



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologie

# *Memoire de Fin d'Etudes*

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines

Option : Valorisation des Ressources Minérales

*Présenté par*

**FEKRAOUI Houssam Eddine**

**FEKRAOUI Amine**

**Thème**

***Etude de l'influence des rejets de traitement de surface sur les propriétés des céramiques sanitaires***

Soutenu le 16 / 06 /2016 devant le jury composé de:

Présidente: M<sup>me</sup> SOUCI Zahia

Promotrice: M<sup>me</sup> BOUZIDI Nedjma

Examineur: M<sup>f</sup> AYADEN Brahim

*Année Universitaire: 2015-2016*

## **Remerciements**

Nous voudrais avant tout remercier Madame BOUZIDI NEDJMA ma promotrice, de l'Université de Bejaia qui m'a fait confiance en acceptant de m'encadrer sur ce sujet. Je lui suis très reconnaissant de l'opportunité qu'elle m'a donnée. Ses remarques pertinentes et son esprit de synthèse m'ont permis d'avoir une autre vision sur la problématique. Je la remercie pour l'intérêt et le suivi qu'elle a porté à mon thème en tout lieu et à tout moment ainsi que pour sa disponibilité. J'estime avoir énormément appris à son contact. Son dévouement et sa rigueur scientifique resteront pour moi des modèles. Je voudrais également saluer ses qualités "humaines" de promotrice, son humour mais aussi sa compréhension et son soutien dans les moments difficiles. Je tiens à exprimer ma reconnaissance envers ceux qui m'ont fait l'honneur de juger mon travail, à savoir tous les membres de jury qui ont accepté aussi d'examiner ce travail l'examinatrice Madame SOUICI ZAHIA et Monsieur AYADI IBRAHIM membre de jury.

Je remercie aussi vivement l'équipe de l'usine de SCS El-Milia, je citerai Monsieur LITIM ZOHIR, Monsieur CHINE ALI, Madame BOCHRIT pour leur soutien et leurs conseils.

## **Dédicaces**

Grâce à dieu le tout puissant, qui m'a donné la volonté, et qui m'a éclairé vers le bon chemin, que nul ne peut se faire sans son désir.

Je dédie ce travail :

A mes chers parents qui ont tout sacrifié pour moi, c'est grâce à vous que je suis là, et grâce à vous que je serais loin. Vous resterez toujours dans mon cœur.

A mes amis et collègues de Mila et Bejaia surtout les copains de chambre K302 a 17 octobre. Mes pensées vont également à tous qui me connaissent pour leur soutien et leur encouragement permanent de près ou de loin.

A ma famille et belle famille, mon petit frère Alilou qui ma toujours soutenu durant mes études.

## **Dédicaces**

Grâce à dieu le tout puissant, qui m'a donné la volonté, et qui m'a éclairé vers le bon chemin, que nul ne peut se faire sans son désir.

Je dédie ce travail :

A la mémoire de mon père et a ma cher mère qui ont tout sacrifié pour moi, c'est grâce à vous que je suis là, et grâce à vous que je serais loin. Vous resterez toujours dans mon cœur.

A mes amis et collègues de Jijel, Bejaia, Skikda et toute l'Algérie surtout les copains de chambre C112 a aamriw . Mes pensées vont également à tous qui me connaissent pour leur soutien et leur encouragement permanent de prés ou de loin .

A ma famille et belle famille, mes frères Abdelnour et Abdelbasset qui m'ont toujours soutenu durant mes études.

## Liste des figures

<b>Figure I-1</b> : Exemple de céramiques traditionnelles : (a)-Les porcelaines, (b)-Les poteries, (c)-Les faïences, (d)-Le grés. ....	06
<b>Figure I-2</b> : Quelques exemples de céramiques techniques .....	08
<b>Figure I-3</b> : Structure des minéraux argileux .....	09
<b>Figure I-4</b> : Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaires dans une argile (cas d'une smectite).....	10
<b>Figure I-5</b> : Mécanisme de fixation de l'eau sur les micelles argileuses (Kerboul & Bossler, 1990).....	11
<b>Figure I-6</b> : Secteurs d'application du kaolin.....	12
<b>Figure I-7</b> : Schéma des structures de la kaolinite et de l'halloysite .....	12
<b>Figure I-8</b> : Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite .....	13
<b>Figure I-9</b> : Domaines industriels d'utilisation de bentonite .....	15
<b>Figure I-10</b> : Structure cristallographique d'illite .....	16
<b>Figure I-11</b> : Structure cristallographique des chlorites.....	17
<b>Figure I-12</b> : Diagramme de phase de la silice SiO <sub>2</sub> .....	18
<b>Figure II-1</b> : Fabrication des moules mères.....	29
<b>Figure II-2</b> : Organigramme de l'atelier de modelage.....	31
<b>Figure II-3</b> .Organigramme de l'atelier de préparation de la barbotine.....	35
<b>Figure II-4</b> .Organigramme de préparation des émaux.....	42
<b>Figure III-1</b> : Diffractogramme des RX du Kaolin RMD.....	48
<b>Figure III-2</b> : Diffractogramme des RX du feldspath.....	49
<b>Figure III-3</b> : Diffractogramme des RX du sable (quartz) de Boussaâda.....	51
<b>Figure III-4</b> : Sable de Boussaâda broyer .....	51
<b>Figure III-5</b> : Diffractogramme des RX de rejet de la casse (RC).....	52
<b>Figure III.6</b> : photo du rejet de la casse (RC).....	53
<b>Figure III-7</b> : Diffractogramme RX de rejet d'émaillage (RE).....	53
<b>Figure III-8</b> : Photo du rejet d'émaillage (RE).....	54
<b>Figure III-9</b> Schéma d'un système de broyage en jarres [27].....	55

<b>Figure III-10</b> : Concasseur à mâchoire de laboratoire.....	56
<b>Figure III-11</b> : Tamiseuse à une amplitude de 5 .....	56
<b>Figure III-12</b> : Distribution des phases dans un mélange de poudres.....	57
<b>Figure III-13</b> : Cycle de compaction de poudres.....	58
<b>Figure III-14</b> : Presse axiale.....	59
<b>Figure III-15</b> : Four tunnel électrique .....	59
<b>Figure III-15</b> . Schéma classique de fabrication des produits de porcelaine.....	60
<b>Figure IV-1</b> . Retrait massique des échantillons après cuisson en %.....	64
<b>Figure IV-2</b> Retrait de diamètre des éprouvettes après cuisson en %.....	66
<b>Figure IV-3</b> Histogramme représentant le retrait d'épaisseur des éprouvettes après cuisson en (%).....	68
<b>Figure IV-4</b> Machine de traction universelle .....	69
<b>Figure IV-5</b> Courbe de contrainte en fonction d'allongement de compression d'une éprouvette (0% Rejet).....	69
<b>Figure IV-6</b> Courbe de contrainte en fonction d'allongement de compression d'une éprouvette (10% RE) .....	70
<b>Figure IV-7</b> L'histogramme représentatif d'absorption en eau.....	72
<b>Figure IV-8</b> L'histogramme représentatif de perte en masse en %.....	74
<b>Figure IV-9</b> L'histogramme représentatif de perte en masse en %.....	75
<b>Figure IV-10</b> Diffractogramme des RX de porcelaine (0%R).....	76
<b>Figure IV-11</b> Diffractogramme de l'échantillon 10%RC.....	77
<b>Figure IV-12</b> Diffractogramme des RX de l'échantillon a 20% RC.....	78
<b>Figure IV-13</b> Diffractogramme des RX de l'échantillon a 30 % RC.....	79
<b>Figure IV-14</b> Diffractogramme des RX de l'échantillon à 10 % RE.....	80
<b>Figure IV-15</b> Diffractogramme des RX de l'échantillon à 20 % RE.....	80
<b>Figure IV-16</b> Diffractogramme des RX de l'échantillon à 30 % RE.....	81

## Liste des tableaux

<b>Tableau I-1</b> : Les modes de façonnages d'après Schaller, & al. (1981) [4].....	04
<b>Tableau I-2</b> : Types de céramiques traditionnelles et leurs modes d'emplois [7].....	06
<b>Tableau I-3</b> : Classification des principaux groupes de minéraux argileux [6].....	14
<b>Tableau II-1</b> : Les phases de réalisation du projet .....	25
<b>Tableau II-2</b> : Présentation d'effectifs Par catégorie socioprofessionnelle.....	27
<b>Tableau.II.1.</b> La composition du mélange de l'email opaque.....	38
<b>Tableau II.2.</b> La composition du mélange d'email transparent pour colorer.....	39
<b>Tableau. II.3.</b> composition du mélange d'email marron et bleu ciel.....	40
<b>Tableau. II.4.</b> composition du mélange d'email vert ,bleu et noir .....	40
<b>Tableau .II.5.</b> Préparation de l'email avec la colle.....	40
<b>Tableau. II.5.</b> Les caractéristiques des fours tunnels demi soufflées.....	43
<b>Tableau III.1</b> : Composition chimique du Kaolin remblend.....	47
<b>Tableau.III.2</b> : Composition chimique du feldspath.....	49
<b>Tableau III.3</b> : Composition chimique du sable de Boussaâda.....	50
<b>Tableau III.4.</b> Les différentes mélanges pour la préparation.....	57
<b>Tableau. IV.1.</b> Pertes de masse des échantillons.....	63
<b>Tableau. IV.2.</b> Retrait sur les diamètres des céramiques élaborées après cuisson.....	65
<b>Tableau. IV.3.</b> Retrait d'épaisseur des éprouvettes après cuisson.....	67
<b>Tableau. IV.4.</b> L'absorption en eau des différentes éprouvettes selon leur pourcentage de rejets	72
<b>Tableau. IV.5.</b> Perte en poids des pièces attaqués par HCL .....	73
<b>Tableau. IV.6.</b> Perte en poids des pièces attaqués par NaOH .....	75

## Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	01
------------------------------------	----

