

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ M'HAMED BOUGARA

BOUMERDES

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'INGÉNIEUR

*Mémoire de fin d'études*

En vue de l'obtention du diplôme de *MASTER*

Spécialité : Génie des Matériaux

Filière : Génie Mécanique

*THEME*

***ELABORATION ET CARACTERISATION DE  
LA CERAMIQUE  $MgTiO_3-CaTiO_3$  À PARTIR  
DE LA DOLOMITE LOCALE DE JIJEL***

***Réalisé par :***

- TOUATI Ibrahim
- TIMADJER Charef eddine

***Soutenu devant le jury:***

- M.BENMOUNAH Abdelbaki
- M.DILMI Hamid
- KHERIBET Rabia
- BOUMCHEDDA Khaled

Pr. Président  
MCA. Examineur  
MCA. Examineur  
Pr. Promoteur

31/07/2019

**Année universitaire 2018/2019**

## **Remerciement**

*En Premier, nous remercions dieu, le tout puissant de nous avoir donné le courage et la patience pour accomplir notre travail de mémoire de Fin d'études.*

*Tous nos remerciements et profonde reconnaissance à notre promoteur :*

*« **Pr.BOUMCHEDDA** » pour son suivi et ces conseils pour nous orienter tout de long de l'élaboration de notre travail.*

*Nous remercions également tous les de membres de jury pour avoir acceptés d'examiner notre travail. Nos remerciements à l'ensemble des enseignants de l'université de boumerdes. Nous remercions vivement toute l'équipe de formation de département de génie mécanique et tous ceux qui nous aider de proche et de loin.*

*nos pensées vont également à ma famille.*

*Nous les remercions de leur aide, soutien et encouragements tout au long de nos études.*

*Que tous ceux qui nous ont aidé de loin ou de près à l'élaboration de ce mémoire, trouvent ici nos remerciements et l'expressions de notre profond respect.*

**Charefeddine et Ibrahim**

## Liste des figures

### CHAPITRE I :

Figure I.1 : Céramique techniques .....5

### CHAPITRE II :

Figure II.1 : Classes des matériaux cristallins.....8

Figure II.2 : Condensateur sans électrique.....9

Figure II.3 : Condensateur avec diélectrique .....10

Figure II.4 : Condensateur avec diélectrique .....11

Figure II.5 : Courbe de polarisation d'un matériau diélectrique.....13

Figure II.6 : Domaines dans un matériau ferroélectrique.....15

Figure II.7 : Structure de la pérovskite idéale  $\text{CaTiO}_3$  .....16

Figure II.8 : Octaèdres d'oxygènes dans  $\text{CaTiO}_3$  à température ambiante .....19

### Revue bibliographique :

Figure 1 : Variation de la conductivité AC avec la température à 1KHz fréquence pour pour  $(1-x) \text{MgTiO}_3-x\text{CaTiO}_3$  ( $x = 0,0.1, 0.2$  et  $0,3$ ) des échantillons.....21

Figure 1 : Variation de la perte diélectrique avec la température à 1KHz fréquence  $(1-x) \text{MgTiO}_3- x\text{CaTiO}_3$  ( $x = 0.0.1.0.2.0.3$ ) des échantillons .....22

### CHAPITRE III :

Figure III.1 : La courbe ATD-ATG de la dolomie.....27

Figure III.2 : La courbe de 14 ATG-ATD du précipité.....32

Figure III.3 : Cycle thermique du frittage .....36

Figure III.4 : Variation des propriétés physique des échantillons à partir le précipité en fonction de la température de frittage .....38

Figure III.5 : Spectre représente la variation et l'angle de perte de la permittivité en fonction de la fréquence ....41

Figure III.6 : Variations des propriétés physiques des échantillons à partir le précipité en fonction de la température de frittage.....	44
Figure III.7 : Spectre représente la variation et l'angle de perte de la permittivité en fonction de la fréquence .....	47

## Liste des tableaux

### CHAPITRE I :

Tableau I.1 : Température de fusion de quelques céramiques .....	3
--	---

### CHAPITRE II :

Tableau II.1 : Principaux cristaux ferroélectriques du type liaison hydrogène.....	14
--	----

Tableau II.2: Transitions de phases et caractéristiques cristallographiques de CaTiO <sub>3</sub> .....	17
---	----

### CHAPITRE III :

Tableau III.1 : La composition chimique de la poudre .....	24
--	----

Tableau III.2 : La composition chimique du précipité .....	31
--	----

Tableau III.3 : Les propriétés d'oxyde de titane .....	33
--	----

Tableau III.4 : Les caractérisations des échantillons à partir du précipité .....	35
---	----

Tableau III.5 : les caractérisations physiques des échantillons .....	36
---	----

Tableau III.6 : Caractérisations physiques de 3 échantillons frittées à partir le précipité .....	37
---	----

Tableau III.7 : les valeurs obtenues pour les mesures de propriétés diélectrique en fonction de fréquence d'une pastille cuite à 1350 C° à partir le précipité .....	40
--	----

Tableau III.8 : Les caractérisations des échantillons à partir de la dolomie .....	42
--	----

Tableau III.9 : les caractérisations physiques des échantillons .....	43
---	----

Tableau III.10 : Caractérisations physiques de 3 échantillons frittées à partir de la dolomie .	44
---	----

Tableau III.11 : Les valeurs obtenues pour les mesures de propriétés diélectrique en fonction de fréquence d'une pastille cuite à 1350 C° à partir de la dolomie.....	45
---	----

# Sommaire

Remerciement	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Table des matières	
Introduction générale.....	1
<b>CHAPITRE I : Les matériaux céramiques</b>	
I.1 Introduction .....	2
I.2 Définition .....	2
I.3 Propriétés des céramiques.....	2
I.4 Types de la céramique.....	4
I.5 Elaboration de la céramique .....	5
I.6 Domaines d'utilisation des céramiques .....	6
I.6.1 Industrie électrique .....	6
I.6.2 Industrie électronique.....	6
I.6.3 Matériaux piézoélectriques .....	6
<b>CHAPITRE II : Les propriétés diélectriques des céramiques</b>	
II.1 Définition des matériaux diélectriques .....	7
II.2 Classification des matériaux diélectriques .....	7
II.2.1 Matériaux piézoélectriques .....	7
II.2.2 Matériaux pyroélectriques .....	7
II.2.3 Matériaux ferroélectriques .....	7
II.3 Propriétés physiques associées aux diélectriques .....	8
II.3.1 La polarisation .....	8
II.3.2 Susceptibilité diélectrique .....	9
II.3.3 Constante diélectrique .....	9

II.3.4 Perte diélectrique .....	10
II.3.5 La rigidité diélectrique [v/m] .....	11
II.3.6 La résistivité électrique .....	11
II.3.7 Puissance moyenne dissipée dans un diélectrique .....	11
II.3.8 Conductivité électrique .....	12
II.3.9 Coefficient de perte diélectrique .....	12
II.4 Céramiques ferroélectriques .....	12
II.4.1 Matériaux céramiques ferroélectriques .....	12
II.4.2 Phénomène de la ferroélectricité .....	12
II.4.3 Aspect cristallographique de la ferroélectricité .....	13
II.4.4 Classification des céramiques ferroélectriques .....	14
II.4.4.1 Céramiques ferroélectriques du type ordre –désordre .....	14
II.4.4.2 Céramiques ferroélectriques du type displacifs .....	14
II.4.5 Domaines ferroélectriques .....	14
II.4.6 Application des céramiques ferroélectriques .....	15
II.5 Propriétés diélectriques de la céramique CaTiO <sub>3</sub> et MgTiO <sub>3</sub> .....	15
II.5.1 Le titanate de calcium (CaTiO <sub>3</sub> ) .....	15
II.5.2 Titanates de magnésium .....	20

## **Revue bibliographique :**

1. Introduction .....	21
2. Travaux et articles .....	21

## **CHAPITRE III : Techniques expérimentales**

III.1 Introduction .....	23
III.2 Préparation et caractérisation des matières premières.....	23
III.2.1 L'essai de calcimétrie .....	23
III.2.2 Les caractérisations de la dolomie .....	24

III.2.2.1 La caractérisation DRF .....	24
III.2.2.2 Analyse ATG-DSC .....	25
III.2.3 Attaque par l'acide HCl .....	27
III.2.4 La neutralisation par l'hydroxyde de sodium .....	28
III.2.5 L'opération de centrifugeuse .....	30
III.3 Les caractérisation du précipité ( $Mg(OH)_2Ca(OH)_2$ ) .....	31
III.3.1 La caractérisation DRF.....	31
III.3.2 Analyse ATG-DSC .....	32
III.4 Préparation des mélange.....	33
III.4.1 Le mélange : précipité $Ca(OH)_2Mg(OH)_2 + TiO_2$ .....	33
III.4.1.1 Broyage et homogénéisation .....	34
III.4.1.2 Séchage.....	34
III.4.1.3 Le mélange $CaMg (CO_3)_2 + TiO_2$ .....	34
III.4.1.4 Broyage et homogénéisation .....	35
III.4.1.5 Séchage .....	35
III.4.2 Elaboration de céramique .....	35
III.4.2.1 Protocole de préparation des pastilles .....	35
III.4.2.2 Elaboration de céramique $CaTiO_3 MgTiO_3$ à partir du précipité de la dolomie....	35
III.4.2.2.1 Le frittage .....	36
III.4.2.2.2 Etude des caractérisations physiques des pastilles frittées .....	37
III.4.2.2.3 Etude des propriétés diélectriques .....	39
III.5 Conclusion.....	42
III.6 Elaboration de céramique $CaTiO_3 MgTiO_3$ à partir de la dolomie .....	42
III.6.1 Le frittage .....	43
III.6.2 Etude des caractérisations physiques des pastilles frittées .....	43
III.6.3 Etude des propriétés diélectriques .....	45

III.6.4 Conclusion.....47

**Conclusion générale**.....48

**Référence**

**Résumé**

### *Introduction Générale*

Le domaine technologique des céramique technique est très vaste. L'étendue des propriétés physiques de cette classe de matériaux induit de nombreuses applications industrielles. Les céramiques diélectriques ont pris ces dernières années une importance considérable dans la fabrication des isolations destinés à diverses applications électriques et électroniques

Ces composantes électroniques sont présentes dans tous les secteurs de l'industrie. Les appareils fonctionnent grâce à une source d'énergie, électrique ou non, et grâce à des composants électroniques permettant de contrôler de manière précise l'énergie délivrée

L'usage d'isolations céramiques augment et implique un fort engouement de la recherche sur de nouveaux matériaux diélectriques et ou l'amélioration des propriétés matériaux disponibles. Les céramiques diélectriques les plus utilisés actuellement sont principalement à base d'oxyde métallique tels que les titanates, les niobates ou les zirconites à structure pérovskites.

Le composites céramique est aussi une céramique diélectrique constitue de deux céramiques différentes, pour améliorer les caractérisations physiques et diélectriques

Les composites céramiques de  $MgTiO_3$ - $CaTiO_3$  sont cuit à une température de 1250 à 1400 °C et peuvent être des manchons des bagues des douilles pour transformateur, des isolateurs pour haute fréquence et des condensateurs, elle stabilise à basse température (700-800 °C)

Notre travail a pour objectif l'élaboration et caractérisation de céramique composite diélectrique à partir de la dolomie  $CaMg(CO_2)_2$  et aussi à partir de son précipité  $Ca(OH)_2$ - $Mg(OH)_2$

Cette matière première d'origine locale de JJEL.

Le manuscrit de mémoire est organisé en quatre chapitres :

Dans un premier chapitre, on représente les matériaux céramiques et leur classification avec des propriétés générales

Le deuxième chapitre sur les propriétés diélectriques des céramiques

Le troisième chapitre, on représente quelques travaux et articles scientifiques.

Le quatrième chapitre c'est une partie expérimentale sur l'élaboration et caractérisation de composites et après la conclusion générale

## I.1 Introduction :

Le mot céramique vient du grec « keramikos » et signifie argile ou terre à potier. Pendant des milliers d'années, l'argile a servi de matière première pour la fabrication de poteries, de briques et de tuiles [1]

## I.2 Définition :

La définition communément adoptée est la suivante :

Une céramique est un matériau inorganique de synthèse, non métallique, obtenu par chauffage à haute température sans atteindre la fusion (Frittage), de poudres minérales pulvérulentes pures ou mélangées.

## I.3 Propriétés des céramiques :

Les propriétés des matériaux de construction déterminent le domaine de leur application, ce n'est qu'en évaluant exactement les qualités des matériaux, c'est-à-dire leurs propriétés les plus importantes, que l'on peut construire des édifices et ouvrages solides, durable et de haute efficacité économique et technique, toutes les propriétés des matériaux de construction, d'après, l'ensemble de leurs indices, sont divisées en propriétés physiques, chimiques et mécaniques. [2]

### ➤ Propriétés physiques

Le poids, la densité, perméabilité aux liquides, aux gaz à la chaleur et à l'émanation radioactive, ainsi que la résistance à l'action agressive de l'ambiance [2].

### ➤ Les propriétés chimiques

Sont évaluées d'après le pouvoir d'un matériau de résister aux acides, aux bases et aux solutions des sels, qui provoquent des réactions d'échanges et entraînent la destruction de la matière.

### ➤ Les propriétés mécaniques

Le pouvoir des matériaux de résister à la compression, à la traction, aux chocs, à l'enfoncement des corps étrangers, ainsi qu'à tout résultant de l'application d'une force. Elles présentent un module d'élasticité très élevé et des déformations élastiques extrêmement

restreintes. On peut supposer, avec une très bonne approximation, que leur comportement est élastique jusqu'à la rupture. [3]

### ➤ Propriétés thermiques :

#### • Température de fusion :

Les céramiques possèdent une température de fusion très élevée qui peut dépasser 2000°C [4] à cause de ses liaisons chimiques qui sont fortes.

Le tableau I-1 montre quelques valeurs de température de fusion ( $T_f$ ) de quelques céramiques.

**Tableau I.1** : Température de fusion de quelques céramiques [6]

Matériau	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	TiN	SiO <sub>2</sub>
$T_f$ (C°)	2070	2640	2625	2950	1700

#### • Conductibilité thermiques :

En général, les céramiques sont considérées comme des isolants thermiques cause de l'absence totale des électrons libres et la nature des liaisons chimiques, la conductibilité dépend de la composition chimique de l'état d'agrégation et de la température, elle dépend aussi considérablement de la forme, de la grosseur, de l'orientations et de la répartition des pores. Des considérations purement théoriques, il résulte que tandis que dans les substance vitreuses la conductibilité thermique croit avec la température mais dans les corps cristallins au contraire elle est inversement proportionnelle à la température [5].

### ➤ Propriétés électroniques :

Les céramiques contiennent trois catégories des matériaux, isolants, semiconducteurs et autres conducteurs mais en général la plupart des céramiques sont des isolants et leurs conductivités sont faibles par rapport aux métaux à cause de la nature des liaisons et l'absence des électrons libres [5].

### ➤ Propriétés optiques :

La couleur est l'une des propriétés optiques les plus importantes qui permet aux céramiques d'être utilisées dans diverses applications tels que les pigments dans les matériaux produits et utilisés à basse températures.

La couleur résulte de l'absorption des proches longueurs d'onde des radiations à l'intérieur de la région visible. Elle peut être due aussi à la nonstoichiométrie dans la structure. Quelques ions peuvent diffuser différentes couleurs dépendant de leur position dans la structure atomique et des ions adjacents.

### I.4 Types de la céramique :

#### ➤ Céramiques traditionnelles :

(Aluminosilicates, les réfractaires) qui sont issues de matières premières naturelles (argile, feldspath, kaolin, quartz) et généralement mises en œuvre par coulée (barbotine), exemples : la faïence, terres cuites (briques de construction), porcelaines (vaisselle, objets décoratifs), etc.

#### ➤ Céramiques techniques :

Dont les principales applications sont rappelées dans la figure I-1, sont des associations métal-métalloïde. Elles sont obtenues le plus souvent par frittage (traitement thermomécanique dans des fours spéciaux, qui provoque la cohésion de granulés de poudre avec un « aggloméré » préparé par compression à froid) ou par électro fusion (les oxydes sont coulés directement dans un moule).

