

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la recherche scientifique

UNIVERSITE Abderrahmane MIRA BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie Mécanique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Fabrication Mécanique et Productique

Par :

AMRI Lila

OUDIHAT Samia

Thème

Synthétisation par voie sol-gel d'une poudre d'alumine

Soutenu le 06-10-2020 devant le jury composé de :

Mr.	Bradai Md Amokrane	Président
Mr.	Rassim Younes	Rapporteur
Mr.	Amari Djamel	Examineur

Année Universitaire 2019-2020

Remerciements

Au terme de ce travail, Nous tenons à remercier Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience pour achever ce travail.

Nous avons l'honneur et le plaisir de présenter notre profonde gratitude et nos sincères remerciements à notre rapporteur, Mr YOUNES pour sa précieuse aide, sa disponibilité et ses conseils judicieux.

Nous tenons également à remercier les membres du jury d'avoir accepté de juger notre travail. On remercie profondément tous les enseignants qui nous ont encouragées et soutenues durant nos années d'études.

Enfin nous tenons à adresser nos remerciements aux personnes qui nous ont aidées de près ou de loin à réaliser ce travail.

Dédicaces

A mes parents avec toute ma reconnaissance,

A mes très chers frères et sœurs,

A toute ma famille,

A tous ceux qui me sont chers.

Amri Lila

Je dédie cet humble travail à tous ceux qui me sont chers :

*Aux êtres les plus chers au monde, à la lumière de ma vie, mes très chers
parents que j'aime beaucoup et qui m'ont toujours encouragés.*

«Que Dieu les protège»

*Ma douce mère qui ma toujours entourée avec sa tendresse et son amour, à qui je
souhaite une longue vie pleine de bonheur et de santé ;*

*Mon père pour son amour, patience, soutien, encouragements,
et ses sacrifices sans limites ;*

*Que ce travail soit le témoignage de ma plus profonde affection
et de ma reconnaissance ;*

Mes très chères adorables sœurs qui ont été toujours à mes cotés ;

A mon marie

A la mémoire de mes grands-mères, que

Dieu les accueille dans son vaste paradis ;

A mon grand-père à qui je souhaite une longue vie ;

Mes tantes

A mes cousins et cousines ;

A Toute ma grande famille ;

« « Oudihat » »

Sommaire

Remerciements	i
Dédicaces.....	ii
Sommaire	iv
Table des figures	vii
Liste des tableaux	viii
Nomenclature.....	ix
Introduction Générale	1
Chapitre I : Généralités sur l'alumine	
I.1. Procédé sol-gel.....	2
I.1.1. Définition et historique	2
I.1.2. Les étapes de la préparation sol-gel	2
I.1.2.1 Synthèse.....	3
I.1.2.1.1 Voies de synthèse	3
I.1.2.1.2 Réaction chimique.....	4
I.1.2.1.3 Paramètres influençant les mécanismes réactionnels du sol-gel	5
I.1.2.1.3.1. Le pH	5
I.1.2.1.3.2. La température	5
I.1.2.1.3.3. Le catalyseur	5
I.1.2.1.3.4 Le taux d'hydrolyse	5
I.1.2.2. Viellissement	6
I.1.2.3. Séchage.....	6
I.1.2.4. Calcination.....	7
I.1.3 Les potentiels et limitations du procédé sol-gel	7

I.1.4. Les applications des oxydes simples et mixtes préparés par voie sol-gel.....	8
I.1.5. Structures et générations des différentes variétés d'alumine	8
I.1.5.1. La phase alpha.....	8
I.1.5.2. La phase gamma.....	9
I.1.5.3. La phase éta, delta et thêta.....	10
I.1.5.4. La phase kappa.....	10
I.1.6. Différentes variétés d'alumine	10
I.1.6.1. Hydroxydes d'aluminium.....	11
I.1.6.2. Oxyde d'aluminium Al_2O_3	11
I.1.7. Défauts de structure dans les aluminés	12
I.1.8. Structure électronique des aluminés	12
I.1.9. Extraction de l'alumine.....	13
I.1.9.1. Procédé Deville	13
I.1.9.2 Procédé Bayer	14
I.1.9.3 Procédé Orbite	15
I.1.10. Propriétés physiques et chimiques de l'alumine	16
I.1.11 Caractéristiques de l'alumine	17
I.2. Mécanisme de renforcement.....	18

Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

II.1. Introduction.....	20
II.2. Elaboration des échantillons	20
II.3. Protocole de synthèse	20
II.4. Les traitements thermiques	20
II.4.1. Description	20
II.4.2. Le cycle thermiques des traitements thermiques.....	21
II.4.3. Objectifs d'un traitement thermique	21
II.4.3.1. Principes de traitements thermiques	21
II.4.3.2. Réalisation d'un traitement thermique	22
II.5. Microscope optique	23
II.5.1. Principe de fonctionnement du microscope optique.....	23

Chapitre III : Elaboration des oxydes d'alumine

III.1. Procédés expérimentaux.....	24
III.1.1. Produits utilisés	24

III.1.2. Protocole de synthèse	24
III.1.3. Formation des gels	25
III.1.4.Synthétisation de la poudre Al ₂ O ₃	26
Conclusion Générale.....	27
Références Bibliographiques.....	28
Résumé/Abstract	30

Table des figures

Figure I.1 : Les divers matériaux dérivés du procédé sol-gel	2
Figure I.2 : Principales étapes de synthèse d'un matériau par voie sol-gel	3
Figure I.3 Voies de synthés.....	4
Figure I.4 : Développement de matériau de propriétés distinctes par différentes méthodes de séchage.....	6
Figure I.5 : Maille élémentaire de l'alumine α	9
Figure I.6 : Maille élémentaire de l'alumine γ	9
Figure I.7 : Maille élémentaire de l'alumine θ	10
Figure I.8 : Maille élémentaire de l'alumine kappa	10
Figure I.9 : Séquence de déshydratation de l'alumine à l'air (voie b : favorisée par l'humidité, l'alcalinité ou de grosses particules (100 μ), voie a : favorisée par de fines particules (<10 μ))	12
Figure I.10 : a) Défaut de Schottky b) Défaut de Frenkel	13
Figure I.11 : Le procédé Deville	14
Figure I.12 : Principales étapes du procédé Bayer	16
Figure I.13 : Distribution des tailles de grains de zircone dans les composites 10-ZTA obtenue par 2 procédés. La distribution moyenne des particules se situe entre la taille critique de transformation spontanée (D_c) et la taille critique de transformation en fissuration (D'_c) ; ce qui signifie que la majorité des grains de zircone en présence participent au renforcement du matériau	19
Figure II.1 : Protocole de synthèse	20
Figure II.2 : Les temps généraux d'un traitement thermique	21
Figure II.3 : Microscope optique	23
Figure III.1 : Protocole de synthèse.....	24
Figure III.2 : Formation du gel en présence de l'éthylène	25
Figure III.3 : Formation du gel en présence de l'acide citrique.....	25
Figure III.4 : Image du microscope optique, Al_2O_3 préparée par la méthode utilisant l'éthanol..	26
Figure III.5 : Image du microscope optique, Al_2O_3 préparée par la méthode utilisant l'acide citrique.	26

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés physiques et chimiques de l'alumine17

NOMENCLATURE

Symboles	Définition	Unité (SI)
	Abréviations	
DFT	: Density Functional Theory	
LDA	: Local Density Approximation	
ZTA	: <i>Zirconia Toughened Alumina</i>	

Introduction Générale

Introduction Générale

Depuis toujours, les matériaux jouent un rôle essentiel dans la société humaine, ils définissent le niveau de développement de notre civilisation. Leur progrès a permis le développement technologique qui mène les industriels à en chercher de nouveaux qui offrent de meilleures performances que ceux déjà existants et qui présentent des propriétés spécifiques.

L'alumine est l'une des plus importantes céramiques techniques, c'est une substance cristalline blanche qu'on obtient en utilisant la méthode sol-gel qui est basée sur l'utilisation d'un sol obtenu à partir de différents précurseurs. Ce sol, solution contenant des particules en suspension, polymérise à basse température pour former un gel humide. Celui-ci sera densifié par recuit thermique pour donner un produit inorganique sous forme de gel sec. L'étape suivante est un traitement thermique approprié.

L'un des avantages de la méthode sol-gel est qu'elle permet de fabriquer des matériaux de plus grande homogénéité et de haute pureté, à des températures beaucoup plus basses que celles requises par les méthodes conventionnelles.

Ce mémoire comprend trois chapitres et une conclusion générale.

Le premier chapitre est dédié à l'étude du procédé sol-gel, à ses différentes étapes ainsi qu'à ses principaux avantages. Il comprend également une description des différentes variétés d'alumine et de leurs modes d'extraction.

Le deuxième chapitre est consacré aux matériaux et aux techniques de caractérisation dont celles qui sont utilisés dans ce travail pour l'élaboration de l'alumine.

L'élaboration des échantillons d'alumine ainsi que les étapes suivies sont discutées dans le troisième chapitre.

Enfin, nous terminons ce travail par une conclusion générale.

Chapitre I

Généralités sur l'alumine

Généralités sur l'alumine

I.1. Procédé sol-gel

I.1.1. Définition et historique

La première polymérisation sol-gel a été réalisée par Ebelmen, qui décrit dès 1845 « la conversion en verre solide de l'acide silicique exposé à l'air humide » [1]. Cependant, il a fallu attendre près d'un siècle pour que le procédé soit repris et utilisé par l'industrie verrière. Dans les années 1930, la société allemande Schott-Glaswerke utilisa pour la première fois le procédé de polymérisation sol-gel pour la fabrication de récipients en verre puis de rétroviseurs [2]. D'après un article de la revue verre écrit par Jaques Livage, le premier brevet sol-gel a été déposé en 1939 par cette même société pour la réalisation de rétroviseurs. Beaucoup d'autres produits ont suivi comme des revêtements antireflets, des vitrages autonettoyants, des revêtements résistants à la rayure ou à la corrosion. On peut ainsi via ce procédé sol-gel, aussi appelé « chimie douce » un terme inventé par Jaques Livage élaborer une grande variété de matériaux sous différentes formes (monolithes de verres ou de céramiques, fibres, composites, gels poreux ou membranes, films ou couches minces, poudres...) (figure I.1) [3].