### **Chapitre I : Généralités sur les céramiques**

<b>I.1 Introduction</b> .....	02
<b>I.2.Historique des céramiques</b> .....	02
<b>I.3.Présentation des grandes classes de la céramique</b> .....	03
I.3.1.Les céramiques traditionnelles (silico-alumineux).....	05
I.3.2.Les céramiques techniques.....	07
<b>I.4.Matières premières pour la fabrication des céramiques</b> .....	08
I.4.1 Matières premières plastiques .....	10
I.4.1.1 La kaolinite (Argile kaolin).....	11
I.4.1.2 Montmorillonite (Argile bentonite) .....	14
I.4.1.3 Illite.....	16
I.4.1.4 chlorites.....	17
I.4.2 Matières premières non plastiques.....	18
I.4.2.1 Les matières dégraissantes.....	18
a)Sable.....	19
b)chamotte.....	19
I.4.2.2 Les matières fondantes.....	20
a)La craie.....	20
b)Les feldspaths .....	20
c)Micas .....	21
d)Le talc .....	21
<b>I.5 Propriétés générales des céramiques</b> .....	21
I.5.1.Propriétés mécaniques.....	21
I.5.2 Propriétés thermiques.....	22
I.5.3 Propriétés électriques.....	23
I.5.4 Propriétés chimiques et environnementales.....	23

### **Chapitre II : Présentation de l'entreprise et du processus de fabrication des céramiques sanitaires**

<b>II.1 Présentation de l'entreprise</b> .....	24
II.1.1 Le site géographique.....	24
II.1.2 Historique.....	24
II.1.3 Capacité et Missions.....	25
II.1.4 L'organisation.....	26
II.1.5 Répartition d'effectifs.....	27
II.1.6 L'organigramme de l'entreprise est représenté dans : (annexe I).....	27
<b>II.2. Processus de fabrication des céramiques sanitaires</b> .....	28
II.2.1. Atelier de modelage.....	28
II.2.1.1. Préparation modèle et moules.....	28
II.2.1.2. Fabrication d'un nouveau modèle.....	28
II.2.1.3. Fabrication du premier moule.....	28
II.2.1.4. Fabrication du moule mère.....	28

II.2.1.5.Fabrication des moules .....	29
a) Préparation du plâtre .....	29
b) Préparation du moule mère .....	29
II.2.2 Atelier de la barbotine .....	32
II.2.2.1 préparation du mélange .....	32
a)broyage du quartz .....	32
b)délayage d'argile .....	32
c) Mélange .....	33
d) Tamisage du mélange .....	33
e) Homogénéisation .....	33
f) Maturation .....	33
g)Stockage .....	33
II.2.2.2. liaison avec l'atelier coulage .....	33
a)Dépoussiérage .....	34
b)Quantités d'eau .....	34
II.2.3.2 L'opération de coulage .....	36
a)Assemblage du moule .....	36
b)Coulage des pièces .....	37
c)vidage .....	37
d)Démoulage .....	37
e)Finissage .....	37
II.2.4 Atelier d'émaillage .....	38
II.2.4.1 Définition des émaux .....	38
II.2.4.2 Préparation des émaux .....	38
a)Email de base blanc(ou email opaque de couleur blanche) .....	38
b)Email de base blanche pour colorer(ou email transparent) .....	39
c)Emaux colores .....	40
II.2.4.3 Préparation de bain d'email .....	40
II.2.5 Atelier caisson .....	43
II.2.5.1 Description et caractéristiques de four .....	43
II.2.5.2 Normes générales à observer dans l'atelier de cuisson .....	44
a)Fours .....	44
b)Wagonnets .....	44
c)Nettoyage des wagonnets .....	44
d)Charge de wagonnets .....	44
e)Extraction des wagonnets du four .....	45
f)déchargement des pièces et sélection des rebuts .....	45
g)Entretien des wagonnets .....	45
II.2.5.3 Les réactions chimique dans le four .....	45
a)Zone de préchauffages .....	46
b)zone de cuisson .....	46
c)Zone de refroidissement .....	46

## **Chapitre.III : Identification et caractérisations des matières premières**

<b>III.1. Introduction .....</b>	<b>47</b>
----------------------------------	-----------

<b>III.2.Composition chimique et minéralogique des matières premières</b> .....	47
III.2.1.Kaolin d'Angleterre (Kaolin RMD).....	47
III.2.2.Feldspath (Na) de Turquie .....	48
III.2.3. Sable de Msila (Boussaâda).....	50
III.2.4.Rejet de la casse (RC).....	52
III.2.5.Rejet d'émaillage.....	53
III.2.6.Discussion.....	54
<b>III.3 Elaboration des porcelaines à base des rejets de céramiques sanitaires</b> .....	54
III.3.1. Eléments et matériels constitutifs des porcelaines.....	54
III.3.1.2 matériels utilisés.....	54
III.3.2.Préparation des matières premières .....	55
III.3.2.1 Broyage .....	55
III.3.2.2 Tamisage.....	56
III.3.3. Caractérisation des porcelaines.....	56
III.3.4.Fabrication des porcelaines par pressage.....	57
III.3.4.1Mélange de poudres .....	57
III.3.4.2.Mise en forme .....	58
III.3.4.3.Frittage.....	59
III.3.5.Organigramme d'élaboration des porcelaines.....	60
III.3.6.photos des porcelaines élaborées .....	60

## **Chapitre IV : Propriétés physico-chimiques des porcelaines élaborées**

<b>IV.1.Introduction</b> .....	62
<b>IV.2. Analyses des porcelaines élaborées</b> .....	62
IV.2.1. Analyses physiques.....	62
IV.2.1.1.Retrait après cuisson.....	62
a)Pertes de masse.....	62
b)Retraits sur les diamètres.....	64
c)Retraits en épaisseurs.....	66
IV.2.1.1.Propriétés mécaniques .....	68
a)Mode opératoire.....	68
b)Résultats.....	69
c)Calcul de module d'Young.....	70
IV.2.2. Durabilité chimique et absorption en eau.....	71
IV.2.1.1.Absorption en eau.....	71
IV.2.2.1.Attaque acide par HCl.....	73
IV.2.1.2. Attaque par NaOH.....	74
IV.2.3. Analyse minéralogique (DRX).....	76
IV.2.3.1. porcelaine (0%R).....	76
IV.2.3.2. (10%RC).....	77
IV.2.3.3. (20%RC) .....	78
IV.2.3.4. (30%RC).....	79
IV.2.3.5. (10%RE).....	80
IV.2.3.6. (20%RE).....	81

IV.2.3.7. (30%RE).....	82
<b>Conclusion générale</b> .....	<b>83</b>

**Annexe**

## Introduction générale

La céramique dans les installations sanitaires est synonyme d'hygiène, d'esthétique, de facilité d'entretien et de robustesse. La singularité de ce matériau tient non seulement à sa beauté et à sa facilité d'entretien, mais aussi à son cycle de vie écologique. En effet, la céramique se compose de matériaux naturels argileux tout en étant 100 % recyclable.

Les matériaux argileux constituent souvent des mélanges naturels complexes des minéraux dont la granulométrie et les propriétés physico-chimiques sont très variables. De nos jours, l'utilisation des argiles, notamment celles qui sont riches en  $\text{SiO}_2$  et en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , connaissent un nouvel essor dans la céramique industrielle, artisanale, la poterie, l'industrie pharmaceutique, l'industrie des céramiques sanitaires ...etc. Elles sont utilisées pour l'élaboration des matériaux céramiques plus durs que la porcelaine et la faïence traditionnelle, ainsi que des couronnes dentaires à base de quartz-alumine. Les argiles occupent une grande surface dans le monde minéral. Aussi elles occupent une grande place dans la recherche scientifique.

La tendance actuelle de l'industrie céramique est de réduire au minimum la durée et la température du frittage des produits. Par exemple, des cycles thermiques de 40 min sont aujourd'hui utilisés pour préparer des carreaux sol à  $1200^\circ\text{C}$ . Il s'agit d'une performance technologique remarquable dans le cas des grandes pièces dont la porosité et la géométrie après cuisson doivent être bien contrôlées. L'optimisation des compositions et du procédé nécessaire à la fabrication des produits aux caractéristiques d'usage satisfaisantes, a été réalisée par une approche essentiellement empirique guidée par l'expérience.

Cette étude s'intéresse à l'étape relative à la mise en forme, et plus précisément, celle correspondant à la stabilisation des mélanges en poudre. Il s'agit d'une étape déterminante dans le procédé de fabrication par voie sèche. Elle consiste à réaliser un mélange homogène de matières premières en grande quantité (kaolin, sable, feldspath,..).

Nous nous sommes intéressés dans notre étude aux matières premières locales actuellement exploitées par l'industrie céramique, il s'agit principalement du sable de Boussaâda et les rejets de la société des céramiques sanitaires el-Milia plus d'autres matières premières importés de l'étrangers comme le kaolin remdlend d'Angleterre et le feldspath de la Turquie.

Notre étude relève d'une démarche mixte de chimie minérale et de génie des matériaux. En effet, les travaux réalisés s'inscrivent dans une logique de compréhension des phénomènes physico-chimiques et cristallographiques ayant lieu durant les transformations du matériau porcelaine contenant les rejets de la casse et d'émaillage de SCSEI-Milia. Cette approche peut aider à prévoir les changements qui peuvent intervenir en élaborant les produits céramiques, en tenant compte que le rejet qui est considéré comme l'une des matières premières entrant dans la formulation de la porcelaine. Pour nous permettre d'expliquer les comportements physico-chimiques, thermiques et mécaniques de la porcelaine locale, le kaolin remblend est l'un des kaolins modèles puisqu'il contient plus d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  et moins d'oxydes métalliques donc il est moins pollué.

Ce manuscrit se divise en quatre (04) chapitres :

**Le chapitre I** Comprend les résultats d'une recherche bibliographique exclusivement dirigée vers l'étude des céramiques et de leurs propriétés physiques et chimiques, les matières premières des céramiques et la définition et types des argiles et autres minéraux.

**Le chapitre II** Présentera l'entreprise SCS El-Milia depuis sa naissance dans le domaine des céramiques sanitaires et le processus de fabrication passant par les différents ateliers, à partir des matières premières jusqu'au produit fini.

**Le chapitre III** Décrit les compositions chimiques et minéralogiques des matières premières dérivées de kaolin RMD d'Angleterre, le feldspath de Türkiye, le sable de Boussaâda et le rejet de SCS El-Milia. ensuite en passe à l'étape d'élaboration des porcelaine à base des rejets par méthode de pressage d'un mélange en poudre afin d'effectuer le frittage des porcelaines élaborées.

