogique d'une argile quelconque en comparant sa courbe de déshydratation à celles des minéraux argileux purs.

* **La kaolinite:** ne perd que peu d'eau vers 450°C. Le principal dégagement d'eau de constitution a lieu entre 450°C et 550°C, puis s'affaiblit et se termine à 900°C.

* **L'halloysite:** perd 5 à 12 % d'eau colloïdale entre 20 et 100°C, puis, comme la kaolinite, la plus grande partie de son eau de constitution entre 450 et 550°C.

* **Les montmorillonites:** contiennent 15 à 18% d'eau zéolithique, c'est à dire des molécules d'eau intercalées dans les vides du réseau cristallin ou entre les feuillets. Cette eau se dégage entre 20 et 150°C. L'eau de constitution, représentant 5 à 7% de l'eau totale, part entre 500 et 700°C.

* **Les illites:** présentent un départ d'eau zéolithique rapide entre 20 et 150°C et ralenti vers 450°C. Le dégagement d'eau de constitution entre 450 et 600°C est plus lent que dans la kaolinite; il se prolonge et devient très faible après 900°C.

III.2.2. PROPRIETES THERMIQUES

Les dégagements d'eau et les autres transformations provoquées par l'action de chaleur [24] sont accompagnés de variations de dimensions. L'enregistrement de la variation de longueur en fonction de la température fournit des courbes caractéristiques qui permettent également de se faire une idée de la composition minéralogique d'une argile quelconque par la comparaison de sa courbe à celle des minéraux purs.

* **Les groupes des kaolinites:** se caractérisent par une courbe thermique (figure 5) présentant un phénomène endothermique allant de 500 à 600°C puis un phénomène exothermique constitué par un crochet aigu à 950°C.

* **Les groupes des halloysites:** le départ de l'eau située entre les feuillets se confond avec celui de l'eau hygroscopique et se manifeste à l'analyse thermique par un fort accident endothermique avec une perte de poids de 7 à 8%. Pour certains échantillons, il y a un accident endothermique entre 350 et 400°C. Ceci peut être dû à une certaine quantité d'eau qui reste bloquée entre les feuillets ainsi que d'autres substances qui restent emprisonnées dans cette sorte de piège. D'autres accidents peuvent être causés et sont ceux de la métahalloysite.

Argile Types

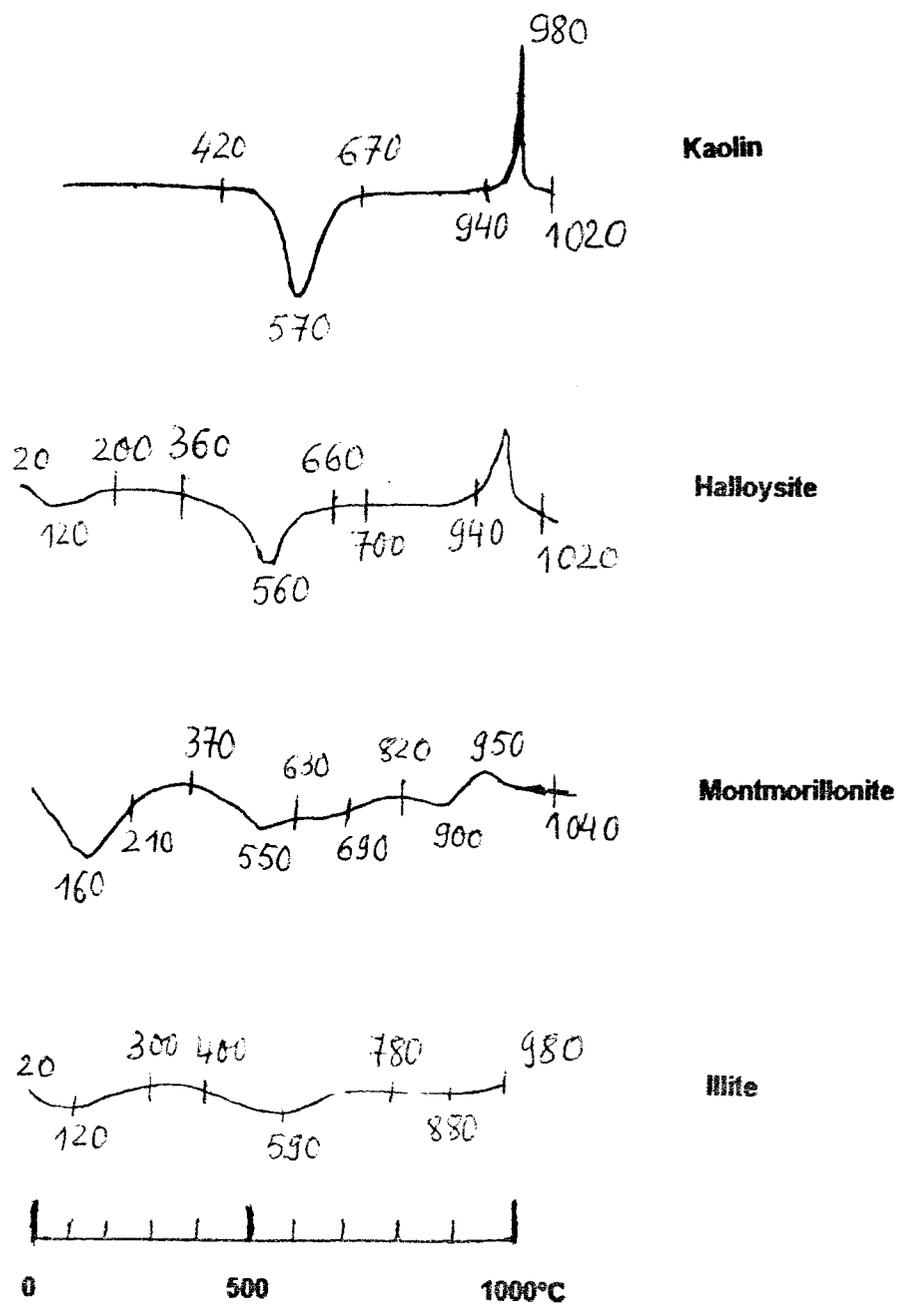


Fig. 5: Analyse thermique différentielle.

La courbe dilatométrique (figure 6) met en évidence une certaine contraction due au départ de l'eau située entre les feuillets et allant de 0 à 100°C et une autre qui est due à la destruction de la couche octaédrique.

*** Les groupes des montmorillonites:** la courbe (figure 5) représente une série de trois phénomènes endothermiques s'étageant à des températures croissantes et un phénomène exothermique qui se situe à 900°C.

- Le premier crochet endothermique à basse température (200°C) représente le départ de l'eau d'hydratation et le reste correspond à la perte d'une eau moins énergiquement liée.

- Le deuxième accident représente la déshydratation du minéral qui se manifeste à 650°C.

- Le troisième accident, plus ou moins intense à 850°C, précède le phénomène exothermique et est lié à une légère perte de poids accompagnée par le départ des derniers oxydes. Les autres crochets vont varier sensiblement suivant le traitement ou les cations échangeables fixés par le minéral.

*** Les groupes des illites:** Les illites donnent des diagrammes très variables (figure 5) dont le type le plus fréquent correspond à un crochet endothermique assez large s'amorçant vers 480°C. En même temps se développe à basse température un accident correspondant au départ de l'eau hygroscopique. Quelques échantillons donnent un phénomène endothermique vers 800°C suivi d'un léger phénomène exothermique.

Les courbes (figure 6) de dilatation-retrait des compositions céramiques [8] montrent que les variations des dimensions en fonction de la température sont très variables. Il existe des zones où elles sont lentes et peu sensibles, tandis qu'en d'autres régions, il se produit des dilatations ou des retraites très rapides concentrés dans les intervalles étroits de températures. Ces zones sont particulièrement dangereuses, car le gradient de température qui existe fatalement dans l'épaisseur d'une pièce en cuisson entraîne des modifications de dimensions qui seront d'autant plus importantes que la courbe de dilatation retrait est plus abrupte. En particulier, les effets de quartz et cristallinité et les grands retraites des pâtes céramiques peuvent entraîner dans le cas de chauffe rapide des tensions internes allant jusqu'à la rupture de la pièce.

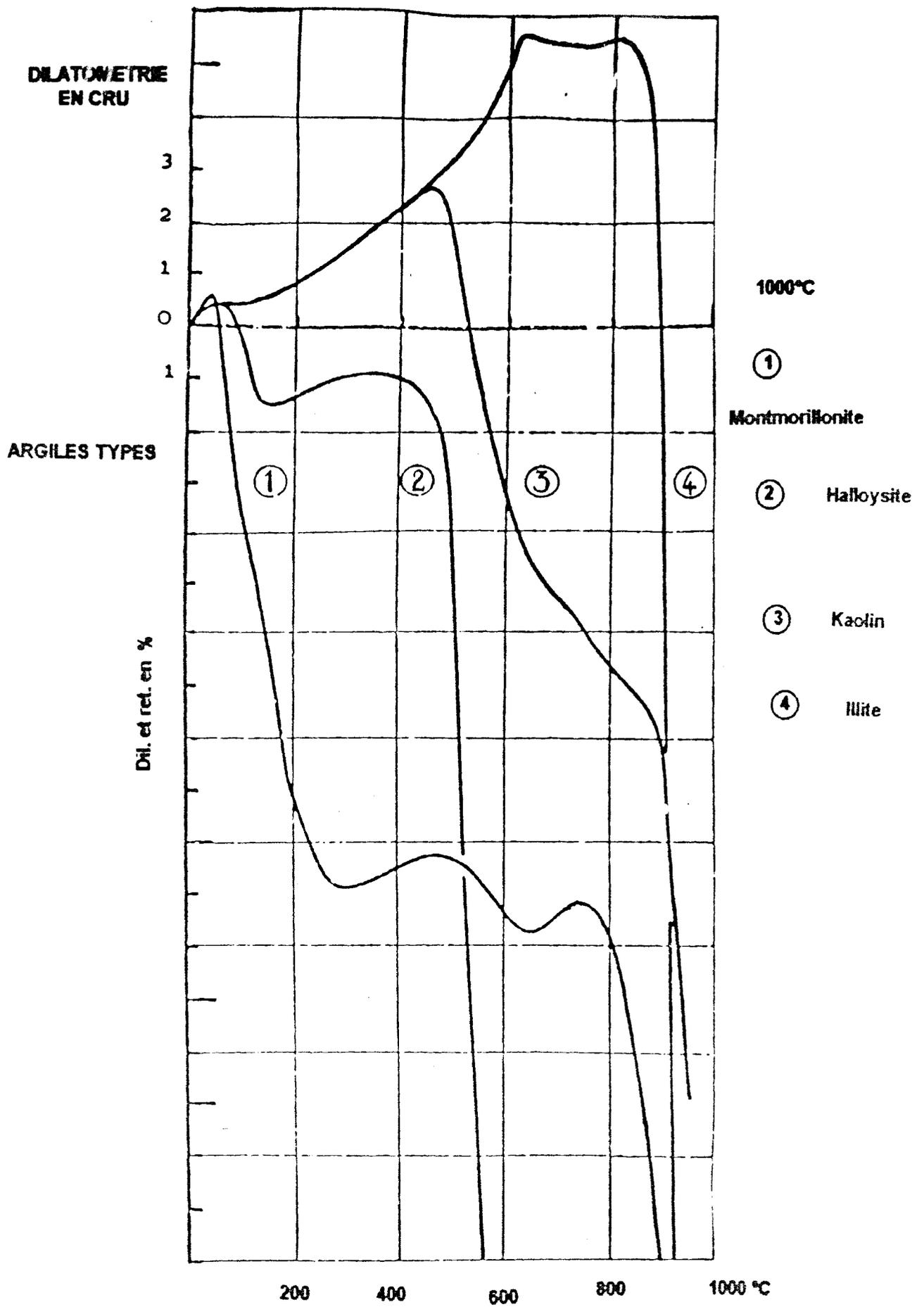


Fig. 6: Courbes de dilatation-retrait. [8]

L'allure de chauffe idéale sera évidemment celle qui permettra d'éviter les fentes d'échauffement et les fêlures de refroidissement causées par les tensions internes. Il serait alors possible, connaissant le coefficient de résistance à la rupture de la matière, de s'arranger pour qu'à chaque instant les tensions internes restent toujours inférieures à la limite de résistance. Malheureusement, dans l'état actuel, nous ne possédons que des données imprécises de ces valeurs qui varient tout le long de la cuisson. Nous savons seulement d'après SALMANG [25] que la résistance à la flexion et à la traction des produits céramiques courants atteint un maximum vers 100°C tandis que, le module d'élasticité atteint un maximum vers 550°C qui décroît ensuite très rapidement pour atteindre des valeurs très faibles vers 1000°C, zone qui correspond à un début de ramollissement des constituants vitreux. Encore faut-il préciser que ces données s'appliquent à des produits déjà cuits et non à des compositions, en cours de cuisson, qui se produisent au dessous de 1000°C et particulièrement vers 550°C seront particulièrement dangereuses. Les retraits intervenant au dessus de 1000°C présenteront des inconvénients atténués.

D'après MUNIER [26], l'allure de la courbe de cuisson doit être réglée de telle sorte que les variations de dimensions soient proportionnelles au temps de cuisson, courbe qu'on corrigera ensuite en fonction de l'expérience et des exigences particulières à chaque produit.

Les minéraux argileux chauffés à une température inférieure à celle de fusion totale font observer une contraction des dimensions extérieures (retrait) correspondant à une augmentation de la densité apparente: c'est cette transformation qui porte le nom de « frittage ».

III.3. FRITTAGE

Lors de la cuisson [27], on obtient un produit à texture consolidée par rapport à l'état initial. Ceci a lieu à la suite d'une évolution de l'ensemble granulaire telle qu'après refroidissement, on obtient une meilleure cohésion du produit. Ce processus de modification de la texture est souvent appelé « céramisation » ou « grèsification », dans le cas des compositions silicatées, il constitue un cas particulier du frittage.

On désigne sous le terme de « frittage » divers procédés:

- celui qui se rapporte à la préparation des émaux et des glaçures et qui consiste à fondre les éléments d'un mélange pour obtenir un verre,
- celui qui se rapporte à l'élaboration d'objets et qui consiste à agglomérer, sous l'action de la chaleur, des particules préalablement réunies en vue d'obtenir un solide sans atteindre nécessairement le point de fusion de ses constituants.

Si ces deux procédés ont en commun l'action de la chaleur, ils sont différents l'un de l'autre. Le premier met en jeu les phénomènes de l'état liquide de la matière et le second fait appel à l'état solide de la matière.

Pour éviter cette confusion, les pays anglo-saxons désignent chaque procédés par les termes suivants:

- « Fritting », pour le frittage des émaux,
- « Sintering », pour le frittage des céramiques et des métaux.

Théoriquement, le frittage [28, 29, 30] est considéré comme une conséquence de transport ou transfert de la matière qui a lieu à la suite du changement, à différents niveaux, de l'énergie superficielle libre pour les parties ou sections du système à fritter. Ces différences sont nommées « énergie matrice » ou « matrice de frittage ».

Le transfert de la matière est traduit par six mécanismes lors de la cuisson des matières céramiques:

- a) mécanisme de diffusion de la matière (superficielle et volumique),
- b) mécanisme d'évaporation et de condensation de la matière,
- c) mécanisme d'écoulement visqueux,
- d) mécanisme de micro flurage (mécanisme de NABARRO FLEURING),
- e) mécanisme de réaction.

Tous ces mécanismes se réunissent au frittage en phases solides.

- f) Mécanisme de frittage en présence de phase liquide.

Tous ces mécanismes vont se dérouler en même temps.

III.3.1. ACTION DE LA CHALEUR SUR LE MECANISME DE FRITTAGE

Les variations des dimensions d'un échantillon au cours de la cuisson, en particulier son « retrait », vont nous renseigner sur la cinétique de l'agglomération [29].

Les mécanismes de frittage, nous permettent d'expliquer les réactions physico-chimiques observées.

A l'échelle du grain, l'ensemble des méthodes de contrôle ont permis [30] de caractériser l'évolution du compacte granulaire suivant les figures 7a et 7b.

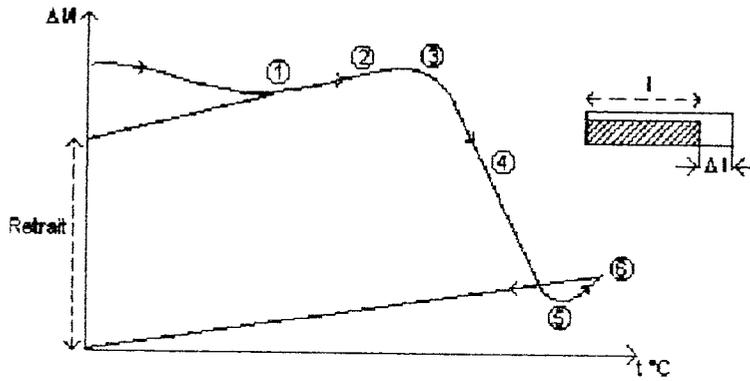


Fig. 7a: Courbe dilatation-retrait en fonction de la température de cuisson d'une céramique.

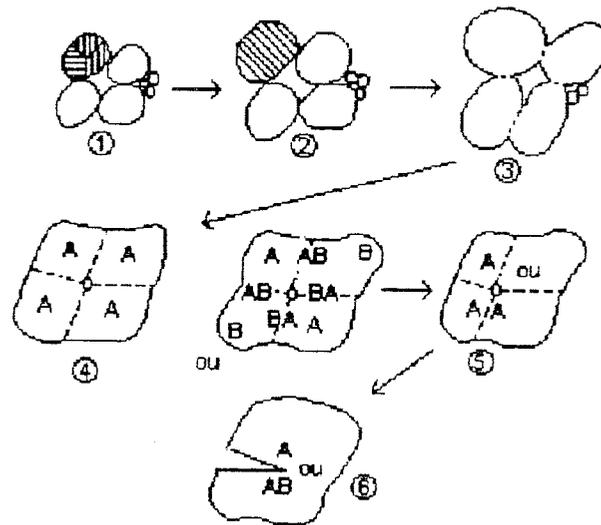


Fig. 7b: Aspect de la liaison entre grains aux divers stades de cuisson figures de (1) à (6).

1^{er} stade: Si on considère la courbe dilatation-retrait de 500 à 600°C, on constate la disparition des liants organiques ainsi que l'humidité absorbée ou incluse. Il n'existe plus alors que les grains minéraux. Le compactage est à sa fragilité maximale.

2^{ème} stade: Dès que la température est suffisamment élevée, on assiste à une réorganisation interne du désordre de chaque grain. Les zones amorphes se cristallisent, les dislocations s'alignent en joint de grains, les lacunes tendent à s'homogénéiser en distribution et à prendre avec la température l'équilibre qu'elles auraient dans un monocristal, les domaines deviennent moins nombreux (glissement de dislocation).

3^{ème} stade: Dans cette zone, l'aire de contact entre grains s'agrandit. C'est le début du frittage. Dans certains mécanismes, cet agrandissement de l'aire de contact s'accompagne d'un rapprochement des centres des grains de contact qui annihile la dilatation puis l'emporte sur celle-ci: c'est le début du retrait et de la disparition de la porosité ouverte.

4^{ème} stade: Le contact entre grains continue à croître, les pores de forme étoilée deviennent sphériques. Les zones plus fusibles interviennent sous formes de phases visqueuses. Les petits pores disparaissent par suite de l'échappement de bulles de gaz occlus. Les gros pores absorbent les plus petits et disparaissent parfois (affinage) par migration jusqu'à la surface en suivant les joints de grains. Les intersurfaces entre grains s'atténuent. Cette zone est appelée « zone de disparition des pores » où la densification s'opère par diminution de la porosité avec continuation du retrait.

5^{ème} stade: A ce stade, la densité du produit est maximale, c'est l'optimum que l'on puisse obtenir.

6^{ème} stade: Un phénomène nouveau apparaît: « la recristallisation ». Entre grains voisins de cristallisation, différemment orientés, s'opère un phénomène de réarrangement tels que les gros grains croissent aux dépens de leurs voisins plus petits par progression puis disparition du joint des grains. La lutte entre gros grains arrivant finalement à un contact se traduit par l'apparition de gros pores et augmentation de volume. C'est l'apparition d'une deuxième porosité généralement néfaste aux propriétés du produit. Pratiquement, ce stade est à éviter et l'on doit arrêter le frittage au stade 5.

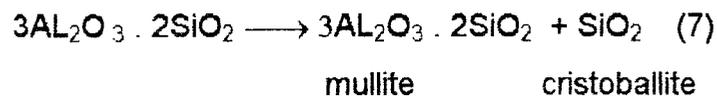
III.3.2. PROCESSUS DE VITRIFICATION DES PRODUITS NON POREUX

Comportement à la cuisson d'un mélange simplifié de composition [31]: kaolin pur, quartz, feldspath potassique (orthose).

* De 450 à 550°C, le kaolin se déshydrate et se transforme en méta-kaolin $Al_2O_3 \cdot SiO_2$.

* Vers 800°C, on suppose que la destruction de la structure du kaolin a conduit à la coexistence de l'alumine et de la silice à l'état libre.

* De 950 à 975°C (environ), combinaison en mullite de l'alumine et de la silice.



Les cristallisations de mullite sont indiscernables au microscope, mais mises en évidence par diffraction des rayons X. Le spectre d'abord très flou, indique la présence de sillimanite ou de mullite, il se précise peu à peu avec la montée en température; pour mettre en évidence la présence de mullite.

* Vers 1000°C, l'orthose réagit avec la silice (réaction entre solide) et peut donner un eutectique voisin de: $Al_2O_3 \cdot K_2O \cdot 12SiO_2$. C'est le début de l'apparition d'une phase liquide.

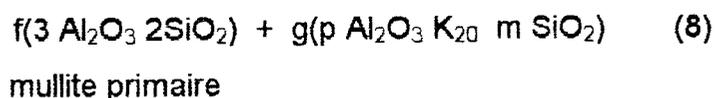
* Vers 1170°C, le feldspath libre est en fusion à son tour et il augmente l'importance de la phase vitreuse, encore très visqueuse.

Les cristallisations mullitiques grossissent sensiblement tout en restant indiscernables au microscope.

* Vers 1200°C, la phase vitreuse commence à attaquer le quartz blanc.

* Vers 1250°C, les cristallisations mullitiques deviennent visibles au microscope sous forme finement granulaire.

* Vers 1250 à 1280°C, la dissolution des plus fines particules de quartz par la phase vitreuse devient active avec formation d'un verre acide à 12 ou 15 SiO_2 pour $1K_2O$. Ce verre commence à attaquer la mullite en s'enrichissant de la silice et surtout d'alumine. Il se forme un verre porcelainique moins alcalin que le verre feldspathique.



Où: $2 \geq p > 1$ et $m > 12$

La mullite ainsi formée est baptisée par certains auteurs [31, 32] mullite « primaire » et estiment que cette dernière serait également dissoute dans le verre. A la saturation la mullite cristalliserait pour donner à nouveau de la mullite « secondaire ».

* Vers 1300°C, les cristallisations mullitiques granulaires grossissent peu à peu et se regroupent en chapelets.

* Vers 1300°C et 1400°C approximativement, le quartz diminue et tend à disparaître. La quantité de phase vitreuse augmente et devient fluide, d'où la croissance plus rapide de mullite dont les chapelets se transforment progressivement en aiguilles. Ces aiguilles grossissent à leur tour et s'enchevêtrent en formant un squelette freinant les déformations de la pâte.

Avec l'élévation de la température, la phase vitreuse de plus en plus fluide et agressive, ronge les cristaux de mullite et provoque l'écoulement visqueux de la pâte.