Les céramiques techniques [4] sont apparues car les céramistes ont été sollicités pour développer de nouveaux matériaux fiables, très performants et utilisables dans les nouvelles technologies. Elles mettent à profit leurs propriétés électriques, isolantes, magnétiques, optiques, supraconductrices, thermiques, thermomécaniques, etc.

Ces matériaux céramiques associent des liaisons covalentes et ioniques. Ce sont des solides iono-covalents mais qui peuvent avoir parfois un caractère métallique. Du point de vue de leur composition chimique, les composés céramiques sont des associations métal-

# Chapitre I : Les matériaux céramiques

métalloïde. Il convient de faire la différence entre un métal et un composé métallique qui peut être une céramique.

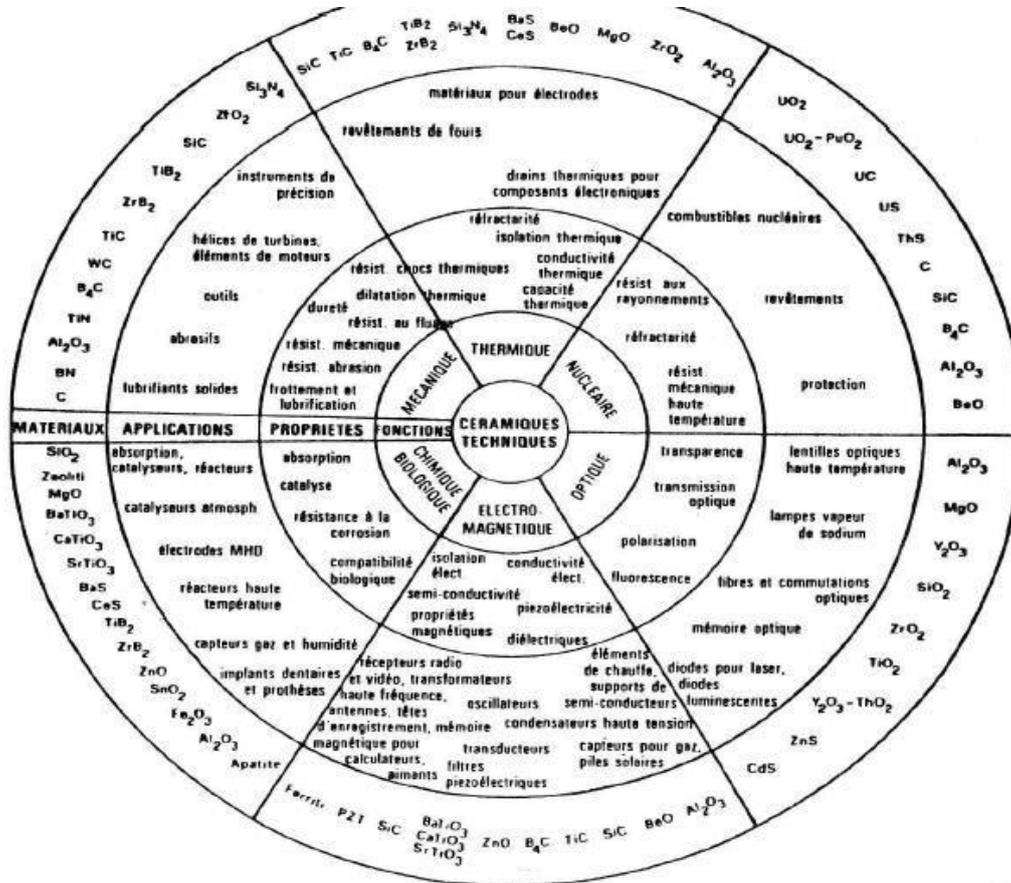


Figure I.1 : Céramique techniques

## 1.5 Elaboration de la céramique :

La fabrication de la céramique fait intervenir de nombreuses étapes qui peuvent être regroupé en quatre parties :

- Préparation ou synthèse des poudres
- Calcination ou chamottage : un traitement thermique,
- le rebroyage
- Mise en forme
- Frittage

L'élaboration de la poudre et le procédé de frittage sont des étapes cruciales dans le procédé de fabrication de la céramique.

En effet, les caractérisations de la céramique dépendront d'une part de la pureté, de l'homogénéité et de la distribution granulométrique de la poudre et d'autre part de la température et du temps de frittage.

### I.6 Domaines d'utilisation des céramiques :

#### I.6.1 Industrie électrique :

Les céramiques sont d'excellents isolants électriques, en raison de leur résistivité électrique élevée. La fabrication d'isolateurs électriques a longtemps été l'une de la principale utilisation des céramiques [6,4].

#### I.6.2 Industrie électronique

Les céramiques sont utilisées comme condensateurs. Le matériau de base est souvent le titanate de baryum  $BaTiO_3$  dont les propriétés d'usage sont ajustées par ajout d'additifs, comme les zirconates ou d'autres titanates. De même les céramiques sont utilisées comme supports de circuits électroniques à cause de leur caractère isolant et leur pouvoir de dissipation thermique. Les substrats et boîtiers sont essentiellement fabriqués en alumine  $Al_2O_3$ . Pour les circuits électroniques à très forte intégration, l'alumine est remplacée par le nitrure d'aluminium afin d'obtenir une plus grande dissipation thermique.

#### I.6.3 Matériaux piézoélectriques :

Certaines céramiques sont utilisées comme matériaux piézoélectriques afin de produire des champs de surfaces (source d'étincelle, allume-gaz,...). En effet, sous l'effet d'une contrainte mécanique, elles développent une différence de potentiel à leurs extrémités. Ces céramiques sont à base de quartz ou des titanate-zirconate de plomb dénommées céramiques PZT [6].

## **Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques**

---

**Céramiques diélectriques :**

### **II.1 Définition des matériaux diélectriques :**

Un matériau diélectrique est un matériau isolant, qui ne possède pas de charges libres (électrons ou ions) qui peuvent se mouvoir librement à l'intérieur du matériau d'où le nom du diélectrique [7]

### **II.2 Classification des matériaux diélectriques :**

Les diélectriques sont classées généralement en trois classes [8] :

#### **II.2.1 Matériaux piézoélectriques :**

Ce sont des matériaux qui ne possèdent pas un centre de symétrie, il est possible d'induire au sein de ses matériaux une polarisation sous l'effet d'une contrainte et inversement. Parmi les 32 groupes de symétrie ponctuelle, il y a 20 groupes piézoélectriques.

#### **II.2.2 Matériaux pyroélectriques :**

Ces matériaux possèdent un axe polaire unique et peuvent donc présenter une polarisation spontanée le long de cette axe qui dépend généralement de la température. Il y a 10 classes parmi les matériaux piézoélectriques qui sont pyroélectriques.

#### **II.2.3 Matériaux ferroélectriques :**

Ces matériaux possèdent une polarisation spontanée pouvant être modifiée et renversée par l'application d'un champ électrique, ces matériaux constituent un sous-groupe des matériaux pyroélectriques.

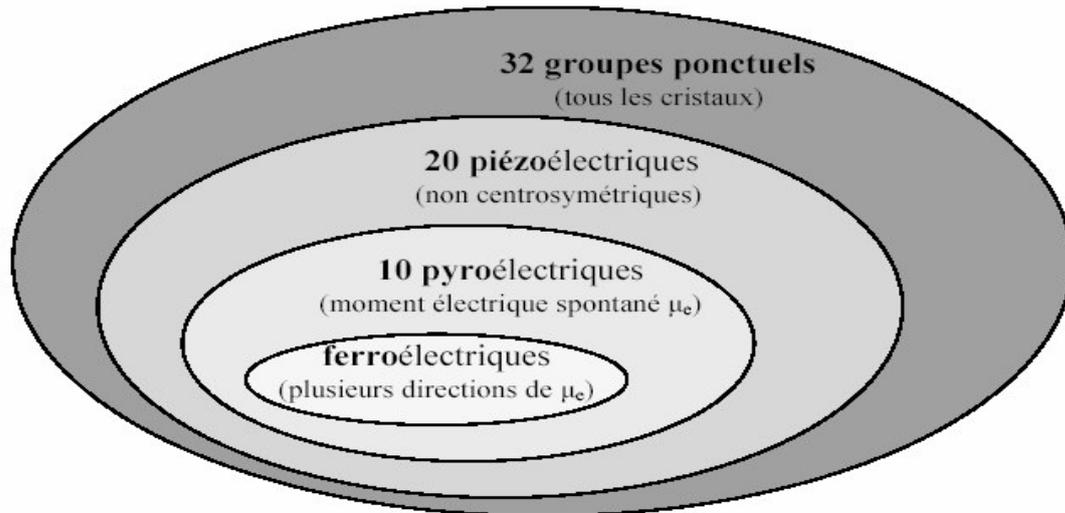


Figure II.1 : Classes des matériaux cristallins [8]

### II.3 Propriétés physiques associées aux diélectriques :

#### II.3.1 la polarisation :

La polarisation  $P$  est par définition, le moment dipolaire par unité de volume, elle est donnée par la relation :

$$\vec{P} = \frac{1}{V} \sum q_n \vec{r}_n \quad (\text{II.1})$$

Avec :

$V$  : volume de la maille

$q_n$  : la  $n^{\text{me}}$  charge de la maille cristalline

$\vec{r}_n$  : position de la  $n^{\text{ime}}$  charge

Lorsqu'un matériau est soumis à un champ électrique, le déplacement des charges positives et négatives provoque l'apparition de dipôles. A des fréquences suffisamment faibles, tous les dipôles se réorientent selon la direction du champ. La polarisation est alors maximale et est égale à  $P_t$ .

La connaissance de l'origine des différents moments dipolaires électriques dans un matériau est fondamentale pour l'étude des propriétés diélectriques. Ces moments dipolaires, de par leur nature, réagissent différemment sous l'action du champ électrique extérieur. De

## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

---

manière générale, la polarisation totale d'un matériau diélectrique résulte de la contribution de ces divers mécanismes :

$$P_t = P_e + P_i + P_o + P_c \quad (\text{II.2})$$

Avec :

$P_e$  : polarisation électronique

$P_i$  : polarisation ionique

$P_o$  : polarisation par orientation

$P_c$  : polarisation par charges d'espace

### II.3.2 Susceptibilité diélectrique :

La susceptibilité diélectrique  $\chi$  d'un matériau traduit la facilité avec laquelle on peut polariser ce matériau. Elle relie le champ électrique macroscopique à l'intérieur d'un matériau à la polarisation par la relation :

$$\vec{P} = \epsilon_0 \chi \vec{E} \quad (\text{II.3})$$

Avec :

$\epsilon_0$  : permittivité diélectrique de vide

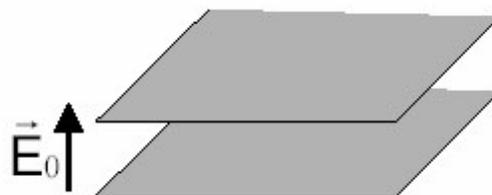
$\chi$  : susceptibilité diélectrique.

### II.3.3 Constante diélectrique :

Le constant diélectrique ( $\epsilon$ ) d'un matériau traduit la capacité de stockage des charges électriques à l'intérieur de ce matériau.

La capacité d'un condensateur plan vide est donnée par la relation :

$$C_0 = \epsilon_0 \frac{S}{e} \quad (\text{II.4})$$



## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

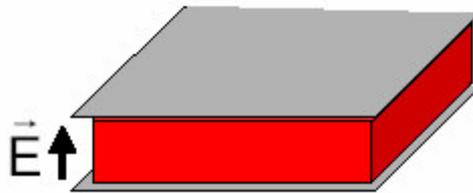
---

$\epsilon_0$ : constante diélectrique du vide

**figure II.2** : Condensateur sans électrique [9]

Lorsqu'on introduit un matériau diélectrique entre les armatures d'un condensateur sa capacité devient :

$$C = \epsilon \frac{S}{e} \quad (\text{II.5})$$



**Figure II.3** : Condensateur avec diélectrique [9]

$\epsilon$  : constante diélectrique du matériau

La permittivité diélectrique relative est définie par :

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = \frac{c}{c_0} \quad (\text{II.6})$$

la permittivité relative est plus souvent mentionnée pour caractériser un matériau diélectrique. Elle dépend de la nature du matériau. [9]

### II.3.4 Perte diélectrique :

.Dans un diélectrique parfait, le courant est en quadrature avance par rapport à la tension, alors que dans un diélectrique réel le courant est en avance d'un angle  $\phi < \frac{\pi}{2}$  par rapport à la tension.

La tangente de l'angle de perte diélectrique ( $\delta = \frac{\pi}{2} - \phi$ ), est définie comme étant le rapport entre la composante résistive et la composante capacitive du courant (Fig.2-5)

$$\tan(\delta) = \frac{I_r}{I_c} \quad (\text{II.7})$$

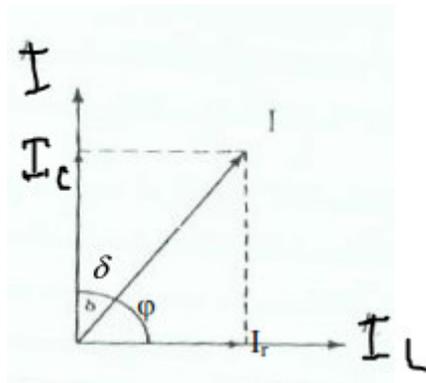


Figure II.4 : Diagramme de Fresnel

### II.3.5 La rigidité diélectrique [v/m]

Si on augmente la tension à laquelle est soumis un isolant au-delà d'une certaine valeur appelée tension de claquage, il apparaît un arc électrique lui-même dans ce cas l'isolant est percé : il y a rupture diélectrique ou claquage ; destruction d'isolant. Des imperfections comme la porosité, le manque de densification, la durée de l'application de la tension, la fréquence, et la température influent négativement sur la rigidité diélectrique [10]

### II.3.6 La résistivité électrique

La résistivité électrique  $\rho$  est déduite directement de la valeur de la résistance d'isolement  $R$  par la relation

$$R = \rho \frac{e}{S} \quad (\text{II.8})$$

L'ordre de grandeur des résistivités des céramiques isolantes doit avoir une valeur supérieure à  $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ . Les matériaux considérés comme très performants ont des valeurs de résistivité d'isolement de l'ordre de  $10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$  à  $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$

### II.3.7 Puissance moyenne dissipée dans un diélectrique :

La puissance moyenne dissipée dans un diélectrique pendant une période est donnée par :

$$P = \frac{1}{2} U_0 I_0 \sin(\delta) \quad (\text{II.9})$$

$U_0$  : Tension maximale appliquée aux bornes du diélectrique

$I_0$  : Intensité maximale du courant.

## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

---

La puissance moyenne dissipée par unité de volume :

$$p = \frac{1}{2} E_0^2 \varepsilon_r \varepsilon_0 \omega \tan(\delta) \quad (\text{II.10})$$

$E_0^2$ : Intensité maximale du champ électrique appliqué

$\omega$  : Pulsation du champ électrique

### II.3.8 Conductivité électrique :

La puissance électrique dissipée dans un diélectrique est donnée par :

$$P = U \cdot I$$

La puissance moyenne dissipée dans un diélectrique par unité de volume

$$\frac{P}{V} = \frac{U I}{d S} = E j = E \sigma E = \sigma E^2 \quad (\text{II.11})$$

Par identification avec la relation (2-8), on obtient :

$$\sigma = \frac{1}{2} \omega \varepsilon_0 \varepsilon_r \tan(\delta) \quad (\text{II.12})$$

### II.3.9 Coefficient de perte diélectrique :

Le coefficient de perte diélectrique est défini comme étant le produit de la permittivité relative par le facteur de perte  $\tan(\delta)$

## II.4 Céramiques ferroélectriques :

### II.4.1 Matériaux céramiques ferroélectriques :

Les matériaux ferroélectriques sont des matériaux qui possèdent une polarisation électrique spontanée. Un cycle d'hystérésis relie la polarisation et le champ électrique, ce comportement apparaît en dessous d'une température caractéristique du matériau appelée point de Curie [11]

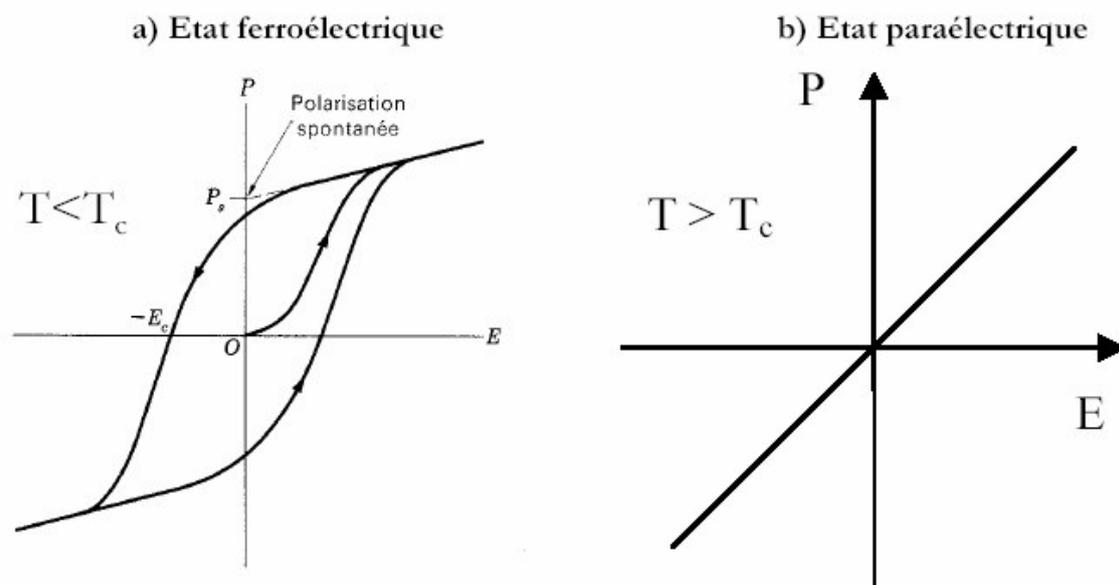
### II.4.2 Phénomène de la ferroélectricité :

Le phénomène " ferroélectricité" (par analogie avec "ferromagnétisme") a été observé pour la première fois dans le sel de ROCHELLE en 1920 par les frères Curie. Un matériau

## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

ferroélectrique, possède un moment dipolaire électrique même en l'absence d'un champ électrique extérieur.

Lorsqu'un matériau dans l'état ferroélectrique est polarisé, le centre de gravité des charges négatives ne coïncide plus avec le centre des charges positives, ce qui donne naissance à une polarisation spontanée du matériau. La courbe de polarisation du matériau présente un cycle d'hystérésis (Fig.2-9). Au-dessus d'une certaine température la ferroélectricité disparaît et le matériau se trouve dans l'état paraélectrique caractérisé par une évolution linéaire de la polarisation en fonction du champ électrique appliqué



**Figure II.5 :** Courbe de polarisation d'un matériau diélectrique

a) dans l'état ferroélectrique b) dans l'état paraélectrique.

### II.4.3 Aspect cristallographique de la ferroélectricité :

Le phénomène de la ferroélectricité apparaît dans un groupe des matériaux qui ne possèdent pas de centre de symétrie. Le centre de gravité des cations ne coïncide pas avec le centre de gravité des anions dans la maille élémentaire du matériau ce qui donne naissance à des dipôles élémentaires.

## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

---

### II.4.4 Classification des céramiques ferroélectriques :

Les céramiques ferroélectriques peuvent être classées en deux principaux groupes [12]

**II.4.4.1 céramiques ferroélectriques du type ordre –désordre :** Cette classe comprend les céramiques à liaison hydrogène pour lesquelles les propriétés ferroélectriques sont liées aux déplacement des protons. Le comportement des céramiques où l'hydrogène a été remplacé par du deutérium est intéressant car ce remplacement double quasiment la température de curie ( $T_c$ ) bien que la variation de la masse moléculaire du composé soit inférieure à 2%. Cet effet isotopique important semble être un effet quantique faisant intervenir l'influence de la masse sur la longueur d'onde de Broglie. L'analyse par la diffraction des neutrons montre qu'au-dessus de la température de curie, la distribution du proton le long de la liaison hydrogène est allongée symétriquement. Au-dessous de la température de curie la distribution des ions est plus concentrée et asymétrique par rapport aux ions voisins.

**Tableau II.1 :** Principaux cristaux ferroélectriques du type liaison hydrogène [12]

Composés	Température de curie (°K)
$\text{KH}_2\text{PO}_4$	123
$\text{KD}_2\text{PO}_4$	213
$\text{KH}_2\text{AsO}_4$	96
$\text{KD}_2\text{AsO}_4$	162

### II.4.4.2 céramiques ferroélectriques du type displacifs :

Cette classe comprend les céramiques ayant des structures cristallines du type pérovskite et du type ilménite.

### II.4.5 Domaines ferroélectriques :

Un cristal ferroélectrique est généralement formé de régions homogènes appelées "domaines" séparées par des parois (Fig.2-10). Dans chaque domaine le vecteur polarisation a une orientation bien définie différente de celle du domaine voisin. La polarisation résultante du cristal représente la somme géométrique des vecteurs polarisations des différents domaines.

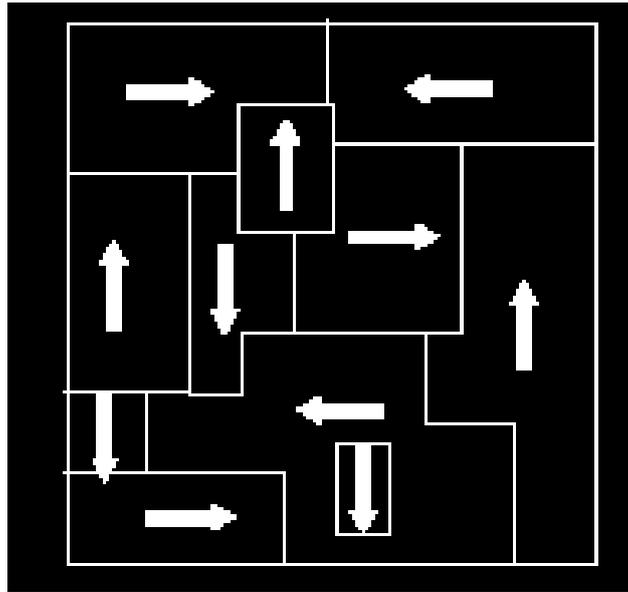


Figure II.6 : Domaines dans un matériau ferroélectrique [13]

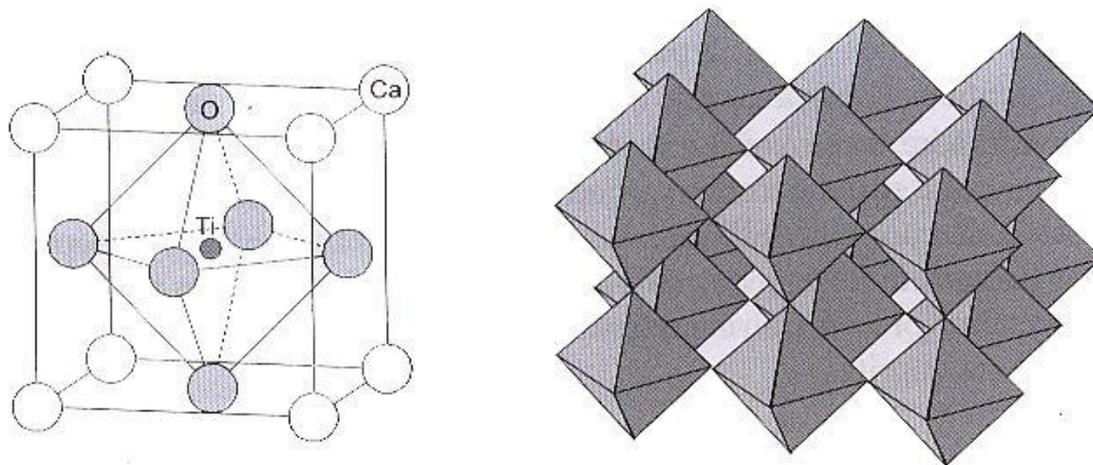
### II.4.6 Application des céramiques ferroélectriques :

Les céramiques ferroélectriques possèdent en générale une forte permittivité relative ( $\epsilon_r$ ) qui peut être utilisée pour stocker l'information sous forme de charge, ces matériaux sont utilisés comme matière première pour l'élaboration des condensateurs de hautes qualités caractérisée par de faibles dimensions géométriques et une très grande capacité. De nombreux travaux sont actuellement en cours dont le but d'intégrer des matériaux céramiques ferroélectriques dans les condensateurs DRM (dynamic random-Access memories) [11].

### II.5 Propriétés diélectriques de la céramique $\text{CaTiO}_3$ et $\text{MgTiO}_3$

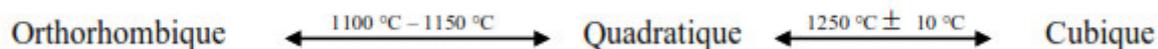
#### II.5.1 le titanate de calcium ( $\text{CaTiO}_3$ ) :

Le titanate de calcium  $\text{CaTiO}_3$  est le prototype de la grande famille des pérovskites.  $\text{CaTiO}_3$  a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches, notamment sur ses transitions de phases qui, jusqu'à présent, ne sont pas encore bien définies [14-15].

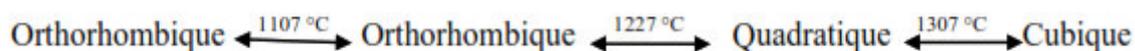


**Figure II.7** : Structure de la pérovskite idéale  $\text{CaTiO}_3$  [16]

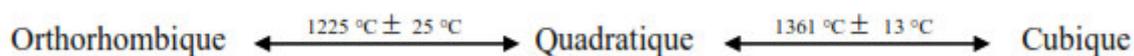
Redfern [17] a montré en utilisant la diffraction X sur poudre à hautes températures, que cette pérovskite a deux transitions de phases, l'une entre 1100 et 1150 °C et l'autre à 1250 °C:



A partir de la diffraction neutronique sur poudre à hautes températures, Kennedy et ses collaborateurs [18] ont trouvé quant à eux, en plus des transitions décelées précédemment, une transition intermédiaire qui conserve la symétrie orthorhombique :



Plus récemment, Ali et Yashima [19] ont confirmé les résultats trouvés par Redfern, en utilisant la diffraction X et la diffraction neutronique, sur poudre et à hautes températures. Ils ont trouvé les mêmes séquences de transitions de phases, mais à des températures légèrement supérieures :



Les phases quadratique et orthorhombique montrent des propriétés ferroélastiques et dérivent de la phase cubique idéale par des rotations complexes des octaèdres  $\text{TiO}_6$  autour des axes principaux [17].

## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

Le tableau 2-2 résume les résultats obtenus par certains auteurs et les méthodes utilisées.

A température ambiante, la pérovskite  $\text{CaTiO}_3$  est orthorhombique. La figure 2-12 représente l'enchaînement des octaèdres d'oxygène dans ce matériau. Les paramètres de maille de  $\text{CaTiO}_3$  ont été déterminés et affinés par plusieurs auteurs [17,18-20].

Le tableau 2-2 résume les valeurs trouvées dans la littérature. Les légères différences observées dans les valeurs des paramètres sont dues à la pureté des produits de départ, à la température de synthèse et à la forme du produit utilisé (poudre [18,19,20] ou monocristal [21]).

**Tableau II.2 :** Transitions de phases et caractéristiques cristallographiques de  $\text{CaTiO}_3$

Température de transition (°C)	Symétrie Crystalline	Propriété	Référence et method
600 1000	Orthorhombique quadratique Cubique	-	[14]
1242 1342	Orthorhombique quadratique Cubique	-	[22]
1111 1247	Orthorhombique quadratique Cubique		[23] calorimétrie
1223	Orthorhombique quadratique		[24]

## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

1312-1400	Cubique		Ex situ MET <sup>a</sup>
1100-1150 1250	Orthorhombique quadratique Cubique	Ferroélastique Ferroélastique Paraélastique	[17] In situ XRPD <sup>b</sup>
1117 1257	Orthorhombique quadratique Cubique		[25] DRXP et ATD <sup>c</sup>
1107 1227 1307	Orthorhombique Orthorhombique quadratique cubique		[18] In situ DNP <sup>d</sup>
1225 1361	Orthorhombique quadratique Cubique		[19] In situ DNP et DRXP

<sup>a</sup>MET: microscopie électronique à Tunnel, <sup>b</sup>DRXP: diffraction X sur poudre; <sup>c</sup>ATD: analyse thermique différentielle ,

<sup>d</sup>NPD: diffraction neutronique sur poudre.

Ces paramètres sont reliés à ceux de la structure cubique idéale ( $a_c = 3,805 \text{ \AA}$ ) [43] par les relations :

$$a_0 \cong c_a \sqrt{2} ; \quad b_0 \cong c_a \sqrt{2} ; \quad c_0 \cong 2 a_c$$

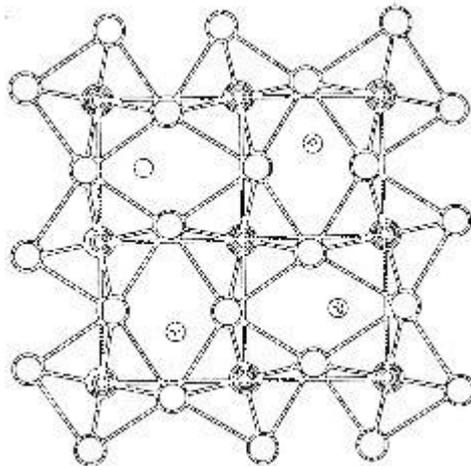
## Chapitre II : Les propriétés diélectriques des céramiques

---

Sur le plan diélectrique, la pérovskite  $\text{CaTiO}_3$  pure a une permittivité diélectrique de 168 à température ambiante et de 331 à très basses températures (vers  $-268,8\text{ }^\circ\text{C}$ ) [26]. En outre,  $\text{CaTiO}_3$  a été classé, depuis peu, dans la famille des quantums par électriques à l'instar de  $\text{SrTiO}_3$  et  $\text{KTaO}_3$  [26, 27].

Dans le domaine des applications, des études sur les solutions solides des systèmes  $\text{CaTiO}_3$  – lanthanides et  $\text{CaTiO}_3$  – actinides ont montré le rôle important de ces composés dans le traitement et le stockage des déchets radioactifs [46-52]. De plus,  $\text{CaTiO}_3$  et ses dérivés sont utilisés :

- \* en catalyse et en photo catalyse [31 - 32] ;
- \* en médecine comme prothèses biocompatibles [33] ;
- \* comme condensateurs [34].
- \* dans les télécommunications [35, 36, 37, 38]



**Figure. II.8 :** Octaèdres d'oxygènes dans  $\text{CaTiO}_3$  à température ambiante [39]

### II.5.2 titanates de magnésium :

Le titanate de magnésium  $\text{MgTiO}_3$  est une pérovskite rhomboédrique à température ambiante et les paramètres de mail sont  $a=b$  5,0900Å,  $c=$  14,0900Å et les paramètres angulaire  $\alpha=\beta=90^\circ$ ,  $\gamma = 120^\circ$  [40]

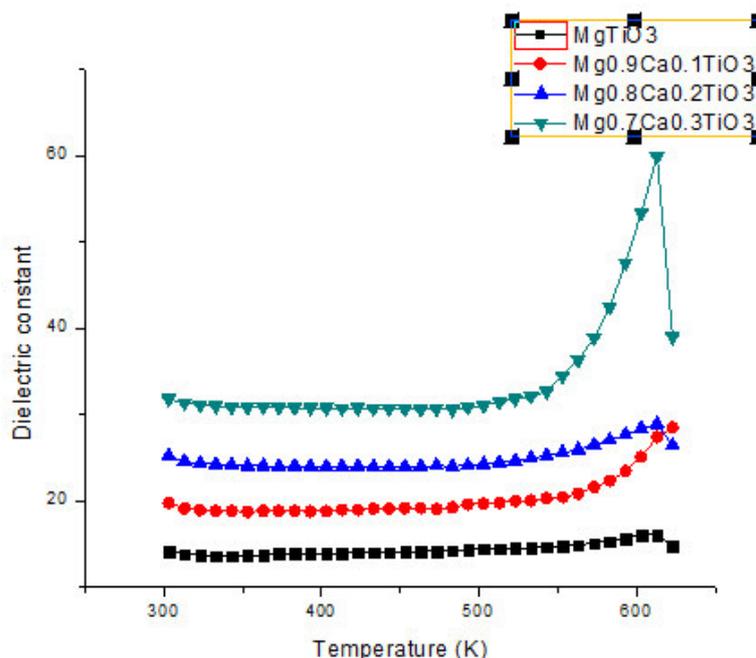
## 1. Introduction :

Dans ce chapitre, on représente des travaux et des articles scientifiques dans le domaine composite céramique ( $\text{MgTiO}_3\text{CaTiO}_3$ ) pour connaître les propriétés diélectriques et les dernières recherches scientifiques.