**Le chapitre IV** Quant à lui est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus des analyses physico-chimiques et minéralogiques comme l'attaque chimique (HCl, NaOH), l'absorption en eau, le retrait, la résistance mécanique et la diffraction par rayon X.

## **I.1 Introduction**

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

Les matériaux céramiques se composent principalement de matières plastiques : d'argile et de matières non plastiques : de feldspath et de quartz. Les minéraux argileux sont les composants principaux (40-55% en poids d'argiles plastiques) des matériaux céramiques [1]. Ils ont une fonction importante pour conférer la plasticité et la malléabilité pendant la cuisson.

Les matières premières utilisées pour la fabrication des porcelaines sont relativement disponibles et peu onéreuses, elles sont peu denses et résistent à des températures très élevées, là où la plupart des métaux perdent leur résistance, enfin elles ont des propriétés optiques, électriques, chimiques, magnétiques, thermiques, etc. qui les rendent irremplaçables dans de nombreuses industries, en particulier pour la fabrication de matériel électronique et informatique. Ces matériaux se distinguent par leur caractère réfractaire, c'est-à-dire qu'ils ont des résistances mécaniques et thermiques élevées, et peuvent donc être largement utilisés comme matériaux réfractaires [2].

## **I.2.Historique des céramiques :**

Dès que l'Homme est apparu sur Terre il s'est mis à la Recherche de Matériaux pour ses besoins vitaux. Dans un premier temps, il s'est intéressé aux produits naturels et à leur transformation. Par la suite, il a essayé de fabriquer de nouveaux matériaux de plus en plus performants, tout d'abord pour son confort et son bien-être puis, pour des applications de plus en plus pointues. Aujourd'hui, le Matériau est devenu synonyme d'Existence aussi bien pour l'Homme que pour l'Entreprise. La maîtrise de son élaboration, sa caractérisation et ses applications est signe de progrès et de civilisation.

D'après cette définition, la notion de céramique est associée à une technologie très ancienne qui est apparue au néolithique : les Egyptiens, les Assyriens et les Perses ont réalisé des poteries ; les Chinois ont découvert la porcelaine ; les Coréens et les Japonais les grés ; les Grecs, les Etrusques et les Romains ont développé la céramique architecturale. Puis, lors de la renaissance, la céramique s'est développée d'abord en Italie et ensuite dans le reste de l'Europe (production de faïences en particulier). L'émaillage remonte à 4 000 ans avant J.-C. mais les objets en verre n'apparurent que vers 1 500 avant J.-C. et la technique du soufflage

du verre creux apparut au début de notre ère. C'est au cours du XIX<sup>e</sup> siècle que l'industrie céramique s'est beaucoup mécanisée et a accompli des progrès technologiques importants. Ainsi le terme « céramique », après avoir signifié les poteries, s'est étendu à toute une gamme de produits, les céramiques traditionnelles, tels la porcelaine, la poterie, les appareils sanitaires, les briques, les tuiles et tous les produits constitués essentiellement de silicates. Les céramiques silicatées sont élaborées essentiellement à partir d'aluminosilicates naturels plus ou moins complexes que sont les argiles et qui présentent cette particularité, après mélange avec de l'eau, de devenir une pâte plastique permettant une mise en forme facile d'objets. Puis, progressivement, ont été inclus des matériaux non silicates comme les oxydes, les carbures, les nitrures, les borures... appelés céramiques techniques. Ainsi le terme « céramique » ne se limitait plus au cas particulier des produits à base de silicates (essentiellement l'argile).

La céramique traditionnelle est très développée en Algérie grâce à l'abondance des matières premières argileuses nécessaires à sa fabrication, malheureusement il n'en est pas de même pour la céramique avancée où beaucoup reste à faire. Si la céramique conventionnelle ne pose aucun problème de fabrication, la céramique technique doit être élaborée avec beaucoup de soins afin de contrôler la microstructure et moduler les propriétés pour répondre aux exigences spécifiques des circuits ou des systèmes dans lesquels elle intervient. [3]

### **I.3.Présentation des grandes classes de la céramique :**

À l'origine, les propriétés des pâtes céramiques étaient essentiellement mises au profit de la fabrication de céramiques : les sanitaires, les carreaux de sols et de murs, la vaisselle et les matériaux de construction. Depuis le début du 20<sup>ème</sup> siècle, grâce aux travaux de recherches menés dans le domaine des matériaux, il a été possible de développer des innovations tant dans les procédés que dans les compositions et les textures pour mettre au point des céramiques aux propriétés physiques très spécifiques (électriques, thermomécaniques, optiques). Ces nouveaux matériaux sont regroupés sous le terme générique de céramiques techniques. Des entreprises innovantes à haut potentiel sont nées à partir des transferts de technologies des laboratoires de recherches, pour la mise au point des nouvelles applications.

La production de céramique à partir de la matière première argileuse se distingue des autres matériaux par leur méthode de préparation qui passe par les quatre étapes suivantes : [4]

1. Broyage.
2. Homogénéisation des matières premières.
3. Façonnage des matières premières.
4. Densification par traitement thermique.

**Tableau I-1 : Les modes de façonnages [4]**

<b>Coulage :</b>	<b>Façonnage en pâte plastique :</b>	<b>Pressage en poudre :</b>
La matière première est dosée, pulvérisée, puis mélangée avec de l'eau et le flocculant afin d'obtenir de la barbotine. Qui sera versée dans des moules en plâtre.	La matière première est préparée sous arrosage avec un taux d'humidité de 15 à 20%.	La matière première est souvent préparée sous arrosage mais son taux d'humidité est ramené de 5 à 7% dans des tours de pulvérisation. dans l'industrie des réfractaires, la matière première est mélangée à sec est souvent pressée avec un taux d'humidité inférieur à 2%.
-Porcelaine -Sanitaire -Porcelaine électrotechniques -Produits réfractaires	-Briques - Tuiles -Porcelaine électrotechnique -Objets en grés -Grés émaillés	-Briques - Tuiles -Porcelaine électrotechnique -Objets en grés -Grés émaillés

Les matières premières d'origine argileuses utilisées dans l'industrie céramique se classent en deux catégories : les argiles proprement dites et les produits dérivés des Argiles. Les argiles traditionnelles se trouvent dans la nature en grande quantité et sont Facilement exploitables. Elles sont généralement constituées de silicate ou d'aluminosilicates et d'impuretés. Ce genre de produit est utilisé pour la fabrication de certains produits de construction (briques, tuiles...), de poteries, de verres et de ciments [5]. Les produits dérivés des argiles sont constitués des composants silicatés d'une grande Pureté. Ils sont obtenus par des traitements chimiques et/ou thermiques des argiles. La majorité de ces produits est constituée de composant binaire ( $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ) ou bien binaires-ternaires comme ( $3Al_2O_3.2SiO_2$ ), ( $2MgO.2Al_2O_3.5SiO_2$ ), ( $CaO.Al_2O_3.2SiO_2$ ).

### I.3.1. Les céramiques traditionnelles (silico-alumineux) :

Elles sont issues de matières premières naturelles (argile, feldspath, kaolin, quartz) et généralement mises en œuvre par coulée (barbotine). Les céramiques "traditionnelles" sont présentes dans de nombreux secteurs d'activités tels que les matériaux de construction (briques, tuiles, ...), les sanitaires, le culinaire, le revêtement (carrelages, faïences), les réfractaires (fours,...). Leur fabrication s'effectue à partir de matières premières minérales silicatées naturelles [6].

Les minéraux argileux constituent la matière fondamentale de la quasi-totalité des matériaux céramiques. Leurs propriétés spécifiques, dues à leur nature colloïdale en présence d'eau permet le façonnage des produits céramiques dont elles assurent la cohésion des pièces en cru (d'après Anonyme et Galtier et al.).

Avant de procéder à la cuisson des céramiques, il est nécessaire d'éliminer l'eau qui a servi au façonnage, surtout quand cette quantité est importante (cas des barbotines). Cette étape du séchage entraîne un retrait plus ou moins grand selon la nature du mélange. La cuisson est la phase finale et décisive de la fabrication et l'opération clé de la céramisation. Les températures de cuisson sont très variables suivant les produits. De 800 à 1000°C pour les terres cuites et poteries communes, de 1100 à 1350°C pour les grès et porcelaines, 1500 à 2000°C et plus, pour les réfractaires et céramiques techniques. Les temps de cuisson sont également très variables, selon les types de produits et de fours (d'une demi-heure à plusieurs jours) (d'après Anonyme).



(a)



(b)



(c)



(d)

**Figure I-1 :** Exemple de céramiques traditionnelles : (a)-Les porcelaines, (b)-Les poteries, (c)-Les faïences, (d)-Le grés.

**Tableau I-2 :** Types de céramiques traditionnelles et leurs utilisation [7]

<b>Céramiques traditionnelles</b>			
<b>Nuances</b>	<b>Matières premières</b>	<b>Exemples d'emploi</b>	
terre-cuite	marnes, argiles	tuiles, briques, horticulture, art	
Faïence	argile, silice, quartz	vaisselles, carrelage (mur), art	
produits grésés	argile, kaolin, feldspath	Carrelage (sol)	
Réfractaires	argile réfractaire, silice, chamotte, alumine, magnésie, carbone-graphite...	Ciment, béton, brique pour four, produits frittés	
grés cérame	argile, chamotte, silice	Evoirs, lavabos, baignoires	
Vitréous	argile, kaolin, feldspath, silice		
Porcelaine	Kaolin, argile, feldspath, quartz	Vaisselle, art, optique	
Verres	silice alumine oxydes chaux magnésie	silico-calcique	Vitres, flacons, ampoules
		(oxyde de plomb)	Vaisselle, art, optique
		borosilicate	Résistants aux chocs thermiques
		aluminosilicates	Résistance à la chaleur
		spéciaux	Optique, laser, fibre optique
Abrasifs	Oxydes, carbures, diamant	Meules, papiers abrasifs	

Les céramiques sont classées en fonction de la température de frittage (encore improprement appelée température de « fusion » ou de « cuisson »): [8]

- Haute fusion : 1289 à 1390°C (dents artificielles des prothèses amovibles)
- Moyenne fusion : 1090 à 1260°C
- Basse fusion : 870 à 1065°C
- Très basse fusion 660 à 780°C

### I.3.2. Les céramiques techniques :

Elles sont obtenues le plus souvent par frittage (traitement thermomécanique qui, dans un premier temps, provoque la cohésion de granulés de poudre avec un « aggloméré » préparé par compression à froid, cette ébauche étant ensuite chauffée dans des fours spéciaux) ou électrofusion (les oxydes sont coulés directement dans un moule).