La limite supérieure de cuisson des produits céramiques est alors dépassée. La mullite reste cependant l'élément cristallin le plus important des produits vitrifiés. Tous les produits céramiques argilo-feldspathiques dont la température de cuisson dépasse 1000°C en contiennent. Mais elle n'est bien cristallisée que dans les produits vitrifiés.

III.3.3. CONSTITUANTS DU TESSON

Le tesson renferme trois éléments dans sa structure: la phase cristalline, la phase vitreuse et la phase gazeuse.

* **La phase cristalline:** La phase cristalline d'un produit céramique est représentée par un ou plusieurs minéraux différents ou leur solution liquide. Dans le cas du grès, la phase cristalline est composée de mullites primaire et secondaire qui représentent le produit de la cristallisation de la phase vitreuse pendant le refroidissement du tesson. Pour augmenter la teneur de ce dernier, on ralentit le refroidissement dans l'intervalle de cristallisation de la mullite. Cette intervalle est limitée par la température (1000 à 1200°C). Il y a les cristaux des modifications polymorphiques de la silice comme le quartz β et α cristoballite et encore les restes de la kaolinite ou de la montmorillonite ou des autres minéraux.

* **La phase vitreuse:** La phase vitreuse influe sensiblement sur toutes les propriétés du tesson céramique. Lors de la cuisson du produit céramique, on observe la formation d'une fusion des silicates soit à la base des minéraux du type feldspath,

soit des mélanges des silicates et alumineux silicates, des métaux mono et bivalent y compris le fer.

La teneur de la phase vitreuse dans le tesson dépend de la composition chimique et minéralogique de la masse de départ (pâte), de la température et de la durée de cuisson. La phase vitreuse détermine la vitesse de la formation des principaux minéraux du tesson et de sa structure finale. La fusion des silicates, étant durcie, forme la phase finale amorphe du tesson et représente l'un des éléments de la structure. Cette phase constitue 50 à 60% du volume total du tesson et est constituée par sa rigidité et sa fragilité face à la disposition acoustique des éléments structuraux. La fragilité est élevée quand la viscosité est au dessus de 10^{13} Pa, c'est à dire quand la phase vitreuse se trouve à la phase solide. Cette fragilité croît avec l'augmentation de la teneur des oxydes et des métaux alcalins.

Dans le cas du tesson de grès et de porcelaine, la phase vitreuse est la phase continue dans laquelle sont dispersées la phase cristalline et la phase gazeuse. Du point de vue structure, la phase vitreuse représente une masse contenant des cristaux microscopiques de mullite; on la nomme aussi phase vitromullitique dont la teneur est variable d'un produit à un autre. La teneur de la phase mullitique et vitromullitique s'accroît avec l'augmentation de la température de cuisson, son influence sur les propriétés du tesson dépend également de la proportion de la phase cristalline.

* **La phase gazeuse:** Cette phase représente le troisième élément de la structure du tesson céramique, elle occupe les pores et les vides entre les particules du tesson ainsi que les pores sphériques fermés dans la phase vitreuse. Elle représente le produit de la décomposition thermique des carbonates, sulfate et d'autres métaux. La phase gazeuse des pores isolés contient:

- 10 à 12% en CO_2 (il y a parfois de l' O_2),
- 0,1 à 1% de SO_3 ,
- 85% de N_2 .

Cette phase dépend de la qualité des pores fermés.

CHAPITRE IV

CHAPITRE IV

IV. LES ARGILES ET LES PRODUITS NON POREUX: CLASSIFICATION

IV.1. CLASSIFICATION DES ARGILES

Les argiles sont classées [10], en plusieurs groupes et selon plusieurs paramètres.

Tableau 1: Classification des argiles en fonction de la teneur massique en Al_2O_3 .

Groupes	Teneur en Al_2O_3 (%)
A haute teneur en alumine	Plus de 45
Hautement basiques	De 38 à 45
Basiques	De 28 à 38
Semi-acides	De 14 à 28
Acides	Au dessous de 14

Tableau 2: Classification des argiles selon la teneur en oxydes colorants.

Groupes	Teneurs (%)	
	Fe_2O_3	TiO_2
Avec une très faible teneur en oxydes colorants	Jusqu'à 1,0	Jusqu'à 1,0
Avec une faible teneur en oxydes colorants	> 1	> 1
Avec une teneur moyenne en oxydes colorants	1,5 à 3	1 à 2
Avec une haute teneur en oxydes colorants	>3	>2

Tableau 3: Classification selon la teneur en sels solubles dans l'eau.

Groupes	Teneur en sels solubles dans l'eau pour 100g d'argile en mg.équivalent
Avec faible teneur	de 1 à 5
Avec teneur moyenne	de 5 à 10
Avec haute teneur	> 10

Tableau 4: Classification selon la composition minéralogique.

Groupes	Minéraux prédominants (plus de 50%)
Kaolinitiques	Kaolinite
Hydromicacés	Hydromica
Montmorillonitiques	Montmorillonite
Hydromicacés-Kaolinitiques	Hydromica, kaolinite
Montmorillonito-kaolinitiques	Montmorillonite, kaolinite
Montmorillonito-hydromicacés	Montmorillonite, hydromica
Polyminéreaux	Contient 3 minéraux argileux et plus

Tableau 5: Classification selon la teneur en fractions finement dispersées.

Groupes de fraction	Teneur en particules en % taille < 10 microns	
	Hautement dispersées	Plus de 85
Moyennement dispersées	De 60 à 85	De 40 à 60
Faiblement dispersées	De 30 à 60	De 15 à 40
Grossièrement dispersées	30 et moins	15 et moins

Tableau 6: Classification selon la quantité, la taille et le type des inclusions à gros grains et leur humidité.

Groupes	Humidité des inclusions à taille supérieure à 5%
Avec faible teneur	< 1%
Avec teneur moyenne	1 à 5
Avec grande de teneur	> 5

Tableau 7: Classification selon la taille et le type des inclusions.

Groupes	Taille des d'inclusions prédominantes (plus de 50%) en mm
Avec inclusions de petite taille	< 1
Avec inclusions de taille moyenne	1 à 5
Avec inclusions de grande taille	> 5

Une autre classification en fonction de la fusibilité où les argiles se diffèrent selon leur point de fusion.

Tableau 8: Classification en fonction de la fusibilité.

Matières	Classe	Point de fusion (°C)	Couleur après cuisson
Argiles et kaolins	Réfractaires	1600 à 1750	Peu colorées
Argiles fusibles	A poterie	1100	Brunes, ocres, jaunes
Argiles plastiques	Réfractaires	1650 à 1750	Blanchâtres, noires ou grises
Argiles schisteuses	Réfractaires	1680	-
Argiles plastiques	A faïence	-	-
Argiles plastiques	A grès	1120 à 1280	Feu oxydant: beige-brun Feu réducteur: brun foncé

Parmi les argiles fusibles, on distingue trois grands groupes [33]:

- argiles ferrugineuses (cuisant rouge brun),
- argiles calcaires (cuisant jaune chamois),
- argiles siliceuses (cuisant chamois ou rouge brun).

Tableau 9: Classification des argiles fusibles.

Groupes d'argiles	Types d'argiles	Pourc. en Ca CO ₃ (%)	Pourc. en Fe ₂ O ₃ (%)	Cuisson t (°C)	Fusion t (°C)	Domaine d'utilisation
Ferrugineuses	Ordinaires	0 à 6	3 à 8	940 à 1040 brun rouge	1200 brun noirâtre	Fabrication engobe et glaçure sur pâte à grès
	Peu fusibles	0 à 3	8 à 17	1100 à 1150	1400 à 1600	Fabrication clinker et pâte et pour carreaux colorés
Calcaires	Marneuses	6 à 20	-	1000 jaune	1080 à 1200	Pâte à poterie
	Marnes argileux	20 à 40	-	1000 jaune	1080 à 1200	Pâte à poterie en présence de l'argile ferrugineuse
	Marnes calcaires	40 à 80	-	1000 jaune	1080 à 1200	Employées pour introduire le calcaire dans les pâtes
Siliceuses	Ferrugineuses (lumineuses ou Lehm)					Utilisées comme amaigrissant
	Eoliennes (Loess)					Utilisées comme amaigrissant

*** Classification des grès et des argiles à grès**

Comme tous les produits céramiques courants, les grès [34, 35] comportent une partie argileuse qui confère à la pâte la plasticité nécessaire à son façonnage. Dans les grès simples ou naturels cette argile cuira naturellement en grès; dans les grès composés il faudra lui ajouter les fondants appropriés susceptibles de provoquer sa vitrification. On a donc été amené à classer les argiles utilisées dans la fabrication des grès en fonction de leur pouvoir plus ou moins grand de grésage spontané, ce qui amène à distinguer:

*** Les argiles grésantes proprement dites:** donnent un tesson vitrifié compact et imperméable pour des températures de cuisson variables échelonnées de 1100 à 1280°C suivant la nature du fondant qu'elles contiennent. Au point de vue

minéralogique, ce sont les argiles qu'on dénommait autrefois argiles à mica ou argiles micacées et qu'on range maintenant dans la catégorie des illites.

* **Les argiles réfractaires:** constituent l'autre pôle extrême de la classification; elles restent poreuses et sans résistance mécanique importante jusqu'à 1400°C et plus. Elles ne pourront être utilisées dans la fabrication des grès qu'avec addition de fondants appropriés. Minéralogiquement ce sont typiquement des kaolinites.

* **Les argiles semi-grésantes:** constituent les intermédiaires entre les précédentes. Elles servent uniquement à la cuisson, prennent une cohésion importante et la phase vitreuse s'y développe de façon notable. Pour être complètement vitrifiées et imperméables, elles doivent subir des cuissons à haute température égale ou supérieure à 1280 - 1300°C. Minéralogiquement ce sont des mélanges de kaolinites et d'illites; c'est à dire des argiles kaolino-illitiques. Leur température de vitrification complète sera d'autant plus basse qu'elles contiendront davantage d'illite et se rapprocheront davantage des argiles grésantes types.

IV.2. LES PRODUITS NON POREUX

IV.2.1. DEFINITION DES PRODUITS NON POREUX

Le grès cérame [36, 37] fin vitrifié est un produit céramique constitué à partir d'un mélange d'argiles vitrifiables avec ou sans adjonction de fondant ordinairement alcalin (roches feldspatiques notamment). Avec ou sans adjonction de colorant, ce mélange étant cuit afin d'obtenir un produit fini non susceptible d'altération, ni d'évolution physique, chimique ou physico-chimique dans le temps.

Ce matériau est compact, homogène, incombustible et a une dureté mohs égale ou supérieure à 6. Il résiste aux acides et bases à l'exception de l'acide fluorhydrique et autres réactifs susceptibles de provoquer la formation de fluorures de silicium et des solutions silicates alcalines. Son coefficient de dilatation linéaire à la chaleur est de l'ordre de $4.10^{-6} / ^\circ\text{C}$ à $8.10^{-6} / ^\circ\text{C}$.

Les grès cérames se caractérisent par une absorption de 3 à 4. Ils se prêtent à rester brut c'est à dire non émaillés, leur charme est du alors aux teintes acquises par le tesson, expression de la composition des différentes terres et leur évolution au

cours de la cuisson. Lors de cette dernière, les variations de teintes des tessons avec les oxydes de fer sont particulièrement significatives.

* **Les grès émaillés:** obtenus d'une façon analogue [37], mais la coloration et la brillance accrue de la surface sont obtenues par une couche d'émail déposée avant la cuisson et qui se vitrifie à haute température en même temps que le grès cérame, ce qui assure une liaison parfaite entre l'émail et le support grès. Ce dernier est moins résistant à l'abrasion et aussi employé en revêtement sol, en mur de salle de bain, de cuisine, aussi bien à l'intérieur qu'à l'extérieur des boutiques des immeubles etc...

* **Les grès cérames:** c'est un mélange intime d'argile, de quartz, de feldspath, mis en forme de carreaux par pressage à sec et cuit à une température de 1200 à 1300°C, tel que le flux vitreux, qui se forme dans la masse du produit, provoque une concrétisation puis une recristallisation. Après refroidissement, le produit obtenu présente une capacité d'absorption très minime, une dureté remarquable et une certaine brillance. Les grès cérames sont constitués d'argile plastique avec adjonction de fondant et parfois de chamotte. Il sont obtenus soit par filage (tuyaux, dalles, briques), soit par pressage en poudre (carreaux de grès cérames, dalles antiacides etc). Leur composition rend le processus de séchage délicat (risque de fentes) et impose un traitement thermique parfaitement adapté. Toute incuisson entraîne une persistance de porosité, toute surcuisson des déformations importantes.

Malgré les caractéristiques d'inaltérabilité et d'imperméabilité du tesson, certains grès sont émaillés en vue de:

- modifier leur aspect (poterie, carrelage),
- faciliter l'entretien (carrelage des paillasses de laboratoires),
- annuler toute porosité résiduelle.

Le grès est susceptible de recevoir également une glaçure par volatilisation de sel au cours de la cuisson.

IV.2.2. CLASSIFICATION DES PRODUITS NON POREUX

Les carreaux de revêtement de sol ou de mur comportent:

- les carreaux de grès cérame fin vitrifié émaillés,
- les carreaux de grès cérame fin vitrifié,
- les carreaux de grès salé fin vitrifié,

- les carreaux de faïence,
- les carreaux de terre cuite émaillés ou non.

* **Le 1^{er} type de carreaux:** est constitué d'un tesson à grains fins cristallisés, admettant une absorption d'eau comprise entre 0,5 et 2,5%. Le tesson blanc est constitué d'argile cuisante blanche (kaolin de Tamazert et DD3), de fondant, de dégraissant et de chamotte.

* **Le 2^{ème} type de carreaux:** est constitué de tesson uniquement non émaillé, dont les propriétés sont identiques à celles du gré cérame fin vitrifié émaillé. Ce tesson est très vitrifié et serait constitué d'argile cuisante principalement blanche. Ces carreaux pouvant être colorés par addition de colorants (oxyde de cobalt, oxyde de chrome etc...) dans la masse constituant le tesson.

* **Le 3^{ème} type de carreaux:** est généralement constitué d'un mélange d'argile, de chamotte et parfois de sable quartzeux, grossièrement broyé dans des broyeurs à meules. La pâte plastique est emmagasinée pour subir une fermentation. Les produits sont obtenus par filage (extrusion). Ces carreaux sont obtenus sous forme de grands formats épais et dont le tesson est très souvent poreux. La déformation des carreaux est parfois importante.

* **Le 4^{ème} type de carreaux:** est constitué d'un biscuit de couleur blanche ou rouge recouvert sur une de ses surfaces d'une couche d'émail unie nuagée ou décorée, opacifiée ou transparente. La pâte est mélangée d'argile additionnée ou non de feldspaths, de quartz, de chaux, de kaolin ou de chamotte. L'émail est un mélange de fritte opaque ou transparente, de kaolin, de feldspath, de quartz de verre, d'oxyde de sel et d'alcalino-terreux.

* **Le 5^{ème} type de carreaux:** est formé d'une pâte utilisant, sans préparation spéciale, des argiles ferrugineuses séchées au soleil puis emmagasinées sous hangar. L'argile est concassée, broyée puis humidifiée sous forme de poudre d'humidité (5 à 6%), puis pressée. L'autre méthode consiste à malaxer l'argile et l'extruder par la suite. La cuisson peut être réalisée en bi ou monocuisson. Après cuisson, le tesson possède une grande porosité. L'accord tesson-émail n'est pas toujours obtenu. Ces carreaux sont colorés dans la masse et cuits à 1200 à 1300°C.

IV.2.3. CARACTERES FONDAMENTAUX DES GRES

A coté de leur faible porosité qui constitue leur caractère spécifique, les grès possèdent les caractéristiques suivantes:

a) L'imperméabilité du tesson: elle est la conséquence de sa faible porosité. De ce fait le tesson n'absorbe qu'une faible quantité d'eau, de graisse liquides etc...

b) Pas de difficultés: dans la réalisation d'un accord satisfaisant entre le tesson et l'émail: le tesson très vitrifié contient une proportion assez grande en phase vitreuse. Sa nature se rapproche beaucoup de celle de l'émail qui le couvre. Le tesson et l'émail possèdent de fortes analogies avec le verre, leur dilatation et leur élasticité sont également très voisines.

c) Solidité et résistance mécanique supérieure à celle des produits non vitrifiés. Par suite du développement de la phase vitreuse, le tesson de grès est plus homogène que celui des produits non vitrifiés. Ces différents constituants sont bien cimentés, plus étroitement enrobés, solidement reliés les uns aux autres que ceux des pâtes moins vitrifiées, il en résultera des propriétés mécaniques plus favorables ainsi que le montre la comparaison sur le tableau 11:

Tableau 11: Propriétés mécaniques des grès, porcelaine et faïence.

Produit	Résistance	
	A l'écrasement (Kgf/cm ²)	A la flexion (Kgf/cm ²)
Grès et porcelaine	5000 à 6000	400 à 650
Faïence	800 à 1200	200 à 350

d) Déformabilité à la cuisson sous haute température. Ceci est du à la teneur élevée en fondant qui occasionne le ramollissement du tesson sous l'action de la chaleur.

e) Température de cuisson supérieure à celle des faïences. Il serait inutile de cuire à une température aussi basse que celle qui est nécessaire. Selon le genre de grès, ces derniers seraient biscuités entre 1200 à 1410°C (grès et porcelaine).

f) Aussi bien grès que porcelaine, on peut utiliser la pièce sans émail tout en gardant un tesson imperméable.

g) La cassure est toujours plus ou moins vitreuse et brillante. Elle est distinguée de celle des faïences qui est terreuse et mate.

h) Réfractérite relative du tesson: moins réfractaire par rapport à celle des faïences.

Conclusion: Les grès constituent une famille de produits céramiques qui possèdent un ensemble de caractéristiques qui les groupent et les apparentent notamment les uns aux autres. Leurs caractéristiques physiques (dureté, résistance mécanique, propriétés électriques etc...) sont supérieures à celles des produits moins vitrifiés.

IV.2.4. TECHNOLOGIE DE FABRICATION DES CARREAUX SOLS

Les produits de base utilisés dans l'industrie céramique sont plus ou moins purs. Les impuretés déterminent le plus souvent la méthode de fabrication des produits finis. Les produits de base doivent être broyés sous forme d'une barbotine soit à l'état sec, soit à l'état humide [39].

Le broyage en phase humide exige un séchage rendant le procédé plus coûteux en consommation d'énergie. Il est choisi pour obtenir une réduction très fine des grains et une meilleure homogénéisation.

Le broyage à sec est utilisé quand on dispose de matières premières extrêmement pures ou pour produire des matériaux de qualité courante. C'est pourquoi, il est nécessaire de broyer les matériaux à sec si leur qualité le permet. Nous devons noter que la méthode de broyage détermine également la méthode de cuisson.

a) Broyage à sec : Les matières (non plastiques), comme le feldspath, sont préalablement concassées. Les argiles (matières plastiques) peuvent être en motte ou fragmentées. En ce qui concerne ce procédé de préparation de la poudre, l'homogénéité de cette dernière est moins bonne. Si les produits de base sont broyés très fins, le pulvérifiant perd sa coulabilité, rendant ainsi l'alimentation des presses extrêmement difficile (épaisseur, distribution non régulière, déformation, bulles d'air prisonnières) en provoquant un phénomène de feuilleteage.

Pour y remédier, il serait intéressant d'avoir des grains un peu plus grands afin de parvenir à une meilleure coulabilité. Mais de nouveaux problèmes surgissent (forme irrégulière après cuisson): fêlures et surtout la présence de petits points provoqués par les impuretés contenus dans les argiles, étant donné le haut pourcentage de refus, qu'il faudrait éliminer avant de parvenir à l'émaillage. C'est pour cette raison que le broyage à sec exige toujours une bicuisson.

b) Broyage humide: Tenant compte des problèmes mentionnés ci-dessus, l'industrie céramique adopte le procédé de broyage en phase humide des matières premières. Cette méthode permet d'obtenir une granulométrie bien répartie et de résoudre le problème des impuretés; cependant l'inconvénient réside dans un excédent d'eau qu'il faut éliminer par une phase ultérieure au cours du procédé, figure 8.

Ce procédé est réalisé soit en faisant passer la barbotine à travers des filtres presses puis sur des extrudeuses avant le séchage des galettes et leur concassage pour obtenir une poudre (produit granuleux), soit par atomisation de la suspension argileuse avec un taux d'humidité résiduel de 5 à 7%.

La première méthode crée des granulés d'une forme très irrégulière avec une coulabilité qui n'est pas parfaite. Ceci est dû au fait que le produit a une texture angulaire, alors que l'atomisation délivre un produit granuleux de forme régulière et bien parfaite. L'excès d'eau doit être évaporé en consommant une grande énergie, cependant l'avantage de ce procédé, suivi d'un séchage par atomisation, permet l'obtention des carreaux qui sont assez résistants au gel, avec une faible porosité et d'une bonne qualité. Le broyage par voie humide permet également la monocuisson pour les carreaux sols ou cuisson rapide étant donné le pourcentage du refus qui est inférieur à 5%.

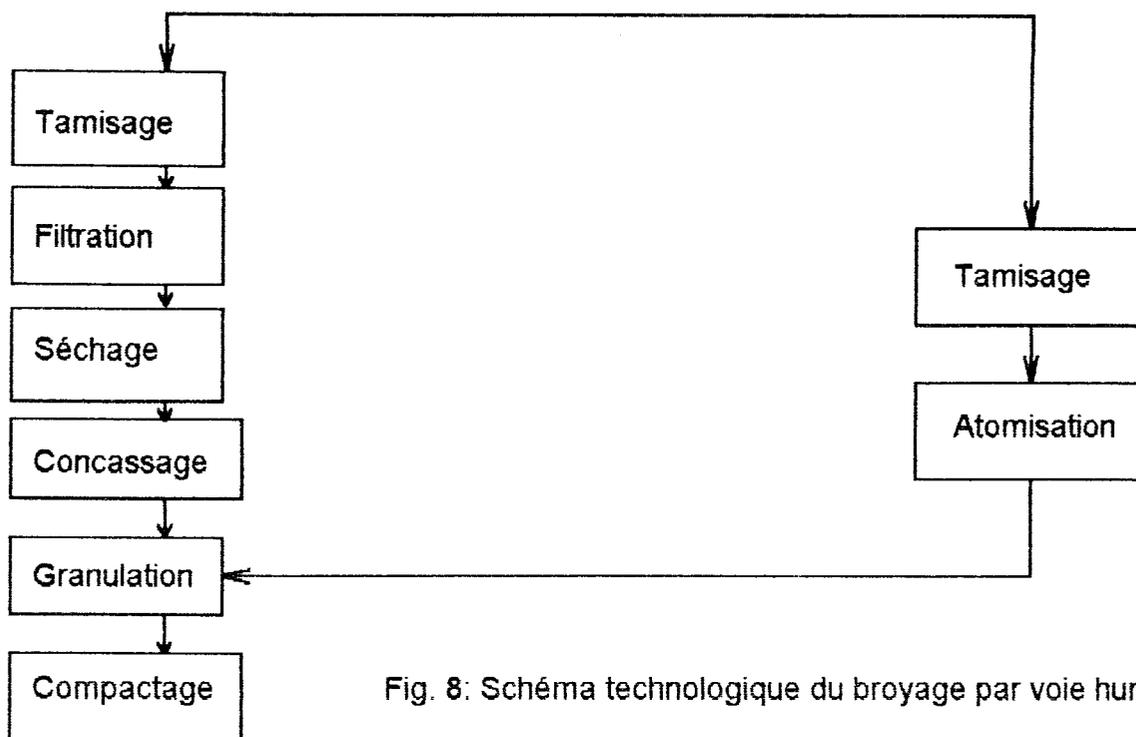


Fig. 8: Schéma technologique du broyage par voie humide.