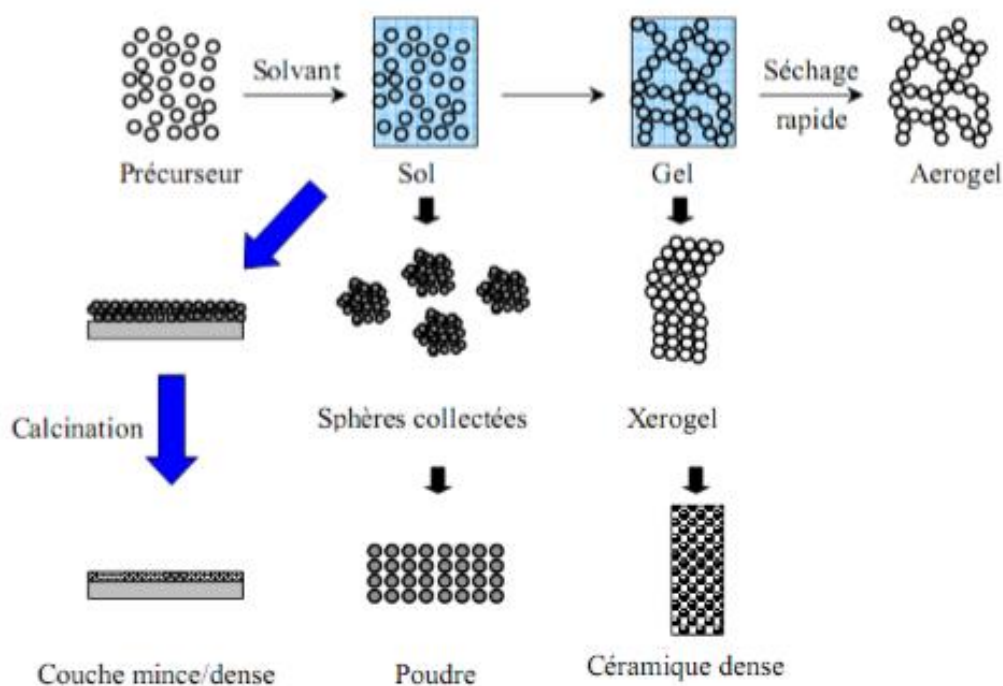


Figure I.1 : Les divers matériaux dérivés du procédé sol-gel.

Le procédé sol-gel (solution-gélification) est un procédé qui "correspond à la transformation d'un système liquide appelé « sol » vers un état colloïdal appelé « gel »" [4]. Le

sol correspond à la dispersion d'un précurseur organométallique ou d'un sel dans un solvant organique (alcool : méthanol, éthanol, etc..) [4]. Le passage du «sol» au «gel» s'effectue dans un premier temps par une série de réactions d'hydrolyse et de polymérisation inorganique pour former une suspension colloïdale et dans un deuxième temps par un processus de vieillissement. L'état solide est obtenu par calcination du « gel » [5]. Quant au gel, il "correspond à un réseau tridimensionnel interconnecté au sein duquel le solvant est piégé dans des pores" [6].

I.1.2. Les étapes de la préparation sol-gel

Le principe de base des procédés sol-gel repose sur le processus solution- gélification ; cela consiste à réaliser une solution stable (le sol) contenant les précurseurs moléculaires et d'initier des réactions d'hydrolyse-condensation pour obtenir un gel [7]. Les étapes principales d'une synthèse sol-gel sont représentées sur la figure I.2 [3].

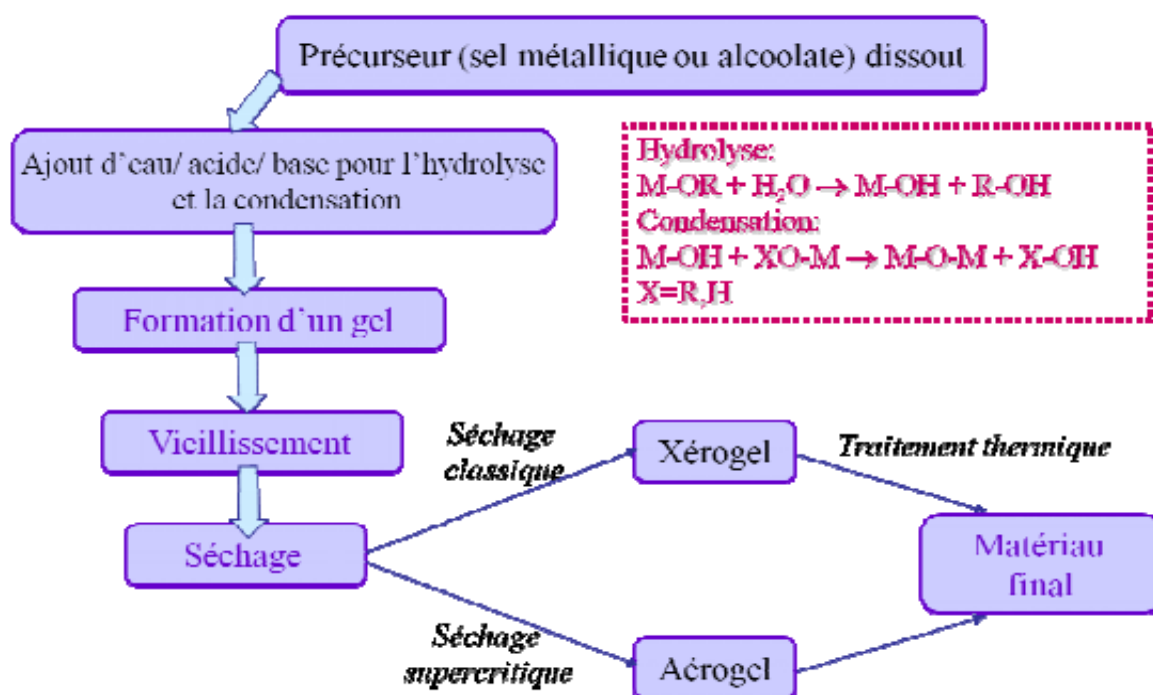


Figure I.2 : Principales étapes de synthèse d'un matériau par voie sol-gel.

I.1.2.1. Synthèse

I.1.2.1.1. Voies de synthèse

Selon la nature du précurseur il existe deux voies de synthèse (figure I.3) [8] :

- **Voie inorganique :** obtenue à partir d'un précurseur qui est un sel métallique tels que les nitrates, les sulfates, les chlorures, ou encore les acétates, en solution aqueuse. Les

précurseurs inorganiques requièrent une élimination supplémentaire des anions inorganiques après réaction sol- gel [3].

- **Voie organométallique** : Dans cette voie, le précurseur le plus fréquemment utilisé est un alcoxyde métallique (ou alcoolate métallique). Cette voie est la plus utilisée vu la facilité de contrôle de la réaction [3].

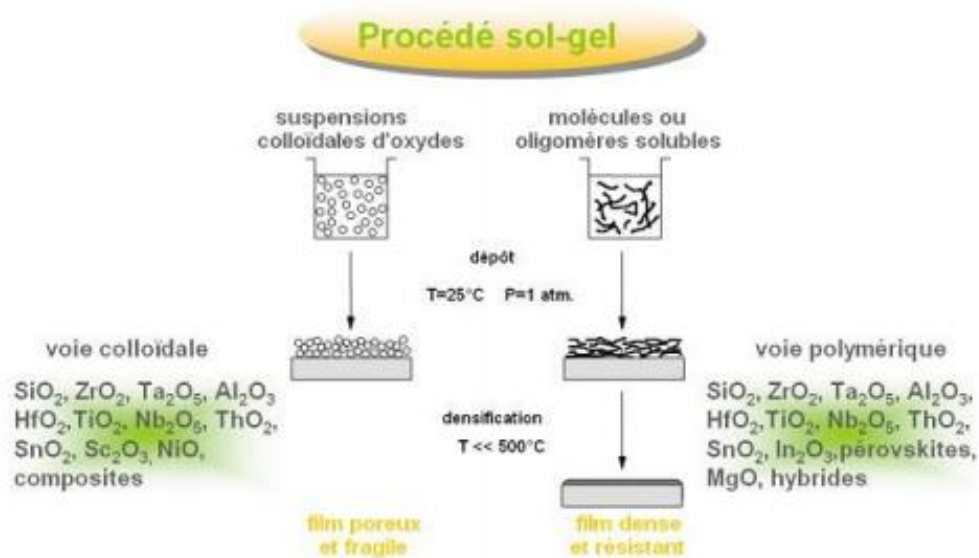
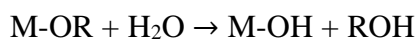


Figure I.3 Voies de synthèse.

I.1.2.1.2. Réaction chimique

La méthode sol-gel est basée sur deux réactions chimiques : l'hydrolyse et la condensation des précurseurs :

- **Réaction d'hydrolyse** : la réaction se fait soit par ajout d'eau ou un mélange alcool/eau à la solution organique d'alcoxyde ; elle entraîne par une attaque nucléophile du métal par l'oxygène contenu dans l'eau, la création d'un groupement hydroxyle sur le monomère et l'élimination de l'alcool. La réaction peut s'écrire de la façon suivante [3] :



- **Réaction de condensation** : les réactions de condensation font suite à l'hydrolyse partielle de l'alcoxyde métallique et conduisent à la formation des liaisons M-O-M du réseau final de l'oxyde. La condensation des groupes M-OH entre eux a pour conséquence l'expulsion d'eau (il s'agit de l'oxolation) ; tandis que la condensation de groupes M-OH avec des groupes non-hydrolysés restants M-OR libèrent des

groupements alcools (il s'agit de l'alcoxolation). Les réactions peuvent s'écrire de la façon suivante [3] :



I.1.2.1.3. Paramètres influençant les mécanismes réactionnels du sol-gel

Les principaux paramètres qui ont une influence sur les réactions d'hydrolyse et de condensation sont typiquement : le pH, la température, le catalyseur et le taux d'hydrolyse.

I.1.2.1.3.1. Le pH

- En milieu acide, on a catalyse des réactions d'hydrolyse ce qui conduit à des matériaux à chaînes linéaires ;
- en milieu basique, on favorise les réactions de condensation, ce qui conduit à des matériaux davantage ramifiés ;
- il influence le potentiel zêta des particules, ce qui modifie les interactions électrostatiques entre ces dernières et règle la floculation ou la gélification du matériau [6].

I.1.2.1.3.2. La température

Une élévation de la température accroît les cinétiques de réactions [6].

I.1.2.1.3.3. Le catalyseur

La catalyse acide ou basique, par adaptation du pH de l'eau d'hydrolyse, permet de contrôler la cinétique des réactions et la morphologie des produits obtenus. Les concentrations en acide ou base peuvent être comprises entre 0,01M et 7M [8]. Un pH acide entraîne une accélération de l'hydrolyse et conduit à la libération rapide des monomères M-OH formant des particules peu ramifiées et des polymères linéaires. Si le pH est basique, la condensation est favorisée et les monomères sont libérés progressivement laissant le temps de former des espèces très ramifiées et des particules colloïdales denses [9].

I.1.2.1.3.4. Le taux d'hydrolyse

Il est défini comme étant le rapport de la concentration molaire de l'eau sur celle de l'alcoxyde métallique par :

$$h = \frac{[H_2O]}{M - (OR)_n}$$

- $h < 1$: condensation régie par la formation de ponts par alcoxolation → matériaux sous forme de chaînes ;

- $1 < h < n$: formation de gels polymériques → matériaux sous forme de fibres ou revêtements ;
- $h > n$: formation de polymères très réticulés, de gels colloïdaux voire de précipités si un grand excès d'eau est ajouté à l'alcoxyde → matériaux sous forme de gel massif ou poudre [6].