Les céramiques techniques sont présentes dans des secteurs nouveaux et en pleine expansion comme l'électronique, l'aérospatiale, l'automobile, le biomédical.

Leurs composés sont essentiellement non silicatés et les matières premières employées sont synthétiques (oxydes, carbures, nitrures, ...) [9], [6], [7].

Quelques exemples de matériaux céramiques techniques : [10]

L'alumine	$\text{Al}_2\text{O}_3$
Le nitrure de silicium	$\text{Si}_3\text{N}_4$
La zircone	$\text{ZrO}_2$
Le nitrure d'aluminium	AlN
L'oxyde de magnésium	MgO
Le nitrure de bore	BN
Le carbure de silicium	SiC
Les peroxydes	



**Figure I-2 :** Quelques exemples de céramiques techniques [10]

Citons quelques exemples des domaines de céramiques technique :

- Electrique et électronique.
- Chimique et biologique.
- Optique.
- Nucléaire.
- Mécanique et thermomécanique.

#### **I.4.Matières premières pour la fabrication des céramiques :**

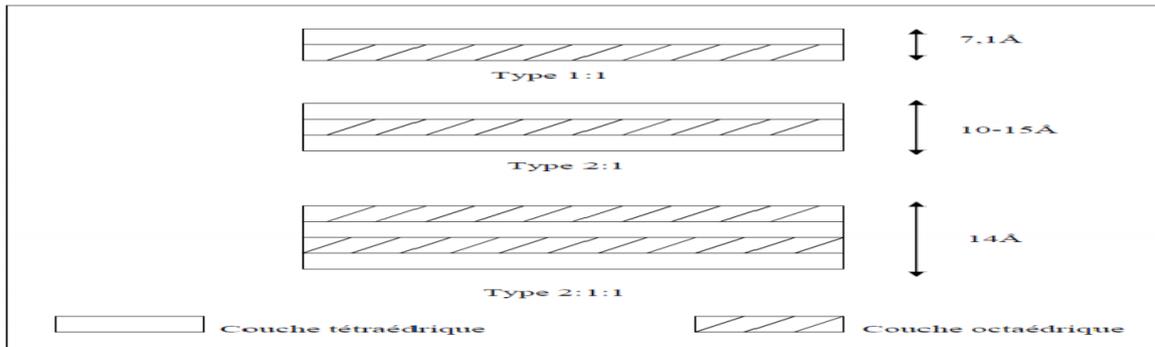
Le principe de fabrication de la céramique est fondé sur la propriété que possède l'argile avec l'eau, dans des proportions convenables, une pâte liante et ductile que l'on peut modeler et cuire afin d'obtenir sans déformation des produits finaux durs et sonores.

Les matières premières se subdivisent en deux groupes :

- Matières premières plastiques.
- Matières premières non plastiques.

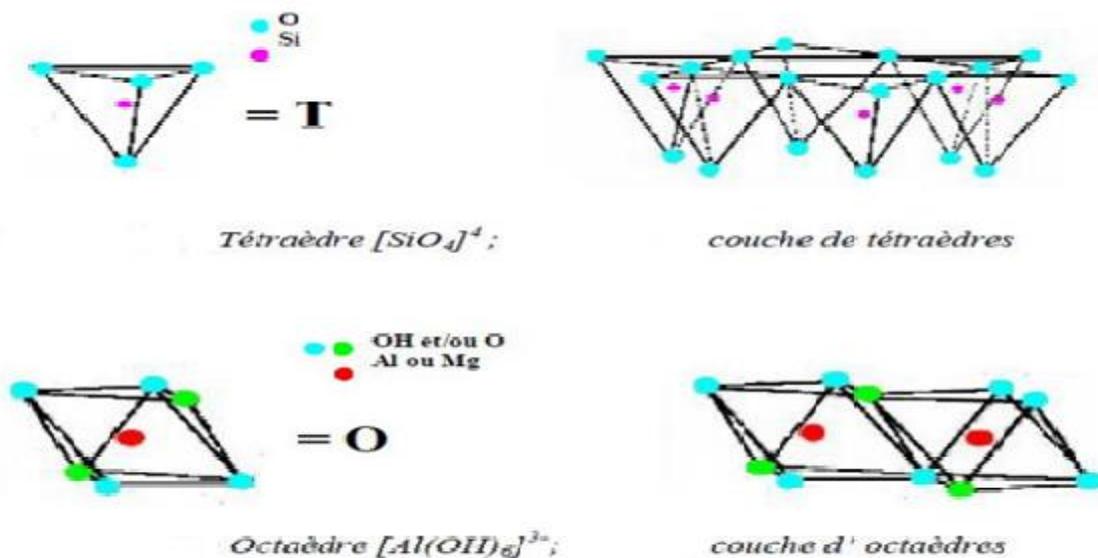
Les matières premières sont rarement pures et à côté des phases principales, par exemple la kaolinite dans les argiles et les kaolins, se trouve d'autres éléments secondaires avec des pourcentages qui peuvent être assez importants, par exemple : les micas dans les kaolins et les argiles, les composés de faible concentration, le plus souvent : des oxydes métalliques, sont considérés comme des impuretés. La concentration et la nature de ces impuretés jouent un rôle très important sur les propriétés thermodynamiques et microstructurales de matériaux élaborés, et cela d'autant plus que leur élimination sélective ou totale est le plus souvent difficile et onéreuse. [9].

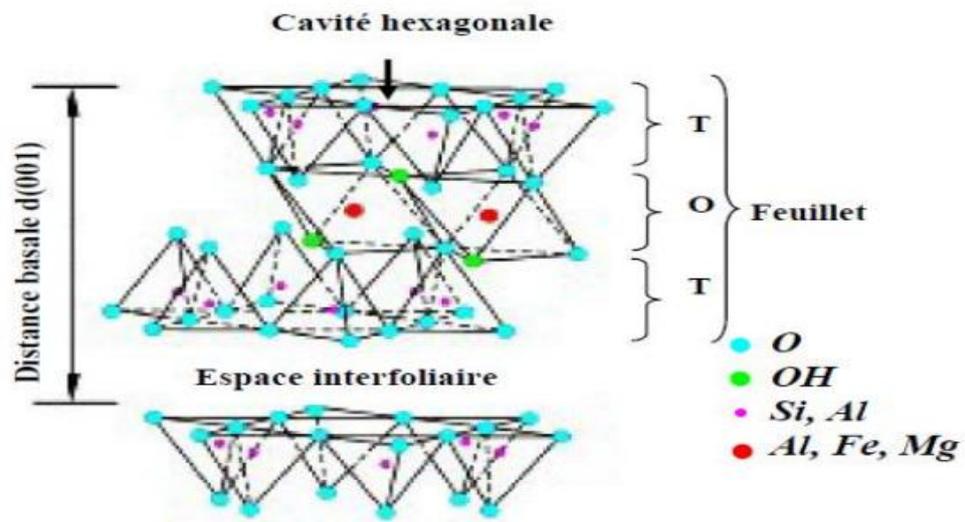
Les argiles ont une origine géologique secondaire, elles ont été formées par la dégradation des roches ignées (volcaniques) dues à des phénomènes d'érosion et d'altération chimique sous l'action des agents atmosphériques. La nature des produits argileux formés dépendra de la nature de la roche mère et des conditions climatiques et du drainage. [10]



**Figure I-3** : Structure des minéraux argileux [11]

Les argiles seront d'autant plus réfractaires, qu'elles seront plus pures. De plus, les impuretés rendent les matériaux cuits moins résistants à la corrosion chimique et aux brusques variations de températures. Parmi les impuretés présentes dans les argiles on trouve le fer, qui se rencontre sous forme de silicates de fer, d'hydrates de fer (limonite  $\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ), d'oxydes de fer (hématites  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). On trouve aussi les sels de magnésie, les alcalis (soude  $\text{Na}_2\text{O}$  et potasse  $\text{K}_2\text{O}$ ), le titane  $\text{TiO}_2$ , les matières organiques...etc. Ces sels contenus dans les argiles donneront en grande partie la coloration des argiles après cuisson.



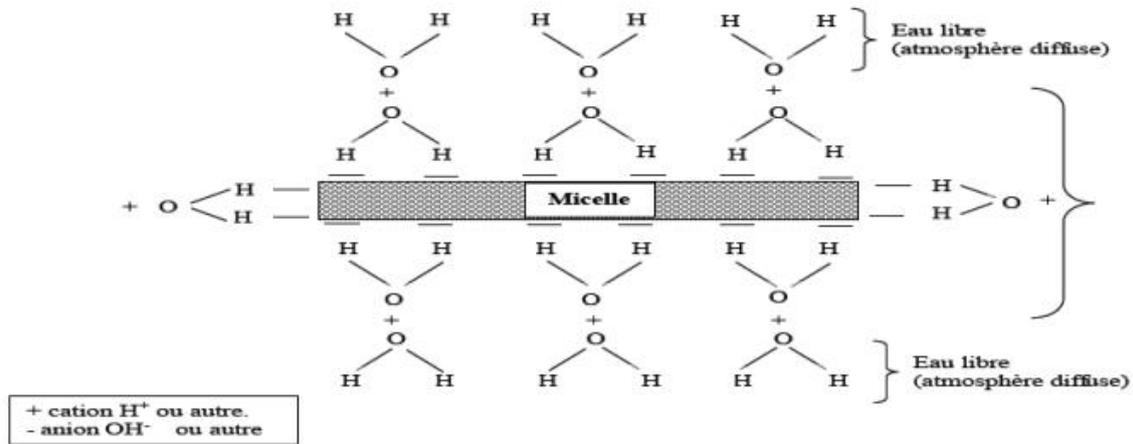


**Figure I-4 :** Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaires dans une argile (cas d'une smectite). [12]

#### I.4.1 Matières premières plastiques

Ce sont les matières premières les plus importantes pour la fabrication des produits céramiques. On peut citer les argiles [13]. Les argiles ne constituent pas une matière définie et unique mais elles sont composées d'associations complexes des minéraux, ce sont des silicates d'alumines hydratés d'une structure feuilletée que l'on appelle phyllosilicates. Ils sont organisés en couches planes infinies constituées d'unités structurales tétraédriques (T) et octaédriques (O) reliées par leurs sommets. Ce type de structure à très grande surface spécifique associée à des caractéristiques physico-chimiques très particulières, explique la capacité des argiles à admettre de nombreux échanges de cations et d'anions dans le réseau ou adsorbés en surface [11].