## 2. Travaux et articles :

V. Sharon Samyuktha, A. Guru Sampath Kumar, T. Subba Rao, R. Padma Suvarna [41], ils ont travaillé sur la céramique  $1-x \text{MgTiO}_3 x \text{CaTiO}_3$  ( $x = 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3$ ), ils ont broyé la céramique pendant 12 heures dans un broyeur à boulets, en suite, les poudres sont calcinées à  $1175^\circ\text{C}$  à  $1200^\circ\text{C}$  pendant 6 h, à la température ambiante, la constante diélectrique à une fréquence 0,1KHz pour  $\text{MgTiO}_3$  est 14,13, ils ont trouvé

- La constante de calcium augmente
- La constante diélectrique augmente
- Les études DRX montre que le composé présente une phase majeure de  $\text{MgTiO}_3$  avec une structure hexagonale et un groupe d'espace 148 : R-3



**Figure 1 :** Variation de la conductivité AC avec la température à 1KHz fréquence pour pour  $(1-x) \text{MgTiO}_3-x\text{CaTiO}_3$  ( $x = 0,0.1, 0.2$  et  $0,3$ ) des échantillons



### III.1 Introduction :

Ce chapitre comporte trois parties :

- Partie 1 sur les préparations des matières 1<sup>ères</sup>
- Partie 2 sur élaboration la céramique diélectrique à partir de la dolomie naturelle et faire toute les différentes caractérisations physique et électrique
- Partie 3 sur élaboration la céramique diélectrique à partir du précipité de la dolmie et faire toute les différentes caractérisations physiques et électriques

Et à partir de partie 1 et partie 2, nous connaissons la meilleure céramique

### III.2 Préparation et caractérisation des matières premières

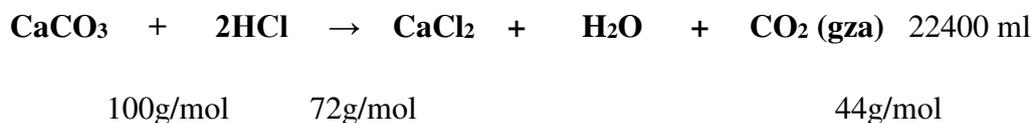
- La dolomie locale ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) c'est une poudre déjà préparée
- L'oxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) de type ANATAZ sous forme de poudre

#### III.2.1 L'essai de calcimétrie :

Un calcimétrie permet de mesure le volume de  $\text{CO}_2$  dégagé par action de l'acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  sur le carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  d'une dolomie

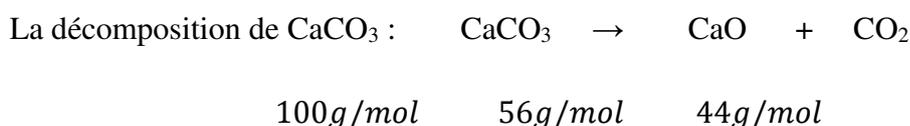
Le dosage du carbonate de calcium est basé sur l'attaque par l'acide  $\text{HCl}$  dilué d'une dolomie d'une masse donnée à pression et température standard

On mesure le volume de  $\text{CO}_2$  dans un tube manométrique après l'attaque de la dolomie à l'acide chlorhydrique ( $\text{HCl}$ ) suivant la réaction :



La quantité de la dolomie qui utilise pour l'essai de calcimétrie  $m = 0.5\text{g}$

La formule de la dolomie est  $\text{CaCO}_3\text{MgCO}_3$



## Chapitre III : Techniques expérimentales

---

$$V = 73.5 \text{ ml}$$

$$100 \text{ g de CaCO}_3 \rightarrow 22400 \text{ ml}$$

$$1 \text{ g de CaCO}_3 \rightarrow 224 \text{ ml}$$

On multiplie le  $V_2$  fois 2 pour 1 g de la dolomie

$$0,5 \text{ g CaCO}_3 \rightarrow V_2 = 73,5 \text{ ml}$$

$$1 \text{ g de CaCO}_3 \rightarrow 2V_2 = 147 \text{ ml}$$

$$\text{On a } 1 \text{ g de CaCO}_3 \rightarrow 224 \text{ ml}$$

$$X_2 \text{ g CaCO}_3 \rightarrow 147 \text{ ml} \quad X_2 = (147*1)/224 = 0.65 \text{ g} = 65 \%$$

### III.2.2 Les caractérisations de la dolomie :

#### III.2.2.1 la caractérisation DRF :

Concernant le dosage des éléments de la poudre a été effectué par analyse de fluorescence X au Centre d'Etude et de Service Technologique des Matériaux de Constructions (C.E.T.I.M) de Boumerdes sur un spectrophotomètre de type Philips.

La composition chimique de la dolomie, quantifiée sous forme d'oxydes, est reportée sur le Tableau 4-1

**Tableau III.1 : La composition chimique de la poudre**

elements	la dolomie					
	la teneur					
<b>MgO</b>	12,45	22,31	15,07	13,00	12,26	11,8782435
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,40	0,71	0,48	0,41	0,39	0,37801671
<b>CaO</b>	42,01	75,30	50,88	43,86	41,38	40,0910682
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,03	0,05	0,04	0,03	0,03	0,02821815
<b>MnO</b>	0,02	0,04	0,02	0,02	0,02	0,01863463
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,35	0,63	0,42	0,37	0,34	0,33382603
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0,50	0,90	0,61	0,52	0,49	0,47704644
<b>Ag</b>	0,03	0,05	0,04	0,03	0,03	0,02821815
<b>PAF</b>		48,27	48,27	48,27	48,27	48,27
<b>somme</b>	55,79	148,27	115,83	106,51	103,21	101,503272

### Intrépritation :

le rapport entre MgO et CaO  $Ra = (\%) \text{CaO} / (\%) \text{MgO} = \frac{40}{12}$ , danc le pourcentage de  $\text{MgCO}_3$  représente 1/3 et  $\text{CaCO}_3$  représente 2/3.

L'analyse chimique est menée sur une poudre de la dolomie par fluorescence X.

- Cette analyse montre Très bien que cette dolomie est riche en CaO (40.09%),
- L'oxyde de magnésium sous la forme de MgO est de 11.84%,
- La perte au feu (**PAF**) est très importante (48.27%).
- Le Total du reste d'autres éléments ne dépasse pas 1.259 %

Danc on peut dir que la dolomie très excellente

### III.2.2.2 Analyse ATG-DSC :

L'analyse ATD-DSC est effectué au niveau de notre unité de recherche UR-MPE, à l'aide d'un appareil (analyse thermique simultanée STA) de NETZSCH model 409, analyse est menée sur un échantillon de la dolomie. Le cycle appliqué est le suivant :

1. Vitesse de monté en température 10 °C/min
2. Température maximal jusqu'à 1400 °C
3. Refroidissement naturelle jusqu'à l'ambiante

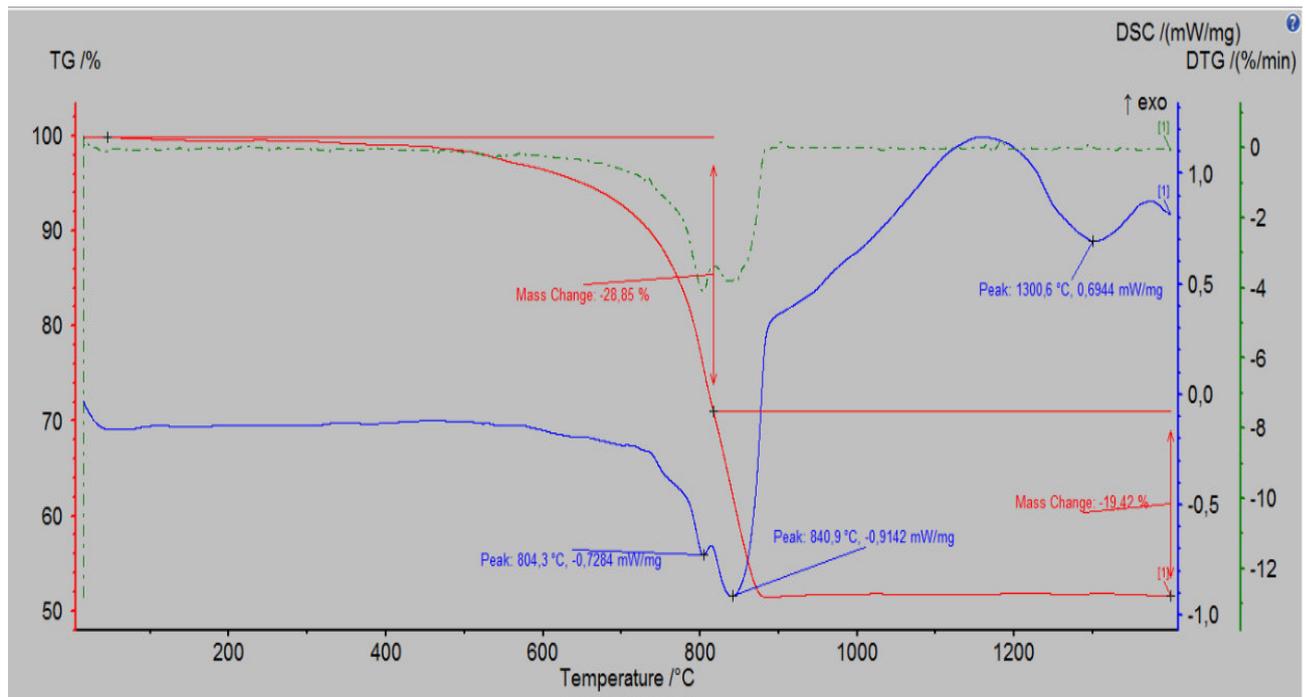


Figure III.1 : La courbe ATD-ATG de la dolomie

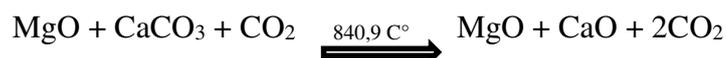
### Interprétation :

L'ATG-DSC de cette dolomie montre deux phénomènes endothermique et exothermique,

- Au début, il y a évaporation de l'humidité très négligeable presque 1,5%
- Il y a un pic endothermique à la température 804,3 °C que se traduit la décomposition de  $\text{MgCO}_3$  avec un changement de masse 28,85%



- Il y a aussi un 2<sup>ème</sup> pic endothermique à la température 840,9°C, il montre un phénomène de la décomposition de  $\text{CaCO}_3$  avec un changement de masse 19,42%

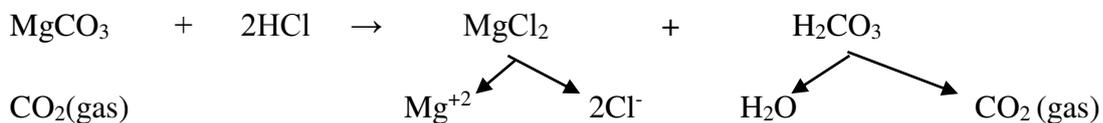
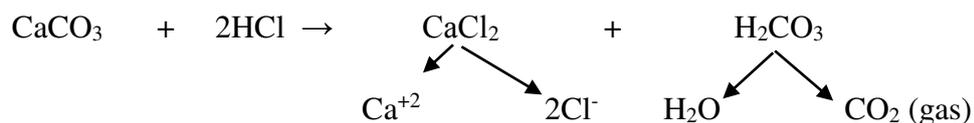


## Chapitre III : Techniques expérimentales

### III.2.3 Attaque par l'acide HCl :

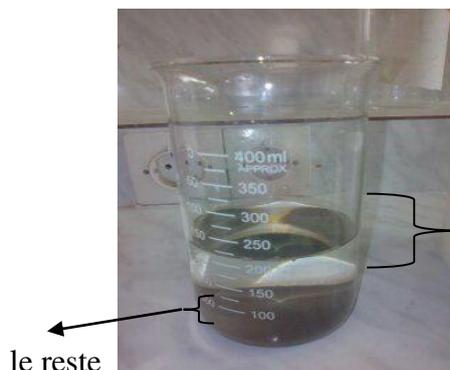
Cette étape consiste à éliminer les impuretés de la calcite et de la dolomie.

Nous prenons 100 g de la dolomie de JIJEL, on attaque cette dolomie ( $\text{CaCO}_3/\text{MgCO}_3$ ) par HCl à 37% puis on évacue le  $\text{CO}_2$  par dégagement et les cations  $\text{Ca}^{+2}$  et  $\text{Mg}^{+2}$  par lavage avec l'eau distillée jusqu'à  $\text{pH} = 7$ , le principe est détaillé dans les réactions suivantes :



Solution ( $\text{Mg}^{+2} \text{Cl}^- \text{H}^+ \text{Ca}^{+2}$ ) + le reste

On laisse la solution 1 jour, le reste précipite à la profondeur de Bicher.



Solution ( $\text{Mg}^{+2} \text{Cl}^- \text{H}^+ \text{Ca}^{+2}$ )

## Chapitre III : Techniques expérimentales

---

Après un jour On récupère la solution  $Mg^{+2} Cl^- Ca^{+2} H^+$  dans un autre Bicher

On pèse le reste après l'attaque sur un balance électronique  $m_{reste} \approx 1g$  après séchage

$\% = 100 (m_0 - m_{reste})/m_0 = 100(100 - 99)/100 = 0,99\% \approx 1\%$  donc on peut dire que la dolomie de JIJEL très bonne excellente

### III.2.4 La neutralisation par l'hydroxyde de sodium :

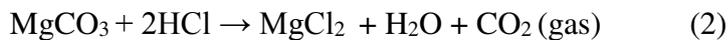
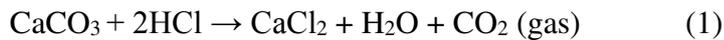
L'hydroxyde de sodium pur est appelé soude caustique

Dans les conditions normales, il se trouve sous forme solide cristalline. C'est un corps chimique minérale composé de formule chimique NaOH

on neutralise la solution récupérée ( $[Ca^{+2} + 2Cl^-][Mg^{+2} + 2Cl^-]$ ) par la soude NaOH

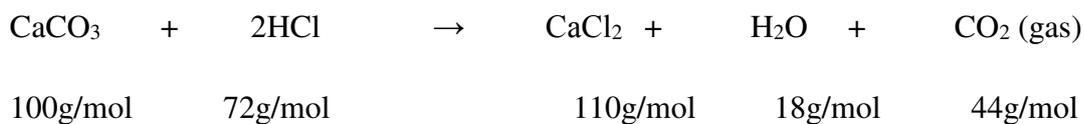
Avant ça, on va calculer la quantité de NaOH qu'on verse dans la solution récupérée

Déjà, on a l'équation de réaction après l'attaque par HCl :



La masse de  $CaMg_2(CO_3)_2$  qui utilise à l'attaque par acide HCl est 100g et puisque les teneurs de  $CaCO_3$  et  $MgCO_3$  sont égaux donc  $m(CaCO_3) = m(MgCO_3) = 50\%$

#### ➤ Pour la 1ère équation :



#### On détermine la valeur de la masse de $CaCl_2$

Quand  $m(CaCO_3) = 100/2 = 50g$

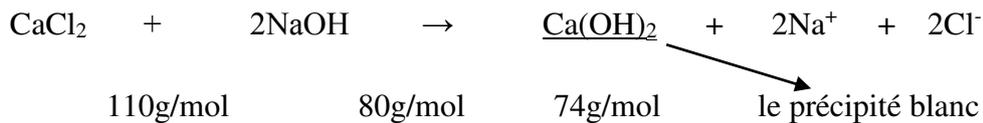
Pour 50g de  $CaCO_3 \rightarrow 100g/mol$  de  $CaCO_3$

Xg de  $CaCl_2 \rightarrow 110g/mol$  de  $CaCl_2$

$X = \frac{110 \cdot 50}{100} = 55g$  de  $CaCl_2$ , donc, de combien a 55g de  $CaCl_2$  besoin de la quantité de la soude NaOH ? . Pour ça, on écrit l'équation de réaction de  $[Ca^{+2} + 2Cl^-]$  avec NaOH :

### Chapitre III : Techniques expérimentales

---



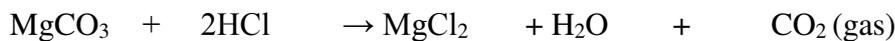
$$m=55\text{g (CaCl}_2) \rightarrow 110 \text{ g/mol CaCl}_2$$

$$X_1 \text{ de NaOH} \rightarrow 80\text{g/mol } 2\text{NaOH}$$

$$X_1 = 44\text{g}$$

Alors pour neutralisé 55 g de CaCl<sub>2</sub>, elle demande 44 g de la soude NaOH

➤ **Pour la 2<sup>ème</sup> équation**



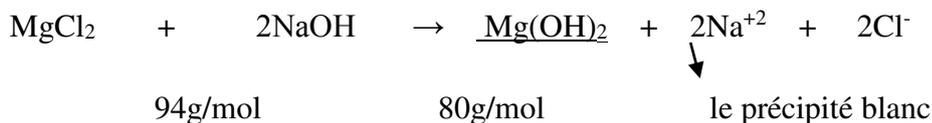
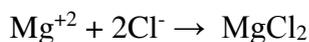
$$84\text{g/mol} \qquad 94\text{g/mol}$$

$$\text{Et } m(\text{CaCO}_3) = m(\text{MgCO}_3) = 100/2 = 50\text{g}$$

$$\left. \begin{array}{l} \text{Danc } 50 \text{ g (MgCO}_3) \rightarrow 84 \text{ g/mol} \\ X \text{ g (MgCl}_2) \rightarrow 94\text{g/mol} \end{array} \right\} X = 50 \times 94 / 84 = 55,95\text{g de MgCl}_2$$

Danc pour nutraliser 55 ,95 g de MgCl<sub>2</sub> par la soude de NaOH, de combien a 55.95 g de MgCl<sub>2</sub> besoin de la quantité d'hydroxyde de sodium ?