I.1.2.2. Vieillissement

Le Vieillissement représente la durée entre la formation du gel et l'élimination du solvant. Tant que le liquide est à l'intérieur des pores, un gel n'est pas statique et peut subir beaucoup de transformations [3]. Trois processus peuvent se produire [10] :

1. la polymérisation (étape de renforcement du réseau grâce à de nouvelles liaisons)
2. le mûrissement (processus de dissolution et de reprécipitation)
3. la transformation de phase ou synérèse

I.1.2.3. Séchage

La formation du gel résulte de l'agrégation des particules ou des chaînes polymériques qui forment un réseau solide poreux emprisonnant encore du solvant, à ce stade, les réactions chimiques se poursuivent en modifiant la structure poreuse du matériau. Afin de stabiliser le milieu, il est nécessaire de le sécher et éventuellement de le densifier pour éliminer les pores [9]. Le type de séchage influe significativement sur la structure du matériau final. Deux voies principales sont mentionnées ci-dessous et définies dans la figure I.4 [9].

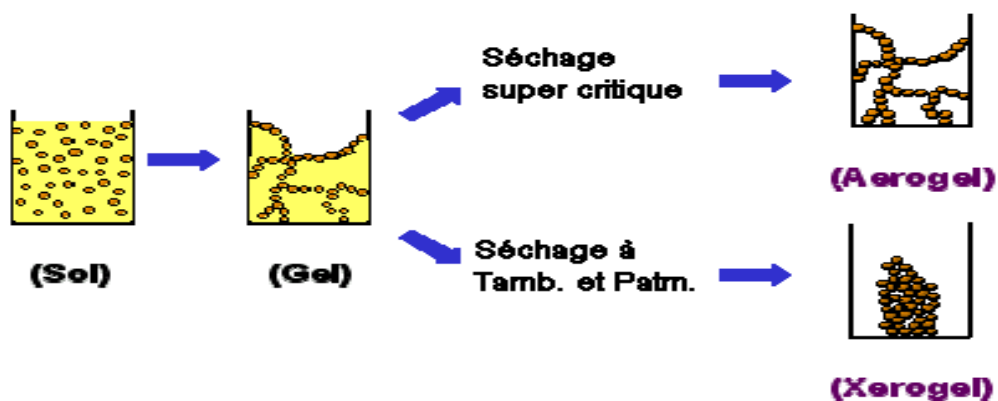


Figure I.4 Développement de matériau de propriétés distinctes par différentes méthodes de séchage.

- **Les aérogels** : résultent d'un séchage super critique. La phase de séchage est exécutée dans une autoclave qui permet de surpasser le point critique (P_c , T_c) du solvant

présent dans les pores ((il n'y a alors plus de distinction entre les phases liquide et vapeur) [9]. Ceci entraîne une réduction de volume allant de 5 à 10%.

- **Les xérogels** : Les xérogels sont au contraire des gels séchés à température proche de l'ambiante et sous une pression atmosphérique. Le volume du matériau sec est en général bien inférieur au volume du gel humide [9].

Les xérogels sont généralement plus denses que les aérogels [10].

I.1.2.4. Calcination

Après l'élimination du liquide des pores, un traitement thermique est nécessaire d'avantage pour convertir le xérogel ou l'aérogel en une forme catalytique utile. Souvent, le chauffage se fait en présence d'un gaz réactif (air, oxygène ou hydrogène) afin d'éliminer les produits organiques résiduels ou oxyder (ou réduire) l'échantillon [3]. Exposer l'échantillon à une haute température sur une période prolongée mène à une agglomération et par conséquent une diminution de la surface. Les caractéristiques physiques du produit final dépendent de plusieurs paramètres tels que la température de calcination, la vitesse, le temps du chauffage et l'environnement gazeux [3].

I.1.3. Les potentiels et limitations du procédé sol-gel

Le procédé sol-gel présente de nombreux avantages, parmi ces derniers nous pouvons citer :

- Le procédé sol-gel permet d'élaborer les matériaux sous diverses formes (massif, fibre, poudre ou films.) [9].
- Une température de synthèse beaucoup plus basse que celle requise par les techniques de céramisation classiques ; cet abaissement de la température de cristallisation est lié à la présence d'oxygène au sein de la matrice [6].
- L'élaboration du matériau à basse température et à pression atmosphérique permet de réduire potentiellement les coûts de fabrication [3].
- Le procédé sol-gel rend possible la réaction de précurseurs métalliques entre eux pour générer des matériaux nouveaux multicomposants inaccessibles par d'autres voies . L'utilisation de précurseurs liquides volatils permet d'atteindre des matériaux de grande pureté [9].

L'énumération des avantages du procédé sol-gel conduit également à lister ses inconvénients :

- Le mode opératoire est difficilement reproductible tant le nombre de paramètres à contrôler est important : humidité et température ambiantes, vieillissement des précurseurs, pureté des précurseurs, etc. Les alkoxydes de métaux de transition

réagissent violemment à l'humidité et ont tendance à précipiter en surface des flacons au bout de plusieurs utilisations [9].

- Le coût des précurseurs alkoxydes reste relativement élevé [9].
- Le procédé peut être relativement long si l'on prend en compte le vieillissement du sol et certains modes de séchage thermiques (cas des matériaux massifs ou des couches épaisses) [9].

I.1.4. Les applications des oxydes simples et mixtes préparés par voie sol-gel

Les méthodes d'élaboration des matériaux à partir des précurseurs moléculaires redonnent à la chimie une place de choix dans le domaine des matériaux. L'intérêt du procédé sol-gel est maintenant unanimement reconnu. Récemment, il offre de nouvelles approches pour la synthèse des matériaux poreux d'oxydes simples et d'oxydes mixtes [3]. La méthode permet de bien contrôler l'intimité du mélange moléculaire dans les oxydes mixtes et fournit une distribution de phase plus uniforme, un meilleur contrôle morphologique et une bonne performance catalytique vis-à-vis de plusieurs réactions chimiques [3].

I.1.5. Structures et générations des différentes variétés d'alumine

L'alumine cristallise sous différentes formes, l'une stable (α - Al_2O_3), les autres métastables (γ^- , δ^- , θ^- , κ^- , ε^- , η^- , χ^- - Al_2O_3). Elle existe aussi à l'état amorphe. Les phases métastables sont souvent considérées comme des alumines de transition (ou basse température). Les phases α , γ , δ , θ et κ sont observables sous forme d'alumine pure, tandis que les autres (ε , η , χ) ne le sont qu'en présence d'ajouts tels que ZrO_2 , des silicates et des alcalins [11].

I.1.5.1. La phase alpha

Cette phase possède une structure cristalline de la variété rhomboédrique. Les ions O_2^- forment un empilement hexagonal compact. Les cations Al^{3+} occupent $2/3$ des sites octaédriques (figure I.5). Cette phase est stable au-delà de 1150°C . La transformation qui aboutit à sa formation est exothermique et irréversible [11].

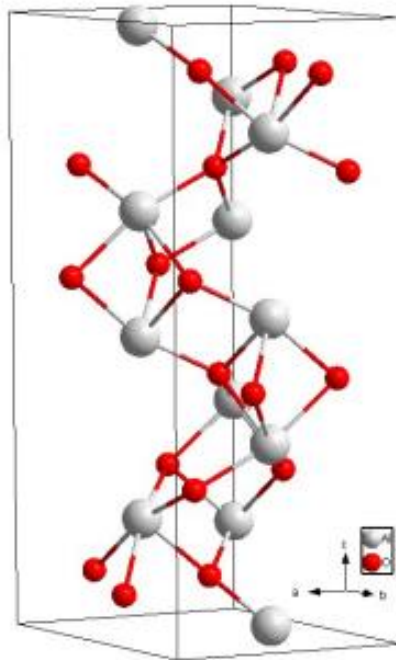


Figure I.5 Maille élémentaire de l'alumine α [12].

I.1.5.2. La phase gamma

Est de type spinelle AB_2O_4 lacunaire. 32 ions O_2^- occupent tous les sites dédiés aux ions oxygènes de la structure type spinelle (empilement cubique compact), 21/3 ions Al_3^+ sont répartis sur les 24 sites dédiés aux cations A et B et forment deux types de couche : sur une couche, l'ensemble des sites octaédriques est occupé tandis que sur la deuxième les ions Al_3^+ sont répartis dans les sites tétraédriques et octaédriques et 22/3 lacunes sont distribuées aléatoirement sur les sites tétraédriques [11].

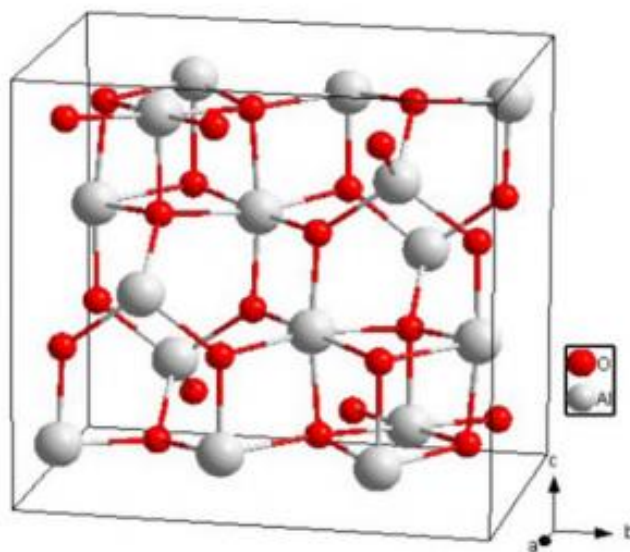


Figure I.6 Maille élémentaire de l'alumine γ [12].

I.1.5.3. La phase êta, delta et thêta

Sont aussi composées d'un sous réseau d'oxygène en empilement cubique compact, avec des distributions différentes d'une phase à l'autre des ions Al_3^+ dans les sites interstitiels octaédriques et tétraédriques, qui s'ordonnent progressivement avant d'évoluer vers la phase alpha [11].

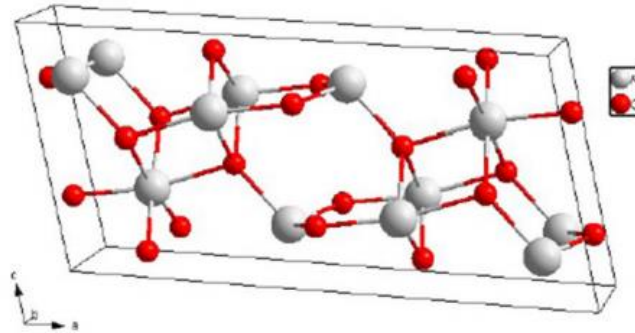


Figure I.7 Maille élémentaire de l'alumine θ [12].

I.1.5.4. La phase kappa

L'alumine kappa a une structure cristalline orthorhombique, avec des plans serrés d'ions O_2^- , les ions Al_3^+ occupant des sites tétraédriques et octaédriques [11], comme le montre la figure I.6.