Les matières premières plastiques que l'on trouve à l'état naturel sont des silicates d'alumines, dont la structure bidimensionnelle justifie l'appellation des minéraux phylliteux. Cette morphologie particulière confère à la pâte argileuse des propriétés caractéristiques de plasticité, gonflement à l'eau, formation de colloïdes,...etc. Le mécanisme de fixation de l'eau sur les particules élémentaires, appelées micelles, permet d'expliquer le phénomène de gonflement des argiles imbibées d'eau, ainsi que le phénomène inverse appelé retrait lorsque les matières perdent l'eau au cours du séchage Figure I-5.



**Figure I-5 :** Mécanisme de fixation de l'eau sur les micelles argileuses [10].

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

Les matières premières peuvent varier considérablement en ce qui concerne leur composition chimique, minéralogique, leur pureté, leurs propriétés physiques et chimiques, Les différentes catégories de matières premières comprennent [14] :

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

#### I.4.1.1 La kaolinite (Argile kaolin)

Le terme ARGILE trouve son origine dans le mot grec ARGILOS dérivé de ARGOS qui signifie blanc, puis sa traduction en latin : ARGILLA. Cette nomination par les anciens semble t-il due à la couleur du matériau utilisé en céramique. Actuellement, il n'existe pas de définition unique du terme 'argile'. Le mot 'argile' englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains ( $< 2\mu m$ ) et l'autre à la minéralogie. La définition dépend de la discipline concernée. Pour les céramistes " l'argile est un constituant des terres grasses et molles en présence d'eau et qui contiennent des particules fines dont la taille est inférieure à  $2\mu m$ ". La

taille des particules d'argile résulte des mécanismes de désintégration physique ou mécanique des roches, et des transformations chimiques [12].

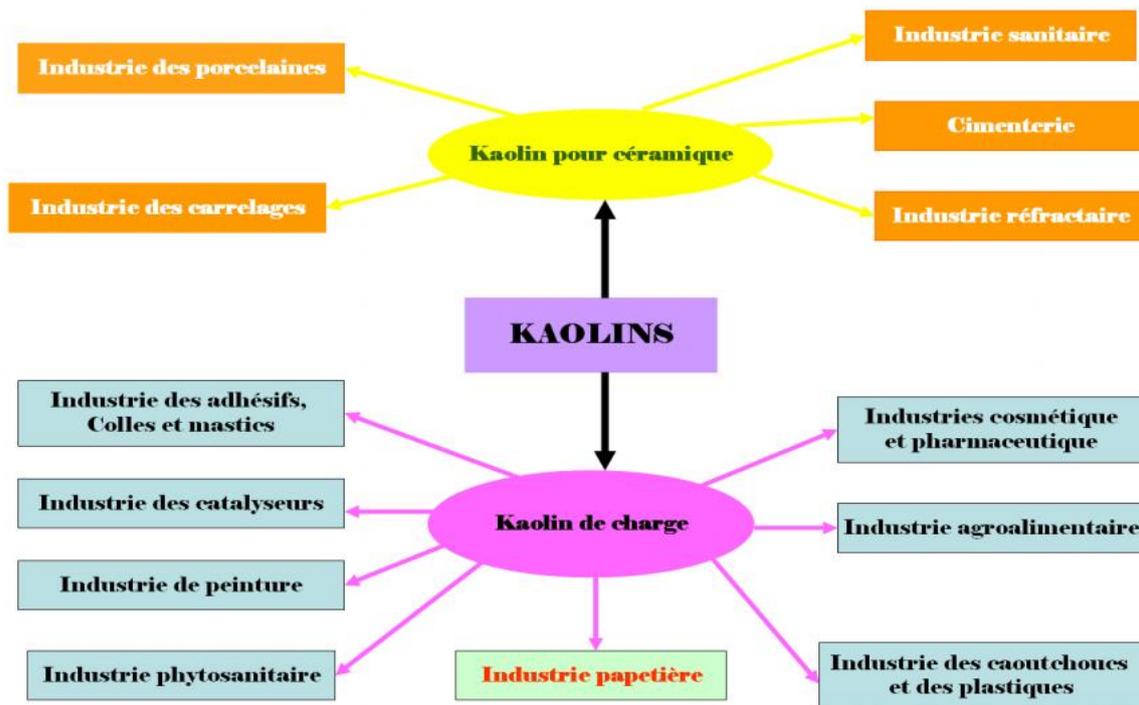
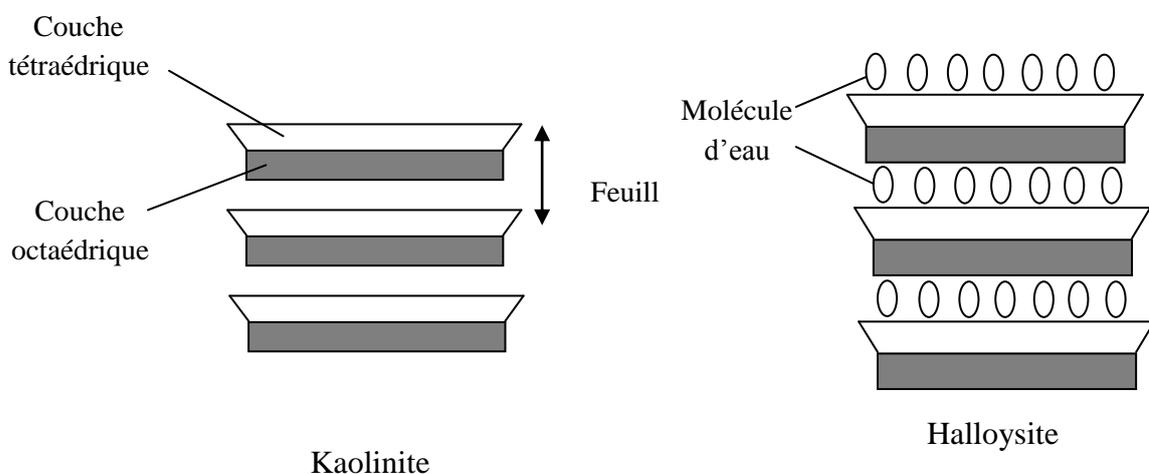


Figure I-6 : Secteurs d'application du kaolin

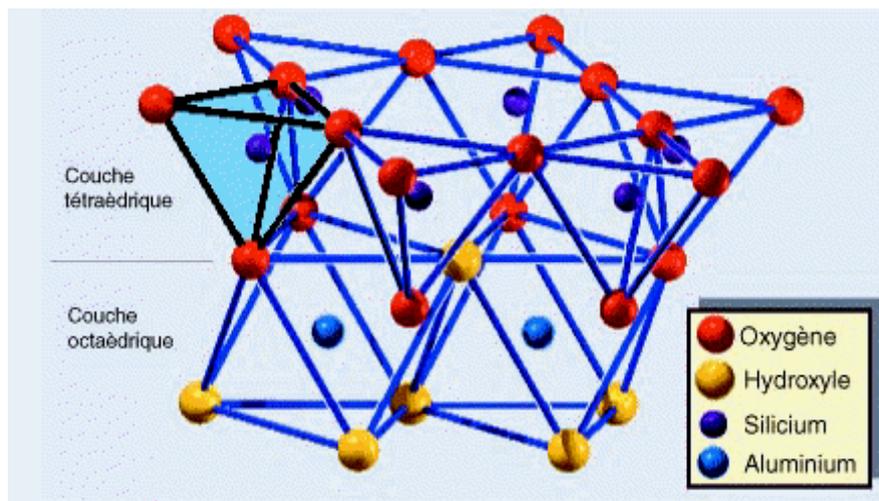
La kaolinite, de formule structurale  $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ , se présente sous forme de particules lamellaires hexagonales constituées par l'empilement de feuillets. Le feuillet élémentaire est formé par une couche de tétraèdres de silice reposant sur une couche d'octaèdres d'aluminium liés par des arrêtes communes figures I-6 et I-7. Ces polyèdres sont constitués par la superposition de trois couches d'atomes d'oxygènes et d'hydroxydes. [15].



**Figure I-7 :** Schéma des structures de la kaolinite et de l'halloysite [16].

Les feuillets sont à peu près fixes les uns par rapport aux autres et ne peuvent fixer ni eau ni cation dans leurs intervalles ; les possibilités de gonflement, le pouvoir absorbant des bases sont donc réduits. Les kaolinites sont donc très résistantes à la chaleur. Pas de substitution dans les couches, le feuillet est neutre. La kaolinite se forme dans les sols bien drainés, par pH acide. Ces cristaux sont souvent grands (jusqu'à 15 $\mu$ m). La kaolinite de couleur blanche neigeée grasse au toucher, savonneuse, plastique. [17]

Parmi tous les minéraux des matières premières argileuses, la kaolinite reste l'un des plus fréquemment utilisé et souhaité pour la fabrication des céramiques de grande diffusion, c'est pour cette raison que les argiles constituées en majorité de kaolinite sont appelées argiles kaolinitiques. Dans l'industrie, le terme «kaolin» étant réservé au Produit issu de la purification de ces argiles, et dans lesquels la proportion de kaolinite dépasse 80% en masse [18].