IV.2.5. CARACTERISTIQUES D'EMPLOI ET DE FABRICATION

Il est nécessaire de connaître les possibilités d'emploi des différents produits en fonction de leurs caractéristiques et des contraintes d'usage auxquels ils sont destinés.

Les tableaux 12 et 13 [45] font apparaître que les caractéristiques des carreaux céramiques sont conditionnées par les traitements thermiques qu'ils ont subi durant leur fabrication. En partant d'une certaine composition dont on fait subir un certain traitement thermique (cuisson), on obtient un produit qui représente une série de caractéristiques bien définies (résistance mécanique, résistance à l'abrasion, choc thermique, porosité, absorption, dilatation etc...).

Tableau 12: Caractéristiques des carreaux céramiques en fonction de la résistance.

Produits	Faïences	Grès cérames	Grès émaillés
Caractéristiques			
Forme	Très divers; carré, rectangulaire, hexagonale, trefle.		
Porosité (%)	12 à 15	0,5 à 2,7	2,5
Coloration	Blanches ou colorées	Très variés	Blancs ou légèrement colorés
Résistance à la flexion (Kgf/cm ²)	180 à 220	>350	350 à 460
Dureté (Mohs)	5	6 à 7	5

Tableau 13: Caractéristiques des carreaux céramiques en fonction de la température.

Produits	Faïences	Grès cérames	Grès émaillés
Caractéristiques			
Température de cuisson (°C)	1040 à 1100	1100 à 1380	1100 à 1320
Coefficient de dilatation	$(4 \text{ à } 8) \cdot 10^{-5}$	$(5 \text{ à } 7) \cdot 10^{-5}$	$(5 \text{ à } 7) \cdot 10^{-5}$
Retrait à la cuisson (%)	1	4 à 8	4 à 8

CONCLUSION

L'intérêt principal que nous retenons de cette étude bibliographique est que:

- Les argiles présentent des compositions chimiques variées qui se répercutent sur les analyses. Il importe donc de déterminer avec précision les minéraux effectivement présents car certains d'entre eux, même en faible quantité, peuvent avoir une influence non négligeable sur les propriétés mécaniques ou sur l'évolution du matériau lorsque celui-ci est soumis à des changements de condition physico-chimique.

- L'étude du matériau argileux à différentes échelles (de la roche totale à la particule) s'avère indispensable pour mettre en évidence les relations entre les différents minéraux constitutifs du matériau qui doit être utiliser.

- Le comportement des pâtes céramiques contenant les minéraux rencontrés dans l'argile est lié à la forme, à la taille des particules, à la présence des éléments nocifs ainsi qu'à la façon dont l'eau est absorbée.

- L'optimisation d'une pâte céramique nécessite la connaissance des propriétés physiques et le comportement à la cuisson non seulement des argiles mais aussi des additifs.

- Le choix du procédé.

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE V

V. EXPERIMENTATION ET TRAITEMENT DES RESULTATS

V.1. ESSAIS PRELIMINAIRES

L'argile AEK appartient au gisement d'argiles schisteuses. Selon les données géologiques, les minéraux accessoires sont surtout représentés par des grains de quartz (plus abondant en surface qu'en profondeur) et localement par des carbonates en plus faibles quantités.

V.1.1. ANALYSE CHIMIQUE

L'analyse est réalisée par le spectromètre séquentiel (annexe 1). Elle consiste à déterminer les oxydes qui constituent la matière première céramique et leurs proportions, ainsi que le domaine d'utilisation de l'argile. Les résultats obtenus sont portés dans le tableau 14.

Tableau 14: Composition chimique de l'argile (AEK).

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂	MnO	PF
Teneur (%)	60,10	16,83	7,69	0,89	2,87	0,63	1,93	0,76	0,19	0,82	0,18	6,60

Discussion

Cette analyse a révélé que:

- L'élément prédominant est le SiO₂ (60,10%). Cet oxyde est nécessaire pour le grésage et constitue l'élément fondamental de la phase vitreuse.

- La teneur en Al₂O₃ comprise dans l'intervalle 10 à 20% permet de classer l'argile dans le groupe des argiles semi-acides. Ces argiles peuvent être utilisées pour la poterie puisque leur fusibilité résulte d'une teneur assez élevée en Al₂O₃ (16,82%). En effet, ceci permet le développement de la phase mullitique ainsi qu'une certaine réfractarité et une résistance mécanique du produit.

- La teneur en Fe_2O_3 est comprise entre 3 et 8%, ce qui montre que l'argile est peu fusible et ferrugineuse. La présence de Fe_2O_3 joue le rôle de colorant pour le tesson et agit comme fondant en cuisson oxydante. D'autres oxydes comme le CaO et MgO, qui sont des alcalino-terreux, empêchent la densification du tesson.

- Le CaO compris dans l'intervalle 0 à 3% révèle que l'argile est peu fusible et ferrugineuse.

- Le Na_2O et le K_2O jouent un rôle de fondants énergétiques qui proviennent généralement de la muscovite, se trouvant dans les argiles et quelquefois des feldspaths non décomposés.

- Le TiO_2 exalte la coloration due au sel de fer. Il est sans action jusqu'à 2%.
Le reste des oxydes ont des teneurs assez faibles, leur influence est sans importance.

V.1.2. ANALYSE MINÉRALOGIQUE

Cette analyse permet de révéler la structure cristalline des particules d'argile (de rayon inférieur au micron) qui ne peuvent être contrôlées au microscope optique en vue de déterminer les distances réticulaires caractérisant la composition cristalline de l'argile et aboutissant à une classification vraie des minéraux.

La méthode utilisée est celle de DEBYE-SCHERRER [40] (analyse par diffraction X). Le but de cette analyse est la détermination de l'influence de la composition minéralogique sur les propriétés technologiques de l'argile à utiliser. La détermination des minéraux contenus dans l'argile étudiée est révélée par le diagramme (annexe 2). Le tableau 15 donne la composition minéralogique de l'argile étudiée.

Tableau 15: Composition minéralogique de l'argile AEK.

Minéraux	Teneur (%)
Quartz	34
Calcite	1,5
Feldspath	3
Minéraux ferrugineux	7,5
Kaolinite *	25
Illite *	16,5
Chlorite	12,5
Présence de l'hématite et de la sidérite	

* Argile kaolino-illitique

Ce type d'argile est kaolino-illitique, constitué de mélange en proportions variables de kaolinite réfractaire et d'illite grésante. Les principaux minéraux contenus dans cette argile sont de fins micas (minéral illite) et éventuellement de la kaolinite. Ces micas confèrent à cette argile des propriétés « fondantes » et sont de ce fait dénommés des argiles grésantes. Ces dernières ne cuisent pas blanches et trouvent un champ d'application idéal dans l'industrie des carreaux de faïence, grès cérames et grès émaillés.

V.1.3. ANALYSE GRANULOMETRIQUE

Cette analyse a pour but de classifier la composition granulométrique selon les dimensions des particules. Elle est réalisée selon trois méthodes:

- par voie humide (valable pour des particules de dimensions supérieures à 5 μ),
- par sédimentation (dimensions des particules entre 2 à 5 μ),
- par centrifugation (dimensions des particules inférieures à 2 μ).

Toutes ces méthodes ont pour caractère commun l'influence de la granulométrie sur les propriétés technologiques de l'argile.

L'analyse granulométrique de l'argile AEK a été réalisée par la méthode de sédimentation (par la pipette de ROBINSON).

Cette méthode d'analyse est basée sur les différentes vitesses de chute des particules sous l'influence de l'accélération de la gravité et permet de résoudre deux problèmes simultanément à savoir:

- la détermination des dimensions des grains,
- l'évaluation de leur rapport quantitatif.

Les résultats d'analyse sont donnés au tableau 16.

Tableau 16: Résultats d'analyse par sédimentation.

Matière (%)	Dimensions des particules (mm)				
	1 à 0,063	0,063 à 0,01	0,01 à 0,005	0,005 à 0,001	< 0,001
AEK	26,68%	28,72%	14,56%	1,20%	28,84%

L'argile AEK possède une teneur en fraction fine un peu élevée qui lui confère une bonne plasticité et un pouvoir liant. Ce type d'argile résiste assez bien à l'état cru qu'à l'état sec et présente un bon frittage.

Les caractéristiques physiques et mécaniques de l'argile AEK sont les suivantes:

a) Caractéristiques physiques:

- humidité naturelle: 4,16%,
- humidité de façonnage: 19,56%
- retrait sur sec: 1,36%,
- sensibilité au séchage: 1,42% déterminée par la méthode de BIGOT (annexe3) à l'aide du barellatographe (annexe 1) (avec retrait moyen égal à 1,42% et humidité moyenne égale à 12,38%). [41, 42, 43]

b) Caractéristique mécanique:

Résistance à la flexion sur cru: 17,25 kgf/cm²

V.1.4. ANALYSE DILATOMETRIQUE

L'analyse dilatométrique est réalisée à l'aide du dilatomètre (annexe1), selon la norme EN103. Elle consiste à mesurer les variations dimensionnelles d'une substance en fonction de la température. La courbe de dilatation obtenue nous renseigne sur les points critiques causés par les transformations physico-chimiques qui se sont déroulées au sein de l'éprouvette en fonction de la température.

L'analyse sur cru des argiles (figure 9), nous fournit des données sur les transformations allotropiques qui se passent lors de la cuisson.

L'analyse sur cuit (figure 10), nous a permis de déterminer le coefficient de dilatation linéaire de la matière qui est très important pour l'adhérence des glaçures sur le biscuit.

V.1.4.1. INTERPRETATION DES COURBES DILATATION-RETRAIT

a) Echantillon cru:

L'argile étudiée (figure 9) subit une dilatation régulière au cours du chauffage. Elle se poursuit jusqu'à la température 530°C et est due au départ de l'eau zéolitique poursuivi d'un faible retrait puis devient brusquement plus rapide dans l'intervalle de température 530 à 630°C. Ceci est dû au départ de l'eau de constitution qui provoque l'apparition d'un gonflement de l'échantillon. Entre 630 et 760°C nous observons un léger palier dû à la présence du quartz dans l'argile dont le groupement des particules s'est achevé. La texture est redevenue solide et résistante. Enfin, à la température 760°C, a lieu le grand retrait lié à d'autres transformations allotropiques.

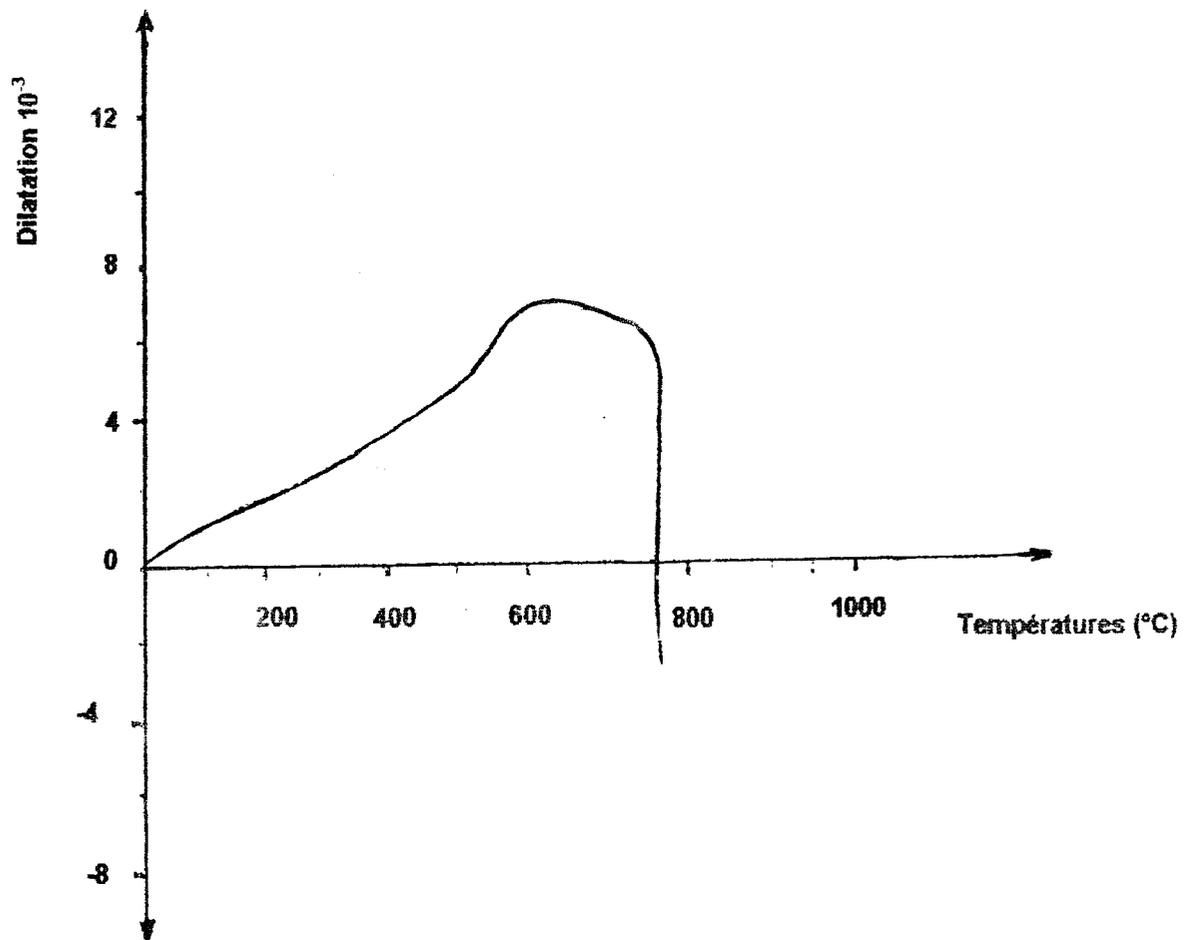


Fig. 9: Courbe dilatation-retrait (échantillon cru: argile à l'état naturel sans ajout).

b) Echantillon cuit:

Après cuisson des échantillons, les propriétés (figure 10) physiques et chimiques de la masse sont totalement modifiées. La silice, se trouvant à l'état libre, se combine avec les fondants (CaO, MgO, Fe₂O₃, K₂O, Na₂O) pour former la phase vitreuse.

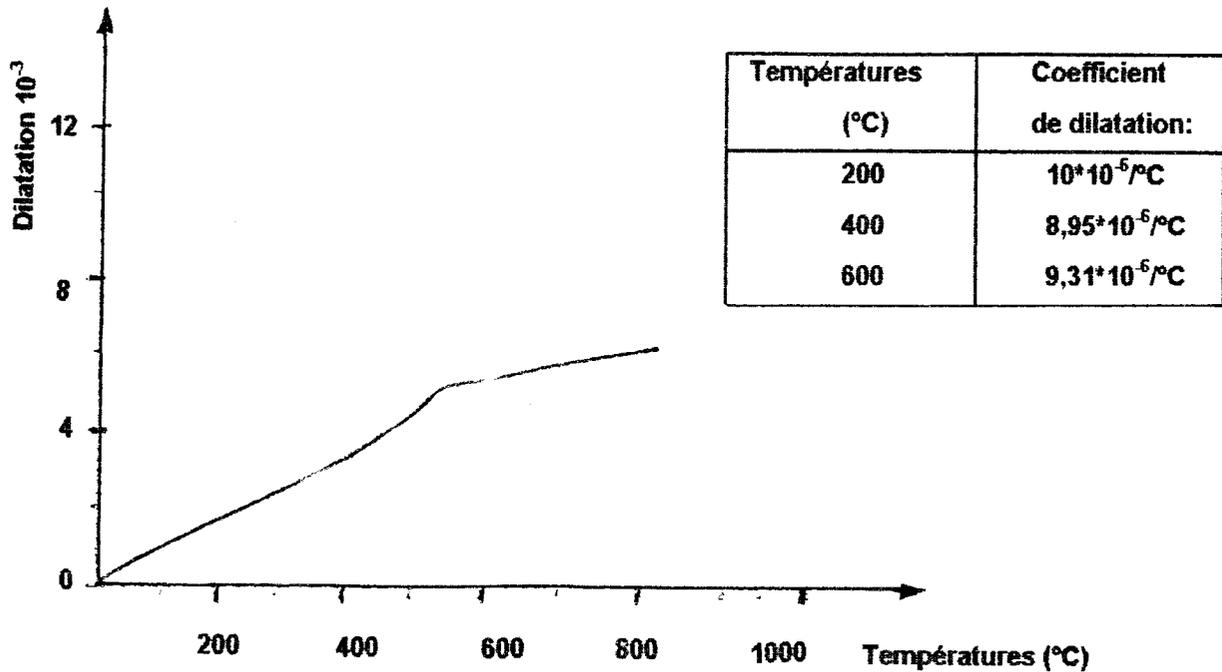


Fig. 10: Courbe de dilatation thermique en fonction de la température (échantillon cuit à 1000°C).

L'analyse au microscope de chauffe nous révèle que:

- la température de ramollissement (déterminée à l'aide du microscope de chauffe) est de 1420°C,
- la température de fusion est de 1450°C (les photos prises au microscope de chauffe sont consignées en annexe 4).

V.1.4.2. ANALYSE DES CARREAUX FACONNES.

Les caractéristiques physico-mécaniques de l'échantillon cuit à différentes températures sont reportées dans les tableaux 17 et 18.

Tableau 17: Caractéristiques physico-mécaniques pour carreaux sols.

Température (°C)	950	1000	1050
Retrait sur cuit (%)	3,77	5,52	6,91
Absorption (%)	6,3	4,3	1,8
Résistance à la flexion sur cuit (kgf/cm ²)	>239,46	>250	>300

Tableau 18: Caractéristiques physico-mécaniques pour carreaux revêtements.

Température (°C)	950	1000	1050
Retrait sur cuit (%)	3,77	5,52	7,02
Absorption (%)	6,8	4,45	1,5
Résistance à la flexion sur cuit (kgf/cm ²)	177,6	233,74	>284,99

Discussion:

On constate:

- Un grand retrait qui atteint la valeur de 6,91% pour les carreaux sols et dépasse les 7% pour les carreaux revêtements muraux. [45]

- Avec l'augmentation de la température, l'absorption diminue. Cette diminution rapide de l'absorption et l'augmentation du retrait sont dus à la formation avancée de la phase vitreuse constituée par les alcalis (2,69%).

- La teneur assez considérable des alcalis permet le développement de la phase vitreuse et par conséquent une densification causée par la réaction entre la phase liquide et la phase solide donnant ainsi un matériau dense avec une absorption minimale et une résistance mécanique maximale.

Conclusion:

L'étude a permis de montrer que le carreau obtenu présente, après cuisson, les caractéristiques physico-mécaniques recherchées ainsi qu'une couleur désirable et acceptable [45]. Nous pouvons dès à présent préconiser l'argile AEK pour l'obtention des carreaux sols.

V.2. CHOIX DES MATIERES COMPLEMENTAIRES: MELANGES

Après les essais de base, nous avons jugé utile d'observer le comportement de l'argile AEK, en incorporant d'autres matières complémentaires comme le kaolin de Tamazert traité (KTT), le feldspath de Aïn Barbar (FAB) et le sable d'Azzefoun (SAZ).

V.2.1. ANALYSE CHIMIQUE ET MINERALOGIQUE

V.2.1.1. ANALYSE CHIMIQUE AU SPECTROMETRE SEQUENTIEL

Nous avons résumé les résultats de cette analyse au spectromètre séquentiel (annexe 1) dans le tableau 19.

Tableau 19: Analyse chimique des matières complémentaires.

Matières	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	Ti O ₂	MnO	Cr ₂ O ₃	PF
KTT	49,93	34,62	1,55	0,21	0,43	0,06	2,76	0,17	-	0,33	-	-	9,85
FAB	74,47	13,21	0,34	0,38	0,58	0,11	10,10	0,20	-	-	-	-	0,39
SAZ	90,19	2,40	2,13	1,27	0,84	0,18	0,19	0,13	0,05	0,10	0,06	0,01	1,92

V.2.1.2. ANALYSE MINERALOGIQUE

a) Kaolin de Tamazert (KTT): L'analyse par diffraction « X » nous a montrée que le KTT est composé de trois minéraux: la kaolinite (minéral prédominant), la muscovite et le quartz (proportions et graphe sont donnés en annexe 5). On remarque qu'à la température 1305°C le kaolin de Tamazert ne fond pas car sa température de fusion est très élevée (température de fusion du kaolin pur est de l'ordre de 1750°C).

b) Feldspath de Aïn Barbar (FAB): L'analyse par diffraction « X » a révélé une présence de quartz avec une teneur assez élevée de kaolin, de feldspath et des minéraux ferrugineux de faibles pourcentages (proportions et graphe en annexe 6). Les feldspaths sont des roches assez dures qui se vitrifient à des températures supérieures à 1100°C. Le FAB est un feldspath potassique souillé par le quartz. C'est une roche peu friable et de dureté moyenne. Elle nécessite un traitement pour séparer le quartz du feldspath et diminuer les matières ferrugineuses.

c) Sable d'Azzefoun (SAZ): L'analyse par diffraction « X » a révélé la présence du quartz qui représente l'élément prédominant, plus des minéraux accessoires tels la calcite (secondaire), des minéraux argileux d'illite muscovite et le feldspath (proportions et graphe en annexe 7). Le SAZ est un sable quartzueux très mal classé, caractérisé par un faible taux de fragments de roches presque inexistants et par la présence d'une pellicule d'argile oxydée autour des quartz. La distribution granulométrique est bimodale (environ 40% de grains grossiers pour 60% de grains fins). La morphologie est arrondie à sub-arrondie pour les grains grossiers et sub-angulaire pour les grains fins.

V.2.2. DETERMINATION DES COMPOSITIONS CHIMIQUES SUR PATE CRUE ET CUITE

L'étude des matières complémentaires, nous ramène à un choix rationnel de cinq mélanges qu'on a regroupé dans le tableau 20.

Le choix doit porter sur l'obtention d'abord d'une bonne terre à grès naturelle. Quand on ne dispose pas d'une telle argile, on peut composer des pâtes à partir des argiles ayant une haute température de cuisson. Par exemple le kaolin avec une argile plastique, du feldspath et du quartz s'il est nécessaire.

Pour arriver à trouver le mélange de ces composants afin d'obtenir une pâte à grès, il faut connaître les propriétés physiques de l'argile, le comportement à la cuisson ainsi que les propriétés des autres matières complémentaires.

En général toute modification de la pâte a pour objet la mise au point de ses propriétés pour donner la plasticité, le retrait, la résistance mécanique etc... Comme l'argile AËK est une argile peu fusible, on doit lui associer une quantité de sable fin en proportion faible entre 5 et 10%. Dans notre cas nous avons pris le minimum qui est de 5% car dans le KTT et le FAB existe également une certaine quantité de silice. Quant à la quantité d'argile pour carreaux sols, elle peut varier de 50 à 70%. Dans notre cas le choix est porté pour une teneur intermédiaire.

En ce qui concerne le KTT, pour les carreaux sols, sa teneur doit être à peu près de 55%. Cette matière nous donne la réfractérité au produit, mais à des quantités assez grandes nous aboutissons à la formation prématurée de la mullite avec apparition de déformations du produit.

Comme l'argile AEK et le FAB contiennent à leur tour une certaine quantité d' Al_2O_3 cela nous amène à choisir des teneurs qui varient d'une façon décroissante de 27 à 20%.

Pour le FAB, la teneur exigée pour les carreaux sols est de 8 à 20%. Comme il est responsable de la formation de la phase vitreuse et l'obtention d'une bonne texture du produit, nous l'avons fait varier par ordre de croissance.

Tableau 20: Composition rationnelle des mélanges.