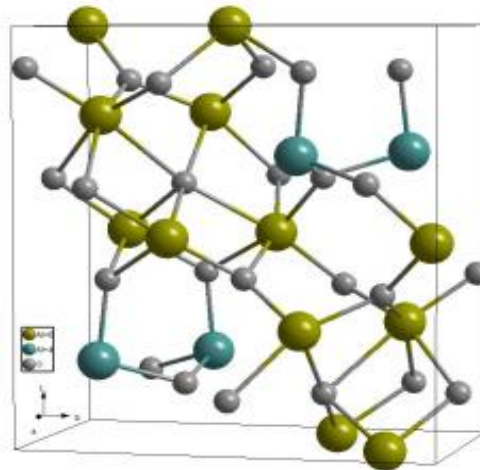


Figure I.8 Maille élémentaire de l'alumine kappa [12].

I.1.6. Différentes variétés d'alumine

À l'état naturel, l'aluminium, l'oxygène et l'hydrogène se combinent pour donner lieu à trois structures polymorphes de trihydroxydes d'aluminium et deux d'oxyhydroxydes qui se différencient par leur système cristallin : alpha, bêta, gamma.

I.1.6.1. Hydroxydes d'aluminium

Qui existent sous deux formes et qui sont souvent dénommés dans le langage industriel hydrates d'alumine:

- Les trihydroxydes d'aluminium ou trihydrates d'alumine ou $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$:
 - Bayerite, $\alpha \text{Al}(\text{OH})_3$,
 - gibbsite ou hydrargillite $\gamma \text{Al}(\text{OH})_3$ (contenue dans les bauxites américaines obtenue par le procédé Bayer),
 - nordstrandite $\beta \text{Al}(\text{OH})_2$.
- Les oxyhydroxydes d'aluminium ou monohydrates d'alumine ou $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$:
 - boehmite qui est le constituant essentiel des bauxites européennes γAlOOH ,
 - diaspore qui est une variété minérale peu répandue αAlOOH .

I.1.6.2. Oxyde d'aluminium Al_2O_3

Variété stable thermiquement qui est appelé alumine alpha ou corindon et est le résultat de la calcination au-dessus de 1200°C de toutes les autres espèces d'alumine. La figure I.7 résume les différentes transitions et montre de façon simplifiée les domaines d'existence des diverses espèces d'alumines, faisant apparaître que toutes évoluent vers l'alumine α , forme thermodynamiquement stable.

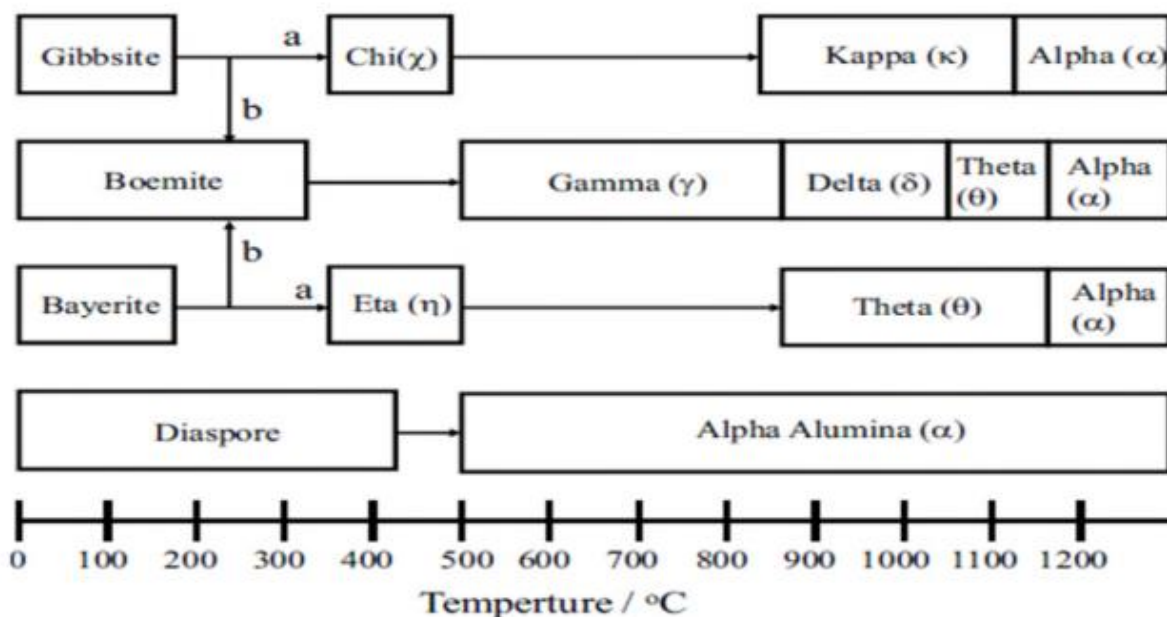


Figure I.7 Séquence de déshydratation de l'alumine à l'air (voie b : favorisée par l'humidité, l'alcalinité ou de grosses particules (100μ), voie a : favorisée par de fines particules ($<10\mu$))

I.1.7. Défauts de structure dans les aluminés

On rencontre généralement dans les cristaux des imperfections locales (lacunes, insertions, dislocations, etc..) [13]. Les défauts natifs les plus souvent cités dans le cas de l'alumine sont les lacunes d'oxygène, les lacunes d'aluminium et les ions aluminium en position interstitielle [14]. L'alumine peut être à la fois un solide de Schottky et de Frenkel. Le désordre de Schottky représente la création d'une lacune d'aluminium. Un ion Al_3^+ quitte sa position normale pour se placer en position superficielle ou pour passer en phase gazeuse (figure I.8.a). Afin de conserver l'électroneutralité du cristal, trois lacunes d'oxygène se créent pour deux lacunes d'aluminium formées. D'où la présence simultanée de lacunes d'oxygène et de lacunes d'aluminium. Etant donné l'importance des échanges solide-gaz dans ce processus, l'environnement gazeux et notamment la pression partielle d'oxygène sont des paramètres déterminants " [14]. Le désordre de Frenkel suppose que l'ion aluminium puisse passer en position interstitielle, le site laissé inoccupé devient une lacune d'aluminium, d'où la présence simultanée de lacunes d'aluminium et d'ions aluminium en position interstitielle (figure I.8.b) [14].

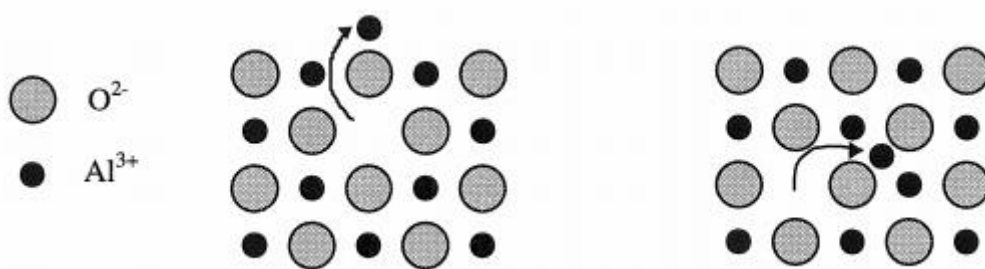


Figure I.8

a) Défaut de Schottky

b) Défaut de Frenkel.

A ces défauts ponctuels s'ajoutent ceux créés par la présence d'atomes étrangers dans le cristal (impuretés substitutionnelles si cet atome prend la place d'un atome de la matrice ou interstitielles s'il se place dans un vide de la maille). Ces impuretés affectent les propriétés du cristal (propriétés optiques, conductivité électrique, luminescence, éxoémission...) [13].

I.1.8. Structure électronique des aluminés

L'alumine fait donc partie du groupe des oxydes métalliques isolants à grand gap. Typiquement la mesure expérimentale donne un gap pour l'alumine- α de 8,8 eV [15]. Les études comparatives théoriques effectuées par un calcul DFT (Density Functional Theory) utilisant une approximation locale de la densité d'états électroniques (LDA), le gap calculé pour l'alumine- α est situé vers 6,2 - 6,6 eV [16, 17, 18].

I.1.9. Extraction de l'alumine

L'extraction de l'alumine est un procédé chimique qui permet d'extraire l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) appelée alumine. Cette dernière est produite à partir de la bauxite, une roche qui constitue le principal minerai permettant la production d'aluminium métal par un procédé d'électrolyse. Plusieurs procédés ont été élaborés : le procédé Deville, le procédé Bayer et le procédé Orbite. C'est finalement le procédé Bayer inventé par Karl Josef Bayer qui sera universellement utilisé.

I.1.9.1. Procédé Deville

Le procédé Bayer, inventé en 1887 par Henri Sainte-Claire Deville, est le principal procédé par lequel l'alumine est extraite. Il est basé sur l'extraction de l'alumine contenu dans la bauxite par du carbonate de sodium [19] (figure I.9). La première opération consiste à calciner à $1\ 200^\circ C$ un mélange de bauxite broyée avec du carbonate de sodium (Na_2CO_3) et un peu de charbon. L'alumine se transforme en aluminat de sodium ($NaAlO_2$). L'oxyde de fer reste inchangé et la silice forme un silicate double. Par addition de soude ($NaOH$), il y a dissolution de l'aluminat de sodium alors que les autres composés restent sous forme solide. La quantité de soude utilisée dépend de la quantité de silice contenue dans le minerai. Par filtration, on sépare la liqueur d'aluminat de sodium des autres corps. On fait barboter du dioxyde de carbone gazeux dans la liqueur afin de précipiter de l'alumine hydratée et de reconstituer du carbonate de sodium. Ce dernier peut être réutilisé. L'alumine hydratée est ensuite calcinée pour donner de l'alumine.