**Figure I-8 :** Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite [6]

Au niveau microscopique, le kaolin est composé de cristaux qui ont une forme feuilletée, ce type de structure cristalline est à l'origine des propriétés (comme la viscosité) du kaolin, qui en font un minéral utile à usages multiples : [11]

- Le kaolin fond à des températures élevées ; par conséquent, on l'utilise comme isolant thermique.
- La structure particulière du kaolin permet de l'utiliser comme pigment de couche dans le papier, ce qui augmente la brillance, le lissé et la blancheur du papier tout en Prévenant le

dégorgement de l'encre. Le kaolin est également utilisé comme matière de charge et revêtement pour les articles en carton et les encres.

➤ En raison de sa plasticité, de sa couleur pâle et de sa résistance, le kaolin est utilisé dans la fabrication de porcelaine.

#### I.4.1.2 Montmorillonite (Argile bentonite)

Ce sont des phyllo silicates de formule de base :  $4\text{SiO}_2 \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , plus riches en silice que la kaolinite ; l'adsorption d'eau et la fixation de cations sont donc très marquées. La montmorillonite fait partie des smectites, correspondant à un feuillet à 3 couches : couche tétraèdre, couche octaèdre et couche tétraèdre (2:1) d'épaisseur  $10\text{Å}$  avec des substitutions au sein de la couche octaédrique où  $\text{Al}^{3+}$  est remplacé par  $\text{Mg}^{2+}$ . La capacité d'échange cationique (CEC) élevée varie de 100 à 130 meq/100g d'argile calcinée à  $900^\circ\text{C}$  [17].

La bentonite est une argile colloïdale naturelle découverte aux Etats Unis en 1888 à Fort Benton dans le Wyoming. Par rapport aux autres argiles, la bentonite a la propriété de gonfler au contact de l'eau en donnant un gel plus ou moins épais. De très nombreux gisements ont été découverts dans le monde. Selon leur origine les bentonites présentent des propriétés différentes. Sur le plan minéralogique, la bentonite est un silicate d'alumine hydraté du groupe des montmorillonites qui contient principalement les cations échangeables suivants : calcium, sodium, magnésium, potassium [19].

**Tableau I-3** : Classification des principaux groupes de minéraux argileux [6]

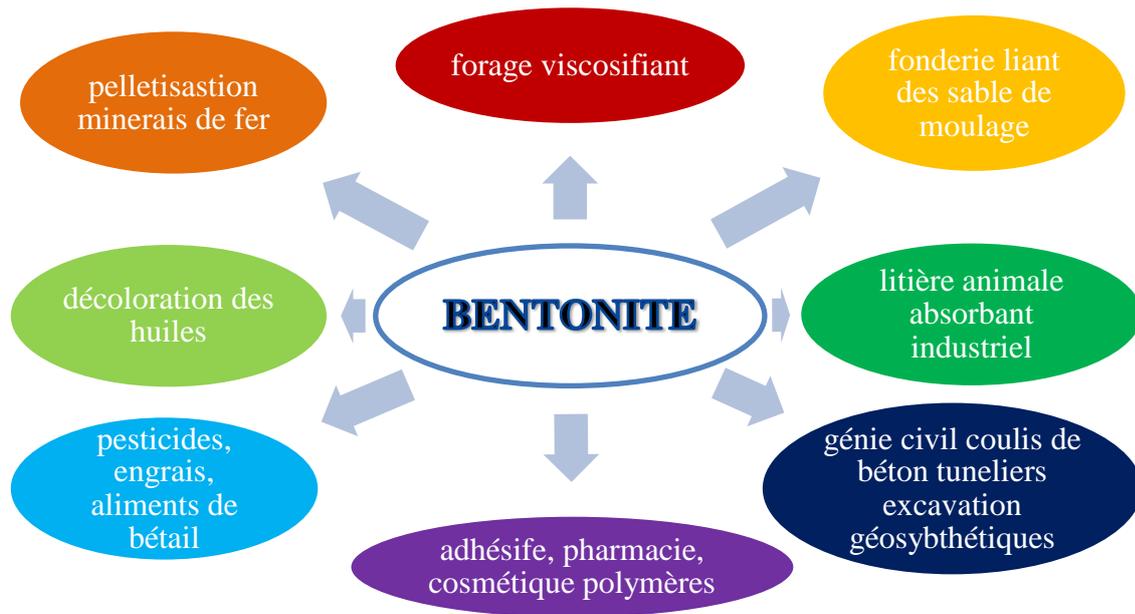
Groupe de minéraux argileux	Espèce minérale	Structure T = Couche de Tétraèdre O = Couche d'Octaèdre
Kaolinites	Kaolinite Halloysite Dickite	Minéraux à deux couches <b>T-O T-O</b>
Smectites	Montmorillonite Saponite Beidellite Nontronite	Minéraux à trois couches <b>T-O-T T-O-T</b>
Illite Vermiculites Micas	Illite Vermiculite Muscovite Biotite	$\text{H}_2\text{O}$ , cations

Chlorites	Chlorite	Minéraux à quatre couches <b>T-O-T-O T-O-T-O</b>
Sepiolites palygorskites	Chlorite (Ecume de mère) Attapulgite	Minéraux en lattes 

Ses propriétés physico-chimiques se résument en :

- Densité  $2 \text{ g/cm}^3$
- Humidité relative 20 %
- Viscosité 10 cpo
- Eau libre  $15 \text{ cm}^3$
- pH 9.1 à 9.3

L'aspect structural de la maille généralement retenu est :  $(\text{Si}_4 \text{ Al}_2 \text{ O}_{10} (\text{OH})_2)_2$  Les bentonites sont utilisées sous de nombreuses formes depuis le simple concassage du matériau jusqu'à son extraction et son traitement approfondi. En particulier, les smectites contenues dans les bentonites confèrent des propriétés absorbantes, d'étanchéité, de transport ou de liant largement utilisées dans la construction, l'industrie chimique et l'ingénierie environnementale, la figure I-9 montre les domaines industriels d'utilisation des bentonites [20], [21].

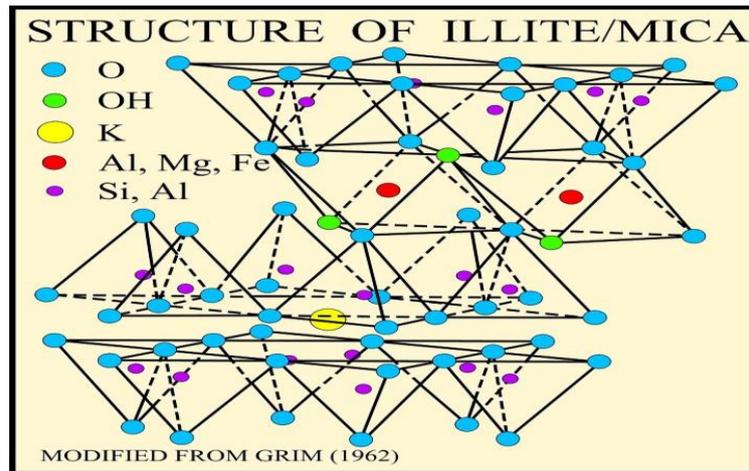


**Figure I-9 :** Domaines industriels d'utilisation de bentonite

#### I.4.1.3 Illite

L'illite est un hydro mica, il s'agit donc d'un minérale à trois couches. La structure des illites est semblable à celle de la montmorillonite, il y a remplacement de la silice par l'alumine, le sodium,.....dans les couches tétraédriques qui donne une très grande variété, Les argiles de la famille de l'illite sont parmi les minéraux les plus répandus à la surface de la terre [13].

Les illites sont des minéraux argileux abondants dans les régions nord du globe Leur structure est proche de celle des montmorillonites. Les cristaux peuvent être de grande taille et le motif d'une maille élémentaire est formé d'un feuillet de 10 Å. Les feuillets sont de type T/O/T et la composition chimique approchée d'une illite est :  $[\text{Si}_{3.4}\text{Al}_{0.6}][\text{Al}_2]\text{O}_{10}(\text{OH}_2)\text{K}_{0.6}$  [22].



**Figure I-10 :** Structure cristallographique d'une illite [22]

Caractéristiques des illites :

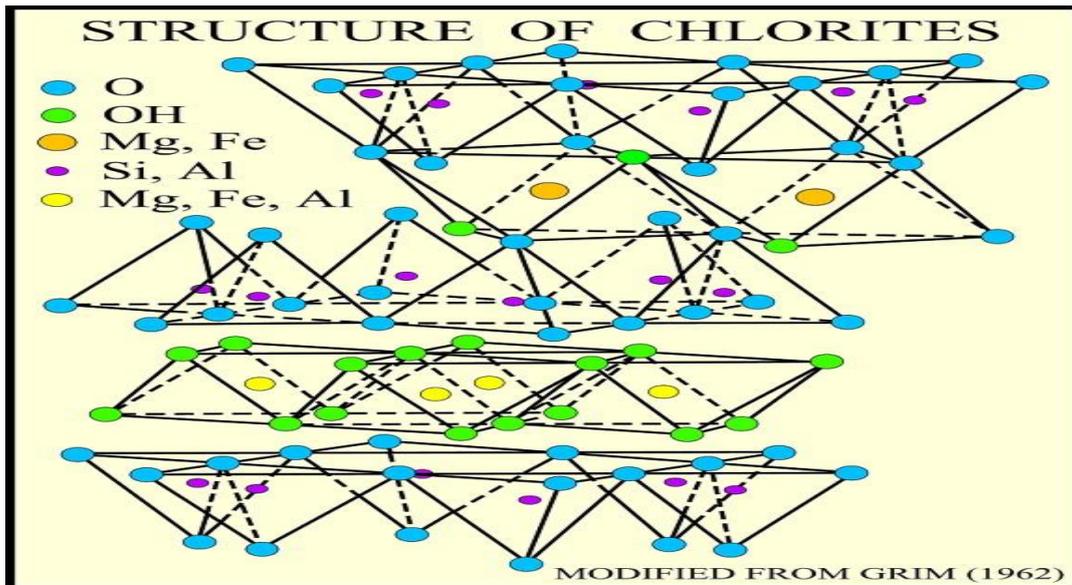
- Densité : 2.66 à 2.72 (g/cm<sup>2</sup>)
- Fusibilité : 1350°C
- Dureté : 2 (Mohs)
- Solidité : les illites est attaqué par les acides.