L'équation de réaction de [ Mg<sup>+2</sup> + 2Cl<sup>-</sup> ] avec NaOH :



$$\left. \begin{array}{l} 55.95 \text{ g (MgCl}_2) \rightarrow 94\text{g/mol} \\ X_2 \text{ g (NaOH)} \rightarrow 80 \text{ g/mol} \end{array} \right\} X_2 = 80 \times 55.95 / 94 = 47, 61 \text{ g}$$

Danc m( NaOH) = 47,61g pour 55.95 g de MgCl<sub>2</sub>

## Chapitre III : Techniques expérimentales

---

Alors la quantité globale de NaOH entre  $MgCl_2$  et  $CaCl_2$  :

$$M(\text{NaOH}) = X_1 + X_2 = 44\text{g} + 47.61\text{g} = 91.61\text{g}$$



Solution récupéré ( $Ca^{+2}, Mg^{+2}, 2Cl^-, H^+$ )

+ 96.61g de la soude (NaOH) avec agitation donnent le solution



$Mg(OH)_2Ca(OH)_2$  + autres

On laisse la solution  $Mg(OH)_2Ca(OH)_2$  2 jours, après cette période  $Mg(OH)_2Ca(OH)_2$  précipite au fond de Bicher

On récupère le précipité dans un autre bicher et par l'eau distillée on le lave jusqu'à PH = 7,

### III.2.5 L'opération de centrifugeuse :

le centrifugeuse permet nous pour récupéré le précipété au maximum fassilement et rapidement



Le centrifgeuse



le précipité sous forme solide après l'opération

## Chapitre III : Techniques expérimentales

On va passer au four pour faire le séchage du précipité solide à la température 100C°

Après on broie le précipité solide dans le broyeur (broyage) pendant une heure pour rendre le précipité très fin

A la fin, on obtient sur le précipité sous forme poudre très fin (  $Mg(OH)_2Ca(OH)_2$  )

### III.3 Les caractérisation du précipité ( $Mg(OH)_2Ca(OH)_2$ )

#### III.3.1 La caractérisation DRF

Concernant le dosage des éléments du précipité à partir de la dolomie a été effectué par analyse de fluorescence X au Centre d'Etude et de Service Technologique des Matériaux de Constructions (C.E.T.I.M) de Boumerdes sur un spectrophotomètre de type Philips.

La composition chimique du précipité est représentée dans le tableau 4-2 comme suite :

**Tableau III.2 :** La composition chimique du précipité

le précipité					
elements	teneur en %				
<b>MgO</b>	29,75	51,02	35,43	31,13	29,65
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,14	0,24	0,17	0,15	0,14
<b>S</b>	0,03	0,05	0,03	0,03	0,03
<b>Cl</b>	7,10	12,18	8,46	7,43	7,08
<b>CaO</b>	20,84	35,75	24,83	21,82	20,78
<b>MnO</b>	0,01	0,02	0,01	0,01	0,01
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,19	0,32	0,22	0,20	0,19
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0,22	0,37	0,26	0,23	0,22
<b>Ag</b>	0,02	0,03	0,02	0,02	0,02
<b>PAF</b>					43,88
<b>somme</b>	58.30%	99,98	69,43	61,01	101,99



$$40 \quad 18 \quad 58$$

$$\% Mg(OH)_2 = 42,99 > \% Ca(OH)_2 = 27\%$$

## Chapitre III : Techniques expérimentales

La dernière colonne représente les pourcentages converties et réelles d'éléments chimiques du précipité

- Cette analyse montre très bien que ce précipité est riche en  $\text{Mg}(\text{OH})_2$
- L'oxyde de calcium sous la forme de  $\text{CaO}$  est 20,78%,
- La perte au feu (PAF) est très importante (43,88%).
- On remarque que le chlore reste dans le précipité à 7,10% il reste un peu basique
- Le total du reste d'autres éléments ne dépasse pas 0,61%

### III.3.2 Analyse ATG-DSC :

L'analyse ATD-DSC est effectuée au niveau de notre unité de recherche UR-MPE, à l'aide d'un appareil (analyse thermique simultanée STA) de NETZSCH model 409, l'analyse est menée sur un échantillon du précipité. Le cycle appliqué est le suivant :

1. Vitesse de montée en température 10 °C/min
2. Température maximale jusqu'à 1400 °C
3. Refroidissement naturel jusqu'à l'ambiante

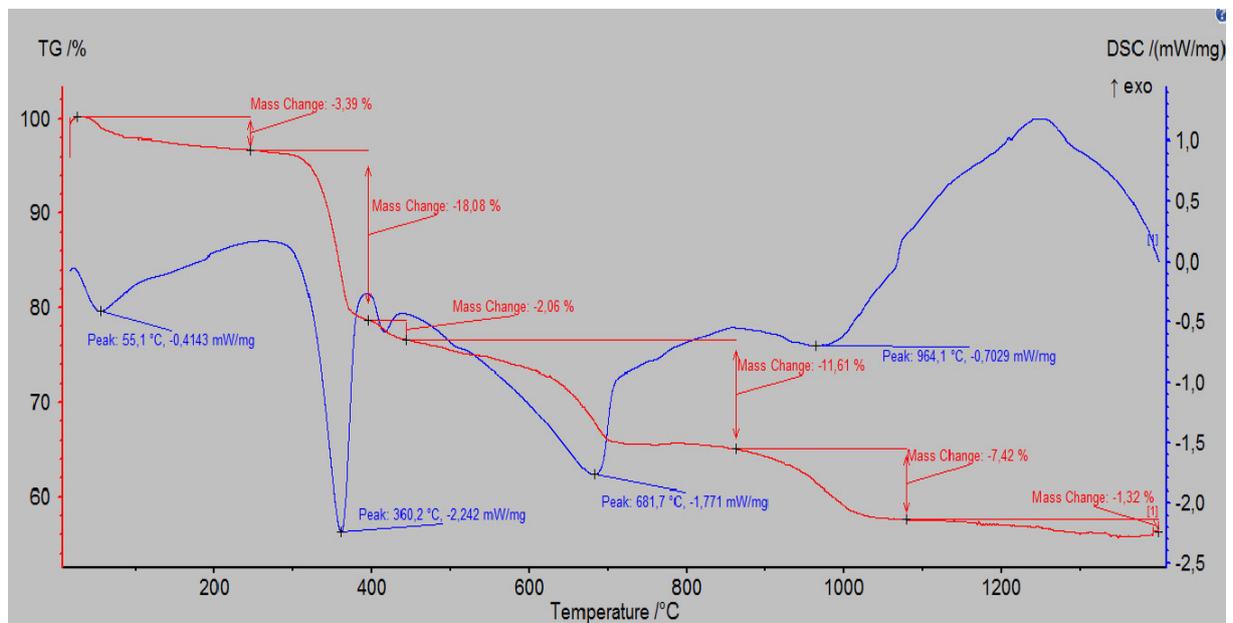


Figure III.2 : La courbe de l'ATG-ATD du précipité

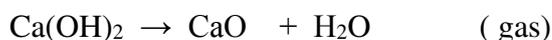
### Interprétation

L'analyse ATD-DSC de ce précipité montre les phénomènes suivants

- Un 1<sup>er</sup> phénomène endothermique située entre 55,1 C° et 100 C° départ à la vaporisation de l'eau libre avec un changement de masse 3,39%
- 2<sup>iem</sup> phénomène endothermique correspond un pic à la température 360,2C° avec un changement de masse 18,2 %, il montre la décomposition de Mg(OH)<sub>2</sub>



- 3<sup>iem</sup> phénomène endothermique située à la température 681,7C° avec un changement de masse 11.61%, il montre la décomposition de Ca(OH)<sub>2</sub>



### III.4 Préparation des mélange :

#### III.4.1 Le mélange : précipité Ca(OH)<sub>2</sub>Mg(OH)<sub>2</sub> + TiO<sub>2</sub>

On a les matières premières :

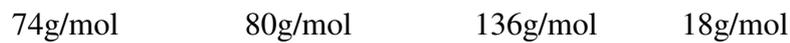
- **Ca(OH)<sub>2</sub>Mg(OH)<sub>2</sub>** : c'est le précipité préparé à partir de dolomie naturelle de JIJEL
- **TiO<sub>2</sub>** : L'oxyde de titane de base utilisé dans notre travail est une poudre de laboratoire de type anatase, il a des caractérisations notent dans le tableau suivant :

**Tableau III.3** : Les propriétés d'oxyde de titane

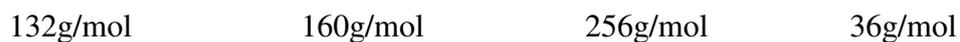
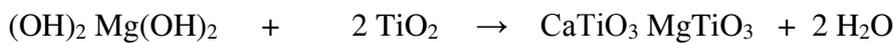
Matière première	TiO <sub>2</sub> (anatase)
Masse molaire (g/mole)	79.90
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	4.05
Température de fusion (°c)	1850
Puretés	≥ 99%

La masse de précipité  $\text{Ca(OH)}_2\text{Mg(OH)}_2 = 37,11 \text{ g}$

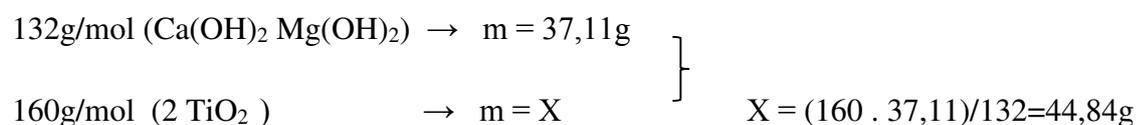
Les équation de réaction de mélange  $\text{Ca(OH)}_2\text{Mg(OH)}_2$  avec l'oxyde de titane  $\text{TiO}_2$  :



Reaction globale est comme suite :



On determine la quantité d'oxyde de titane pour ajouté à 37,11g de précipité



Danc la masse d'oxyde de titane pour faire le mélange = 44.84 g

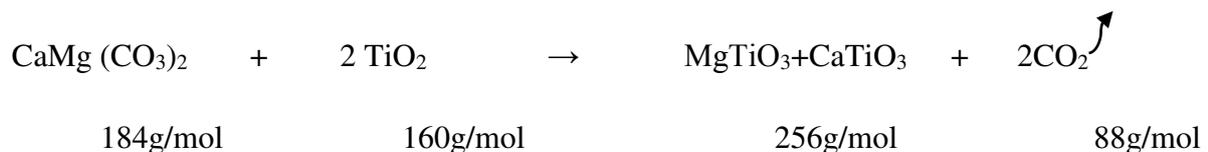
### III.4.1.1 broyage et homgénésation :

On va passer au broyeur à billes poure broyer et aussu homgénésier ce mélange pendant 1 heure

### III.4.1.2 Séchage :

On seche le mélange dane le four à la température 100 C° pour éliminé l'humidité

### III.4.1.3 le mélange $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2 + \text{TiO}_2$ :



## Chapitre III : Techniques expérimentales

---

On détermine la masse d'oxyde de titane pour ajouté à 50g de la dolomite ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) :

184g/mol ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ )  $\rightarrow$  50g

160g/mol ( $2\text{TiO}_2$ )  $\rightarrow$  X            X= 43.47 d'oxyde de titane

Danc on ajoute 43.47 d'oxyde de titane à 50g de la dolomite (  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ )

on pèse le produit  $\text{MgTiO}_3 + \text{CaTiO}_3 = 93,47\text{g}$

### III.4.1.4 broyage et homgénésation :

On va passer au broyeur à billes poure broyer et aussu homgénésier ce mélange pendant 1 heure

### III.4.1.5 Séchage :

On seche le mélonge dane le four à la température 100 C° pour éliminé l'humidité

### III.4.2 Elaboration de céramique :

#### III.4.2.1 Protocole de préparation des pastilles :

L'élaboration est effectuée par pressage de mélange à l'aide d'une pstilleuse hydraulique uniaxiale de 13 mm de diamètre et 30KN de la force

On sèche les échantillons à 80C° dans le four pour éliminé l'humidité

#### III.4.2.2 Elaboration de céramique $\text{CaTiO}_3$ $\text{MgTiO}_3$ à partir du précipité de la dolomie :

Les caractérisations avant le frittage des échantillons à sec sont résumées dans les tableau suivant :

**Tableau III.4 :** Les caractérisations des échantillons à partir du précipité

échantillons	E <sub>0</sub> mm	Poids <sub>0</sub> g	Diamètres <sub>0</sub> mm
1E :	2.18	0.515	13
2E :	3.76	0.951	13
3E :	2.92	0.690	13
4E :	3.31	0.794	13
5E :	2.82	0.684	13
6E :	2.82	0.644	13

### III.4.2.2.1 le frittage :

Le frittage des pastilles a été effectué dans un four électrique programmable au niveau de l'unité de recherche de l'université de M'HMED BOUGRRA. Les pastilles ont fritté à trois températures différentes : 1150 C°, 1250 C°, 1350C° avec 10C° par minute durant 2 heures, et stabilisation la température dans la température de fusion pendant 1h et le refroidissement se fait naturellement.