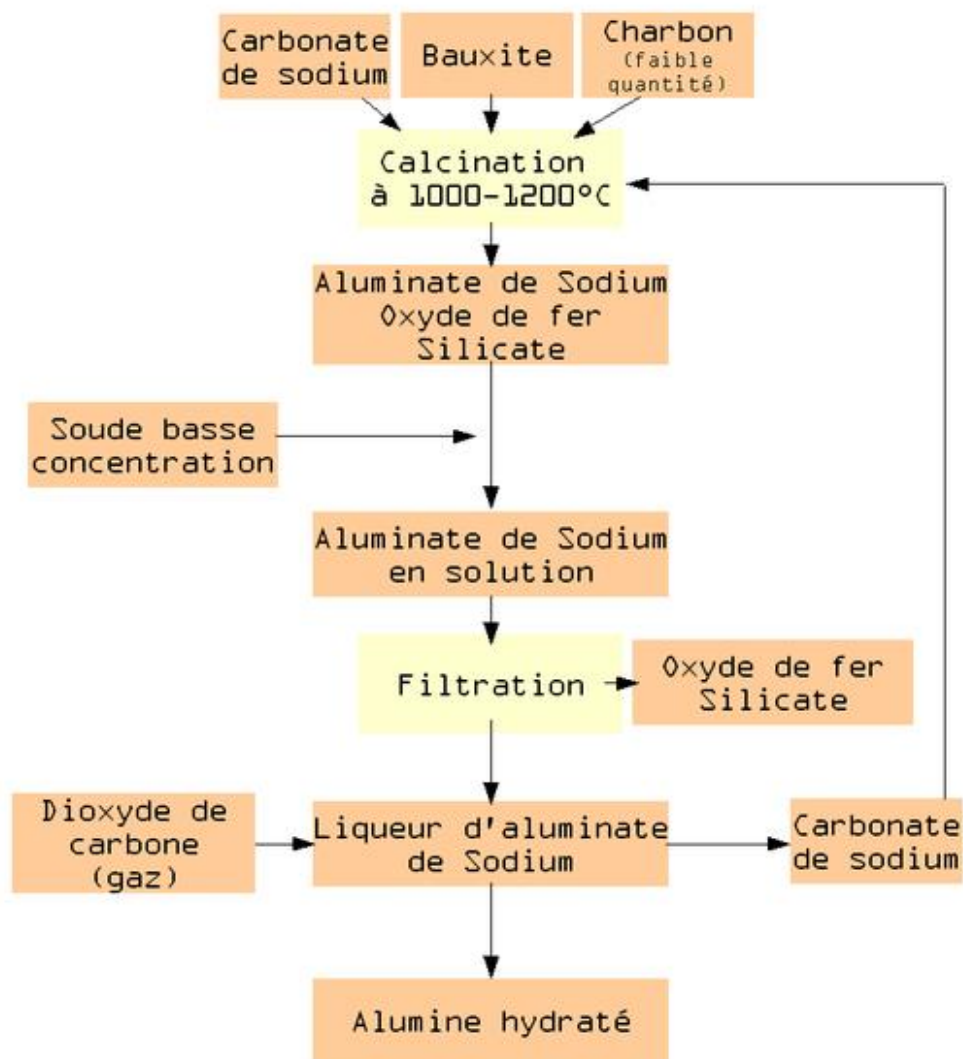


Figure I.9 Le procédé Deville.

I.1.9.2. Procédé Bayer

Le procédé Bayer a été découvert en 1887 par Karl Josef Jason Dan Bayer. Il est basé sur la dissolution de l'alumine provenant de la bauxite par de la soude.

La bauxite, minéral de base de la fabrication de l'alumine est constitué de [20]:

- 40 à 60% d'alumine sous forme d'hydrargillite, de boehmite, de diaspre ou de silico-alumineux ;
- 12 à 30% d'eau de constitution ;
- 5 à 30% d'oxyde de fer ;
- 1 à 8% de silice sous forme de sable, d'argile, ou de silico-alumineux ;
- 2 à 4% de dioxyde de titane.

Le procédé Bayer se déroule en cinq étapes (figure I.10) :

1. **Le broyage** : La bauxite est broyée en fines particules afin de faciliter son extraction.
2. **L'attaque** : La bauxite est mélangée avec de la soude caustique dans des réacteurs à haute température (105 à 270°C) et haute pression (35 à 40 bars), dans cette étape la soude dissout l'alumine sous forme d'aluminate $\text{Al}(\text{OH})_4^-$.
3. **La décantation** : on sépare la phase liquide, riche en aluminium, de la phase solide dans des clarificateurs. Les résidus inertes (oxydes de fer et silico aluminates insolubles) sont lavés plusieurs fois et forment les "boues rouges". Cette couleur est due à leur forte concentration en oxyde de fer.
4. **La précipitation** : la liqueur d'aluminate est refroidie et diluée pour faire précipiter l'aluminium sous forme d'hydrate d'alumine ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$).
5. **La calcination** : l'alumine est chauffée à plus de 1000°C pour la déshydrater.

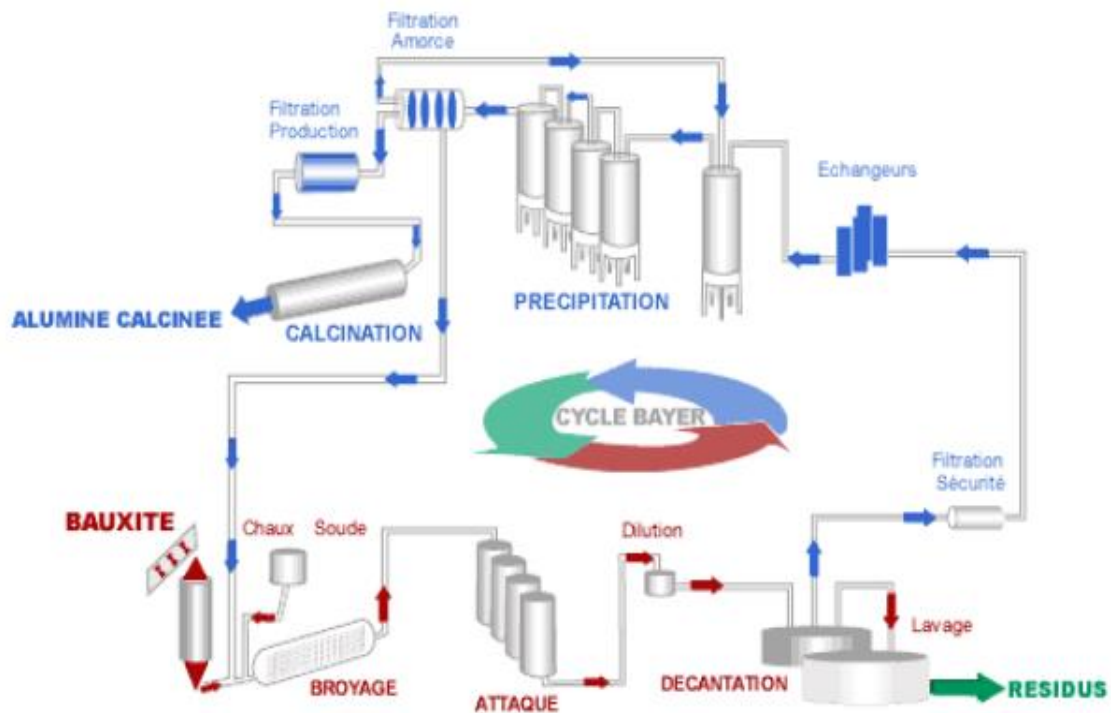


Figure I.10 Principales étapes du procédé Bayer.

I.1.9.3. Procédé Orbite

Le procédé Orbite peut être divisé en quatre étapes : la préparation du minerai, la lixiviation, l'extraction de l'alumine, l'extraction du fer, et finalement la calcination. Le minerai doit être broyé pour produire de fines particules. Cette étape permet d'augmenter la surface de contact, cela maximise l'effet de la lixiviation qui consiste à lessiver le minerai à

très haute température avec de l'acide chlorhydrique (HCl). À la fin de la lixiviation, toutes les molécules métalliques (à l'exclusion du titane) réagissent pour produire des composés chlorés. Plus précisément, les molécules de fer forment du chlorure ferrique (FeCl_3) et les molécules d'alumine forment du trichlorure d'aluminium (AlCl_3). La silice est ensuite éliminée par simple filtration devenant le principal déchet du procédé à ce stade. Ensuite, le trichlorure d'aluminium est éliminé par précipitation. L'étape de la calcination à haute température la transforme en alumine. Le lixiviat contenant encore FeCl_3 est hydrolysé à basse température, produisant de l'oxyde ferrique et régénérant l'acide chlorhydrique.

I.1.10. Propriétés physiques et chimiques de l'alumine

L'alumine est un composé très dur : seul le diamant et quelques produits de synthèse ont une dureté supérieure. A température ambiante, elle est inattaquée par les composés chimiques courants. Elle fond à plus de 2000 °C. L'alumine très pure peut être utilisée jusqu'à 1700°C. Elle est étanche aux gaz jusqu'à 1300°C. La combinaison d'un coefficient thermique élevé, d'une faible dilatation thermique et d'une résistance élevée à la compression permet une bonne tenue aux chocs thermiques. On l'utilise donc comme matériau réfractaire, par exemple pour le revêtement de fours ou comme creusets, tubes et gaines de thermocouples soumis à des chocs thermiques. L'alumine offre également une bonne isolation électrique à température élevée et une bonne résistance à l'usure, ce qui permet de l'utiliser comme matériau d'outillage. Le tableau I.1 présente les propriétés physiques et chimiques de l'alumine.

Propriétés chimiques	
Formule brute	Al_2O_3 [Isomères]
Masse molaire	$101,9613 \pm 0,0009 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, Al 52,93 %, O 47,07 %,
Propriétés physiques	
Température de fusion	2 054 °C
Température d'ébullition	3 000 °C

Solubilité	lentement soluble dans les solutions aqueuses alcalines; pratiquement insoluble dans les solvants organiques non polaires, l'éther diéthylique, l'éthanol (95%), l'eau
Masse volumique.	3,97 g·cm ⁻³
Pression de vapeur saturante	133.3 Pa à 2158 °C
Conductivité thermique	10,9 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ (500 °C); 6,2 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ (1 000 °C)
Densité	3.98g/cm ³
Indice de réfraction	1.76 à 1.77
Dureté Mohs Dureté Knoop	9 (K100) :2100, 650 à 800°C, 150 à 1400°C
Chaleur massique à 25°C	0.79 J/g.°C
Conductivité thermique à 25°C	46 J/m.s.°C
Coefficient de dilatation à 25°C	5.5 10 ⁻⁶ °C ⁻¹
Resistance au choc thermique	500 K ⁻¹

Tableau I.1 Propriétés physiques et chimiques de l'alumine [21].

I.1.11. Caractéristiques de l'alumine

L'alumine se distingue des autres céramiques par des propriétés offrant un bon compromis mécanique-thermique-isolation électrique :

- Bonne résistance mécanique en compression.
- Bonne dureté et résistance à l'usure.
- Bonne résistance à la corrosion (flux liquides et gazeux).
- Bonne stabilité dimensionnelle à hautes et basses températures.
- Excellentes propriétés diélectriques (dans la gamme des courants continus jusqu'aux hyperfréquences).

- Constante diélectrique et tangente d'angle de pertes peu élevées.
- Excellente bio-compatibilité.

I.2. Mécanisme de renforcement

Tous les mécanismes de renforcement sont basés sur l'idée essentielle qui consiste en l'augmentation de l'énergie requise pour la propagation des fissures, appelée G_{IC} [22].

Avant de détailler les mécanismes de renforcement dans les ZTA, leur intérêt peut être justifié de manière simple. En effet, au sein du composite, la propagation des fissures se fait dans la matrice d'alumine, qui est intrinsèquement moins sensible à la corrosion sous contrainte que la zircone. La présence de grains de zircone va entraîner un certain degré de renforcement, soit lié à la transformation de ceux-ci sous contrainte, soit aux différences de coefficient de dilatation entre les deux phases (contraintes résiduelles) [23].

Les mécanismes responsables de tels renforcements peuvent être plus précisément de trois types [24], qui sont directement reliés à la taille des grains de zircone.

Il existe en effet deux tailles critiques de grains de zircone (Figure I.11):

- D_c est la taille au dessus de laquelle la zircone n'est plus retenue dans sa phase quadratique après frittage (transformation spontanée au cours du refroidissement)
- D'_c est la taille au dessous de laquelle aucune transformation q-m ne peut avoir lieu, même sous contrainte (grains 'trop stables').