#### I.4.1.4 chlorites

En minéralogie, le groupe des chlorites désigne un groupe de phyllosilicates de formule générale  $(\text{Fe,Mg,Al})_6(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ . Les chlorites sont des aluminosilicates de fer ou de magnésium, généralement de couleur verdâtre, et voisins du mica par leur structure et propriétés physico-chimiques. Les chlorites proviennent de la décomposition du mica noir. Elle se distingue de celle des minéraux argileux puisque elle consiste en l'association de feuillets de micas [13]. On distingue deux types de chlorite :

- Chlorites vrais
- Les pseudo-plastiques

Les chlorites apparaissent dans les roches éruptives par action des solutions post magmatiques, hydrothermales ou météoriques sur les ferromagnésiens de haute température : pyroxènes, amphiboles et surtout biotites. La transformation est une forte hydratation, accompagnée de l'expulsion de cations, surtout Na, K et Ca (les cordiérites et les grenats s'altèrent aussi partiellement en chlorites).



**Figure I-11** : Structure cristallographique des chlorites [22]

#### I.4.2 Matières premières non plastiques

Les matériaux non plastique peuvent être divisé en deux classes : les dégrissant et les fondants

##### I.4.2.1 Les matières dégraissantes

Ces matières ont pour rôle de réduire le retrait dû à la plasticité de l'argile. On les distingue aussi par le terme dégraissant. Elles ont en outre pour but d'améliorer certaines propriétés lors de la cuisson. Les ajouts de dégraissant aux argiles ont en généralement pour effet d'augmenter la propriété de la pâte crue, de faciliter le séchage des produits en facilitant la diffusion de l'eau au cours de séchage et de donner un squelette à la pâte en crue et en cuit. [13]

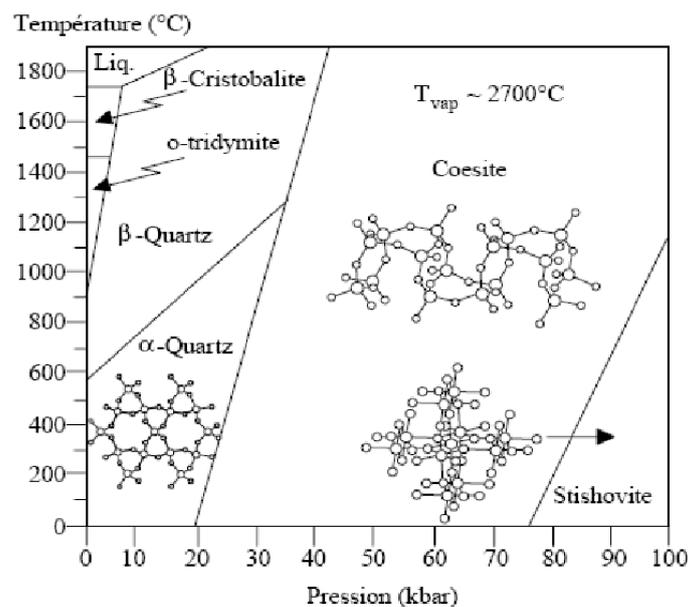
On cite parmi les dégraissants : Le sable et la chamotte

##### a. Sable

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

se transforme en fonction de la température en plusieurs variétés allotropiques, d'abord en quartz  $\beta$  ou quartz de haute température, puis en d'autres variétés cristallographiques telles la tridymite  $\alpha$  et  $\beta$  et surtout la cristobalite  $\alpha$  et  $\beta$ .

La silice à l'état cristallisé, elle représente environ 12% de la masse de la croûte terrestre, elle se trouve sous la variété allotropique, quartz  $\alpha$  dite de basse température. S'il n'était pas cristallisé on pourrait dire qu'il est une sorte de « verre naturel » cependant les conditions de sa formation (refroidissement lent) en on fait un cristal [6].



**Figure I-12 :** Diagramme de phase de la silice  $\text{SiO}_2$  [23]

#### b. chamotte

La chamotte est une argile cuite à des hautes températures (1000-1400°C) en dépendance du type d'argile.

La chamotte est un ajout interne ne possèdent pas d'inconvénient tel que le sable quartzueux qui présente une forte dilatation. Elle est issue d'un traitement thermique à haute température de certains types d'argiles. Elle est un grès déjà cuit, provenant généralement de résidus de production recyclés. La chamotte est moulue et tamisée en fonction des différentes tailles granulaires de ses composants. Elle est ajoutée à l'argile avec un pourcentage bien défini pour conférer les caractéristiques suivantes aux produits cuits [13] :

➤ Depuis l'extrusion jusqu'à la cuisson : stabilité formelle, limitation du retrait, Amélioration du séchage

- Au cours du processus de cuisson : stabilité.

#### I.4.2.2 Les matières fondantes

Ces matières en général assurent l'augmentation de l'intervalle de frittage et la diminution de la température de cuisson. La fonction principale du fondant c'est de former une phase vitreuse. De cette façon, la cohésion en cuit, la densification sont facilitées et la température de cuisson réduite. Les meilleurs fondants sont ceux qui permettent d'abaisser le point de vitrification sans abaisser le point de fusion. Parmi les fondants, on peut citer : [14]

##### a. La craie

Le minéral de cette roche est le carbonate de calcium ou calcite. Les roches affleurent sur des surfaces considérables et les principales exploitations se trouvent sur les gisements du Bassin Parisien et d'Aquitaine, de formule  $\text{CaCO}_3$  [14].

##### b. Les feldspaths

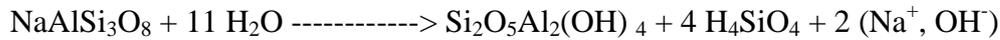
Ce sont des minéraux constitués par des silico-aluminates de sodium de potassium et de calcium, leur action vérifiant varie suivant la nature de l'élément fondant. Les feldspaths les plus purs cuisent blanc et fondent à des températures diverses, généralement supérieures à  $1200^\circ\text{C}$  en un verre incolore extrêmement visqueux [14].

- Feldspath potassique (orthose) :  $6 \text{SiO}_2 \text{Al}_2 \text{O}_3 \text{K}_2\text{O}$
- Feldspath sodique (Albite) :  $6 \text{SiO}_2 \text{Al}_2 \text{O}_3 \text{Na}_2\text{O}$
- Couleur : variable, incolore, blanc, rose, vert, bleu, marron
- Système cristallin : triclinique ou monoclinique
- Indice de réfraction : 1,518 - 1,588
- Densité : 2.5-2.8

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

alcalins. Par exemple, le feldspath réagit avec de l'eau pour donner de la kaolinite selon la réaction suivante :

❖ Cas d'un feldspath sodique, l'albite :



Albite + eau kaolinite + [acide silicique + ions]

Il est également utilisé pour produire les glaçures, les émaux et la porcelaine. Le feldspath est utilisé pour traiter les eaux métallifères en particulier le plomb et autres Métaux lourds. [24] Les feldspaths contiennent du calcium, du potassium et du sodium. Ces trois ions sont appelés les ions « échangeables ». Lorsqu'une eau entre en contact avec le Feldspath, le plomb qu'elle contient va remplacer ces ions au sein du feldspath. C'est la même chose pour les autres métaux lourds. Les feldspaths diffèrent par leur capacité à fixer plus facilement tel ou tel métaux lourds. Cela est dû aux différentes quantités relatives de ces trois ions échangeables.

c. Micas

Les micas se présentent en lamelles ou en paillettes brillantes. Ce sont des Fondants alcalins comme les feldspaths. [14]

Formule développée en oxydes (muscovite) :  $6 \text{SiO}_2, 3\text{Al}_2\text{O}_3, \text{K}_2\text{O}, 2\text{H}_2\text{O}$ .

d. Le talc

Il donne avec les argiles des cristallisations qui confèrent au tesson une bonne résistance au choc thermique et une dilatation peu élevée. [14]

Formule développée en oxydes :  $4 \text{SiO}_2, 3\text{MgO}, \text{H}_2\text{O}$ .

## I.5 Propriétés générales des céramiques

### I.5.1 Propriétés mécaniques

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. Le poids, la densité, perméabilité aux liquides, aux gaz à la chaleur

et à l'émanation radioactives, ainsi que la résistance à l'action agressive de l'ambiance sont des propriétés physiques. La dernière propriété caractérise l'inaltérabilité d'un matériau, qui en somme, détermine la longévité des éléments de construction. 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. 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, caractérise les propriétés mécaniques [1].

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. Comme les masses volumiques céramiques sont faibles, leurs modules spécifiques  $E$  (raideurs spécifiques) très élevés les rendent très attractives. [25]

De plus les liaisons ioniques et les liaisons covalentes sont très cohésives : [26]

$$E \text{ céramiques} > E \text{ métaux} > E \text{ polymères}$$

En outre, les céramiques sont constituées d'atomes légers (C, O, Si, Al) et présente une structure cristalline souvent non compacte :

$$\rho \text{ métaux} < \rho \text{ céramiques} < \rho \text{ polymères}$$

### **I.5.2 Propriétés thermiques**

Lorsque les céramiques sont traitées thermiquement, l'argile se transforme, et, après refroidissement, elle est alors constituée uniquement d'une phase amorphe ou d'un mélange d'une phase amorphe et de phases cristallisées. Le choix, souvent empirique, des matières premières et du cycle de cuisson dépend des propriétés d'usage recherchées pour les produits finaux : par exemple, une faible conductivité thermique, une forte résistance mécanique ou même certains aspects esthétiques (couleur). La Cuisson des produits céramiques dans un four industriel est longue et nécessite plusieurs étapes. Cependant, depuis les années 70, il est question de réduction du temps de cuisson, non seulement pour des raisons de rentabilité (diminution du stockage, économie de personnel...), mais aussi pour diminuer la quantité d'énergie utilisée. Pour cela il est important de connaître les transformations structurales et microstructurales des matières premières lors d'un traitement thermique, car elles induisent une évolution de leurs propriétés thermo-physiques. Or, la capacité calorifique détermine le

besoin énergétique d'un procédé de cuisson. En outre, la distribution de température dans une pièce en régime permanent est contrôlée par la conductivité thermique et, en régime transitoire, par la diffusivité thermique. [12]

### **I.5.3 Propriétés électriques**

Les céramiques sont d'excellents isolants électriques et peuvent servir de support à des éléments de circuits électriques. Ce sont elles, en particulier, qui constituent les isolateurs des lignes à haute tension. Dans certaines conditions, comme des températures extrêmement basses, certaines céramiques deviennent des supraconducteurs [9].