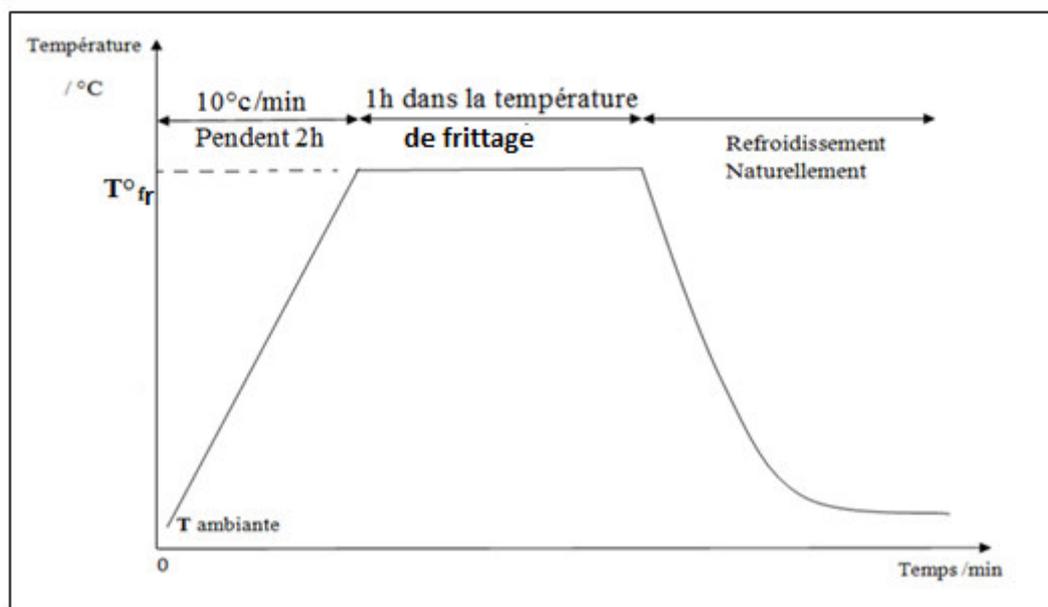


Figure III.3 : Cycle thermique du frittage

Tableau III.5 : les caractérisations physiques des échantillons

T(C°)	échan	E <sub>1</sub> (mm)	Retrai Ep %	Poids <sub>1</sub> (g)	Diametre <sub>1</sub> (mm)	Retrait Diam%	D g/cm <sup>3</sup>	E <sub>0</sub> mm	Poids <sub>0</sub> g	Diamètres <sub>1</sub> mm	
1150	Ech1	2,06	5,50	0.404	12.58	3,23	0,15	2.18	0.515	13	
	Ech2	3,69	1,86	0.750	12.78	1,69	0.15	3.76	0.951	13	
1250	Ech3	2,21	24,31	0.626	12.22	6	0,14	2.92	0.690	13	
	Ech4	2,83	14,50	0,542	12.15	3,46	0,14	3.31	0.794	13	
1350	Ech5	2,61	7,44	0,53	12,17	2,3	0,17	2.82	0.684	13	
	Ech6	2,58	8,51	0,62	11,9	8,46	0.15	2.82	0.644	13	
		Apré le frittage						Avant le frittage			

### Intrépritation :

Du tableau on remarque :

- Le retrait que subissent les épaisseurs des échantillons sont entre 1,86% et 24,31%
- Le retrait que subissent les diamètres des pastilles sont entre 1,69% et 8,46%

#### III.4.2.2.2 Etude des caractérisations physiques des pastilles frittées :

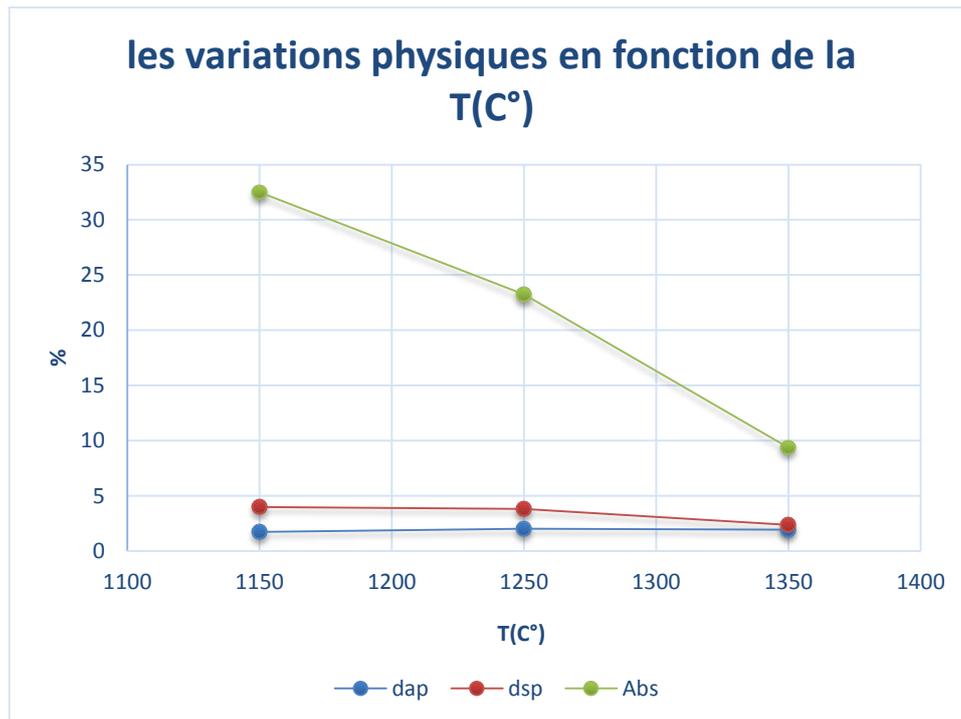
On pèse les échantillons secs, on note  $M_s$ , puis on plnge les échantillons dans l'eau bouillante durant une demi-heure, après on les laisse refroidir dans l'eau durant 24 heures

On pèse les échantillons suspendu dans l'eau et on note  $M_{eau}$ , puis on pèse les échantillons humides à l'air libre et on note  $M_{hu}$ . Les tableaux suivants montrent les résultats après des calculs.

**Tableau III.6 :** Caractérisations physiques de 3 échantillons frittées à partir le précipité

échantillons	$M_s$ (g)	$M_{hu}$ (g)	$M_{eau}$ (g)	$V_{ap}$ (cm <sup>3</sup> )	$D_{ap}$	$P_{ou}$	$D_{sp}$ (g/cm <sup>3</sup> )	Abs (%)	$P_{fer}$ (%)	$P_{tout}$ (%)
Ech1 :1150C°	0,40	0,53	0,30	0,23	1,73	56,52	4,00	32,5	11,50	68,02
Ech4 :1250C°	0,54	0,67	0,40	0,27	2,02	47,01	3,82	23,25	15,48	52,49
Ech6 :1350C°	0,64	0,70	0,37	0,33	1,93	18,18	2,37	9,375	43,57	61,75

Les variations des propriétés physiques (densité spécifique  $D_{sp}$ , léabsorption Abs et la densité apparente) de la céramique  $CaTiO_3$   $MgTiO_3$  à partir du précipité de la dolomie en fonction de la température du frittage sont représentées sur la figure



**Figure III.4:** Variation des propriétés physique des échantillons à partir le précipité en fonction de la température de frittage

### Intrépritation :

Du tableau et de la figure, on remarque

- Diminution sensible de la valeur de l'absorption d'eau en fonction de la température du frittage. Cette diminution est caractérisée par une diminution de la porosité cette dernier est profondément modifiée au cours de frittage tendant à répondre finalement aux fonctions finales attendues l'amélioration de la densité, résultats qui confirment ceux obtenus par h. bensamira [1]
- La densité apparente ( $d_{ap}$ ) augmente en fonction de la température
- La densité sépcifique réelle ( $d_{sp}$ ) diminue en fonction de la température
- L'absorption diminue avèc augmentation de la température danc la porsitée diminue

### III.4.2.2.3 Etude des propriétés diélectriques :

On fait l'étude sur la pastille frittée à 1350 C°

Les valeurs de permittivité et celles de la résistivité électrique déduites respectivement de la capacité et de la résistance électrique sont présentées dans le tableau ci-dessous :

La surface de l'électrode :  $S=9,85.10^{-5} \text{ m}^2$

Epaisseur de la pastille :  $e=2,58.10^{-3} \text{ m}$

La permittivité du vide :  $\epsilon_0 =8,85. 10^{-12}\text{F.m}^{-1}$

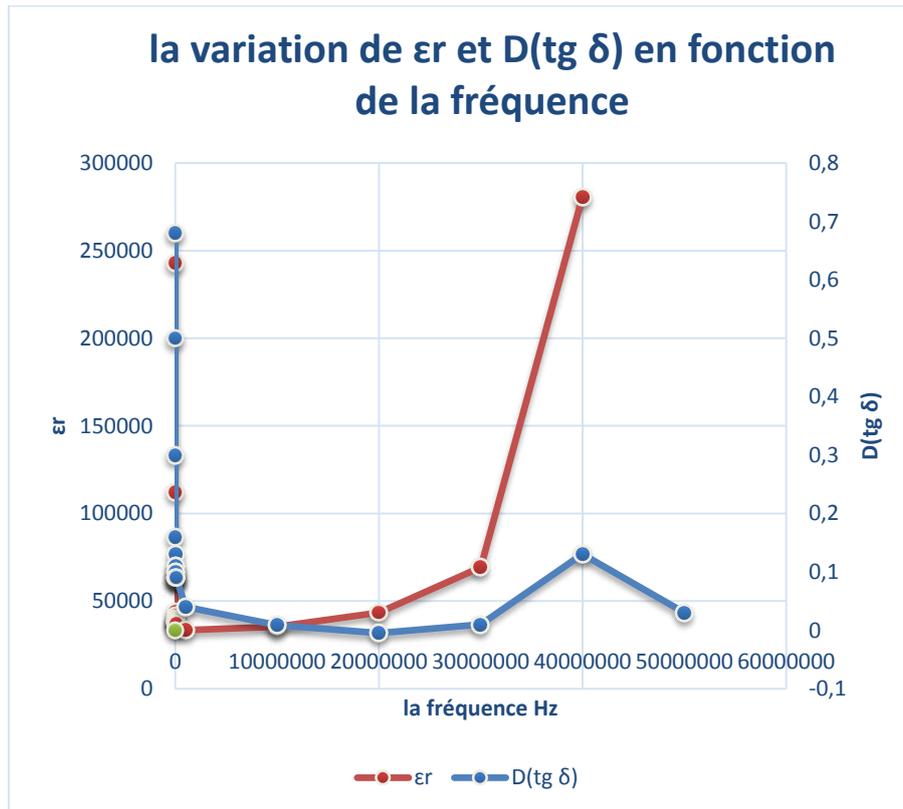
**Tableau III.7** : les valeurs obtenues pour les mesures de propriétés diélectrique en fonction de fréquence d'une pastille cuite à 1350 C° à partir le précipité

F (Hz)	C (farad) 10 <sup>-9</sup>	D(tg δ)	L'angle φ	Facteur de qualité Q	ε <sub>r</sub>
20	65,72	0,68	-55,77°	1,47	242756,5
100	34,04	0,50	-63,03°	1,96	112208,8
10 <sup>3</sup>	18,79	0,30	-73,22°	3,31	61938,98
10 <sup>4</sup>	13,29	0,16	-80,72°	6,12	43808,89
20*10 <sup>3</sup>	12,52	0,13	-82,05°	7,16	41270,68
30*10 <sup>3</sup>	12,12	0,11	-83,32°	8,54	39952,13
40*10 <sup>3</sup>	11,93	0,11	-83,44°	8,69	39325,81
50*10 <sup>3</sup>	11,66	0,10	-83,84°	9,27	38435,79
60*10 <sup>3</sup>	11,56	0,10	-84,08°	9,64	38106,15
70*10 <sup>3</sup>	11,50	0,09	-84,64°	10,67	37908,37
80*10 <sup>3</sup>	11,26	0,09	-84,40°	10,21	37117,24
90*10 <sup>3</sup>	11,16	0,09	-84,82°	11,04	36787,6
100*10 <sup>3</sup>	11,13	0,09	-84,85°	11,10	36688,71
10 <sup>6</sup>	10,15	0,04	-87,38°	21,89	33458,26
10 <sup>7</sup>	10,76	0,009	-89,47°	109,89	35469,05
20*10 <sup>6</sup>	13,17	-0,005	-90,31°	184,25	43413,32
30*10 <sup>6</sup>	21,04	0,01	-88,90°	52,20	69355,84
40*10 <sup>6</sup>	85,14	0,13	-82,42°	7,52	280653,8
50*10 <sup>6</sup>	-36,82	0,03	87,94°	27,90	-121373
60*10 <sup>6</sup>	-16,60	-0,05	93,33°	-17,14	-54719,9
70*10 <sup>6</sup>	-13,35	-0,24	103,75°	-4,09	-44006,7
80*10 <sup>6</sup>	-14,16	-0,61	121,66°	-6,62	-46676,7
90*10 <sup>6</sup>	-174,27	-10,55	174,59°	-0,09	-574460
100*10 <sup>6</sup>	10,46	-0,74	-126,75°	-1,33	34480,13
120*10 <sup>6</sup>	2,85	-0,,16	-99,61°	-5,90	9394,683

### Intrépritation :

D'après le tableau de caractéristique de la céramique, on remarque que :

- La permittivité diminue jusque à 100 kHz
- Mais les valeurs de la permittivité sont très proches dans l'intervalle  $[10^4 \text{ Hz}, 30\text{MHz}]$  danc on peut dir qu'il y a une stabilité
- Entre 10MHz et 30MHz, la pemitivité augmente



**Figure III.5 :** Spectre représente la variation et l'angle de perte de la permittivité en fonction de la fréquence

### Intrépritation :

Cette figure montre la variation de la permittivité et l'angle de perte en fonction de la fréquence, on remarque que la permittivité et l'angle de perte stabilise dans le même intervalle de fréquence  $[10^4 \text{ Hz}, 30\text{MHz}]$

### III.5 Conclusion :

Les résultats obtenus montrent que la céramique élaborée a :

- Retrait d'épaisseur est entre 1,86% et 24,31%
- Retrait de diamètre est entre 1,69% et 8.46 %
- Diminution de l'absorption 32,5% jusqu'à 9,375% en fonction de T(C°)
- La densité apparente augmente de 1,73 jusqu'à 2,93
- Le taux spécifique égale 52,43% < < 90% à T=1350C°, la céramique n'est pas très bonne qualité
- La stabilité de la permittivité relative et l'angle de perte ont même intervalle [10KHz,30MHz]

Nous recommandons l'utilisation de cette céramique diélectrique dans cet intervalle

### III.6 Elaboration de céramique $\text{CaTiO}_3$ $\text{MgTiO}_3$ à partir de la dolomie :

Les caractérisations avant le frittage des échantillons à sec pour les deux mélanges sont résumées dans les tableaux suivants :

**Tableau III.8 :** Les caractérisations des échantillons à partir de la dolomie

Echantillons	$E_0$ mm	Poids $_{0g}$	Diamètres $_{0mm}$
E1 :	3.99	1.184	13
E2 :	3.30	0.995	13
E3 :	3.47	1.022	13
E4 :	2.98	0.855	13
E5 :	2.90	0.838	13
E6 :	2.83	0.846	13

### III.6.1 le frittage :

On applique les mêmes paramètres que ceux précédemment appliqués, le tableau suivant montre les résultats

**Tableau III.9 :** Les caractérisations physiques des échantillons

échantillons	$E_1$ mm	Retrait Epai%	Poids $P_1$ g	Diametre <sub>1</sub> mm	Retrait Diam%	D g/cm <sup>3</sup>	$E_0$ mm	Poids <sub>0</sub> g	Diamètres <sub>0</sub> mm	
Ech1 :1150C°	3.67	8,02	0.870	12.30	5,38	0,19	3.99	1.184	13	
Ech2:1150C°	3.15	4,54	0.730	12.27	5,61	0,19	3.30	0.995	13	
Ech3 :1250C°	3.12	10,8	0.758	12.15	3,84	0,20	3.47	1.022	13	
Ech4 :1250C°	2.69	9,73	0.635	12.05	7,30	0,20	2.98	0.855	13	
Ech5 :1350C°	2,55	12,06	0.600	11.80	9,32	0.20	2.90	0.838	13	
Ech6:1350C°	2.45	13,42	0.550	11.60	10,76	0.21	2.83	0.846	13	
	<b>Après le frittage</b>						<b>Avant le frittage</b>			

### Intrépritation :

Du tableau on remarque :

- Le retrait que subissent les épaisseurs des échantillons sont entre 1,86% et 24,31%
- Le retrait que subissent les diamètres des pastilles sont entre 1,69% et 8,46%
- Diminuation de la masse avec augmentaion de la tepérature