Seuls des grains dont la taille sera comprise entre D'_c et D_c pourront se transformer sous contrainte. Deux mécanismes sont induits par la transformation des grains: la microfissuration, et la mise en compression des fissures.

Pour des tailles de grains de zircone inférieures à D'_c , la transformation q-m n'est plus possible. Ceci induit le troisième type de renforcement, qui a lieu par l'effet des contraintes résiduelles. Les mécanismes de renforcement sont donc liés à la taille des grains mais aussi à leur quantité et à leur distribution. Plus le taux de zircone augmente, plus D'_c et D_c diminuent [25].

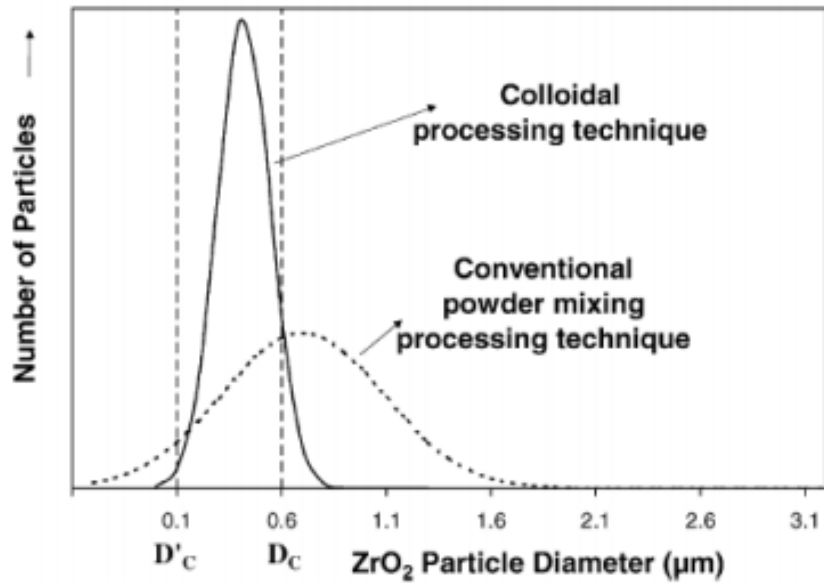


Figure I.11 Distribution des tailles de grains de zircone dans les composites 10-ZTA obtenue par 2 procédés. La distribution moyenne des particules se situe entre la taille critique de transformation spontanée (D_c) et la taille critique de transformation en fissuration (D'_c) ; ce qui signifie que la majorité des grains de zircone en présence participent au renforcement du matériau [26].

Chapitre II

Matériaux et techniques expérimentales

II.1 Introduction

L'objectif de ce travail est axé principalement sur l'élaboration des oxydes d'alumine sous forme de poudres. La synthétisation de ces oxydes a été réalisée par le procédé sol-gel modifiée. Ces derniers sont préparés à base de nitrates d'aluminium hydraté $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.

II.2 Elaboration des échantillons

Les échantillons utilisés ont été obtenus grâce à l'acide citrique qui joue le rôle du complexant en présence de l'éthylène glycol pour la poly estérification des chélates au niveau du hall de technologie.

II.3. Protocole de synthèse

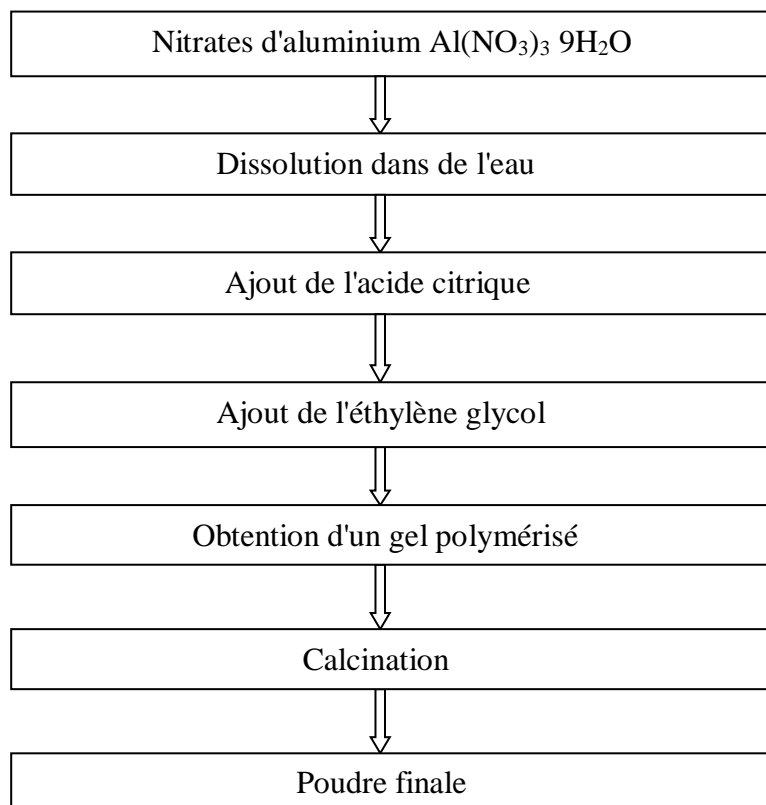


Figure II.1 : Protocole de synthèse

II.4. Les traitements thermiques

II.4.1. Description

Les traitements thermiques correspondent à des phases successives de réchauffements et des refroidissement qui permettent d'adapter la structure des matériaux aux propriétés recherchées. Au cours de ces traitements il faut absolument contrôler la température et la vitesse du traitement. Quel que soit le traitement il faut régler l'allure de montée en

température et maintenir la température maximale pendant une durée déterminée [27]. D'autre part les étapes de chauffage et de refroidissement doivent être effectuées de manière homogène afin que toute la pièce subisse le même traitement.

II.4.2. Le cycle thermique des traitements thermiques

Un traitement thermique peut être décomposé en plusieurs phases de chauffages et de refroidissements [27].

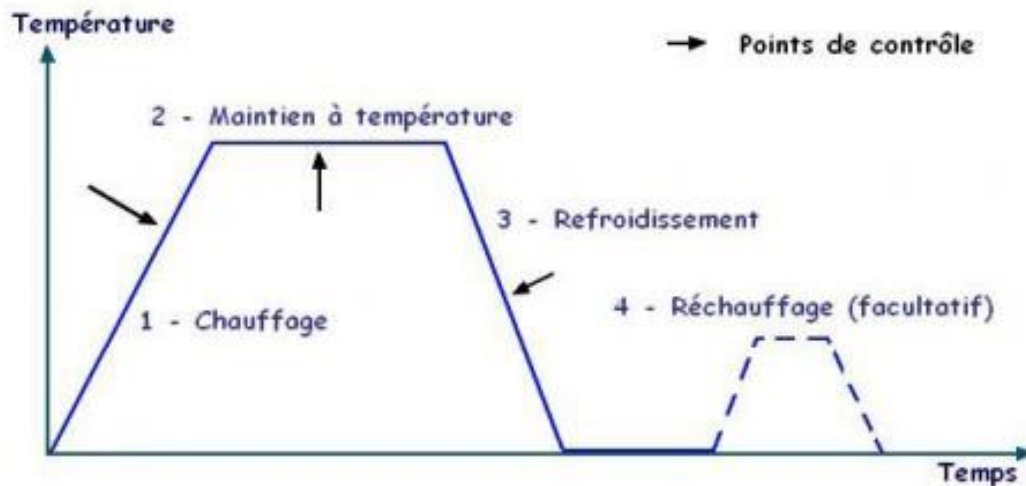


Figure II.2 : Les temps généraux d'un traitement thermique.

De manière générale un traitement thermique est constitué d'un chauffage, d'une phase de maintien de la température, d'un refroidissement et éventuellement d'une période de réchauffe, on parle d'un cycle thermique. Toutes ces étapes doivent être rythmées par différents contrôles. (**Figure II.2**) [28]. Contrairement aux techniques de coulée les traitements thermiques ne dépassent jamais la température de fusion de l'alliage.

II.4.3. Objectifs d'un traitement thermique

II.4.3.1. Principes de traitements thermiques

Le but principal des traitements thermiques est de donner à l'alliage des propriétés adaptées à son utilisation et à sa mise en œuvre. Le traitement thermique permet de [27] :

- Produire des modifications de la nature des constituants présents sans changement de la composition chimique globale de l'alliage.
- Eliminer ou réduire les contraintes internes ou modifier leur répartition.
- Atténuer les hétérogénéités de composition chimique.

- Produire des modifications de la forme et de la répartition des constituants sans modifier leur nature.
- fabriquer des pièces de formes favorables à leurs utilisations.

Ces différentes modifications ont à chaque fois un objectif précis au niveau de la qualité de la pièce. [29].

II.4.3.2 Réalisation d'un traitement thermique

Les traitements thermiques s'effectuent dans des fours présentant un moyen de contrôle de la température pour pouvoir effectuer les traitements de manière très précise et limiter les pertes de chaleur [30, 31].

II.5. Microscope optique

II.5.1. Principe de fonctionnement du microscope optique

L'objet est transformé en une image réelle à l'aide d'un objectif. L'image se forme au plan focal d'un oculaire qui va pouvoir en donner ensuite une image virtuelle située à l'infini (figure II.). On peut déduire de ce simple schéma que le grossissement de l'appareil dépend non seulement des objectifs et des oculaires mais aussi des distances qui séparent les composants. Initialement, pour la plupart des constructeurs, la longueur de tube était de 160 mm, sauf Leica qui utilisait des tubes de 170 mm et certains microscopes métallographiques avec des tubes de 250 mm. L'image se forme à 14 mm du plan focal de l'oculaire. Le pas de vis et le diamètre de la monture étaient fixés et universels. Ainsi, on pouvait passer un objectif d'un microscope d'une marque à un microscope d'une autre marque.