Composition (%)	I	II	III	IV	V
Matières					
AEK	60	60	60	60	60
KTT	27	25	23	21	20
FAB	8	10	12	14	15
SAZ	5	5	5	5	5

Des analyses chimiques (tableaux 14 et 19), de toutes les matières premières devant être introduites dans les cinq mélanges, on détermine l'apport de chaque matière en chaque élément de la composition chimique de la pâte crue. A titre d'exemple dans la composition rationnelle du mélange I, pour l'élément SiO_2 on note:

- 60% d'AEK à 60,10% de SiO_2 apporte 36,06% de SiO_2 dans la pâte crue,
- 27% de KTT à 49,93% de SiO_2 apporte 13,48% de SiO_2 dans la pâte crue,
- 8% de FAB 74,47% de SiO_2 apporte 5,96% de SiO_2 dans la pâte crue,
- 5% de SAZ 90,19% de SiO_2 apporte 4,51% de SiO_2 dans la pâte crue.

Les autres éléments des analyses chimiques (tableaux 14 et 19) sont déterminés d'une manière analogique. La composition chimique totale de la pâte crue est donnée dans le tableau récapitulatif 21.

Tableau 21: Composition chimique totale de pâte crue de la composition I.

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PF	Total
Teneur (%)	60,01	20,63	5,15	0,68	1,93	2,73	0,53	0,58	0,11	0,11	0,41	6,77	99,65

Afin de connaître l'analyse chimique centésimale sur le cuit, il suffit d'éliminer la perte au feu et le SO₃ et emmener le total des éléments à 100%.

$$\Sigma(\text{SO}_3 + \text{PF}) = 7,18\% \quad (7)$$

Où: - PF, perte au feu.

Le reste des oxydes sera:

$$99,65\% - 7,18\% = 92,47\%$$

La composition chimique sur le cuit est déterminée d'après la formule (8):

$$\frac{\% \text{ d'oxyde de l'élément considéré} * 100}{\% \text{ total des oxydes de la pate crue} - \Sigma (\text{SO}_3 + \text{PF})} \quad (8)$$

Dans le tableau 22, il est reporté la composition chimique de la pâte cuite.

Tableau 22: Composition chimique de la pâte cuite de la composition I.

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PF
Teneur (%)	64,89	22,31	5,58	0,73	2,09	2,95	0,57	0,63	0,12	0,12	-	-

L'apport des autres matières en chaque élément de la composition chimique sont donnés dans le tableau 23.

Tableau 23: Tableau récapitulatif des pourcentages de chaque oxyde dans chaque matière de la composition I.

Matières	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ti O ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PF
AEK	36,06	10,1	4,61	0,53	1,73	1,16	0,46	0,49	0,11	0,11	0,38	3,99
KTT	13,48	9,35	0,42	0,057	0,12	0,75	0,046	0,09	-	-	0,016	2,66
FAB	5,96	1,06	0,027	0,03	0,05	0,81	0,016	-	-	-	0,008	0,03
SAZ	4,51	0,12	0,106	0,063	0,04	0,0095	0,0065	0,005	0,0025	0,003	0,009	0,096

Les calculs de l'apport de chaque matière en chaque élément ainsi que les compositions chimiques sur pâtes crues et cuites concernant les autres mélanges sont récapitulés dans les tableaux 24, 25, 26 et 27.

Tableau 24: Apport de chaque matière en chaque élément et composition chimique sur pâte crue et cuite de la composition II.

Matières	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ti O ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PF
AEK	36,06	10,09	4,61	0,53	1,72	1,16	0,46	0,49	0,11	0,11	0,38	3,99
KTT	12,48	8,65	0,39	0,053	0,11	0,69	0,043	0,083	-	-	0,015	2,46
FAB	7,45	1,32	0,034	0,04	0,06	1,01	0,02	-	-	-	0,01	0,04
SAZ	4,51	0,12	0,11	0,064	0,04	0,009	0,007	0,005	0,003	0,003	0,009	0,096
Crue	60,5	20,18	5,14	0,69	1,93	2,87	0,53	0,58	0,11	0,11	0,41	6,59
Cuit	65,31	21,78	5,55	0,74	2,08	3,1	0,57	0,63	0,12	0,12	-	-

Tableau 25: Apport de chaque matière en chaque élément et composition chimique sur pâte cuite et crue de la composition III.

Matières	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ti O ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PF
AEK	36,06	10,09	4,61	0,53	1,72	1,16	0,46	0,49	0,11	0,11	0,38	3,99
KTT	12,48	7,96	0,36	0,048	0,099	0,63	0,04	0,076	-	-	0,014	2,26
FAB	8,94	1,58	0,041	0,046	0,064	1,21	0,024	-	-	-	0,013	0,05
SAZ	4,51	0,12	0,106	0,064	0,042	0,009	0,007	0,005	0,003	0,003	0,009	0,096
Crue	60,99	19,75	5,12	0,68	1,93	3,01	0,53	0,57	0,11	0,11	0,42	6,39
Cuit	65,72	21,28	5,52	0,73	2,08	3,24	0,57	0,61	0,12	0,12	-	-

Tableau 26: Apport de chaque matière en chaque élément et composition chimique sur pâte cuite et crue de la composition IV.

Matières	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ti O ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PF
AEK	36,06	10,09	4,61	0,53	1,72	1,16	0,46	0,49	0,11	0,11	0,38	3,99
KTT	10,48	7,27	0,33	0,04	0,09	0,58	0,036	0,07	-	-	0,013	2,07
FAB	10,43	1,85	0,047	0,05	0,08	1,41	0,03	-	-	-	0,015	0,055
SAZ	4,51	0,12	0,106	0,063	0,042	0,0095	0,0065	0,005	0,003	0,003	0,009	0,096
Crue	61,48	19,33	5,09	0,68	1,93	3,16	0,53	0,56	0,11	0,11	0,42	6,21
Cuit	66,12	20,79	5,47	0,73	2,07	3,4	0,57	0,60	0,12	0,12	-	-

Tableau N° 27: Apport de chaque matière en chaque élément et composition chimique sur pâte cuite et crue de la composition V.

Matières	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ti O ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PF
AEK	36,06	10,09	4,61	0,53	1,72	1,16	0,46	0,49	0,11	0,11	0,38	3,99
KTT	9,98	6,92	0,31	0,06	0,08	0,55	0,034	0,06	-	-	0,012	1,97
FAB	11,17	1,98	0,05	0,05	0,09	1,51	0,03	-	-	-	0,016	0,06
SAZ	4,51	0,12	0,106	0,063	0,04	0,0095	0,0065	0,005	0,0025	0,003	0,009	0,09
Crue	61,72	19,11	5,07	0,69	1,93	3,23	0,53	0,55	0,11	0,11	0,42	6,11
Cuit	66,33	20,54	5,45	0,74	2,07	3,47	0,57	0,59	0,12	0,12	-	-

V.3. FABRICATION DES CARREAUX SOLS: GRES CERAMES

Les produits de base utilisés dans l'industrie céramique sont plus ou moins purs. Ils peuvent être broyés soit par voie humide, soit par voie sèche. La méthode de broyage utilisée détermine la méthode de cuisson. Nous avons utilisé le broyage par voie humide qui est plus efficace car il donne une bonne homogénéisation, sauf qu'il exige un séchage rendant le procédé plus coûteux en consommation d'énergie.

Le procédé de fabrication des carreaux sols est donné en annexe 8.

V.3.1. PREPARATION DES SUSPENSIONS: BARBOTINE

V.3.1.1. CONDITIONS DE PREPARATION

- Humidité: 36%,39% et 41%,

- Teneur en électrolyte STPP (tripolyphosphate de sodium): 0,02 à 0,20% de formule chimique $\text{Na}_2\text{P}_3\text{O}_7$.

Ce réactif favorise la transformation de l'eau libre en eau liée et permet d'avoir une bonne fluidité (coulabilité) due à un palier assez large de concentration optimale, ce qui permet de le doser aisément par rapport aux autres défloculants.

La préparation a été réalisée à 36, 39 et 41% d'humidité à différentes concentrations en STPP dont les résultats sont présentés en annexe 9 (figures 11, 12, 13 et tableaux 28, 29, 30).

Nous avons optimisé les propriétés rhéologiques en fonction du taux d'humidité (tableaux 31, 32 et 33):

- Taux d'humidité 36%:

- * bonne densité pour les suspensions des carreaux sols,
- * le temps d'écoulement de la suspension est très élevée (ne coule pas),
- * le taux de STPP est élevé.

- Taux d'humidité 39%:

- * densité acceptable,
- * temps d'écoulement acceptable (la viscosité « industrielle » atteint 25 sec),
- * la concentration du STPP varie de 0,10 à 0,16 et permet d'obtenir une bonne suspension.

- Taux d'humidité 41%:

- * temps d'écoulement est assez faible, ce qui est rentable pour l'industrie, seulement certaines difficultés de séchage sont observées avec une consommation très élevée en énergie.

Conclusion:

L'intérêt de cette étude est de décrire le comportement rhéologique des compositions en fonction d'un nombre restreint de paramètres. Le comportement en fonction du taux d'humidité nous a conduit à sélectionner la composition à 39% qui présente un intérêt économique.

V.3.1.2. OPTIMISATION DES COMPOSITIONS A 39% D'HUMIDITE

Les cinq compositions ont donné les meilleures propriétés rhéologiques. Il nous reste à confirmer leur propriétés physico-mécaniques sur le produit sec et cuit.

Un broyage dans des broyeurs à jarre a été effectué sur des quantités de 2,5 kg de matières sèches avec 39% d'eau.

Le temps de broyage est indéterminé au départ, car il dépend de la composition rationnelle de la pâte choisie et du refus, sur le tamis 63 μ , qui doit être inférieur à 5%.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 34, regroupant les cinq compositions et confirment que le refus sur tamis est inférieur à 5%.

Tableau 31: Optimisation des propriétés rhéologiques (humidité à 36%).

N° composition	Concentration en STPP (%)	Densité (g/cm ³)	Temps d'écoulement pour 100 ml de suspension (sec.)	pH
CP I	0,16	1668	36,16	7,4
CP II	0,16	1663	32,3	5,8
CP III	0,14	1657	26,06	6,7
CP IV	0,16	1694	43,5	7,7
CP V	0,14	1700	42,35	8,4

Tableau 32: Optimisation des propriétés rhéologiques (humidité à 39%).

N° composition	Conctr. en STPP (%)	Densité (g/cm ³)	Viscosité (sec.)	pH
CP I	0,14	1612	16,1	6,5
CP II	0,16	1606	15,5	6,9
CP III	0,12	1608	16,06	7,4
CP IV	0,10	1596	18,63	7,2
CP V	0,14	1614	19,03	8,5

Tableau 33: Optimisation des propriétés rhéologiques (humidité à 41%).

N° composition	Conctr. en STPP (%)	Densité (g/cm ³)	Viscosité (sec.)	pH
CP I	0,14	1573	13,03	7,7
CP II	0,12	1574	13,76	7,7
CP III	0,10	1578	14,25	7,4
CP IV	0,10	1576	14,4	6,6
CP V	0,12	1569	13,7	7,6

Tableau 34: Refus des cinq compositions.

Paramètres N° de comp.	Temps de broyage (h)	Masse volumique de la suspension (g/cm ³)	Refus sur tamis 63μ (%)
I	4	1612	4,98
II	4-10 min.	1606	4,3
III	6-30 min.	1608	3,76
IV	5	1596	2,34
V	3	1614	4,19

V.3.2. PREPARATION DE LA POUDRE A PRESSER

Le schéma de préparation de la poudre à presser est donné en annexe 10.

La méthodologie industrielle de la préparation de la poudre est la suivante:

- Le séchage de la barbotine est réalisé dans une étuve de laboratoire pendant 24 heures à la température de 105°C.

- Le broyage des fragments concassés est réalisé dans un broyeur à meule permettant l'obtention de grains de dimensions inférieures à 2mm.

- Humidité de la poudre: nous contrôlons d'abord l'humidité naturelle nécessaire pour le calcul de la quantité d'eau à ajouter pour le pressage des carreaux. L'humidité de pressage est fixée à 6%. La quantité d'eau à ajouter est déterminée selon la formule 9.

$$w_{H_2O} = \frac{P_s}{1 - 0,06} \quad (9)$$

Où: - P_s , poids de la poudre sèche.

Le temps de repos de la poudre: 24 heures.

- Pressage des carreaux: le compactage de la poudre est réalisé sur une presse hydraulique semi-automatique de laboratoire (caractéristiques en annexe1).

Pression utilisées par étapes successives:

- a) 60 kgf/cm² - permettant la désaération de la pâte et une relaxation de la poudre.
- b) 300 kgf/cm² - donnant l'agglomération finale et le façonnage.

- Séchage des carreaux crus:

- a) A l'air libre pendant plus de 48 heures.
- b) Dans l'étuve pendant 5 heures avec augmentation progressive de la température: jusqu'à 110°C par intervalle de 10°C chaque demi-heure. Début de séchage à 30°C pendant 1 heure.

- Cuisson des carreaux: Elle est réalisée dans un four électrique (caractéristiques en annexe 1) pendant 25 heures réparties comme suit:

- a) Préchauffage: 12 heures.
- b) Cuisson: 1 heure.
- c) Refroidissement: 12 heures.
- d) Températures de cuisson choisies: 1050°C, 1100°C, 1120°C et 1150°C. [45]

V.3.3. PROPRIETES PHYSICO- MECANQUES DES CARREAUX

V.3.3.1. RESISTANCE A LA FLEXION SUR CRU

Elle est déterminée après pressage des éprouvettes et nous renseigne sur la résistance des carreaux en cru au cours des différentes manutentions sur la ligne technologique. La résistance à la flexion est calculée d'après la formule (10) suivante:

$$R_{Fe} = \frac{3FL}{2b \cdot e^2} \quad (10)$$

- Où:
- R_{Fe} , charge de rupture à la flexion (kgf/cm^2),
 - F, charge de rupture (kgf),
 - L, distance entre les deux appuis de l'appareil supportant l'échantillon (cm),
 - b, largeur de l'échantillon correspondant à la section de rupture (cm),
 - e, épaisseur de l'échantillon (cm).

Les résultats sont reportés dans le tableau 35.

Tableau 35: Valeurs moyennes de la résistance à la flexion sur cru.

Paramètres / Compositions	F (kgf)	L (cm)	b (cm)	e (cm)	R_{fe} (kgf/cm^2)
I	5,55	8	5,1	0,73	24,48
II	4	10	5,54	0,84	15,38
III	3,95	10	5,35	0,8	15,1
IV	3,9	8	5,4	0,75	14,52
V	3,8	8	5,51	0,77	13,75

V.3.3.2. RETRAIT SUR SEC

Le départ de l'eau de façonnage des carreaux provoque de légères variations dimensionnelles exprimées par le retrait au séchage. Ce retrait est déterminé selon la relation (11):

$$R_s = \frac{l_0 - l_s}{l_0} 100\% \quad (11)$$

Où: - l_0 , longueur du produit avant séchage (mm),
 - l_s , longueur du produit après séchage (mm).

V.3.3.3. RESISTANCE A LA FLEXION SUR SEC

Elle est calculée d'après la même formule (10). Les résultats sont donnés sur le tableau 36.

Tableau 36: Valeurs moyennes de la résistance à la flexion sur sec.

Paramètres / Compositions	F (kgf)	L (cm)	b (cm)	e (cm)	R_{fe} (kgf/cm ²)
I	25	8	5,49	0,79	87,59
II	14	10	5,55	0,8	59,69
III	21	5	5,5	0,77	48,3
IV	19	5	5,5	0,85	36,31
V	23	8	5,49	0,76	87,06

V.3.3.4. RETRAIT SUR CUIT

Le retrait de cuisson caractérise les variations dimensionnelles des carreaux provoquées par les transformations physico-chimiques se déroulant lors de la cuisson. Il est déterminé par la relation (12) suivante:

$$R_c = \frac{l_s - l_c}{l_s} 100\% \quad (12)$$

Où: - l_s , longueur du produit après séchage (mm),
 - l_c , longueur du produit après cuisson (mm).

Les résultats de calcul des retraits sur sec et sur cuit sont donnés, pour les cinq compositions, dans les tableaux 37, 38, 39, 40 et 41.

Tableau 37: Retrait sur cru et cuit de la composition N° I à différentes températures.

Essais	L0 (mm)	Ls (mm)	Lc (mm)	Rs (%)	Rc (%)	R total (%)	Température (°C)
1	110,4	110,1	106,5	0,27	3,27	3,54	1050
2	110,4	110,0	106,8	0,36	2,91	3,27	
3	110,3	110,0	106,8	0,27	2,91	3,18	
Moyenne	110,4	110,0	106,7	0,30	3,03	3,33	
1	110,4	110,0	104,6	0,36	4,91	5,27	1100
2	110,4	110,2	104,6	0,18	5,08	5,26	
3	110,3	110,0	104,4	0,27	5,09	5,36	
Moyenne	110,4	110,06	104,5	0,27	5,03	5,03	
1	110,3	110,0	103,8	0,27	5,64	5,91	1120
2	110,4	110,0	103,9	0,36	5,55	5,91	
3	110,3	110,0	104,1	0,27	5,36	5,63	
Moyenne	110,3	110,0	103,9	0,3	5,52	5,82	
1	110,3	110,1	103,5	0,18	5,99	6,17	1150
2	110,4	110,3	103,6	0,09	6,07	6,16	
3	110,4	110,0	103,8	0,36	5,64	6	
Moyenne	110,4	110,1	103,6	0,21	5,9	6,11	

Tableau 38: Retrait sur cru et cuit de la composition N° II à différentes températures.

Essais	L0 (mm)	Ls (mm)	Lc (mm)	Rs (%)	Rc (%)	R total (%)	Température (°C)
1	110,5	110,3	107,0	0,18	2,99	3,17	1050
2	110,4	110,0	107,2	0,36	2,54	2,9	
3	110,5	110,0	107,1	0,45	2,66	3,09	
4	110,5	110,0	107,0	0,45	2,72	3,17	
Moyenne	110,5	110,1	107,1	0,36	2,72	3,08	
1	110,4	110,0	107,9	0,36	4,8	5,16	1100
2	110,5	110,3	109	0,18	4,9	5,08	
3	110,5	110,1	104,8	0,36	4,8	5,16	
4	110,4	110,0	104,7	0,36	4,8	5,16	
Moyenne	110,5	104,7	104,7	0,32	4,8	5,14	
1	110,5	110,0	103,6	0,45	5,81	6,26	1120
2	110,5	110,0	103,5	0,45	5,91	6,36	
3	110,4	110,0	103,6	0,36	5,81	6,17	
4	110,5	110,0	103,1	0,45	6,27	7,72	
Moyenne	110,5	110,0	103,5	0,43	5,88	6,63	
1	110,5	110,2	103,0	0,27	6,53	6,8	1150
2	110,5	110,3	103,0	0,18	6,62	6,8	
3	110,4	110,1	103,0	0,27	6,45	6,72	
4	110,5	110,0	103,6	0,45	6,4	6,85	
Moyenne	110,5	110,2	103,2	0,29	6,5	6,79	

Tableau 39: Retrait sur cru et cuit de la composition N° III à différentes températures.

Essais	L0 (mm)	Ls (mm)	Lc (mm)	Rs (%)	Rc (%)	R total (%)	Température (°C)
1	110,5	110,2	106,6	0,27	3,26	3,53	1050
2	110,5	110,1	107,0	0,36	2,82	3,18	
3	110,4	110,3	107,0	0,09	2,99	3,08	
Moyenne	110,4	110,2	106,7	0,24	3,02	3,26	
1	110,5	110,0	104,5	0,45	5	5,45	1100
2	110,5	110,1	105,0	0,36	4,63	4,99	
3	110,5	109,9	104,5	0,54	4,91	5,45	
Moyenne	110,5	110,0	104,6	0,45	4,85	5,29	
1	110,5	110,0	104,2	0,45	5,27	5,72	1120
2	110,3	110,1	103,6	0,18	5,9	6,08	
3	110,4	110,1	104,5	0,27	5,08	5,35	
Moyenne	110,4	110,1	104,1	0,32	5,42	5,71	

Tableau 40: Retrait sur cru et cuit de la composition N° IV à différentes températures.

Essais	L0 (mm)	Ls (mm)	Lc (mm)	Rs (%)	Rc (%)	R total (%)	Température (°C)
1	110,6	110,0	106,5	0,54	3,18	3,72	1050
2	110,5	110,0	106,5	0,45	3,18	3,63	
3	110,6	110,0	106,5	0,54	3,18	3,72	
4	110,6	110,1	106,7	0,45	3,08	3,53	
Moyenne	110,6	110,0	106,5	0,49	3,15	3,65	
1	110,5	110,0	104,4	0,45	5,09	5,42	1100
2	110,6	110,0	104,0	0,54	5,45	5,99	
3	110,5	110,0	104,0	0,45	5,45	5,90	
4	110,5	110,0	104,6	0,45	4,91	5,36	
Moyenne	110,5	110,0	104,3	0,47	5,23	5,67	
1	110,5	110,0	104,2	0,45	5,36	5,81	1120
2	110,5	110,0	103,1	0,54	5,36	5,90	
3	110,5	110,0	103,7	0,45	5,72	6,17	
4	110,5	110,1	103,4	0,36	6,08	6,44	
Moyenne	110,5	110,0	103,8	0,45	5,63	6,08	

Tableau 41: Retrait sur cru et cuit de la composition N° V à différentes températures.

Essais	L0 (mm)	Ls (mm)	Lc (mm)	Rs (%)	Rc (%)	R total (%)	Température (°C)
1	110,3	110,0	106,7	0,27	3	3,27	1050
2	110,4	110,0	106,7	0,36	3	3,36	
3	110,3	110,0	106,7	0,27	3	3,27	
4	110,3	110,0	106,7	0,27	3	3,27	
Moyenne	110,3	110,0	106,7	0,29	3	3,29	
1	110,3	110,0	104,2	0,27	5,27	5,54	1100
2	110,4	119,8	104,2	0,54	5,10	5,64	
3	110,3	110,0	104,2	0,27	5,27	5,56	
4	110,3	109,9	104,1	0,36	5,28	5,64	
Moyenne	110,3	109,9	104,2	0,36	5,23	5,59	
1	110,3	110,1	103,8	0,18	5,72	5,90	1120
2	110,3	110,0	103,8	0,27	5,64	5,90	
3	110,4	110,1	103,8	0,27	5,72	5,99	
4	110,4	110,0	103,5	0,36	5,91	6,27	
Moyenne	110,4	110,1	103,7	1,08	5,75	6,02	
1	110,4	110,3	104,0	0,09	5,71	5,80	1150
2	110,4	110,2	104,0	0,18	5,63	5,81	
3	110,4	110,0	104,02	0,36	5,27	5,63	
4	110,3	110,8	104,4	0,45	5,92	5,37	
Moyenne	110,4	110,1	103,2	0,27	5,38	5,65	

V.3.3.5. INDICE D'ABSORPTION D'EAU

L'absorption d'eau représente le poids d'eau que l'échantillon peut absorber à saturation pendant deux heures. Elle est calculée suivant la formule (13) suivante:

$$Abs = \frac{M_h - M_s}{M_s} 100\% \quad (13)$$

- Où: - M_h , masse de l'échantillon humide (gr),
- M_s , masse de l'échantillon sec (gr).

V.3.3.6. POROSITE

Elle est déterminée par le volume du corps et exprimée en %. On distingue trois types de porosité calculée à partir des expressions (14, 15 et 16) suivantes:

- Porosité totale:

$$P_t = \left(1 - \frac{M_v}{M_s}\right) 100\% \quad (14)$$

- Porosité ouverte:

$$P_{ou} = (M_v \cdot A_{bs}) \% \quad (15)$$

- Porosité fermée:

$$P_f = (P_t - P_{ou}) \% \quad (16)$$

- Où: - M_v , masse volumique de l'échantillon cuit (g/cm^3),
- M_s , masse spécifique de l'échantillon cuit (g/cm^3).
- A_{bs} , absorption (%).