### III.6.2 Etude des caractérisations physiques des pastilles frittées

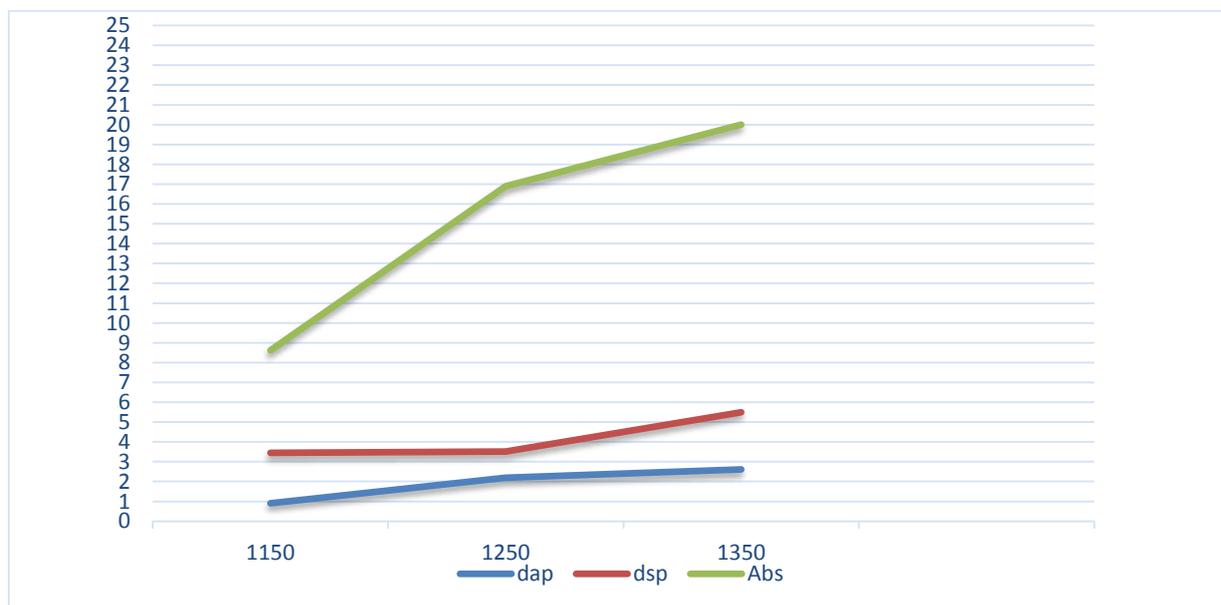
On pèse les échantillons secs, on note  $M_s$ , puis on plnge les échantillons dans l'eau bouillante durant une demi-heure, après on les laisse refroidir dans l'eau durant 24 heures

On pèse les échantillons suspendu dans l'eau et on note  $M_{eau}$ , puis on pèse les échantillons humides à l'air libre et on note  $M_{hu}$ . Les tableaux suivants montrent les résultats après des calcules.

**Tableau III.10** : Caractérisations physiques de 3 échantillons frittés à partir de la dolomie.

T(C°)	M <sub>s</sub> (g)	M <sub>hu</sub> (g)	M <sub>eau</sub> (g)	V <sub>ap</sub> (cm <sup>3</sup> )	D <sub>ap</sub>	P <sub>ou</sub>	D <sub>sp</sub> (g/cm <sup>3</sup> )	Abs (%)	P <sub>fer</sub> (%)	P <sub>tout</sub> (%)
1150C°	0,87	1,58	0,62	0,96	0,90	73,8	3,45	8,61	23,67	97,47
1250C°	0,76	0,89	0,54	0,34	2,2	37,21	3,51	16,89	22,34	59,55
1350C°	0,55	0,66	0,45	0,21	2,61	52,38	5,5	20	-21,68	30,7

Les variations des propriétés physiques (densité spécifique D<sub>sp</sub>, léabsorption Abs et la densité apparente) de la céramique CaTiO<sub>3</sub> MgTiO<sub>3</sub> de la dolomie en fonction de la température du frittage sont représentées sur la figure



**Figure III.6** : Variations des propriétés physiques des échantillons à partir le précipité en fonction de la température de frittage

### Intrépritation :

Du tableau et de la figure, on remarque

- Augmentation de la valeur de l'absorption d'eau en fonction de la température du frittage. Cette augmentation est caractérisée par une augmentation de la porosité, danc il y a des fissures
- La densité apparente ( $d_{ap}$ ) augmente en fonction de la température
- La densité sépcifique réelle ( $d_{sp}$ ) augmente en fonction de la température

### III.6.3 Etude des propriétés diélectriques

On fait l'étude sur la pastille frittée à 1350 C°

Les valeurs de permittivité et celles de la résistivité électrique déduites respectivement de la capacité et de la résistance électrique sont présentées dans le tableau ci-dessous :

La surface de l'électrode :  $S=1,05.10^{-4} \text{ m}^2$

Epaisseur de la pastille :  $e=2,45.10^{-3} \text{ m}$

La permittivité du vide :  $\epsilon_0 =8,85. 10^{-12}\text{F.m}^{-1}$

**Tableau III.11** : Les valeurs obtenues pour les mesures de propriétés diélectrique en fonction de fréquence d'une pastille cuite à 1350 C° à partir de la dolomie

f(khz)	C *10 <sup>-9</sup> (F)	D (tg $\delta$ )	Angle $\varphi$	Facteur qualité Q	Périmittivité $\epsilon_r$
0,02	47,63	0,27	-74,38	3,57	124790,6
0,1	27,43	0,28	-74,17	3,52	71866,6
1	21,82	0,11	-83,65	8,98	57168,4
10	19,56	0,05	-86,8	17,92	51247,2
20	18,93	0,04	-87,46	24,35	49596,6
30	18,7	0,04	-87,93	21,77	48994

### Chapitre III : Techniques expérimentales

---

40	18,52	0,03	-87,9	27,38	48522,4
50	18,47	0,03	-87,95	27,97	48391,4
60	18,39	0,03	-88,06	29,67	48181,8
70	18,27	0,03	-88,12	30,58	47867,4
80	18,2	0,03	-88,17	31,38	47684
90	18,11	0,03	-88,99	28,29	47448,2
100	18,36	0,03	-87,98	28,38	48103,2
1000	17,53	0,02	-88,6	40,91	45928,6
10000	19,47	0,01	-89,14	66,72	51011,4
20000	29,13	0,01	-88,87	51	76320,6
30000	144,39	0,16	-80,85	6,21	378301,8
40000	-36,86	0,02	88,77	46,94	-96573,2
50000	-16,15	-0,01	91,14	-50,09	-42313
60000	-11,34	-0,07	94,95	-12,83	-29710,8
70000	-10,97	-0,25	104,54	-3,85	-28741,4
80000	-13,59	-0,61	121,6	-1,62	-35605,8
90000	-148,93	-8,9	173,59	-0,11	-390197
100000	10,35	-0,73	-126,19	-1,45	27117
120000	3,25	-0,15	-98,78	-6,48	8515

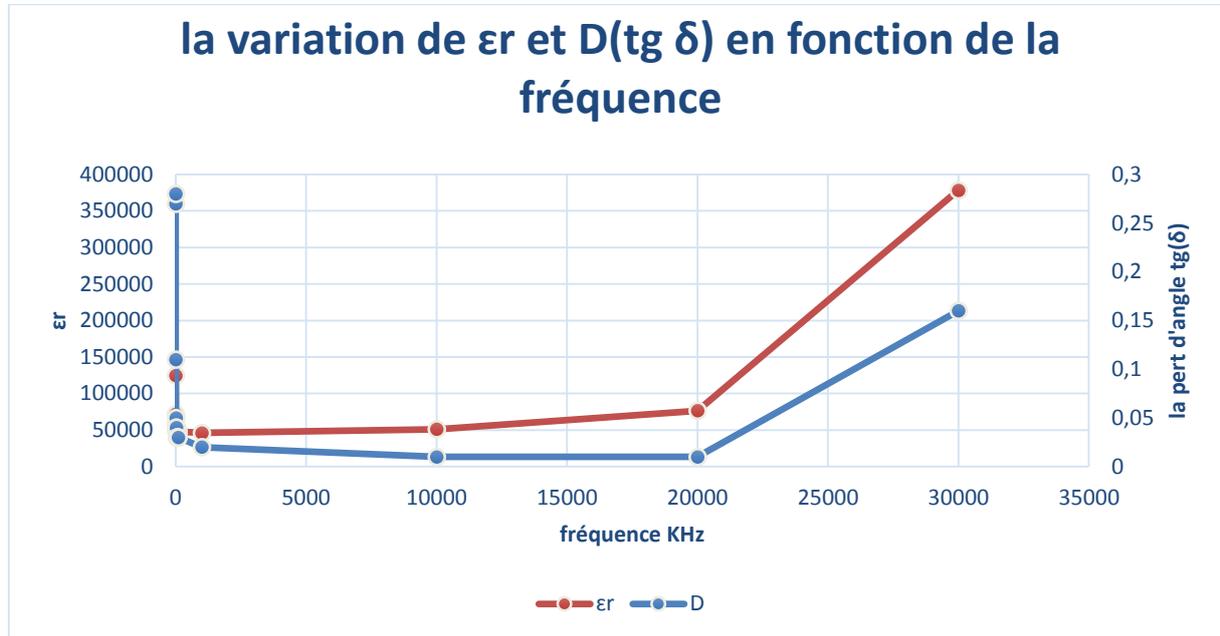
#### Intrépritation :

D'après le tableau de caractéristique de la céramique, on remarque que :

- La permittivité diminue jusque à 1000 kHz (1MHz)

## Chapitre III : Techniques expérimentales

- Mais les valeurs de la permittivité sont très proches dans l'intervalle [1000 KHz(1MHz),20000KHz(20MHz)] donc on peut dire qu'il y a une stabilité de la permittivité
- la permittivité augmente dans l'intervalle [ 20000KHz, 30000KHz]



**Figure III.7 :** Spectre représente la variation et l'angle de perte de la permittivité en fonction de la fréquence

### Intrépritation :

Cette figure montre la variation de la permittivité et l'angle de perte en fonction de la fréquence, on remarque que la permittivité et l'angle de perte stabilise dans le même intervalle de fréquence [1000 KHz(1MHz),20000KHz(20MHz)]

### III.6.4 conclusion :

Les résultats obtenus montrent que la céramique élaborée a :Retrait d'épaisseur est entre 4,54% et 13.42%

- Retrait de diamètre est entre 3,84% et 10,76 %
- Diminution de l'absorption de 8,61% jusqu'à 20% en fonction de  $T(^{\circ}\text{C})$
- La densité apparente augmente de 0,90% jusqu'à 2,61%
- Le taux spécifique égale 52,43% << 90% à  $T=1350^{\circ}\text{C}$ ,
- La stabilité de la permittivité relative et l'angle de perte ont même intervalle [1000 KHz(1MHz),20000KHz(20MHz)]

### *Conclusion générale*

Au cours de cette étude, nous nous sommes intéressés à l'élaboration et la caractérisation de céramique composite  $MgTiO_3CaTiO_3$  en vue de leur intégration au sein des isolations.

Les résultats obtenus peuvent être résumés en ces points :

#### **1. Préparation et caractérisation des poudres :**

- La caractérisation RDF montre la composition chimique de la dolomie et le précipité de la dolomie, la dolomie riche en CaO que MgO. Par contre, le précipité riche en MgO que CaO
- Les courbes (ATD-ATG) enregistre montrent les phénomènes endothermiques et exothermiques pour la dolomie et le précipité

#### **2. Elaboration et caractérisation de la composite céramique $MgTiO_3CaTiO_3$ à partir de la dolomie et à partir du précipité de la dolomie**

- Les caractérisations physiques, pour la céramique élaborée à partir du précipité, l'absorption diminue et on peut dire que la densité apparente et la densité spécifique sont stables au cours du frittage,

Pour la céramique élaborée à partir de la dolomie, l'absorption inverse que la première, elle augmente au cours du frittage.

Le taux spécifique de la céramique élaborée à partir du précipité à  $1350C^\circ$  et le taux spécifique de céramique élaborée de la dolomie sont faible puisque ne dépasse pas 90%. Ceci est dû aux problèmes survenus lors de la mise en forme ainsi aux conditions de frittage

#### **3. Etude des caractérisations diélectriques de céramiques élaborées :**

- Les courbes montrent l'évolution de la permittivité relative en fonction de la fréquence
- Pour la composite céramique à partir du précipité, la stabilité de la permittivité et de l'angle de perte situe dans un grand intervalle que la composite céramique élaborée à partir de la dolomie.

## **Conclusion générale**

---

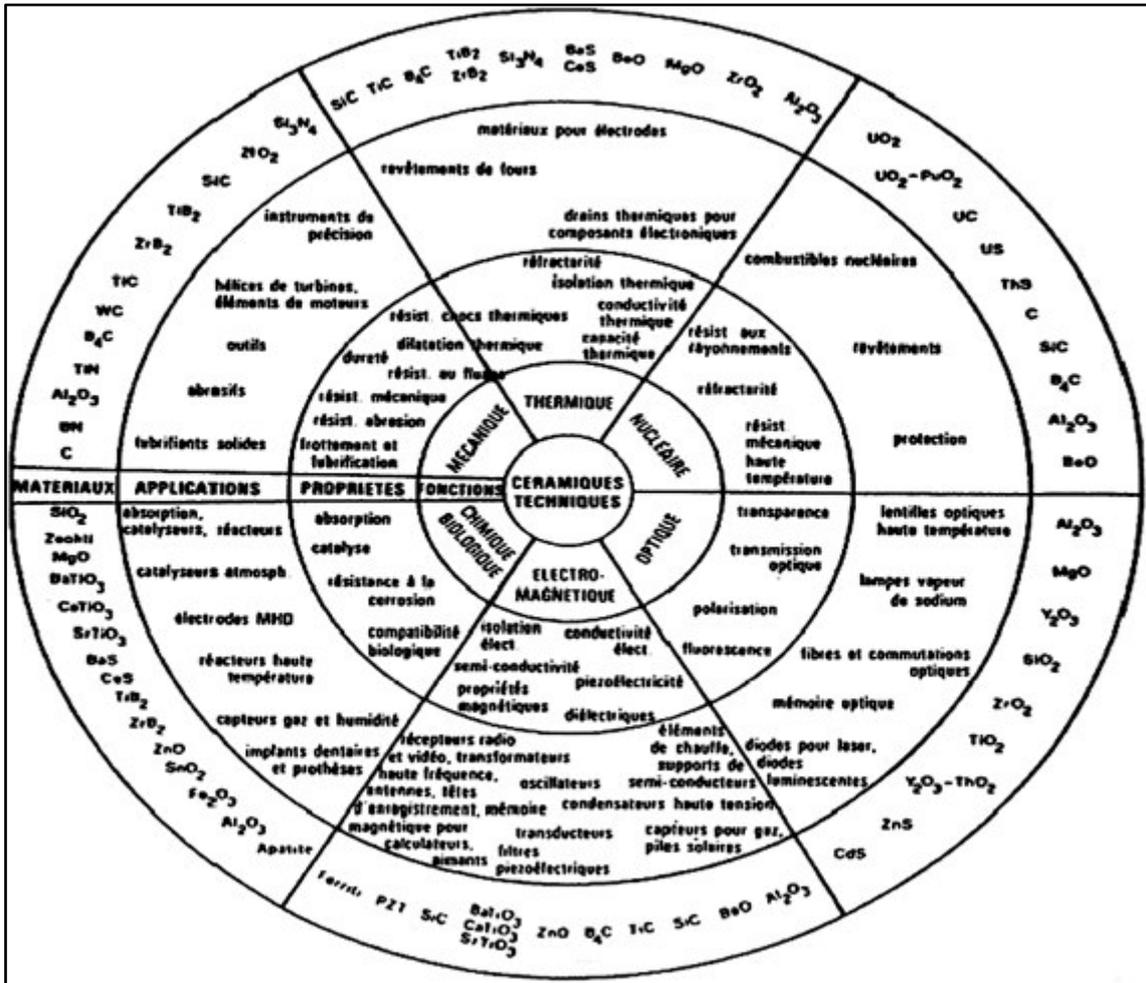
L'étude montre la composite céramique élaborée à partir du précipité de la dolomie est la meilleure par rapport à la céramique composite élaborée à partir de la dolomie

- [1] G. Fantozzi, J. C. Nièpce, G. Bonnefont, Les céramiques industrielles propriétés, mise en forme et applications, ed. Dunod (2013).
- [2]- V.M. Ferreira, F. Azough, R. Freer, J.L. Baptista, « The effect of Cr and La on MgTiO<sub>3</sub> and MgTiO<sub>3</sub>–CaTiO<sub>3</sub> microwave dielectric ceramics », J. Mater Res 12 (1997) 3293-3299.
- [3]- E.R. Kipkoech, F. Azough, R. Freer, C. Leach, S.P. Thomposon, C. C. Tang, « Structural study of Ca<sub>0.7</sub>Nd<sub>0.3</sub>Ti<sub>0.7</sub>Al<sub>10.3</sub>O<sub>3</sub> dielectric ceramics using synchrotron Xray diffraction » J. Eur. Ceram Soc 23 (2003) 2677–2682.
- [4] : J. PHILIBERT « Recueil de Communication » Deuxième Séminaire Des Sciences des matériaux, université de Constantine, p.2-16 (1985)
- [5] : G. ALIPRANDI « Matériaux réfractaires et céramiques techniques » Ed. Septima p : 109 (1979)
- [6] : G. ALIPRANDI « Matériaux Réfractaires et Céramiques Techniques » Ed. Septima p :44-45(1979)
- [7] : C. Kittel; " Physique de l'état solide " , Dunod, Paris (1983) 399-433.
- [8] –M. Nemoz, Thèse de doctorat, université Joseph Fourier – Grenoble France, (2004)
- [9]- J. M. Gay. Matériaux esil. (2003).
- [10] - M. Bertin. J. B. Faraux et J. Renault, " milieu diélectrique et milieu aimanté " Dunod, Paris (1984).
- [11] M. Nemoz, Thèse de doctorat, université Joseph Fourier – Grenoble France, (2004)
- [12] - C. Kittel ; " Physique de l'état solide «, Dunod, Paris (1983) 399-433.
- [13]- H. Bensmira, thèse de magister, Université Mentouri, Constantine (2004).
- [14] H.F. Kay, Brit. Elec. Res. Assoc., Ref LT 257 (1951).
- [15] R. Ali, M. Yashima, J. Solid State Chem., 178 (2005) 2867-2872.
- [16] J.J. Rousseau, Cristallographie géométrique et radiocristallographie, Ed. Dunod, Paris (2000).
- [17] S.A.T. Redfern, J. Phys. Condens. Matter, 8 (1996) 8267-8275.