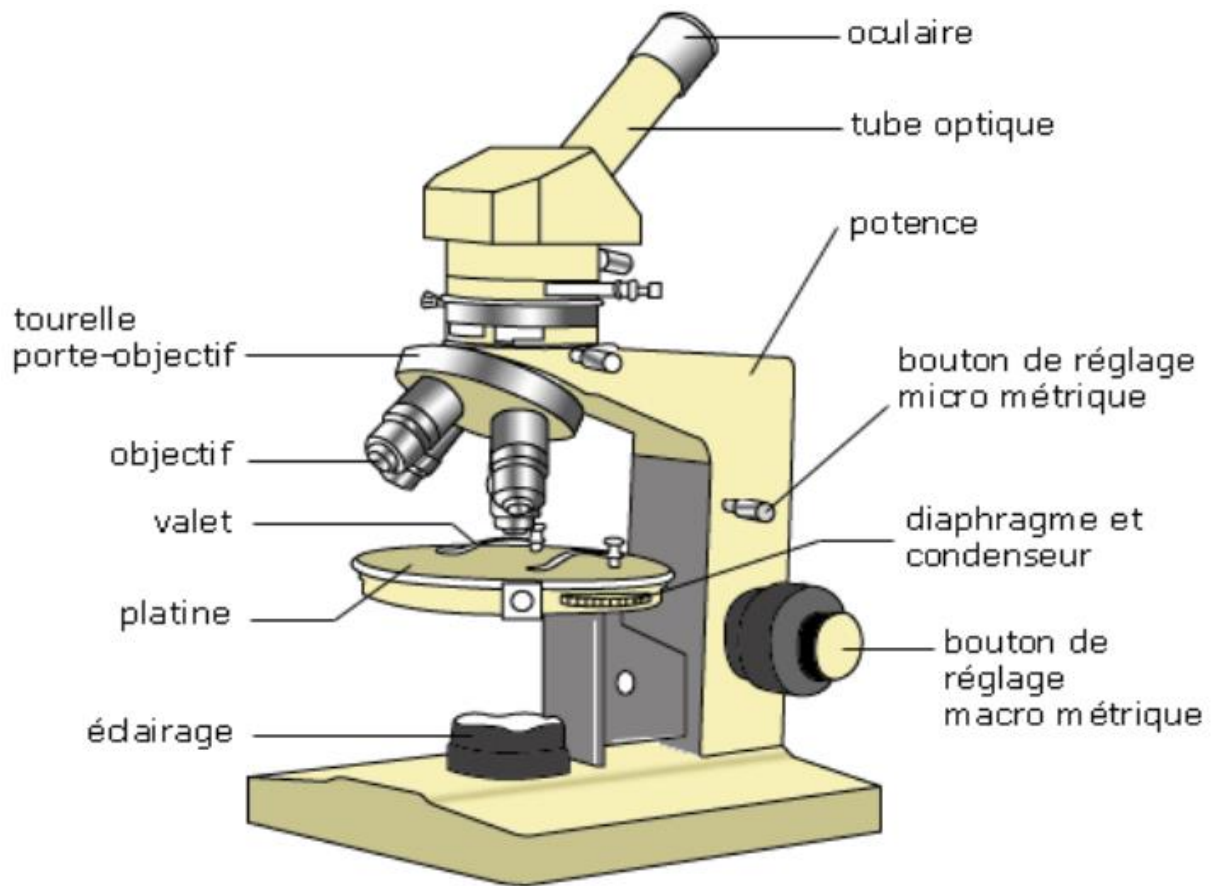


Figure II.3 : Microscope optique.

Elaboration des oxydes d'alumine

III.1. Procédés expérimentaux

Pour l'élaboration d'oxydes d'alumine sous forme de poudre, en s'appuyant sur le procédé sol-gel modifié nous avons suivi deux procédés en parallèle aux mêmes conditions d'élaboration.

III.1.1. Produits utilisés

Les produits utilisés au cours de notre travail pour obtenir des gels d'alumine (Al_2O_3) sont :

- Nitrates d'aluminium hydraté $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- Acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)
- L'éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
- L'éthylène glycol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$)

III.1.2 Protocole de synthèse

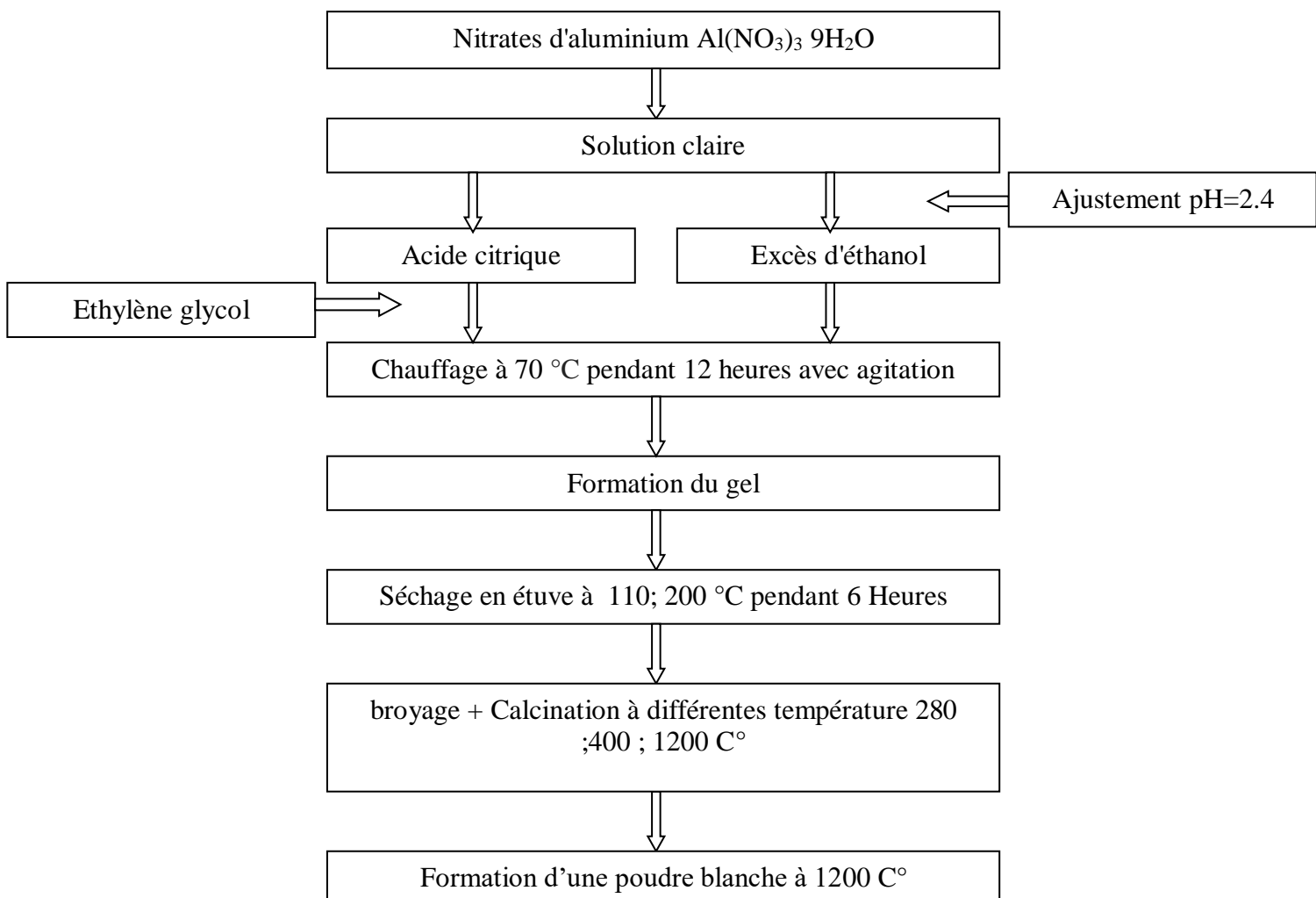


Figure III.1 : Protocole de synthèse.

III.1.3. Formation des gels



Figure III.2 : Formation du gel en présence de l'éthylène [32].

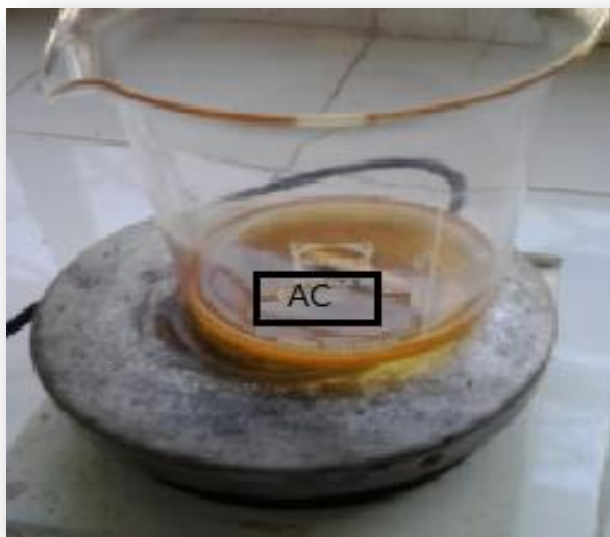


Figure III.3 : Formation du gel en présence de l'acide citrique [32].

III.1.4.Synthétisation de la poudre Al_2O_3

Les figures ci-dessous illustrent les poudres obtenues par les deux méthodes utilisées, celle en présence de l'acide citrique et celle en présence de l'éthanol.

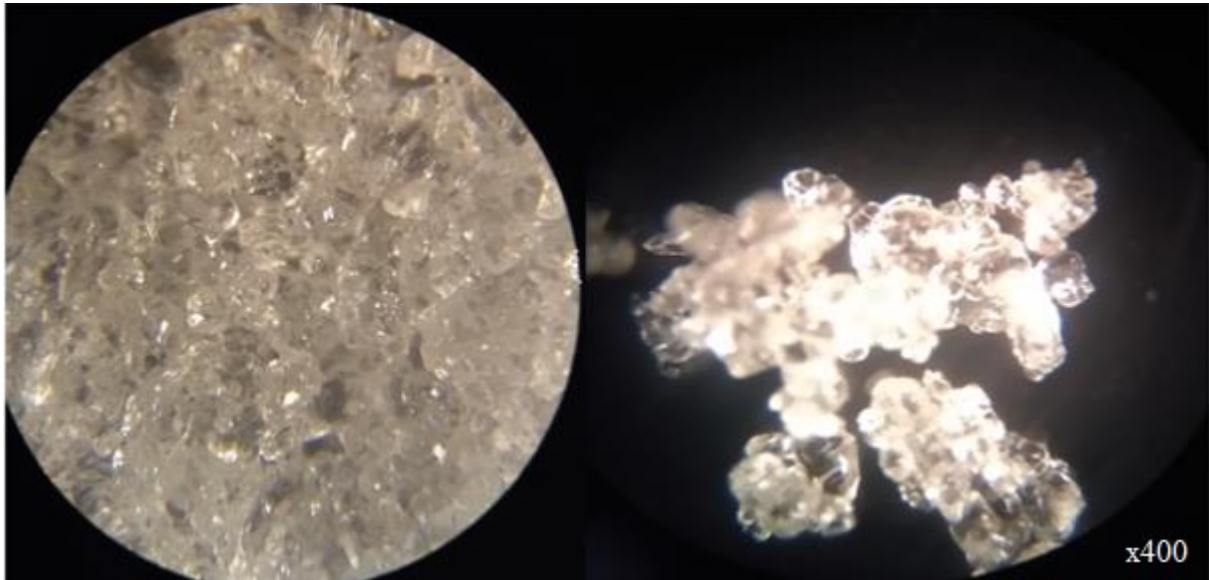


Figure III.4 Image du microscope optique, Al_2O_3 préparée par la méthode utilisant l'éthanol.