Le contrôle des propriétés physico-mécaniques citées ci-dessus, sur une moyenne d'échantillons des cinq compositions à différentes températures, sont regroupés sur les tableaux 42, 43, 44, 45, et 46.

Tableau 42: Caractéristiques physico-mécaniques de la 1^{ère} composition.

Températures (°C)	1050	1100	1120	1150
Caractéristiques				
Retrait sur sec (%)	0,3	0,27	0,3	0,21
Retrait sur cuit (%)	3,03	5,03	5,52	5,9
Retrait total (%)	3,33	5,29	5,82	6,11
Absorption (%)	9,73	5,44	4,15	1,98
Masse volumique (g/cm ³)	2,096	2,238	2,278	2,32
Masse spécifique (g/cm ³)	2,68	2,56	2,62	2,58
Porosité ouverte (%)	19,61	11,95	9,03	5,11
Porosité fermée (%)	1,99	0,45	2,97	5,39
Porosité totale (%)	21,6	12,4	12	10,5
Volume (cm ³)	43,95	43,85	41,02	41,13
Dureté (HB)	158	309	365	404
Résistance flexion sur cuit (kgf/cm ²)	168,22	343,15	324,95	312,04
Résistance choc thermique (cycle)	>10	>10	>10	>10
Résistance flexion sur cru (kgf/cm ²)	24,48			
Résistance flexion sur sec (kgf/cm ²)	87,59			

Tableau 43: Caractéristiques physico-mécaniques de la 2^{ème} composition.

Températures (°C)	1050	1100	1120	1150
Caractéristiques				
Retrait sur sec (%)	0,36	0,32	0,43	0,29
Retrait sur cuit (%)	2,72	4,8	5,88	6,5
Retrait total (%)	3,08	5,14	6,63	6,79
Absorption (%)	10,21	6,7	5,51	3,17
Masse volumique (g/cm ³)	2,042	2,191	2,234	2,298
Masse spécifique (g/cm ³)	2,62	2,64	2,62	2,62
Porosité ouverte (%)	21,91	14,63	12,33	6,73
Porosité fermée (%)	0,59	2,27	2,37	5,67
Porosité totale (%)	22,5	16,9	14,7	12,4
Volume (cm ³)	46,26	43,72	42,51	41,56
Dureté (HB)	232	260	293	323
Résistance flexion sur cuit (kgf/cm ²)	143,44	267,35	275,92	300,46
Résistance choc thermique (cycle)	>10	>10	>10	>10
Résistance flexion sur cru (kgf/cm ²)	15,38			
Résistance flexion sur sec (kgf/cm ²)	59,69			

Tableau 44: Caractéristiques physico-mécaniques de la 3^{ème} composition.

Températures (°C)	1050	1100	1120	1150
Caractéristiques				
Retrait sur sec (%)	0,24	0,45	0,302	-
Retrait sur cuit (%)	3,02	4,85	5,42	-
Retrait total (%)	3,26	5,67	5,71	-
Absorption (%)	10,44	6,73	5,48	1,49
Masse volumique (g/cm ³)	2,052	2,177	2,232	2,107
Masse spécifique (g/cm ³)	2,596	2,616	2,58	2,571
Porosité ouverte (%)	21,25	14,47	12,67	2,7
Porosité fermée (%)	0,254	2,13	1,33	15,39
Porosité totale (%)	21,5	16,6	14	18,1
Volume (cm ³)	43,22	41,01	40,41	-
Dureté (HB)	241	279	295	318
Résistance flexion sur cuit (kgf/cm ²)	183,99	236,53	344,04	182,21
Résistance choc thermique (cycle)	>10	>10	>10	>10
Résistance flexion sur cru (kgf/cm ²)	15,1			
Résistance flexion sur sec (kgf/cm ²)	48,3			

Tableau 45: Caractéristiques physico-mécaniques de la 4^{ème} composition.

Températures (°C)	1050	1100	1120	1150
Caractéristiques				
Retrait sur sec (%)	0,497	0,47	0,45	-
Retrait sur cuit (%)	3,15	5,23	5,63	-
Retrait total (%)	3,65	5,67	6,08	-
Absorption (%)	10,86	6,59	4,85	0,36
Masse volumique (g/cm ³)	2,019	2,193	2,26	2,167
Masse spécifique (g/cm ³)	2,646	2,594	2,624	0,52
Porosité ouverte (%)	21,92	14,59	10,55	0,85
Porosité fermée (%)	1,58	1,41	2,9	13,55
Porosité totale (%)	23,5	16	14	14,4
Volume (cm ³)	43,22	41,01	40,41	-
Dureté (HB)	267	313	389	416
Résistance flexion sur cuit (kgf/cm ²)	168,9	267,72	308,78	257,13
Résistance choc thermique (cycle)	>10	>10	>10	>10
Résistance flexion sur cru (kgf/cm ²)	13,75			
Résistance flexion sur sec (kgf/cm ²)	36,31			

Tableau 46: Caractéristiques physico-mécaniques de la 5^{ème} composition.

Températures (°C)	1050	1100	1120	1150
Caractéristiques				
Retrait sur sec (%)	0,29	0,36	1,08	0,27
Retrait sur cuit (%)	3	5,29	5,75	5,38
Retrait total (%)	3,29	5,59	6,02	5,65
Absorption (%)	8,96	4,53	3,23	1,51
Masse volumique (g/cm ³)	2,115	2,265	2,323	2,32
Masse spécifique (g/cm ³)	2,74	2,56	2,56	2,58
Porosité ouverte (%)	18,47	10,13	8,03	3,78
Porosité fermée (%)	3,93	0,77	1,87	7,22
Porosité totale (%)	22,4	10,9	9,9	11
Volume (cm ³)	44,05	41,55	40,89	41,77
Dureté (HB)	242	295	335	362
Résistance flexion sur cuit (kgf/cm ²)	188,53	366,26	369,56	386,62
Résistance choc thermique (cycle)	>10	>10	>10	>10
Résistance flexion sur cru (kgf/cm ²)	13,75			
Résistance flexion sur sec (kgf/cm ²)	87,06			

V.4. INTERPRETATION DES ESSAIS PHYSICO-MECANQUES

V.4.1. RETRAIT SUR CUIT ET RETRAIT TOTAL

Pour les compositions I et II, figures 14 et 15, nous observons une augmentation des retraits sur cuit et total en fonction de l'élévation de la température. Cette variation des retraits se traduit par une réorganisation cristalline avec une augmentation des airs de contact entre les grains, ainsi qu'une réduction des dimensions des pores puis leur disparition en entraînant une variation de volume apparent sous forme de retrait.

Le retrait se traduit par la formation d'une phase vitreuse [22, 24] due à la phase liquide qui vient souder les particules, permettant ainsi leur rapprochement en donnant au produit un certain compactage et une densification importante.

A la température 1150°C, le retrait dans les compositions III et IV est caractérisé par une certaine déformation sur les parties centrales (arêtes) des carreaux obtenus. Ceci est du à l'effet de la température assez élevée qui a provoqué la fusion partielle des minéraux contenus dans l'argile.

Dans la composition V, le retrait augmente à la température (de 1050 à 1120°C) et diminue à 1150°C. Nous remarquons qu'à cette température élevée commence le gonflement des arêtes favorisant l'augmentation de la porosité et freinant le retrait de l'argile. Ce gonflement prédomine et l'argile commence à se dilater.

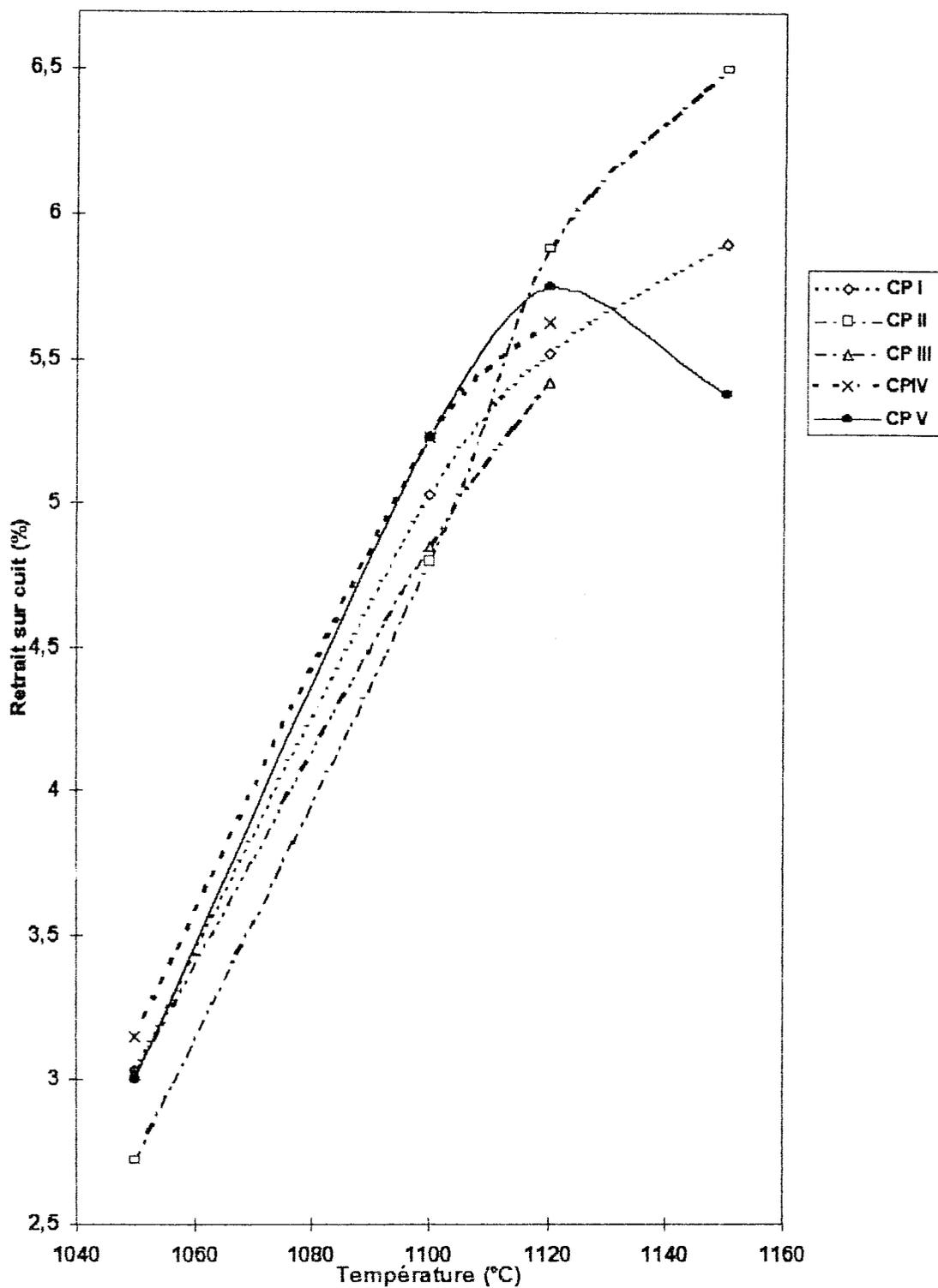


Fig. N° 14: Retrait sur cuit en fonction de la température.

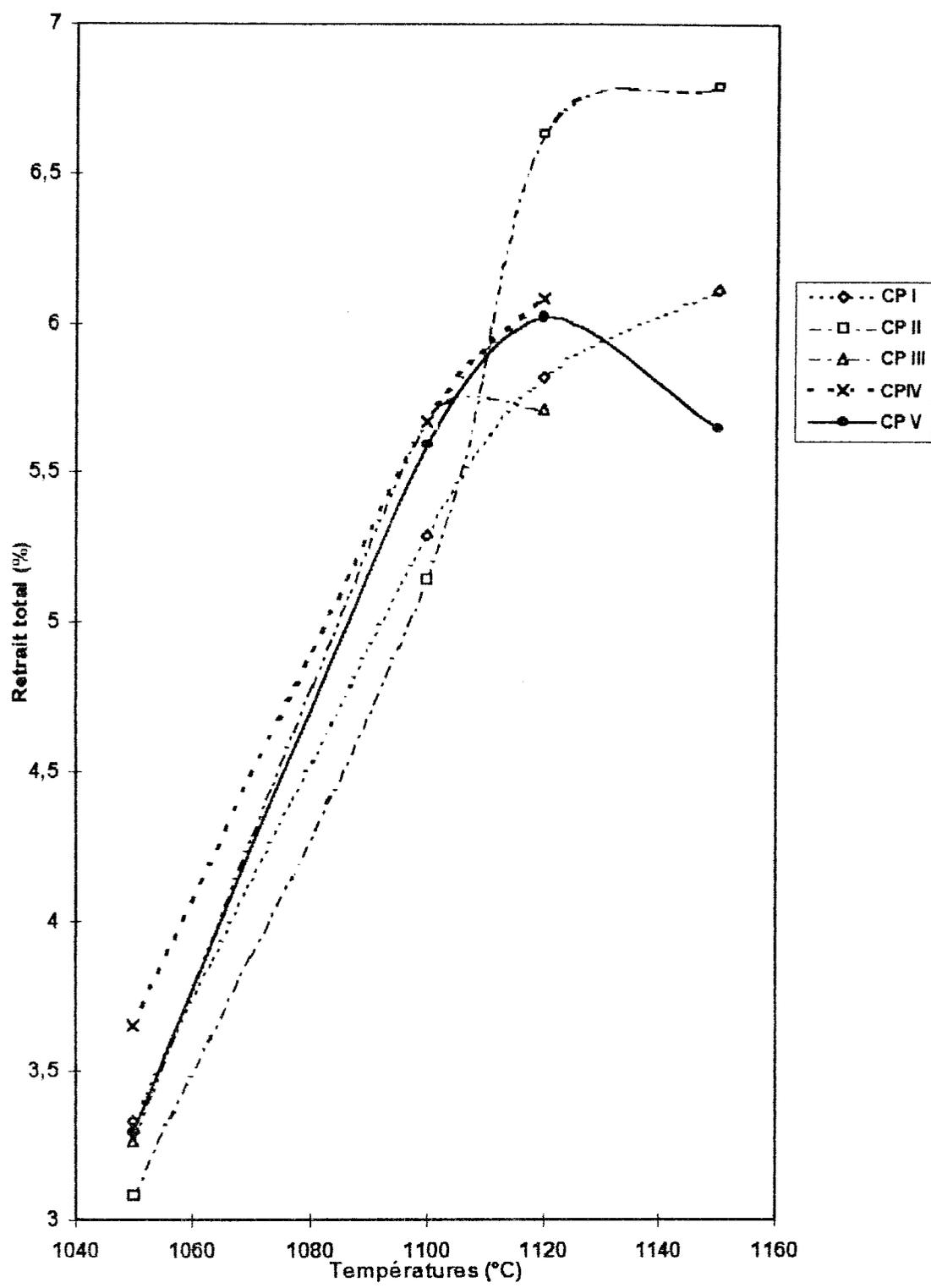


Fig. N° 15: Retrait total en fonction de la température.

V.4.2. POROSITE ET MASSE VOLUMIQUE

En examinant les compositions I et II, figure 16, 17, 18 et 19, on remarque qu'aux températures fixées, la porosité totale diminue avec l'augmentation de la température, alors que la masse volumique varie inversement par rapport à la porosité et augmente avec l'élévation de la température.

La diminution de la porosité [24] se traduit par l'apparition de la phase liquide se déversant dans les pores, ce qui entraîne une saturation qui se traduit par la densification du produit car le stade de grésification est complètement atteint. L'augmentation de la masse volumique est due à la fermeture des pores.

Pour les compositions III, IV et V, nous observons aux températures 1050, 1100 et 1120°C que la porosité totale diminue, par contre la masse volumique varie proportionnellement à la température. A 1150°C, la porosité et la masse volumique varient de manière inversement proportionnelle par rapport à l'autre: la porosité augmente et la masse volumique diminue.

La diminution de la porosité totale aux températures de 1050, 1100 et 1120°C et son augmentation brusque à la température de 1150°C, nous amène à confirmer que la densité du produit a atteint son maximum. Ce phénomène nouveau de cristallisation apparaît en même temps que le volume augmente ce qui engendre l'apparition d'une nouvelle porosité ouverte avec accroissement de gros grains.

La masse volumique varie à son tour d'une façon chronologique mais tout à fait contraire à la porosité totale et au volume.

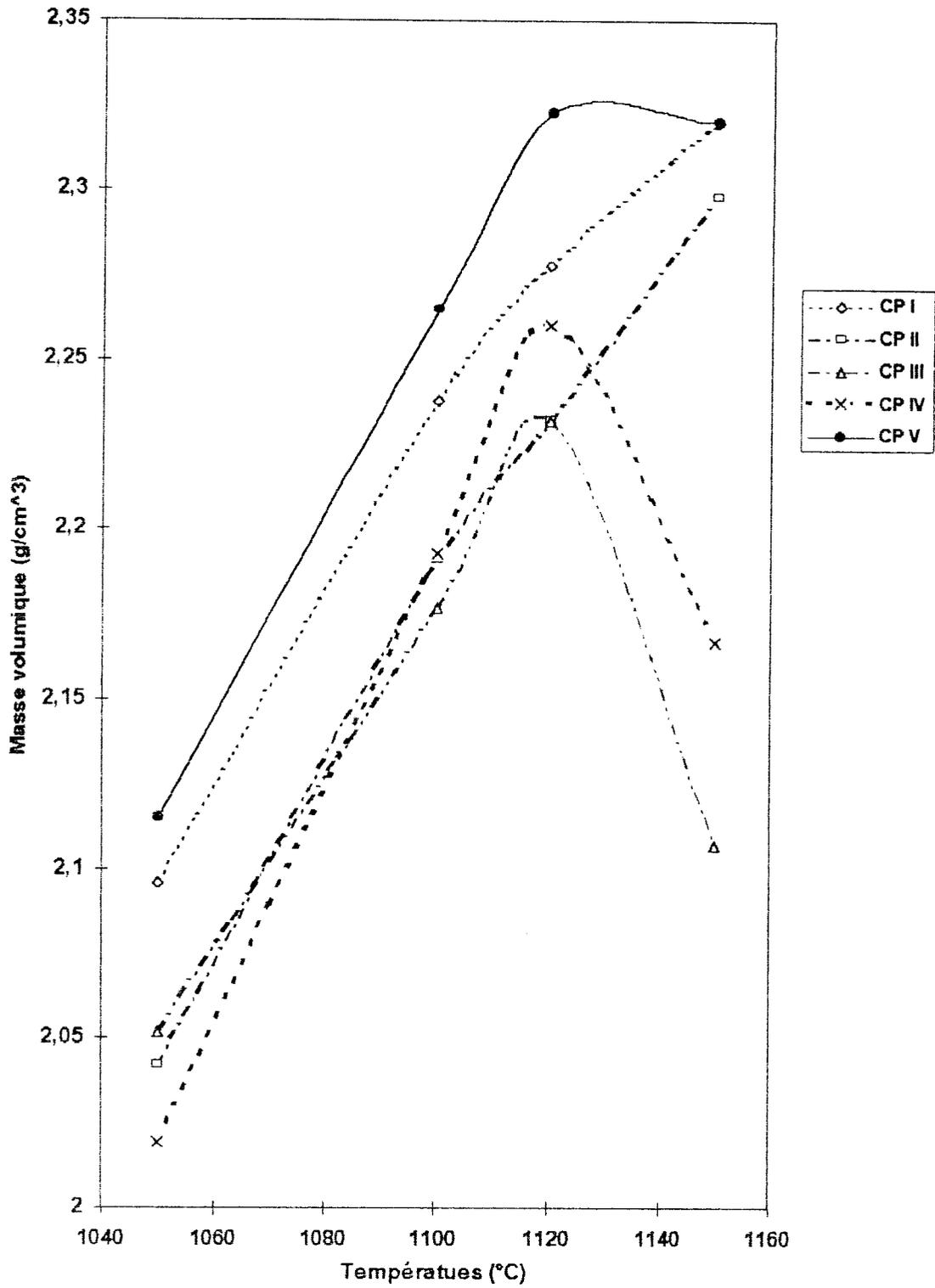


Fig. N° 16: Masse volumique en fonction de la température.

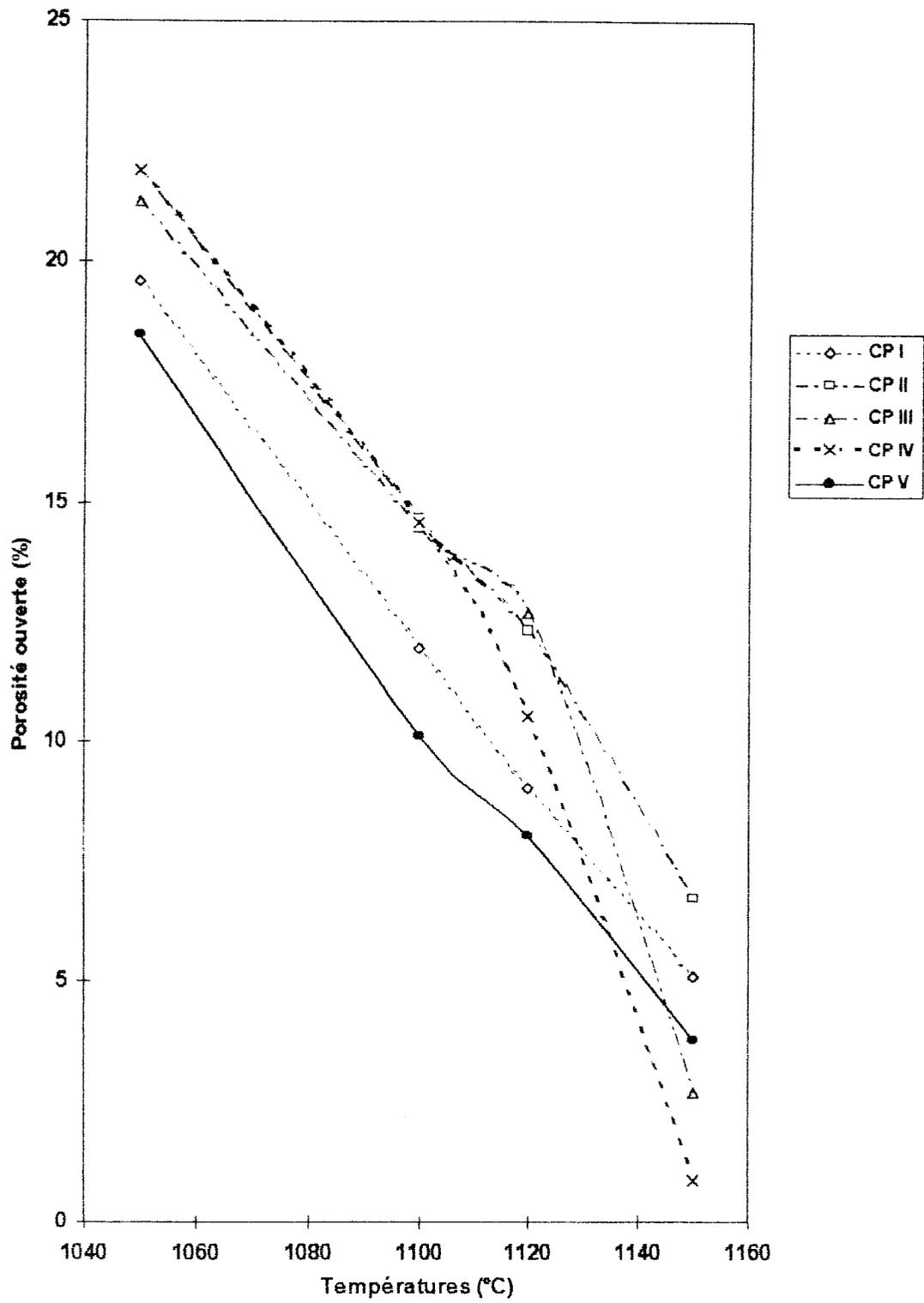


Fig. N° 17: Porosité ouverte en fonction de la température.