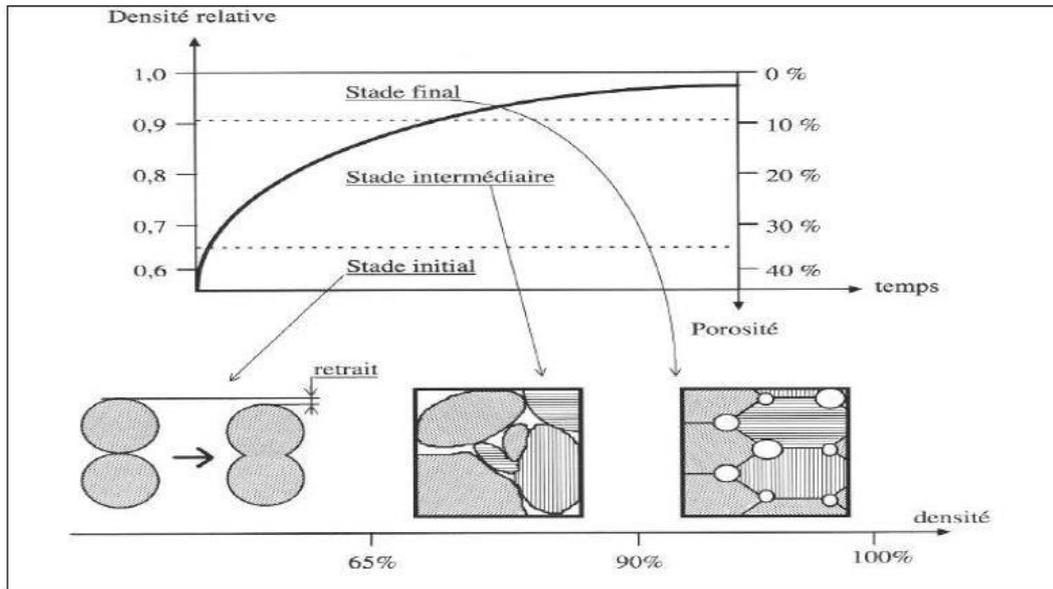
- [18] B.J. Kennedy, C.J. Howard, B.C. Chakoumakos, *J. Phys. Condens. Matter*, 11 (1999) 1479-1488.
- [19] R. Ali, M. Yashima, *J. Solid State Chem.*, 178 (2005) 2867-2872.
- [20] S.K. Manik, S.K. Pradhan, *Mater. Chem. Phys.*, 86 (2004) 284-292.
- [21] R.H. Buttner, E.N. Maslen, *Act. Crystallogr.*, B48 (1992) 644-649.
- [22] K. Fujino, S. Karato, Z. Wang, *EOS n° 74, Suppl 4* (1993) 543.
- [23] F. Guyot, P. Richet, P. Courtial, P. Gillet, *Phys. Chem. Miner.*, 20 (1993) 141-146.
- [24] Y. Wang, R.C. Lieberman, *Phys. Chem. Miner.*, 20 (1993) 147-158.
- [25] T. Matsui, H. Shigematsu, Y. Arita, Y. Hanajiri, N. Nakamitsu, T. Nagasaki, *J. Nucl. Mater.* 247 (1997) 72-75
- [26] V.V. Lemanov, A.V. Sotnikov, E.P. Smirnova, M. Weihnacht, R. Kunze, *Solid State Communications*, 110 (1999) 611-614.
- [27] Y.X. Wang, W.L. Zhong, C.L. Wang, P.L. Zhang, *Solid State Communications*, 117 (2001) 461-464.
- [28] M. Hu, H.R. Wenk, D. Sinitsyna, *J. Am. Mineral.*, 77 (1992) 359-.
- [29] C.J. Ball, R.G. Blake, D.J. Cassidy, J. L. Woolfrey, *J. Nucl. Mater.*, 151 (1988) 151-161.
- [30] Y. Li, S. Qin, F. Seifert, *J. Solid State Chem.*, 180 (2007) 824-833.
- [31] A.G. Andersen, T. Hayakawa, T. Tsunoda, H. Orita, M. Shimizu, K. Takehira,
- [32] M. Preda, M. Caldararu, M.A. Dragan, *Key Eng. Mater.*, 206-213 (2002) 147-150
- [33] M. Manso, M. Langlet, J.M. Martinez-Duart, *Mater. Science and Eng.*, C23 (2003) 447-450.
- [34] A. Mezroua, L. Taïbi-Benziada, *K. Eng. Mater.*, 264-268 (2004) 1281-1284
- [35] D.H. Yoon [57] B. Jančar, D. Suvorov, M. Valant, *Key Eng. Mater.*, 206-213 (2002) 1289-1292.

- [36] Y. Yuan, S. Zhang, W. You, Mater. Letters, 58 (2004) 1959-1963.
- [37] C.L. Huang, C.L. Pan, S.J. Shium, Mater. Chem. Phys., 78 (2002) 111-115.
- [38] B. Jančar, D. Suvorov, M. Valant, Key Eng. Mater., 206-213 (2002) 1289-1292.
- [39] <http://galen1.us.es/web.personales/ilagares/fisica/trabajos.de.facultad/titanato.de.bario/explicacion.de.las.transiciones.de.fase/index.htm>, B.I. Lee, J. European Ceram. Soc., 24 (2004) 753-761.
- [40] B.Z. Posnjak, Z. Kristallogr., 88(1934).277
- [41] V. Sharon Samyuktha, A. Guru Sampath Kumar, T. Subba Rao, R. Padma Suvarna " Synthesis, structural and dielectric properties of Magnesium calcium titanate (1-x) MgTiO<sub>3</sub>-xCaTiO<sub>3</sub> (x=0, 0.1, 0.2 and 0.3)"
- [42] Fei Shi\*, Pengcheng Du, Xiaoli Dong, Jingxiao Liu, Jiwei Wu, Deqing Chen, Hongchao Ma " Effects of Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> Addition on the Microstructure and Dielectr Properties of MgTiO<sub>3</sub>-CaTiO<sub>3</sub> Ceramics"
- [43] H. bensmira, thèse de magistère, université Mentouri, Constantine (2004)

# ANNEXE



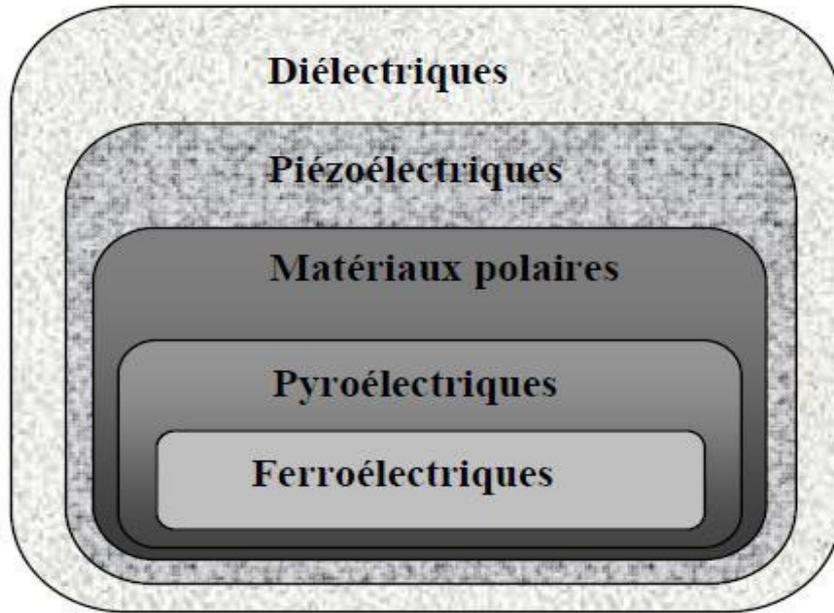
Classification des céramiques techniques



Les différents stades du frittage



Représentation de l'appareil STA 409 PC



Les différents types de diélectriques

## Pont RLC

### THÉORIE DE RÉFÉRENCE

- **abréviations**

B susceptance ( $1/X$ )	R la résistance
C Capacité	X Réactance
D facteur de dissipation ( $\tan \delta$ )	Y Admission
E Voltage	Z Impédance
G Conductance ( $= 1/R$ )	$\omega = 2\pi \times$ La fréquence
I COURANT	
L Inductance	indice s (s) = série
Q facteur de qualité	indice p (p) = parallel

- **Formule**

$$Z = \frac{E}{I} \quad (\text{tous les termes complexes})$$

$$Y = \frac{I}{E} = \frac{1}{Z}$$

$$Z_s = R + jX = R - j\omega L = R - \frac{j}{\omega C}$$

$$|Z_s| = \sqrt{(R^2 + X^2)}$$

$$|Z_p| = \frac{RX}{\sqrt{(R^2 + X^2)}}$$

$$Y_p = G + jB = G + j\omega C = G - \frac{j}{\omega L}$$

$$|Y_p| = \sqrt{(G^2 + B^2)}$$

$$|Y_s| = \frac{GB}{\sqrt{(G^2 + B^2)}}$$

$$\text{Where } X_L = \omega L \quad X_C = \frac{1}{\omega C} \quad B_C = \omega C \quad B_L = \frac{1}{\omega L}$$

$$Q = \frac{\omega L S}{R_s} = \frac{1}{\omega C S R_s} \quad (\text{series R, L, C valurs})$$

$$Q = \frac{R_p}{R_s} = \omega C p R p \quad (\text{parallel R, L, C, valures})$$

$$D = \frac{G_P}{\omega C_P} = \omega L_P G_P \quad (\text{Valeurs parallèles G, L, C})$$

$$D = \frac{R_S}{\omega L_S} = \omega C_S R_S \quad (\text{Valeurs des séries R, L et C})$$

Remarque: La valeur  $Q = \frac{1}{D}$  est constante quelle que soit la convention série / parallèle.

- **Conversions série / parallèle**

$$R_S = \frac{R_P}{(1+Q^2)}$$

$$C_S = C_P(1 + D^2)$$

$$L_S = \frac{L_P}{(1+\frac{1}{Q^2})}$$

Les conversions utilisant la formule ci-dessus ne seront valables qu'à la fréquence de test.

- **Dérivations polaires**

$$R_S = |Z| \cos \theta$$

$$X_S = |Z| \sin \theta$$

Notez que, par convention, l'angle + ve indique une impédance inductive ou une admittance capacitive

Si la capacité est mesurée en tant qu'inductance, la valeur L sera -ve.

Si l'inductance est mesurée en tant que capacité, la valeur C sera -ve.

$$D = \tan \delta \quad \text{où } \delta = (90 - \theta)^\circ \quad \text{mesure d'admission.}$$

$$D = \frac{1}{\tan \delta} \quad \text{où } \delta = (90 - \theta)^\circ \quad \text{mesure d'impédance.}$$

**A) Mode opératoire :**

Peser l'échantillon sec avec une balance au 1/100g ,et noter ( $M_s$ ),plonger l'échantillon dans l'eau bouillante durant 5 heures ,laisser refroidir dans l'eau durant 25 heures, peser l'échantillon suspendu dans l'eau et noter ( $M_{eau}$ ).peser l'échantillon humide à l'air libre et noter

**B) Calcul :**

**Volume apparent : ( $V_{apt}$ )**

- $V_{ap}=M_{hu}-M_{eau}$  ( $cm^3$ ) (1)

**Densité apparente :  $d_{ap}$**

- $d_{ap}=\frac{M_s}{V_{ap}}$  ( $g/cm^3$ ) (2)

**Porosité ouverte apparent :  $P_{ouv}$**

- $P_{ouv}=\frac{VP_{ouv}}{V_{ap}}=\frac{M_{hu}}{V_{ap}} \times 100\%$  (3)

✓  $VP_{ouv}$  : représente le volume ouvert apparent

**Densité spécifique réelle :  $d_{sp}$**

- $d_{sp}=\frac{M_s}{M_s-M_{eau}}$  ( $g/cm^3$ ) (4)

✓  $M_s -M_{eau}$  : représente le volume imperméable à l'eau et à l'air ( $cm^3$ )

**Absorption d'eau :  $Ab_{eau}$**

- $Ab_{eau}=\frac{M_{hu}-M_s}{M_s} \times 100\%$  (5)

**Porosité fermée :  $P_{fer}$**

- $P_{fer}=\left[1-\frac{d_{sp}}{d_{th}}\right] \times 100\%$  (6)

✓  $d_{th}$  : représente la densité cristallographique qui peut être obtenue de la littérature ou calculée à partir de la maille cristalline du matériau

**Porosité totale :  $P_{tot}$**

- $P_{tot}=P_{ouv}+P_{fer}$  (7)

# Résumé

## ملخص

في هذه الدراسة قمنا تجريبيا , على مستو المخبر , بصناعة نوعين من الخزف العازل كهربائيا مرورا من نفس المادة الاولية المحلية (جيجل) , مع اضافة اوكسيد تيتان لكل من المادة الطبيعية الاولية دولوميت والمترسب الناتج عنها , مع المقارنة بينهما من حيث الخصائص الفيزيائية و الكهربائية , فكانت النتيجة ان الخزف المصنع عن طريق المترسب افضل من الخزف المصنع عن طريق المادة الطبيعية دولوميت , ولكن الجودة ليست بالجيدة استنادا للمعايير العالمية

## Résumé

*Dans cette étude, nous avons expérimenté au niveau du laboratoire en fabriquant deux types de céramiques isolantes à partir de la même matière première locale (Jijel), et son précipité, avec l'ajout de l'oxyde de titane à la fois pour la matière première dolomite et son précipité résultante. Avec la comparaison des caractérisations physiques et diélectriques entre les deux céramiques, le résultat montre que la céramique élaborée à partir du précipité est meilleure que la céramique élaborée à partir de la dolomite, mais la qualité n'est pas bonne selon les normes internationales*

## Abstract

*In this study, we experimented at the laboratory level by manufacturing two types of insulating ceramics from the same local raw material (Jijel), and its precipitate, with the addition of titanium oxide for both materials first dolomite and its resulting precipitate. With the comparison of the physical and dielectric characterizations between the two ceramics, the result shows that the ceramic elaborated from the precipitate is honeydew that the ceramic elaborated from the dolomite, but the quality is not good according to international standards*