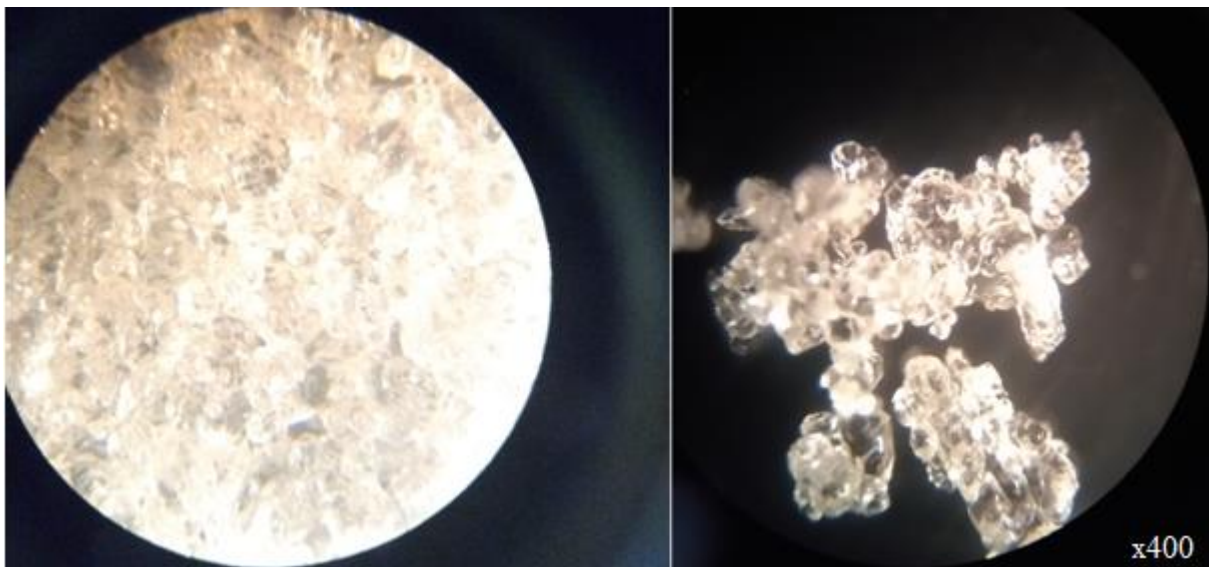


Figure III.5 Image du microscope optique, Al_2O_3 préparée par la méthode utilisant l'acide citrique.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Ce travail est consacré à l'élaboration des oxydes d'alumine sous forme de poudres par la procédé sol-gel. Les produits finaux sont obtenus à partir de nitrates d'aluminium hydraté (précurseur) en utilisant deux procédés en parallèle. Dans le premier l'acide citrique joue le rôle du complexant en présence de l'éthylène glycol, ce qui conduit à la polyestérification des chélates, par contre au deuxième protocole en l'absence de l'agent complexant, nous avons dissous le précurseur de départ dans l'éthanol.

- La différence de couleur des gels obtenues est due aux liaisons ioniques.
- La poudre a été formé à 1200 C°.

Néanmoins, pour la suite des études, il serait intéressant et judicieux de compléter ce travail avec des techniques de caractérisations telles que l'Analyse Thermogravimétrique (ATG), l'Analyse thermique différentielle (ATD), la Diffraction des Rayons X (DRX) et la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et ce afin d'identifier les phases cristallines des poudres obtenues ainsi que la phase cristalline majoritaire.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] P. Audebert, F. Mimandre, Procédé sol-gel de polymérisation, Techniques de l'ingénieur, 2005.
- [2] C. Desfours, Elaboration et caractérisation de films ultraporeux de silice par voie sol-gel : Application à des systèmes de biodétection et de microchauffage, 2009.
- [3] Y.N Tchenar Synthèse et caractérisation des oxydes mixtes $MxOy-Al_2O_3$ ($M = Cr, Cu, V$) et de 5% $RuO_2/V_2O_5-Al_2O_3$. Application à l'oxydation du cyclohexane, 2013.
- [4] Giang Ngo, Nanoparticules hybrides oxydes métalliques/polymères : synthèse et caractérisation van, 2012.
- [5] N. Grassie, H.W. Melville ,Discussion of the Faraday Society, 1947, 2, 378-381.
- [6] C. Potdevin, Synthèse par voie sol-gel et caractérisation de matériaux luminescents nanostructurés applicables dans une nouvelle génération de lampes propres Audrey, 2012.
- [7] E. Lafontaine, M. Comet, les nanothermites, ISTE Editions, 2 mars 2016.
- [8] C.J. Brinker, G.W. Scherer, «Sol-Gel Science, The physics and chemistry of sol-gel processing » Academic press, San Diego, 1990.
- [9] J. Franc, Elaboration et mise en forme de couches minces organo-silicates synthétisées par voie sol-gel : application à l'interconnexion optique, 2009.
- [10] Dossier Technique : Le Procédé Sol-Gel, Rescoll Centre Technologique.
- [11] M.M Sovar du tri-isopropoxyde aux oxyde d'aluminium par dépôt chimique en phase vapeur, procédé composition et propriétés des revêtements, 2006.
- [12] N. Salles, Etude des différents polymorphes de l'alumine et des phases transitoires apparaissant lors des premiers stades d'oxydation de l'aluminium : simulation à l'échelle atomique par un modèle à charges variables en liaisons fortes , 2015.
- [13] P. Burtin, Transformation des alumines de transition en alumine alpha. Influence d'éléments étrangers sur la stabilité des alumines. 1895.
- [14] Eric Papin, Influence des défauts ponctuels sur les propriétés dosimétriques et sur l'aptitude au frittage de l'alumine alpha, 1997.
- [15] N. Salles, Etude des différents polymorphes de l'alumine et des phases transitoires apparaissant lors des premiers stades d'oxydation de l'aluminium : simulation à l'échelle atomique par un modèle à charges variables en liaisons fortes, 2015.
- [16] I.P.A.I. Technical Note n01, Edited by C.E. Ransley, environmental Committee, 1980.

- [17] R. H. French. Electronic band structure of Al₂O₃, with comparaison to AlON and AlN. *J. Am. Ceram. Soc.*, 73(3), 1990, 477489.
- [18] C. K. Lee, E. Cho, H.-S. Lee, K. S. Seol, and S. Han. Comparative study of electronic structure and dielectric properties of alumina polymorphs by firstprinciple methods. *Phys. Rev. B*, 76 (2007), 245110.
- [19] Baudart G-A in « Histoire française de l'alumine », *Revue de l'aluminium*, n° 217, janvier 1955, page 35.
- [20] J. Kiennemann, Comportement dans l'eau d'alumines issues du procédé Bayer : Application au coulage en bande en milieu aqueux, 2004.
- [21] F. HILD, de la rupture des matériaux au comportement, Thèse de doctorat, Université Paris 6, 1992.
- [22] G. Mebrahitom asmelash, O. Mamat, faiz Ahmad. Toughening mechanisms of Al₂O₃-SiO₂-ZrO₂ composite materials, 2012, 360-366.
- [23] K. Biotteau, Elaboration et caractérisation de composites Alumine/Zircone à vocation orthopédique, 2012.
- [24] Tuan, W.H., et al., Mechanical properties of Al₂O₃/ZrO₂ composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2002, p. 2827-2833.
- [25] V. Naglieri, Alumina-Zirconia composites: elaboration and characterization, in view of the orthopaedic application, in INSA Politecnico di Torino, 2010.
- [26] Aza, A.H.D., J. Chevalier, and G. Fantozzi, Slow-Crack-Growth Behavior of ZirconiaToughened Alumina Ceramics Processed by Different Methods. *Journal of american ceramic society*, 2003. 86(1): p. 5.
- [27] A. Bourbia, Etude du durcissement mécanique des matériaux métalliques: Al-Al₂O₃, 2010.
- [28] C. Leroux, Guide du choix des traitements thermiques, 2004.
- [29] Dent J, Wears rates of regularand temperered composites, 1997.
- [30] Leroux C, Guide du choix des traitements thermiques, 2004.
- [31] T. Hatakeyama, F. X. Quinn, Thermal analysis : fundamentals and applications to polymer science, 2nd ed. J. Wiley and Sons, 1999.
- [32] F. Hadji, R. Younes, N. Bounar, M.A Bradai, A. Sadeddine, Etude de l'effet du complexant sur la cristallisation de l'alumine obtenue par voie Sol-Gel, CNCM, 02-03 Juillet 2019, Université M'hamed Bougara Bouverdes.

Résumé

Synthétisation par voie sol-gel d'une poudre d'alumine

Ce travail est consacré à l'élaboration des oxydes d'alumine sous forme de poudres par la voie sol-gel. Les échantillons ont été préparés à base de nitrates d'aluminium comme précurseur en utilisant deux procédés parallèles. Le premier en présence d'éthylène glycol et d'acide citrique qui joue le rôle du complexant et le deuxième en l'absence du complexant, le précurseur a été dissout dans de l'éthanol.

Mots clés : Sol-gel, Oxyde d'alumine (Al_2O_3).

Abstract

Sol-gel synthesis of alumina powder

This work is devoted to the development of alumina oxides in the form of powders by the sol-gel route. The samples were prepared based on aluminum nitrates as precursor using two parallel methods. The first in the presence of ethylene glycol and citric acid which acts as the complexing agent and the second in the absence of the complexing agent, the precursor was dissolved in ethanol.

Keywords : Sol-gel, Alumina oxides (Al_2O_3).

ملخص

توليف سول-جل لمسحوق الألومينا

تم تخصيص هذا العمل لتطوير أكاسيد الألومينا في شكل مساحيق عن طريق سول-جل. تم تحضير العينات على أساس نترات الألومنيوم كسابقة باستخدام طريقتين متوازيتين. الأولى في وجود الإيثيلين جلايكول وحمض الستريك الذي يعمل كعامل معقد والثاني في حالة عدم وجود عامل المركب، تم إذابة المادة الأولية في الإيثانول.
الكلمات المفتاحية : Sol-gel، أكسيد الألومينا (Al_2O_3).

Résumé

Synthétisation par voie sol-gel d'une poudre d'alumine

Ce travail est consacré à l'élaboration des oxydes d'alumine sous forme de poudres par la voie sol-gel. Les échantillons ont été préparés à base de nitrates d'aluminium comme précurseur en utilisant deux procédés parallèles. Le premier en présence d'éthylène glycol et d'acide citrique qui joue le rôle du complexant et le deuxième en l'absence du complexant, le précurseur a été dissout dans de l'éthanol.

Mots clés : Sol-gel, Oxyde d'alumine (Al₂O₃).

Abstract

Sol-gel synthesis of alumina powder

This work is devoted to the development of alumina oxides in the form of powders by the sol-gel route. The samples were prepared based on aluminum nitrates as precursor using two parallel methods. The first in the presence of ethylene glycol and citric acid which acts as the complexing agent and the second in the absence of the complexing agent, the precursor was dissolved in ethanol.

Keywords : Sol-gel, Alumina oxides (Al₂O₃).

ملخص

توليف سول-جل لمسحوق الألومينا

تم تخصيص هذا العمل لتطوير أكاسيد الألومينا في شكل مساحيق عن طريق سول-جل. تم تحضير العينات على أساس نترات الألومنيوم كسابقة باستخدام طريقتين متوازيتين. الأولى في وجود الإيثيلين جلايكول وحمض الستريك الذي يعمل كعامل معقد والثاني في حالة عدم وجود عامل المركب، تم إذابة المادة الأولية في الإيثانول. الكلمات المفتاحية : Sol-gel، أكسيد الألومينا (Al₂O₃).