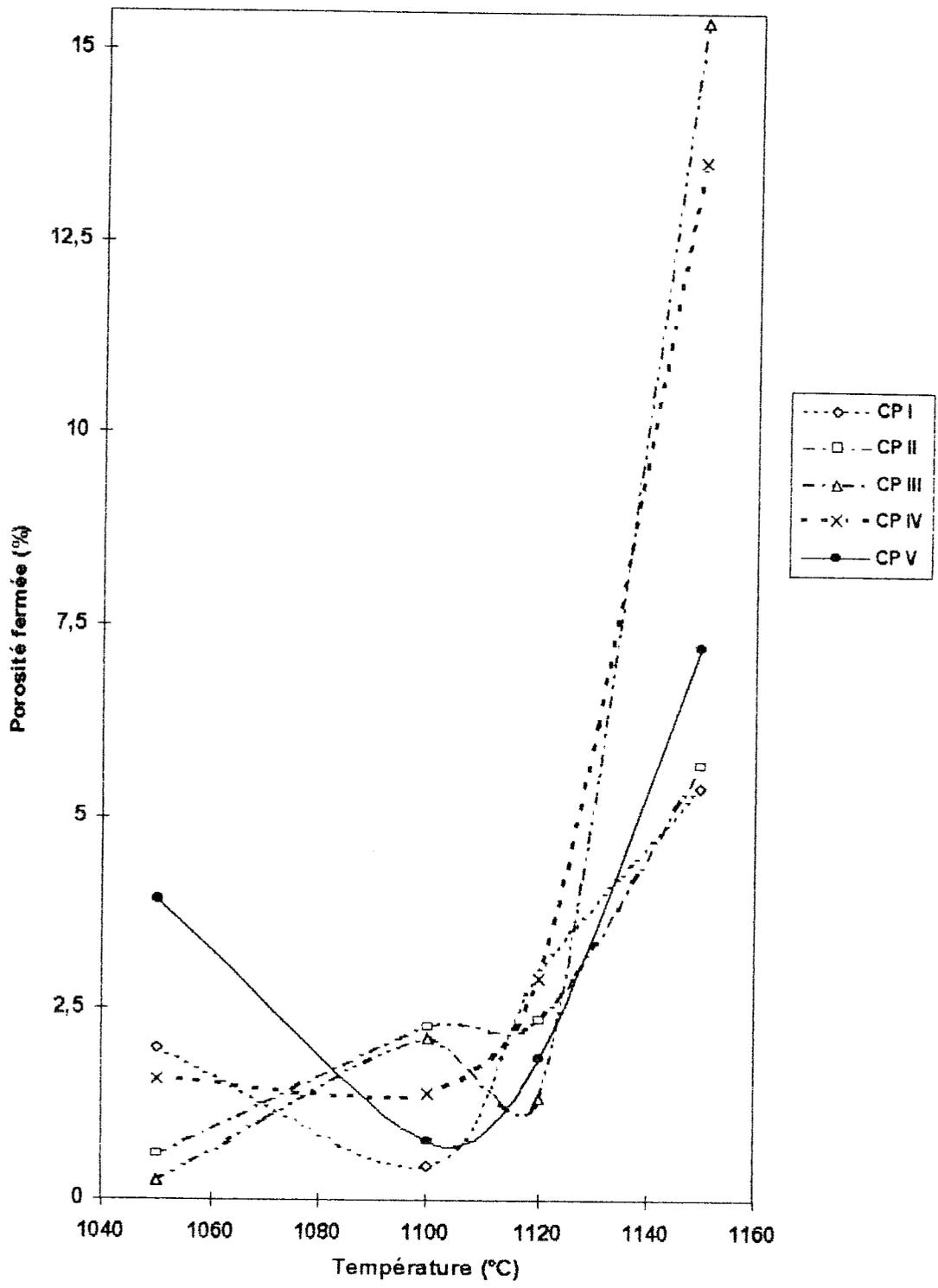


Fig. N° 18: Porosité fermée en fonction de la température.

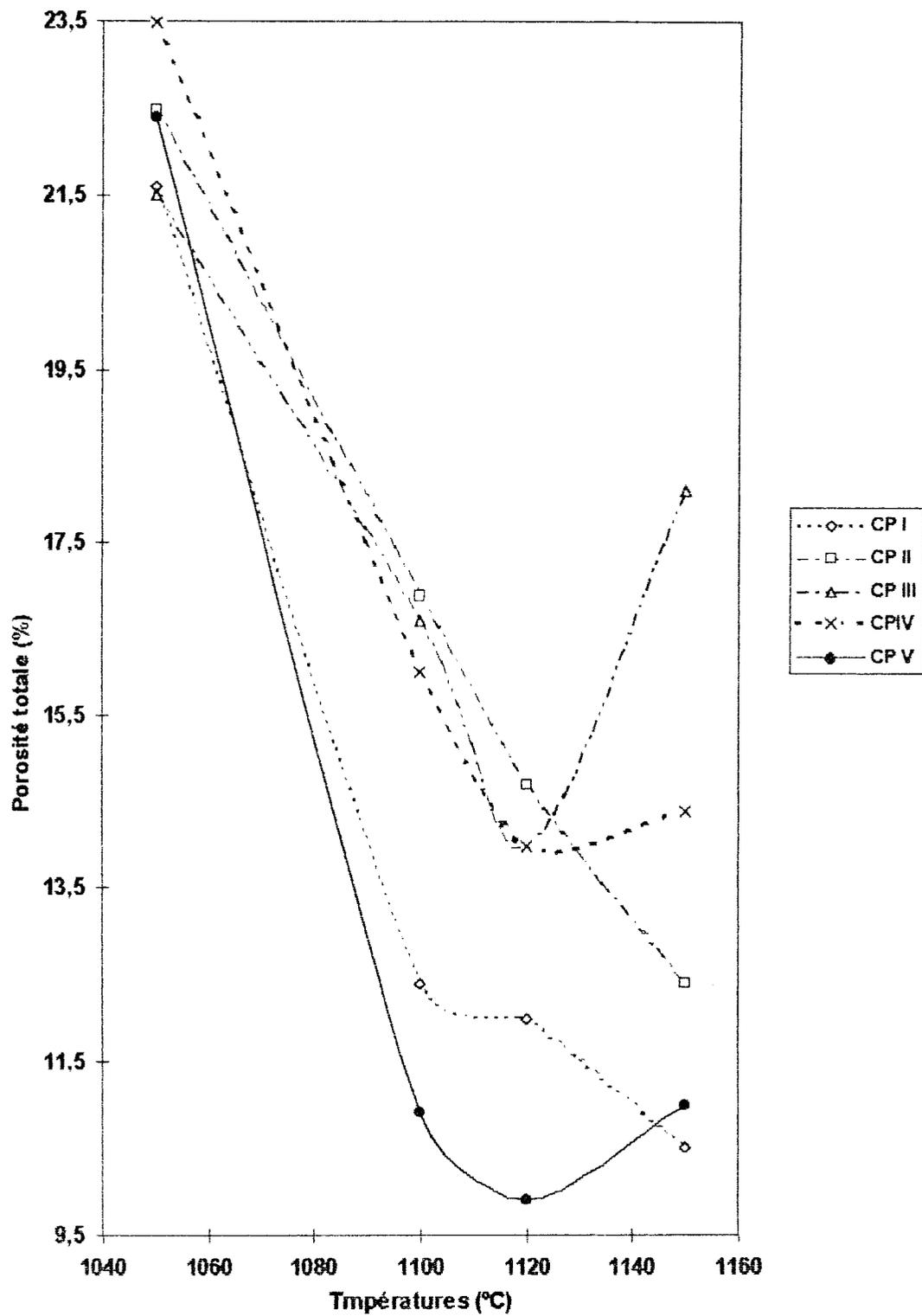


Fig. N° 19: Porosité totale en fonction de la température.

V.4.3. RESISTANCE MECANIQUE A LA FLEXION

La résistance à la flexion, figure 20, nous fournit des indications sur le degré de cuisson. Avec l'élévation de la température, la résistance mécanique augmente. Cette dernière est fonction de la composition chimique de l'argile utilisée ainsi que de sa composition minéralogique.

La résistance mécanique la plus élevée correspond à un développement optimal de la phase vitreuse [26] dans la mesure où celle-ci ne doit pas être en excès mais en quantité suffisante pour permettre une bonne cémentation des grains cristallins.

Dans la composition I, à la température 1050 à 1110°C, la résistance mécanique croît brusquement et chute aux températures 1120 à 1150°C. Ce phénomène est dû au développement brusque de la mullite. Ce dernier est lié à la quantité plus importante de kaolin que dans les autres compositions. C'est ce qui a donné une augmentation de la phase vitreuse en entraînant la fragilité du produit.

La résistance mécanique des compositions III et IV croît avec la température jusqu'à 1120°C. Le même phénomène est observé sur la composition II, notons cependant que la porosité est atténuée. Ce phénomène est dû à la quantité de la phase vitreuse qui s'est développée. Les intersurfaces entre les grains se joignent entre elles en faisant disparaître les pores et en donnant un certain compactage et une densification au produit en lui assurant sa résistance sous l'effet d'effort mécanique.

A la température de 1150°C, nous observons une chute de résistance pour les compositions III et IV. Cette chute est due à la température de cuisson assez élevée qui entraîne:

- la dissolution de la cristobalite et de la mullite avec augmentation de la phase vitreuse,

- une recristallisation avec un réarrangement de grains, ce qui aboutit à l'apparition d'une deuxième porosité, généralement néfaste pour les propriétés du produit entre autre sa fragilité.

La résistance mécanique de la composition V croît d'une façon régulière et progressive en fonction de la température. Dans la composition I, nous remarquons que la quantité de kaolin est plus importante que dans la composition V. La présence du kaolin dans cette dernière a provoqué le développement de la mullite d'une façon assez prématurée et brusque entraînant la fragilité du produit.

La mullite se cristallise à mesure que le degré de vitrification augmente, les dimensions des cristaux croissent, le quartz continue à se dissoudre et une structure alvéolaire se développe avec réapparition de porosité et diminution de la résistance du produit. Cet inconvénient peut être évité en augmentant la quantité de fondants dont la vitrification est lente et régulière.

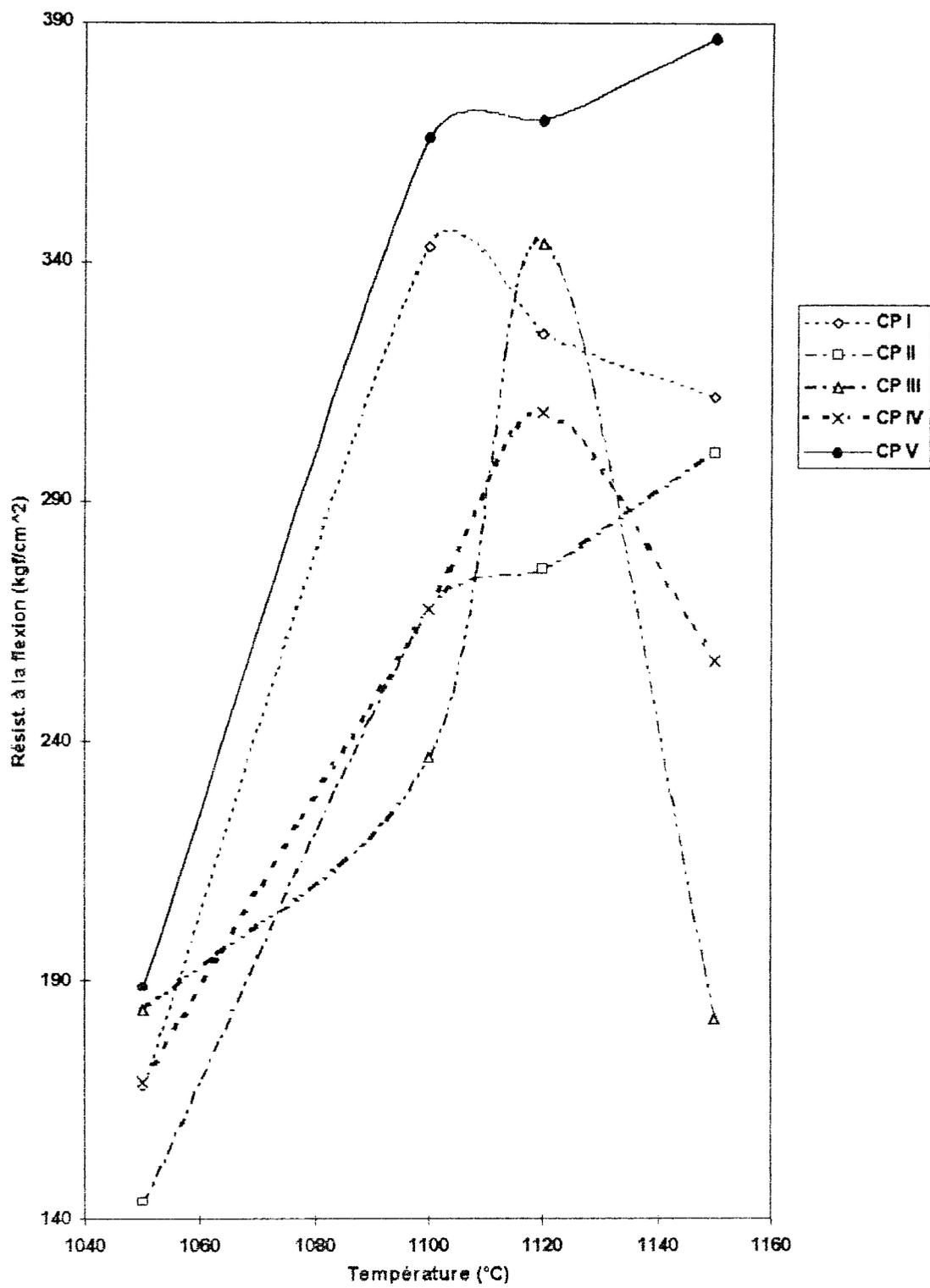


Fig. N° 20: Résistance à la flexion sur cuit en fonction de la température.

V.4.4. ABSORPTION D'EAU

Les courbes, figure 21, montrent que l'absorption diminue lentement avec l'augmentation de la température de cuisson [22, 27]. Il s'en suit que les diamètres moyens des pores commencent par augmenter avec disparition des grains, puis aux approches de la température de grésage les diamètres des alvéoles formées augmentent.

V.4.5. DURETE

Les essais de dureté ont été réalisés à l'aide du duromètre (annexe 1). Chaque mesure de la dureté représente la moyenne de six essais sur chaque composition à différentes températures. La dureté est donnée en Brinell. Les résultats sont reportés dans les tableaux 42 ,43 ,44 ,45 et 46.

Pour toutes les compositions (de I à V), on constate que la dureté varie proportionnellement à la température de cuisson (figure 22).

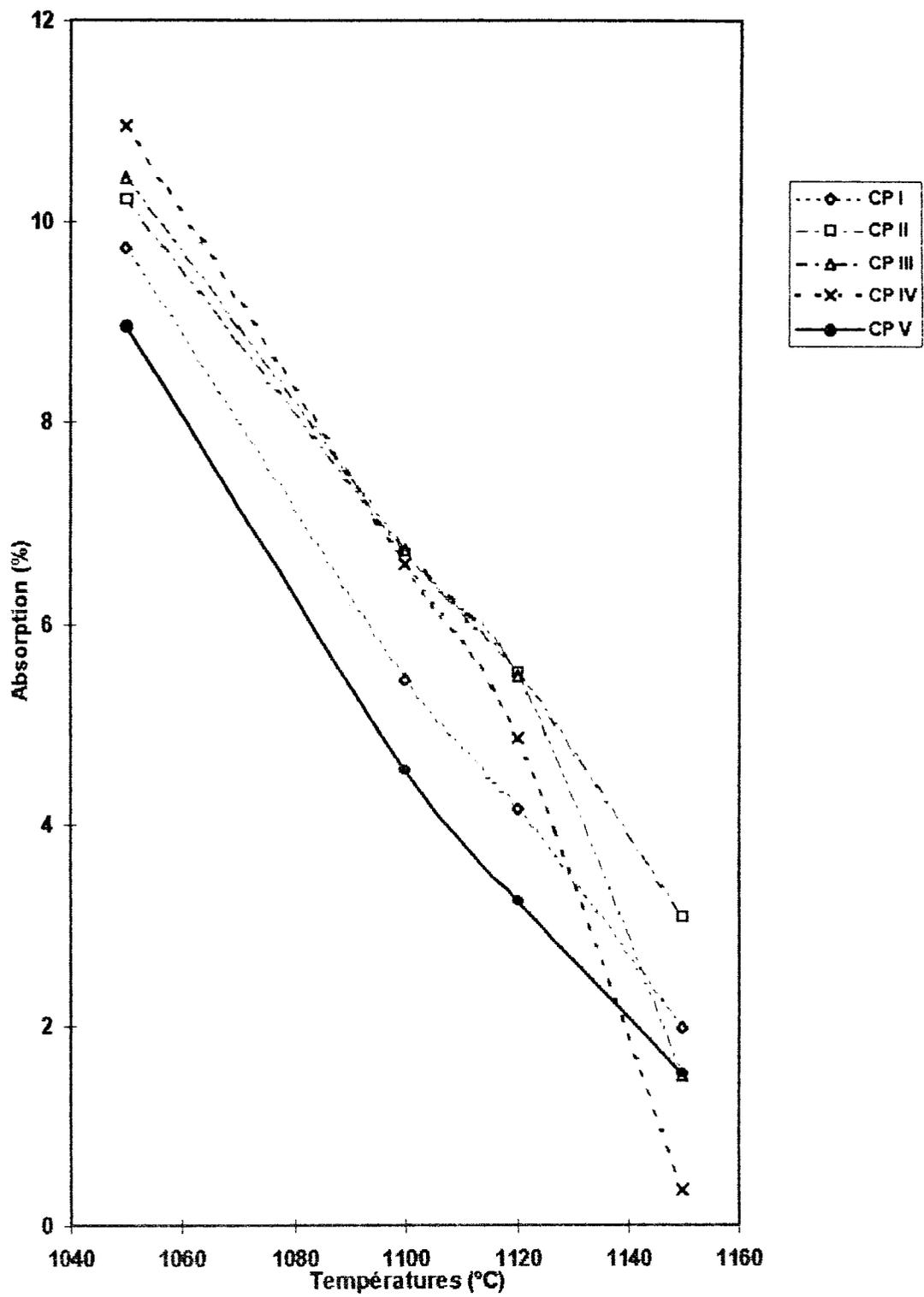


Fig. N° 21: Absorption en fonction de la température.

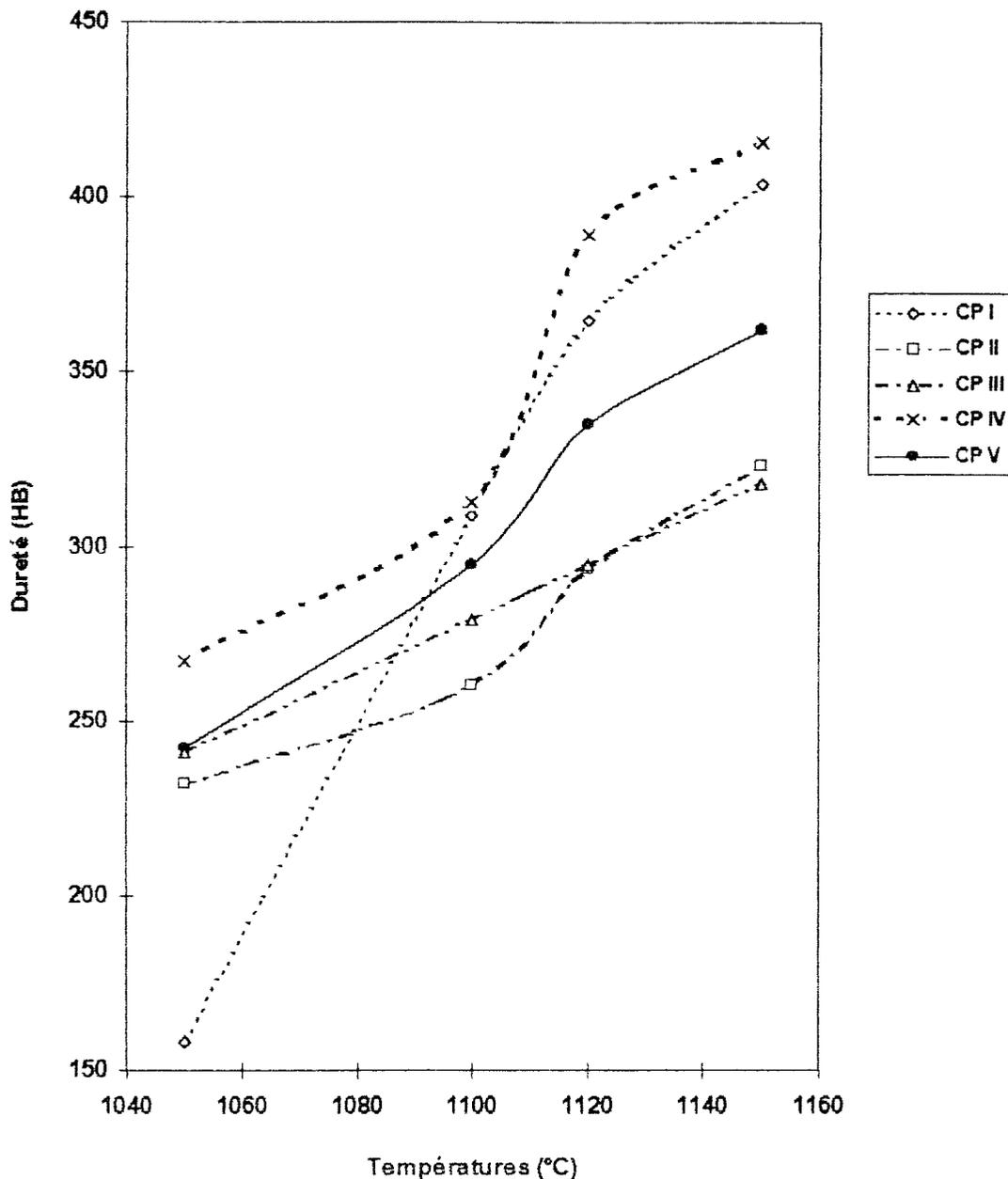


Fig. 22: Dureté en fonction de la température.

V.5. ANALYSE THERMIQUE DES MELANGES DES COMPOSITIONS

Les courbes de dilatation-retrait (annexe 11: figures 23, 24, 25, 26 et 27) des cinq compositions, obtenues au laboratoire de l'unité de recherche et des études géologiques de Boumerdès (UREG) sur des échantillons crus, présentent les mêmes allures (matière de base inchangée ainsi que la teneur en sable).

Avec la variation de la teneur en kaolin et en feldspath, on constate un léger décalage des courbes pendant toutes les phases de transformation. Ceci est nettement visible aux températures où a lieu le grand retrait. Pour le premier mélange, le grand retrait s'est produit aux environs de 1020°C, pour les mélanges II, III, IV et V, le grand retrait a lieu respectivement à 1005, 1008, 1020 et 1030°C.

Si l'on observe les différentes transformations, nous constatons une dilatation régulière mais plus prononcée que dans le cas de l'argile seule (figure 9). Cette dilatation (liée au départ de l'eau zéolitique et celle de constitution) se poursuit jusqu'à la température de 600°C suivie d'un faible retrait.

A partir de 600°C, on note une légère expansion associée au sable, puis un palier cuisson bien régulier, où il y a absence de transformation jusqu'à une température environnant les 850 à 900°C. Au delà de cette dernière, le grand retrait commence et se poursuit jusqu'aux températures supérieures à 1000°C. Ce retrait est du, d'une part à la cristallisation de Al_2O_3 amorphe provenant de la destruction du réseau cristallin de la kaolinite et d'autre part à la quantité d' Al_2O_3 apporté par la chlorite présente dans l'argile. Le retrait se poursuit jusqu'à la fin de cuisson.

V.6. CHOIX DE LA COMPOSITION OPTIMALE

V.6.1. PRESELECTION DES COMPOSITIONS

Les compositions III et IV ne présentent pas d'intérêt car elles présentent une structure légèrement poreuse et des propriétés physiques insuffisantes (absorption et porosité élevées, gonflement des arêtes). Du point de vue résistance mécanique sur le sec, ces deux compositions présentent des valeurs faibles par rapport aux autres (I, II et V). Les porosités ouvertes ne sont pas atteintes à la température de 1120°C, mais elles le sont à 1150°C. Nous constatons qu'à cette température, les produits présentent des défauts dus à la fusion partielle des minéraux fondants. Ainsi nous optons pour la comparaison des compositions I, II et V.

V.6.2 COMPOSITION OPTIMISEE

En considérant les valeurs d'absorption des trois compositions restantes aux températures 1050, 1100 et 1120°C, il en ressort que la composition V présente une absorption de 3% correspondant à une résistance mécanique à la flexion de 369,56kgf/cm², ce qui répond aux exigences de la norme: EN 100 ($3 < A_{bs} \leq 6$, $R_f \geq 22N/cm^2$).

La porosité totale (9,9%) de la composition V est plus faible que celle des compositions I et II. La composition V présente un retrait de 5,75%, ce qui répond aux exigences des propriétés physiques des carreaux sols.

La valeur de la résistance à la flexion sur le cru est plus faible par rapport aux autres compositions. Ceci est du probablement à la quantité de matière fondante plus du sable dont la somme est de 20% et à une mauvaise répartition d'eau dans la poudre ou un mauvais compactage lors du pressage. Cela n'empêche, qu'après cuisson, les carreaux ont présenté une certaine densification et compactage qui leurs ont offerts et assurés une grande résistance.

La densification a été acquise après vitrification du produit due aux matières fondantes contenues dans l'argile utilisée (AEK) ou faisant l'objet d'ajout.

Les analyses chimiques et minéralogiques de la composition optimisée sont données en annexe 12.

Conclusion:

Le choix définitif est porté sur la composition V. Les caractéristiques physico-mécaniques sont répertoriées dans le tableau 47.

Tableau 47: Caractéristiques physico-mécaniques de la composition optimisée.

Caractéristiques	Valeurs	Températures (°C)
Retrait sur sec (%)	1,08	1120
Retrait sur cuit (%)	5,75	
Retrait total (%)	6,02	
Absorption (%)	3,23	
Masse volumique (g/cm ³)	2,323	
Masse spécifique (g/cm ³)	2,56	
Porosité ouverte (%)	8,03	
Porosité fermée (%)	1,87	
Porosité totale (%)	9,9	
Volume (cm ³)	40,89	
Résistance flexion sur cuit (kgf/cm ²)	369,56	
Résistance choc thermique (cycle)	>10	
Résistance flexion sur cru (kgf/cm ²)	13,75	
Résistance flexion sur sec (kgf/cm ²)	87,06	
Dureté (HB)	335	

V.7. AUTRE UTILISATION DE L'ARGILE AEK

- A partir des essais pratiques, nous pouvons affirmer que d'après l'étude préliminaire de l'argile, il en ressort que l'on peut obtenir une série de carreaux revêtement muraux et selon la valeur de l'humidité de façonnage (19,56%) et le coefficient de sensibilité au séchage (1,42%), on peut obtenir aussi d'autres produits céramiques.

- Une étude complémentaire [44] est faite sur d'autres compositions, en utilisant les mêmes matières premières à l'exception du SAZ qui est remplacé par le sable de Sig. Le résultat de cette étude a permis d'obtenir des compositions optimisées pour les carreaux de revêtement muraux (faïences) ainsi que pour les tuiles de terre cuite.

a) Carreaux revêtements muraux (faïences).

* Composition optimisée selon le tableau suivant:

Matières	Teneur (%)
AEK	55
KTT	18
FAB	22
S. Sig	5

* Caractéristiques physico-mécaniques pour une cuisson de 1000°C

Caractéristiques	Unités	Valeur
Humidité de la suspension	%	41
Teneur en électrolyte	%	0,18
Viscosité (temps d'écoulement pour 100 ml)	Sec.	13
Pressage	kgf	250
Résistance à la flexion sur cru	kgf/cm ²	12,23
Retrait total	%	2,16
Absorption	%	16,52
Porosité	%	22,15
Résistance à la flexion sur cuit	kgf/cm ²	220,89

b) Tuiles de terre cuite.

* Composition optimisée

Matières	Teneur (%)
AEK	95
S. Sig	5

* Caractéristiques physico-mécaniques pour une cuisson de 900°C

Caractéristiques	Unités	
Humidité de façonnage	%	20,19
Retrait sur sec	%	5,98
Retrait sur cuit	%	1,61
Absorption	%	10,79
Masse volumique	g/cm ³	2,05
Porosité	%	22,16
Résistance à la flexion sur cuit	kgf/cm ²	144
Coefficient de sensibilité au séchage	%	0,94
Résistance à la flexion sur sec	kgf/cm ²	63,9

CONCLUSION

CONCLUSION GENERALE

Dans un premier temps, nous avons étudié la constitution chimique, minéralogique, granulométrique et thermique de l'argile. Les résultats obtenus montrent qu'elle est de type kaolino-illitique, semi-acide, ferrugineuse, schisteuse et plastique et font d'elle une matière principale pour l'obtention des produits céramiques en particulier les carreaux sols non émaillés.

Compte tenu de la coloration obtenue après cuisson et en se référant à la teneur en humidité de façonnage, l'argile AEK peut être utilisée dans la fabrication des produits de terre cuite. Outre la couleur, les propriétés physico-mécaniques sont en parfait accord avec les résultats de la littérature.

La recherche d'une formulation idéale argile-additifs, adaptée aux besoins de la production industrielle et aux propriétés physico-mécaniques des produits architecturaux, nous a amené à examiner plusieurs compositions. Entre autres, nous avons varié les teneurs du KTT, du FAB et nous avons maintenu constantes les teneurs en SAZ et en ~~AEK~~

Les mesures effectuées montrent que :

- les caractéristiques essentielles de l'argile sont préservées sans influence trop néfaste sur les propriétés rhéologiques.
- La résistance mécanique et le taux d'absorption sont améliorés.
- La couleur virant au brun foncé est obtenue aux températures plus élevées que dans le cas des essais préliminaires avec une légère déformation sur les arêtes. Nous avons relié cette dernière à la fusion partielle des matières fondantes tels les oxydes alcalins contenus dans l'AEK, le KTT et principalement le FAB.
- La teneur en FAB introduite dans la composition rationnelle doit être réduite afin d'éviter toute fusion partielle des constituants, d'obtenir des carreaux sans risque d'atténuation d'arêtes et d'augmenter la température de cuisson.

- Les perspectives d'utilisation de l'argile AEK sont l'obtention d'une série de carreaux de revêtement muraux (faïences), des tuiles de terre cuite et d'autres produits céramiques.

Il a été procédé à une mise au point pour la fabrication des produits architecturaux. Tous les résultats sont trop bons.

- Recommandation. La mise en application des formulations proposées et leur inscription dans un schéma technologique doivent impérativement passer par une étude technico économique approfondie.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Encyclopédie universelle.
Céramique industrielle, Vol. 4, France 1978, p. 59 à 64.
- [2] S. CAILLERE, S. HENIN, M. RAUTUREAU.
Les argiles ,Edition Septima, Paris 1989, p. 126.
- [3] G. GEIRNAERT.
Recherche et développement dans l'industrie des matières premières,
L'industrie céramique N° 723, Déc. 1978, p. 827 à 832.
- [4] Anonyme.
Chronique de la recherche minière, Déc. 1993.
- [5] B. VELDE.
Clay and clay minerals in natural and synthetic systems. Developements
in sedimentology N°21, Ed. Elsevier, 1985, 218 p.
- [6] B. VELDE.
Introduction to clay minerals: chemistry, origins, uses and environmental
significance. Ed. Chapman et Hall, 1993, 198 p.
- [7] S. W. BAILLEY.
Reviews in mineralogy. Vol. 19, 1988, 728 p.
- [8] C.A. JOUENNE.
Traité de céramique et matériaux minéraux. Ed. Septima, Paris 1990,
657 p.
- [9] L. GALTER, L. LECRIVAIN, P. ROCHER, M. VOUILLEMET.
Etudes observatoires des matières premières. Minéraux industriels pour
la filière « céramique » en France. Déc. 1992.
- [10] E.N.D.M.C. (Boumédès).
Bilan thermique, fours et séchoirs, briqueteries. Journée d'étude du
21/10/1990.
- [11] S. CAILLERE, S. HENIN, M. RAUTUREAU.
Minéralogie des argiles. INRA, actualités scientifiques et agronomiques
N° 9, Tome 2, Ed. Masson Paris, 1982, p. 19, 45, 88.

- [12] M.M. MESTDACH, L. VIELVOYE and A.J. HEABILLON.
Clay mineral, 1980, p. 1 à 3.
- [13] D.J. BROOKINS.
Clay and clay minéraux. 1970, p. 421 à 422.
- [14] D. BAUMANN and W.D. KELLER.
Clay and clay minéraux 1975, p. 424 à 427.
- [15] N. GUVEN and W.F. HOWER.
Clay minerals. 1979, p. 241 à 245.
- [16] B.S. NEWMANN and K.G. SANSOM.
Clay minerals. 1971, p. 231 à 243.
- [17] T. FONTAINE.
Relation entre la perméabilité et la texture des produits de terre cuite. Les cahiers de la terre cuite N° 3. Centre technique des tuiles et briques, Paris 1975.
- [18] P. MUNIER, A. RIVIERE.
Contribution à l'étude des argiles utilisées en céramiques. Fasc. II, I.F.C., 1948, 125 p.
- [19] J. SIGG.
Les produits de terre cuite. Ed. Septima, 1981, 494 p.
- [20] J. RIGAUD.
Barbotines et pâtes céramiques. Cours ENSCI, 1993.
- [21] R. J. PUGH.
Surface and colloid chemistry in advanced ceramics processing. Surfactants sciences. Vol. 51, 1993.
- [22] B. DOBIAS.
Coagulation and flocculation, theory and application. Surfactants sciences, Vol. 47, 1993.
- [23] A.KOMAR.
Matériaux et éléments de construction. Ed. MIR Moscou, 1979, 531 p.
- [24] G. BIELER.
Vingt ans de progrès céramique. Ed. Dunod Paris, 1952.

- [25] H. SALMANG.
La céramique au point de vue physico-chimique. Ed. Dunod Paris, 1935,
229 p.
- [26] P. MUNIER.
Prédétermination de la courbe température / temps pour la cuisson des
produits céramiques. Chaleur et industrie, Juillet-Aout 1945.
- [27] J. RIGAUD.
La cuisson des matières premières et des pâtes céramiques, l'Industrie
céramique N° 685, Juil. 1995.
- [28] C. A. JOUENNE.
Céramique générale physico chimie, Ed. Septima, Paris 1975.
- [29] Institut de céramique française.
Cours sur le « frittage ». Industrie céramique, 1968-1969.
- [30] J. PEYSSON.
Les céramiques. l'Industrie céramique N°682, Mars 1975.
- [31] R. DUCARRE.
Technique et technologie de fabrication et de cuisson. l'Industrie
céramique, Paris 1981.
- [32] C.A. JOUENNE.
Phénomènes physico-chimiques au cours de la cuisson des produits de
céramique. Pub. I.F.C., 1967.
- [33] R. SCHNYDER.
Les pâtes et les glaçures céramiques. Ecole suisse de céramique, 1970.
- [34] J. F. DELON, J. YVON.
Incorporation des argiles dans les pâtes de grès cérame. Industrie
céramique N° 769, Fév. 1983, p. 99.
- [35] P. MUNIER.
Les grès et les argiles à grès. Extrait de l'industrie céramique, Août-
Sept.-Oct. 1951.
- [36] M. HAUSONNE.
Technologie céramique générale, faïence-grès, porcelaine. Vol. I, 1969.

- [37] J. FOURNEAU, C. BIGORGINE.
Le grès cérame et le grès émaillé. Céramique industrielle N°6, Ed. d'Art
Piazza, 1992.
- [38] Revue céramique industrielle.
Vol. 4, 1978.
- [39] A. BRUSA, M. MORINI.
Le broyage continu: son application à la production des carreaux,
l'Industrie céramique N° 850, Juin 1990, p. 407.
- [40] J. AUBOUIN.
Précis de géologie. Tome I, Ed. Dunod, Paris 1968, p. 226 à 230.
- [42] J. M. GAILLARD.
Aptitude des argiles au séchage. Recueil des conférences de la journée
technique. ENSCI, 15 Déc. 1994, p. 47.
- [43] J. RIGAUD.
Le séchage des compositions céramiques. L'Industrie céramique N° 684,
Mai 1975, p. 322 à 324.
- [44] M. ROGET.
Le séchage des produits céramiques. L'Industrie céramique N° 691,
Janv. 1976, p. 29 à 30.
- [45] H. CHEMANI, H. AKBIBOUCHE, K. HAMMICHE.
Optimisation d'une masse céramique pour l'obtention des carreaux de
revêtements muraux et tuiles à partir d'une argile pour carreaux sols.
M.F.E., Ing., I.N.M.C., Boumerdès 1996.
- [46] R. DUCARRE.
Rappel sur la technique et technologie de fabrication et de cuisson.
Montrouge, 19 Fev. 1981, p. 3 à 4.

ANNEXES

de 1 à 12

ANNEXES

- A 1** Caractéristiques des équipements.
- A 2** Diagramme déterminant les minéraux contenus dans l'argile AEK.
- A 3** Méthode de BIGOT (à l'aide du barelattographe).
- A 4** Analyse au microscope de chauffe.
- A 5** Analyse par diffraction X du KTT.
- A 6** Analyse par diffraction X du FAB.
- A 7** Analyse par diffraction X du SAZ.
- A 8** Procédé de fabrication des carreaux sols.
- A 9** Variation de la viscosité en fonction des différentes humidités.
 - Tableau 28: Préparation des suspensions à 36% d'humidité à différentes concentrations de STPP.
 - Tableau 29: Préparation des suspensions à 39% d'humidité à différentes concentrations de STPP.
 - Tableau 30: Préparation des suspensions à 41% d'humidité à différentes concentrations de STPP.
 - Fig. 11: Variation de la viscosité avec 36% d'humidité.
 - Fig. 12: Variation de la viscosité avec 39% d'humidité.
 - Fig. 13: Variation de la viscosité avec 41% d'humidité.
- A 10** Schéma de préparation de la poudre à presser (Préparation sur cinq barbotines).
- A 11** Courbes de dilatation-retrait des compositions.
- A 12** Analyse chimique et minéralogique de la composition optimisée.

ANNEXE 1 CARACTERISTIQUES DES EQUIPEMENTS

N°	Désignation	Type	Paramètres de travail	Observations
1	SPECTOMETRE séquentiel de rayon X	SRS303 SIEMENS	Alimentation en eau: 3 V min Alimentation en air: 2W min Pression eau: 4 à 8 bars Pression air: 4,5 à 10 bars EN 100	Analyses chimiques
2	Appareil de flexion	401 NETZSCH		
3	Dilatmètre: ADAVEL- LHMARGY	CHEVENARD DM15	Température maximale: 1650 °C - EN 103	
4	Presse hydraulique et semi-automatique	GABRIELLI	Pression maximale: 400 bars	
5	Four NABER		Température maximale: 1340 °C	
6	Barelatographe ADAVEL-LHMARGY	BI		
7	Etuve MEWMERT	UL 50	Température maximale 220 °C	Avec ventilation
8	Etuve HERAEUS	T50.90	Température maximale 250 °C	Sans ventilation
9	Diffractomètre RX	SIEMENS « 500D »	20 mA - 40 Kvolt - avec tube anticathode de cuivre	Analyses minéralogique
10	Broyeur à jaire GERHARDS	TPR		
11	Broyeur à meule SPENGLER	TROKO LB		
12	Duromètre	EQUOTIP	Dureté HB, HV, HRC.	

ANNEXE 3

METHODE DE BIGOT (à l'aide du barelattographe)

1) Objectif

L'étude de la dépendance du retrait de l'humidité de la pâte lors du séchage permet d'apprécier la sensibilité au séchage de l'argile mise à l'étude et d'expliquer les particularités du séchage.

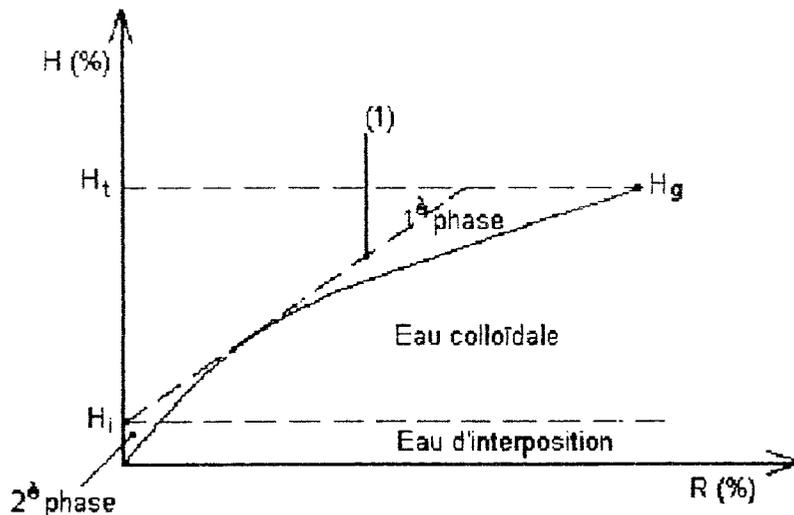
2) Matériaux et matériels utilisés

- Argile jaune ou grise.
- Eau.
- Etireuse ou moule.
- Pied à coulisse
- Etuve.
- Balance.

3) Mode opératoire

- Façonner des éprouvettes (15*15*30 mm).
- Peser les éprouvettes façonnées.
- Placer les éprouvettes sur les portes échantillons.
- Placer le papier d'enregistrement et mettre en marche l'appareil.

Après quelques heures, on obtient la courbe de BIGOT dont l'allure est la suivante:



Cette méthode montre que le séchage se fait en deux phases:

- 1^{ère} phase: l'échantillon prend du retrait en perdant en parallèle la masse.
- 2^{ème} phase: le départ de l'eau ne provoque plus de retrait.

4) Dépouillement et Interprétation de la courbe de BIGOT

- Soit:
- L_i , longueur initiale de l'éprouvette;
 - L_s , longueur de l'éprouvette sèche;
 - M_i , masse initiale de l'éprouvette;
 - M_s , masse de l'éprouvette sèche;
 - x , valeurs des abscisses relevées du graphe en mm;
 - y , valeurs des ordonnées relevées du graphe en mm;
 - K_1 , coefficient de précision de l'appareil (avec déplacement horizontal de l'aiguille);
 - K_2 , coefficient de précision de l'appareil (avec déplacement vertical de l'aiguille).

$$K_1 = \frac{5 \text{ g}}{\Delta l}; \quad K_2 \text{ donné}$$

Remarque: Une fois l'enregistrement achevé, il faut placer entre les deux échantillons un contre poids de 5 grammes et remettre en marche une seconde fois l'appareil. L'aiguille va inscrire un point sur une distance Δl de l'axe des ordonnées par rapport à 5 grammes.

Après cela, l'appareil est arrêté. Le séchage des éprouvettes est poursuivi dans une étuve pendant une durée de 3 à 4 heures, afin d'éliminer le reste de l'eau se trouvant à l'intérieur. Peser une dernière fois pour trouver M_s .

Alors:

$$y_0 = \frac{\Delta m}{K_1} = \frac{M_i - M_s}{K_1}$$

$$R = \frac{K_2 x}{L_s} 100\% \Rightarrow \text{Retrait}$$

$$H = \frac{K_1 y}{M_s} 100\% \Rightarrow \text{Perte de masse}$$

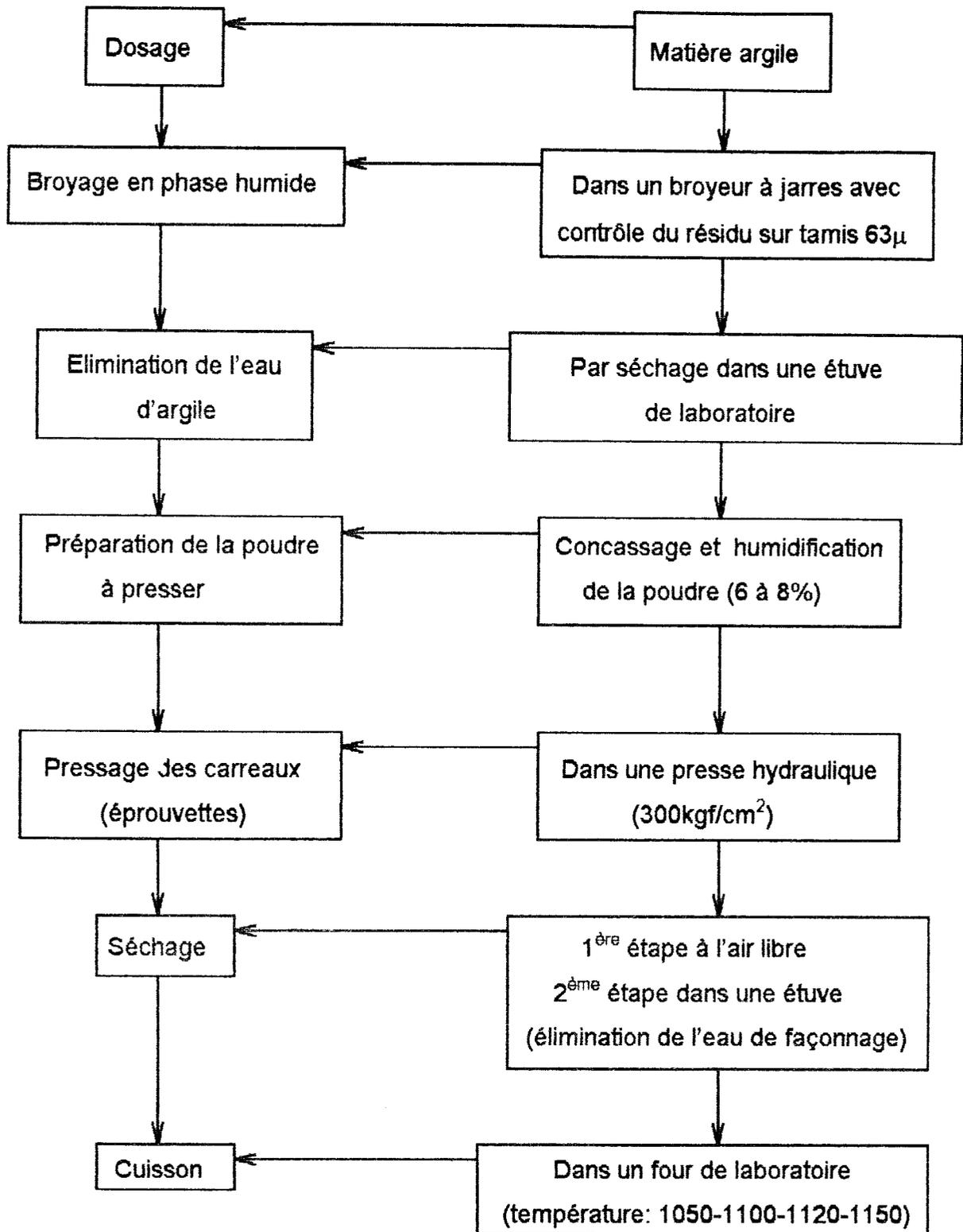
Relever ensuite les valeurs de x_i et y_i pour calculer R_i et H_i . Tracer sur papier millimétrique H en fonction de R .

5) Détermination des pourcentages d'eau totale [humidité de façonnage (H_T) de retrait (H_2) et d'interposition (H_i)]

- Le pourcentage d'eau totale est l'humidité correspondante au retrait final. Elle représente la teneur en eau de la pâte.
- Le pourcentage d'eau d'interposition est la valeur d'humidité lue au point d'intersection de la droite (1) et l'axe des ordonnées.
- Le pourcentage d'eau de retrait $H_2 = H_T - H_i$.

ANNEXE 8

PROCÉDE DE FABRICATION DES CARREAUX SOLS



ANNEXE 9
VARIATION DE LA VISCOSITE EN FONCTION DE LA STPP A DIFFERENTES HUMIDITES
(Tableaux et courbes)

Tableau 28: Préparation des suspensions à 36% d'humidité à différentes concentrations de STPP.

Matière	Quantité (%)	Conc. %	CP I		CP II		CP III		CP IV		CP V	
			Densité (g/cm ³)	Viscosité								
Argile	60	0,02	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Kaolin	27	0,04	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Felsite	8	0,06	-	-	1663	-	1667	-	-	-	-	-
Sable	5	0,08	1664	-	1660	67,7	1667	39,9	-	1694	-	1700
		0,10	1668	48,05	1660	46,8	1667	30,96	61,9	1694	61,9	1700
		0,12	1668	41,75	1663	35,66	1667	28	61,1	1694	61,1	1700
		0,14	1668	39,08	1663	33,56	1667	26,06	50,96	1694	50,96	1700
		0,16	1668	36,16	1663	32,3	1667	26,26	43,5	1694	43,5	1700
	36%	0,18	1670	38,46	1663	36,8	1667	28,06	51,96	1694	51,96	1700
		0,20	1670	33,1	1663	36,96	1667	28,06	62,2	1694	62,2	1700
Humidité de la suspension												

Tableau 29: Préparation des suspensions à 39% d'humidité à différentes concentrations de STPP.

Matière	Quantité (%)	Conc. % STPP	CP I		CP II		CP III		CP IV		CP V		
			Densité (g/cm ³)	Viscosité									
Argile	60	0,02	-	-	-	-	1608	27,1	1697	-	-	-	-
Kaolin	27	0,04	1617	-	-	-	1608	19,6	1699	41,76	1606	36,7	1606
Felsite	8	0,06	-	31,86	1611	26,4	1608	17,66	1694	24,2	1616	26,26	1616
Sable	6	0,08	1613	20,45	1606	22,6	1608	17,6	1696	22,03	1608	20,46	1608
		0,10	1608	18,6	1606	20,86	1608	17	1696	19,63	1610	19,96	1610
		0,12	1616	16,8	1608	18,86	1608	16,06	1693	20,4	1611	19,7	1611
		0,14	1612	16,1	1608	17,36	1608	16,9	1693	20,86	1614	19,03	1614
		0,16	1614	16,4	1606	15,5	1612	18,25	1693	21,26	1615	19,5	1615
Humidité de la suspension	39%	0,18	1611	18	1606	17,06	1617	23,6	1693	21,7	1609	19,73	1609
		0,20	1613	18,13	1606	17,36	1620	24,16	1693	21,86	1608	20	1608

Tableau 30: Préparation des suspensions à 41% d'humidité à différentes concentrations de STPP.

Matière	Quantité (%)	Conc. %	CP I		CP II		CP III		CP IV		CP V	
			Densité (g/cm ³)	Viscosité								
Argile	60	0,02	-	-	1674	33,6	1683	26,86	-	-	1676	33,5
Kaolin	27	0,04	1673	17,96	1674	22,7	1678	17,6	1676	19,66	1670	17,5
Felsite	8	0,06	1673	16,43	1674	16,6	1678	16,6	1676	16,66	1668	14,63
Sable	6	0,08	1673	14	1674	14,63	1678	14,46	1676	14,76	1669	13,96
		0,10	1673	13,3	1674	14,16	1678	14,25	1676	14,4	1669	13,86
		0,12	1673	13,2	1674	13,76	1678	14,9	1676	14,5	1669	13,7
		0,14	1673	13,03	1674	14	1678	14,93	1676	14,66	1669	13,86
Humidité		0,16	1673	13,9	1674	14,03	1678	16	1668	14,7	1669	13,9
de la	41%	0,18	1673	13,86	1674	14,4	1678	16,13	1668	14,77	1669	14
suspension		0,20	1673	14,83	1674	14,8	1678	16	1668	16	1669	14,63

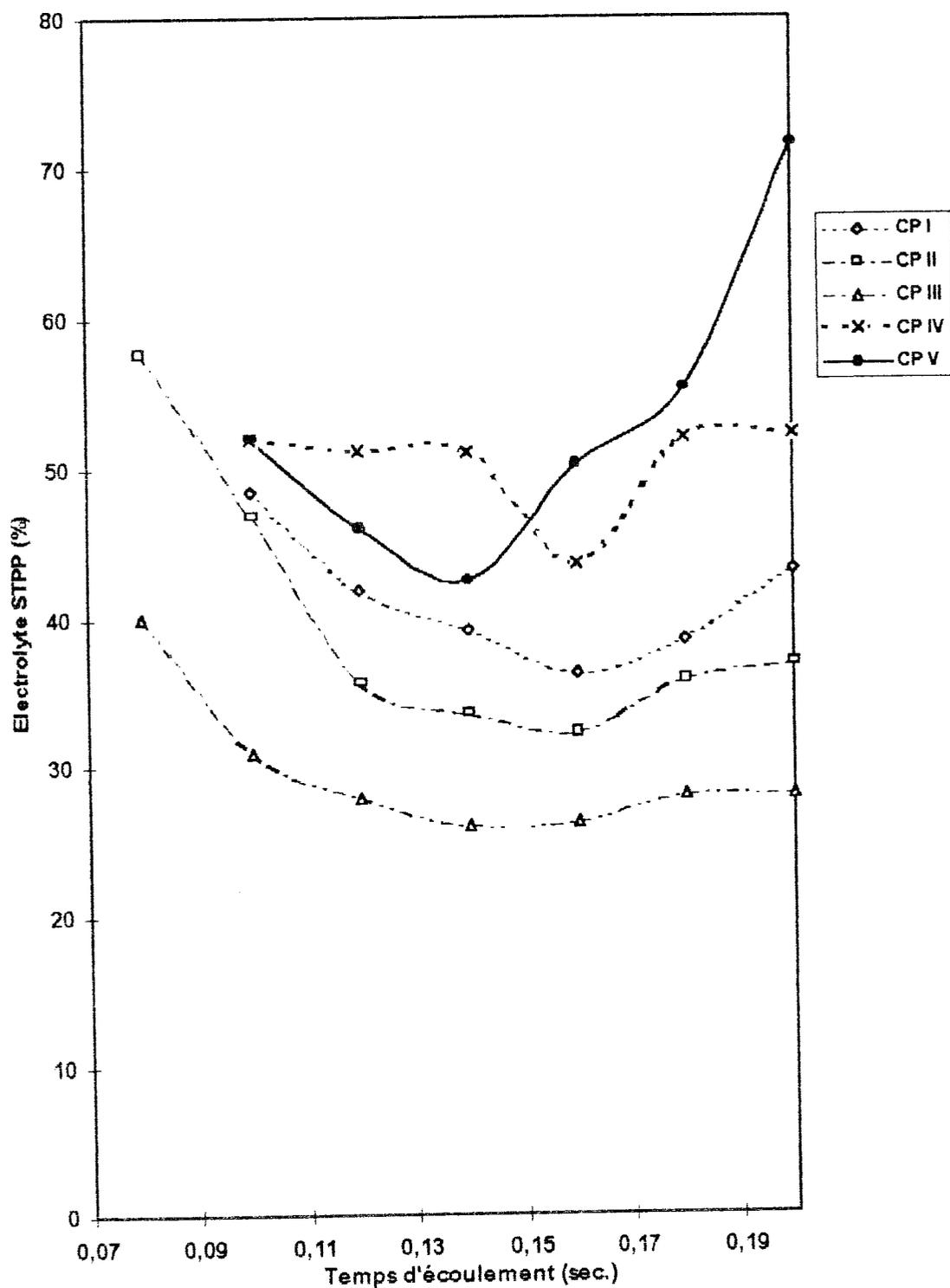


Fig. N° 11: Variation du temps d'écoulement avec 36% d'humidité.

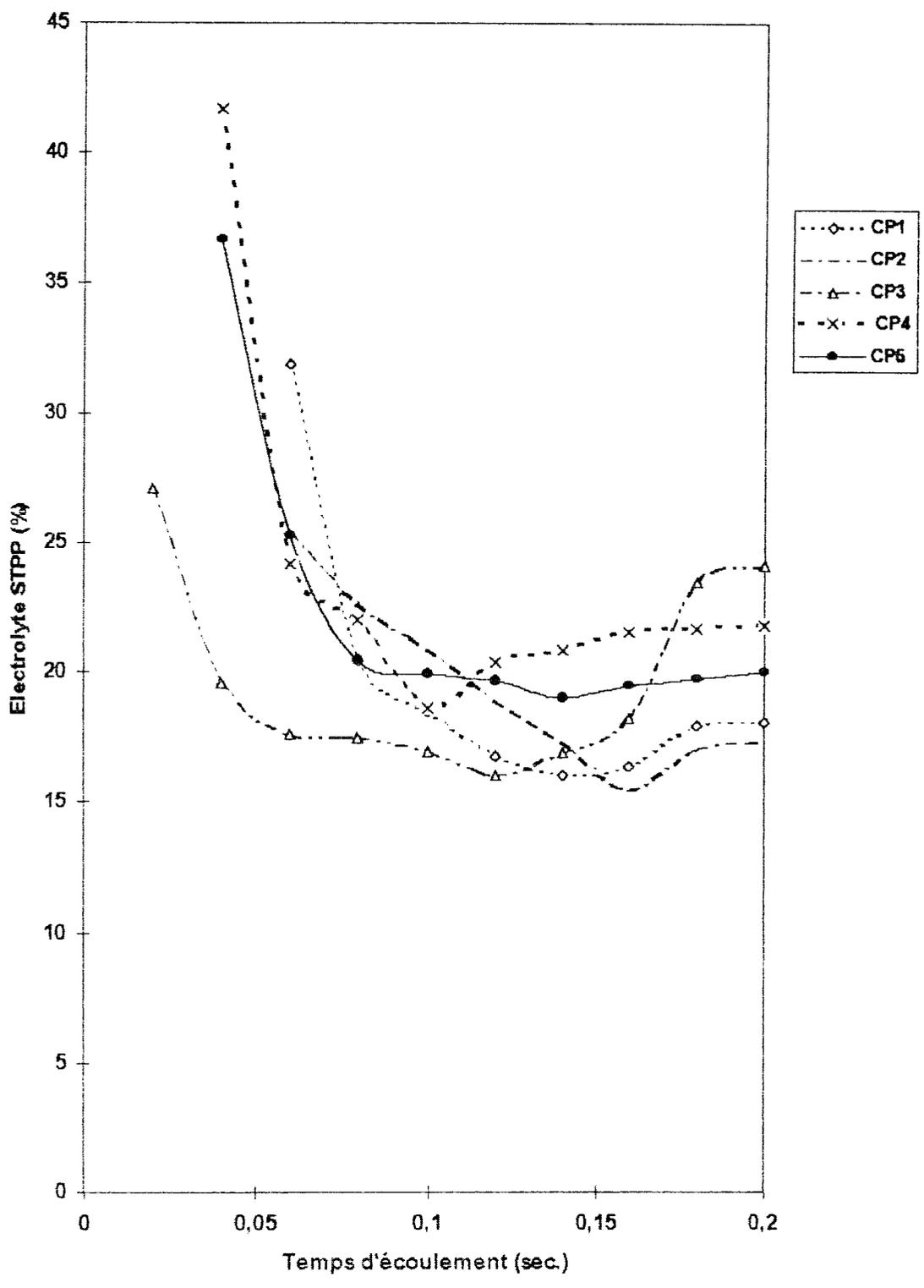


Fig. N° 12: Variation du temps d'écoulement avec 39% d'humidité.

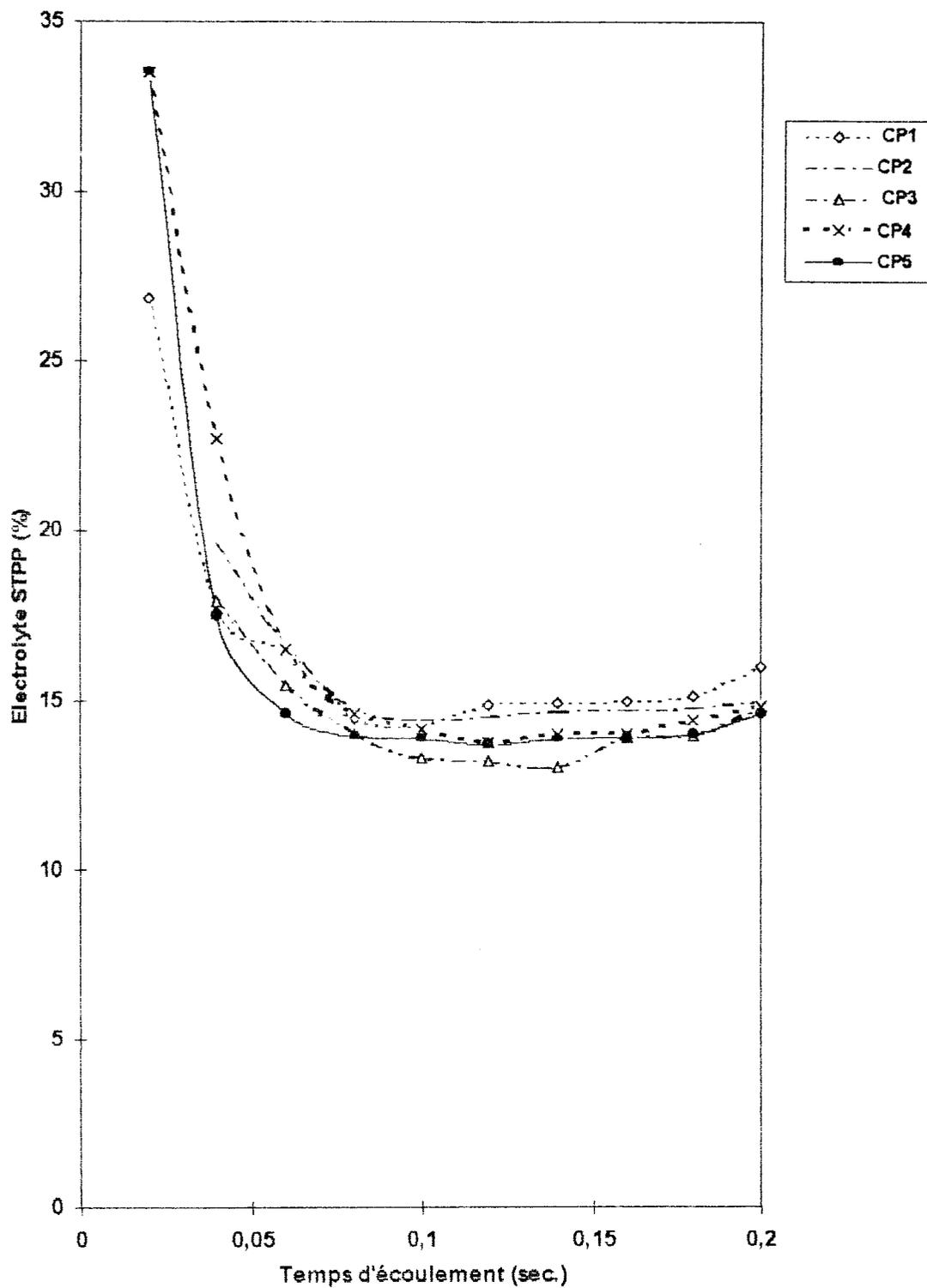
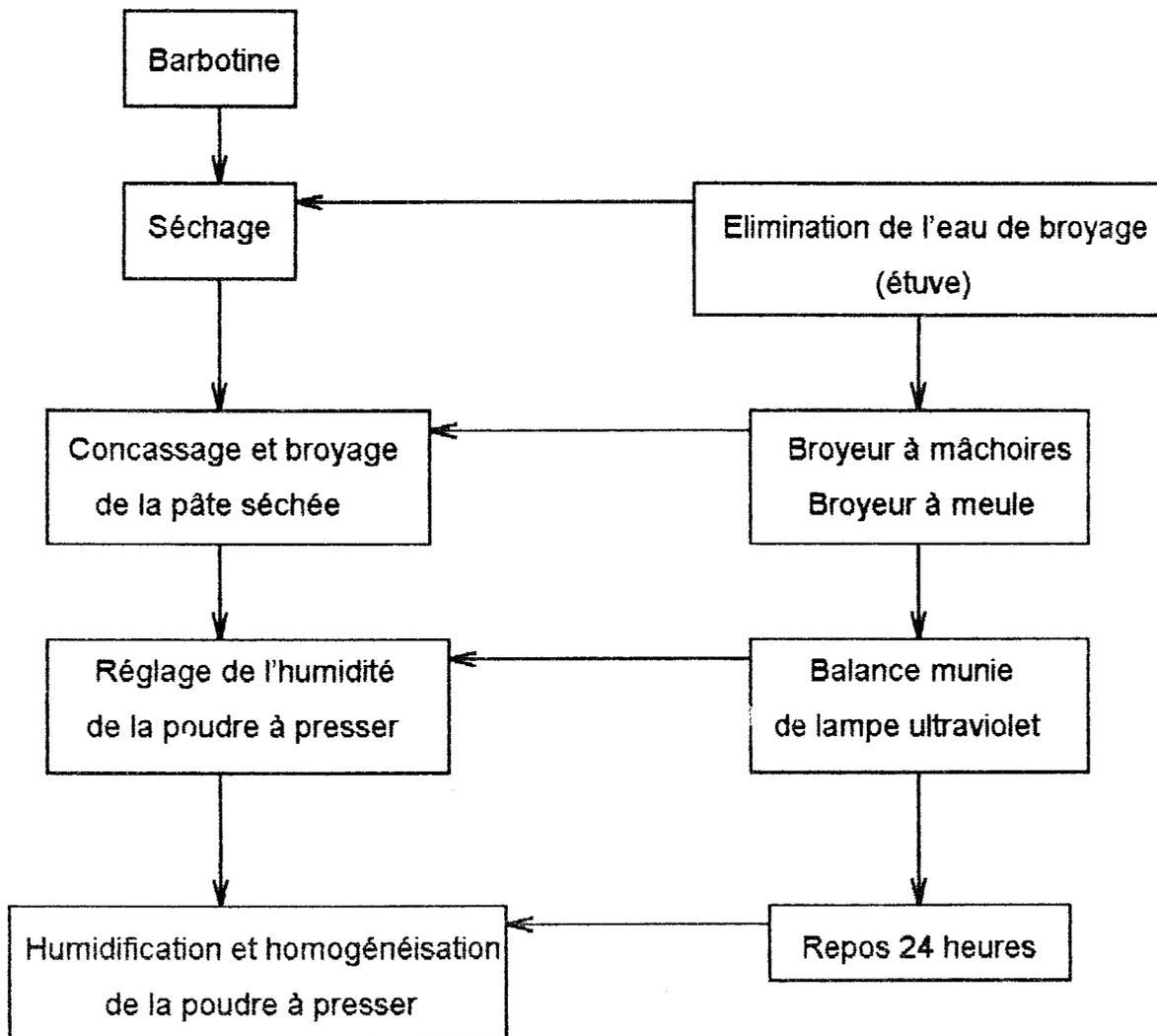


Fig. 13: Variation du temps d'écoulement avec 41% d'humidité.

ANNEXE 10

SCHEMA DE PREPARATION DE LA POUDRE A PRESSER

(Préparation sur cinq barbotines)



ANNEXE 11

COURBES DE DILATATION-RETRAIT DES CINQ COMPOSITIONS

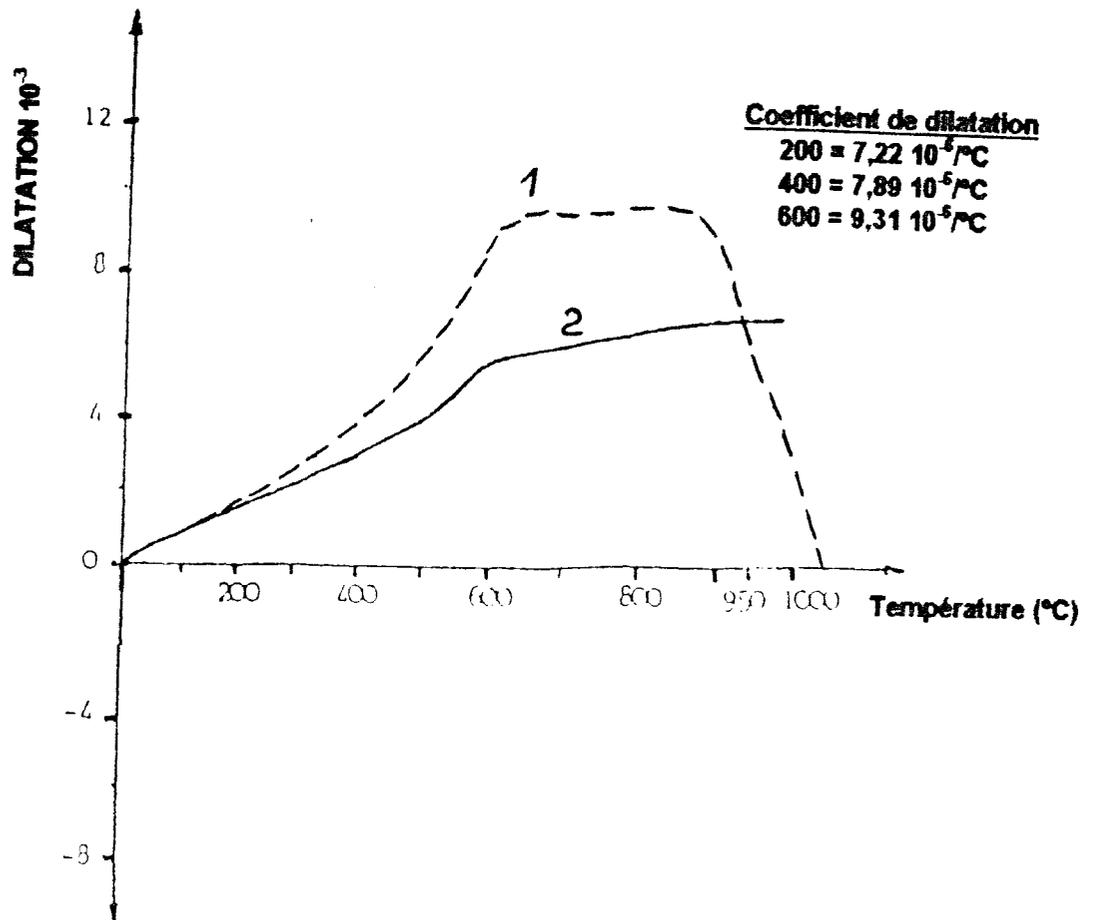


Fig. 23: Courbes de dilatation-retrait (C.P.I)

1-Echantillon cru

2-Echantillon cuit à 1000 $^{\circ}\text{C}$