### **I.5.4 Propriétés chimiques et environnementales**

Les céramiques présentent généralement une très grande inertie chimique et résistent bien aux attaques de substances agressives, à l'oxydation et aux agressions climatiques. Ce caractère de matériaux neutres et inertes fait qu'elles ne présentent pas de danger pour l'homme et pour la nature. On les utilise d'ailleurs largement pour les équipements sanitaires, médicaux ou alimentaires. On appelle inertie chimique la capacité à résister aux attaques chimiques. Les céramiques oxydes étant déjà oxydées, elles résistent beaucoup mieux aux effets corrosifs que certains métaux. [26]

## II.1 Présentation de l'entreprise

La société céramique sanitaire el-Milia est la première société de céramique sanitaire en Algérie. Créée en 1975, de Forme juridique : EPE / Spa au capital de 208 000 000,00 DA et actuellement Filiale du groupe GIL (groupe des industries local) «DIVINDUS».

Son siège est établi à El-Milia Wilaya de Jijel dans la zone d'activité Route de Constantine, nord d'El-Milia, ses effectifs sont d'environ 431 personnes tout grade et spécialité confondus, elle est implantée sur une superficie totale de 09Ha 68a 70ca répartie comme suit :

- Superficie couverte : 29 666 m<sup>2</sup>.
  - Superficie bâtiment production : 25 920 m<sup>2</sup>.
- (Ha=Hectare=10 000 m<sup>2</sup>, a=are=100 m<sup>2</sup>, ca=01 m<sup>2</sup>)

### II.1.1 Le site géographique

Le site géographique de la société a donné des atouts majeurs et des avantages commerciaux très intéressants dont :

- La position en bordure des routes nationales N°43 et N° 27
- La zone industrielle régionale de Bellara à 02 km.
- Aéroport de Jijel à 45 km.
- Aéroport de Constantine à 80 km.
- Port de Djendjen-Jijel à 40 km.
- Port de Skikda à 95 km.
- Port de Bejaïa à 150 km.
- Port d'Annaba 230 km.
- Port d'Alger à 390km.

### II.1.2 Historique

**De 1969 à 1974** : Construction d'une unité de production de céramique sanitaire de la Société Nationale des Matériaux de Construction SNMC. La réalisation du projet de cette unité est passée dans le temps par différentes phases. Une réalisation initiale puis une extension du projet, le tableau ci-dessous résume ces différentes phases :

**Tableau II-1** : les phases de réalisation du projet

<i>Phases</i>	<i>Initiale</i>	<i>Extension</i>
Lancement des appels d'offres	1968	Juin 1972
Signature des contrats	Octobre 1969	Janvier 1973
Ouverture des chantiers	Février 1971	Juin 1972
Réception des équipements	Février 1973	Mars 1973
Essais technique	Octobre 1974	-
Mise en production	01 juillet 1975	-
Réception provisoire	18 Aout 1976	-

**1982** : La SNMC est restructurée en plusieurs entreprises indépendantes. Deux Groupes industriels régionaux de céramique sont créés :

*ECO – Entreprise de Céramique Ouest à Tlemcen.*

*ECE – Entreprise de Céramique Est à Constantine.*

L'unité d'El Milia est rattachée à l'ECE.

**1998** : L'unité d'El Milia devient une filiale (autonome) et prend pour nom : « Société Céramique Sanitaire d'El Milia» (SCSEM par abréviation).

**2014** : La société céramique sanitaire El-Milia est devenue Filiale du groupe GIL (groupe des industries local) «DIVINDUS».

### II.1.3 Capacité et Missions

La mission de la société céramique sanitaire EL-Milia est La fabrication, avec les caractéristiques techniques requises, et la commercialisation, des articles en céramique sanitaire (VITREOUS CHINA) destinés pour l'équipement des salles de bain et des cuisines.

- Ensemble de salle de bain de luxe.
- Receveur de douche.
- Evier de cuisine avec ou sans trop plein.
- Lavabo et colonne différentes dimensions.

- Siège anglais à sortie horizontale.
- Siège anglais à sortie verticale.
- Siège à la turque.
- Siège anglais pour bébé.
- Lave mains coquillage.
- Lave mains 20x24 cm.

Et cela avec une Capacité de production  $\approx$  460 000 pièces/an.

#### **II.1.4 L'organisation**

Le SMQ (système de management de la qualité) s'applique à l'ensemble des produits et services et à l'organisation des directions, des départements, des services et de tous les sections de l'administration et les ateliers de production de SCS El-Milia.

L'entreprise a procédé à la certification de son système de management de la qualité à la norme ISO 9001/2000 en 2004 et renouvelée le : 11 Juin 2015 à la norme ISO 9001/2008, auprès de l'organisme certificateur INTERTEK (N° Certificat : 0027955-00).

#### **La société dispose d'un laboratoire chargé du :**

- Suivre et contrôler la qualité à tous les niveaux du processus de fabrication.
- Etudes et recherches pour l'amélioration de pâtes céramique.
- Etudes de composition d'émaux et choix de matières.

#### **Les ateliers de production suivants :**

- Atelier préparation matières première et barbotine.
- Atelier modelage (Préparation et fabrication des moules).
- Atelier coulage (Couler les pièces en utilisant les moules et la barbotine).
- Atelier Emailage (préparation de les émaux et émailler les pièces).
- Atelier cuisson (avec un four réfractaire et intermittent).
- Atelier Choix et contrôle (Triage des pièces selon le model, la couleur et le choix)

Et les structures de direction et de soutien :

- La direction générale ;
- Département des ressources humaines ;
- Département comptabilité et finances ;
- Département Approvisionnement et commercial ;
- Département technique.

### II.1.5 Répartition d'effectifs

L'effectif de L'entreprise au Décembre 2015 est de : quatre cent trente et un (431) employés répartis comme suit :

**Tableau II-2 :** Présentation d'effectifs Par catégorie socioprofessionnelle

	Cadres	Maitrise	Exécution	Total
Nombre	32	90	308	431
Taux %	7,5	21	71,5	100

### II.1.6 L'organigramme de l'entreprise est représenté dans : (annexe I)

## II.2. processus de fabrication des céramiques sanitaires

Les étapes de fabrication des céramiques sanitaires passent par plusieurs étapes à savoir :

### II.2.1. Atelier de modelage :

#### II.2.1.1. Préparation modèle et moules :

Le travaille dans l'atelier modelage comprend 4 opérations fondamentales :

- Fabrication du modèle.
- Fabrication du première moule.
- Fabrication du moule mère.
- Fabrication du moule.

#### II.2.1.2. Fabrication d'un nouveau modèle :

La production du modèle est en plâtre, l'article qu'on veut produire en dimension naturelle, sauf les majorations pour compenser les retraits pendant le séchage, la cuisson et les contre déformation pendant les mêmes phases. L'article à produire pour être représenter par une pièce déjà existante ou par un dessin.

#### II.2.1.3. Fabrication du premier moule :

Sur le modèle en construit « première moule » toujours en plâtre ; il s'agit d'un véritable moule, c'est-à-dire un négatif. Le premier moule et soumis a des essais expérimentaux on coulant des pièces pour contrôler que les déformations et les retraits ont été prévus

correctement que les opérations de coulage, d'écoulage et démoulage résultent aisées et régulières.

Si nécessaire on effectue sur le premier moule éventuellement en repartant des modèles, les corrections nécessaires.

Le premier moule est composé par une ou plusieurs pièces, suivant la complexité de l'article.

#### II.2.1.4. Fabrication du moule mère :

Chaque pièce composant le premier moule devient maintenant le modèle pour la construction d'un contre moule qui constitue le moule mère.

Le moule mère est fabriqué avec un plâtre spécial lorsqu'on prévoit une production limitée de l'article jusqu'à 10000 pièces environ, ou lorsque au cas d'articles complètement nouveaux, on prévoit la nécessité d'autres corrections, même après celles exécutées par la suite aux essais faits sur le premier moule, au contraire la production est prévue en grande quantité et les incertitudes de construction ont même été franchies, le moule mère est habituellement construit en résine époxydique.



**Figure II-1 :** Fabrication des moules mères

#### II.2.1.5. Fabrication des moules :

##### a) Préparation du plâtre :

Le plâtre, conservé en sac de cartons dans un endroit sec pendant une période ne dépassant pas 20 ou 30 jours et mélangé avec de l'eau dans un mélangeur sous vide, pendant deux minutes en total. Les proportions en poids sont en générale de 75% en plâtre et 43% en eau, elles peuvent être modifiées dans certaine mesure en relation de la quantité de plâtre et son état de conservation, pour obtenir de toute façon un mélange qui se maintient fluide pendant un temps plutôt long (de 7 à 8 minutes) sans retarder le temps de prise (de 15 à 20 minutes) et obtenir par conséquent pour la pièce finie, une bonne résistance mécanique. Le percipient

dans lequel on a préparé la pâte est transporté au moyen d'un plan au dessus du point de coulage de transporteur ou sont placées les moules mères qui arrivent successivement, porté par les chariote du transporteur.

Pour ces raisons, la pâte doit être employée dans un délai très bref (de 6 à 7 minutes). Lors qu'on doit reporter du plâtre sur des moules déjà faits, pour préparation ou autre la pate doit être mélangée avec l'eau pour compenser l'absorption de la part de moule.

Pour accélérer le temps de la prise, une agitation ultérieure a la main d'une partie de la pâte dans un seau ou autre récipient est nécessaire.

b) Préparation du moule mère :

Nous avons déjà vu que le moule mère est composé par des différents éléments, un pour des parties qui composent le moule et chaque élément peut être composé par plusieurs pièces différentes .avant le montage, chaque pièce doit être nettoyée soigneusement et lubrifiée sur sa cote active, au but de faciliter la séparation du moule produit à la fin de l'opération.

Pour les moule mères en résine, la lubrification peut aussi se faire par du kérosène, tandis que pour celles en plâtre on préféré habituellement le savon liquide.

Avant de composer et serré les différents éléments il faut mettre en place dans les positions prévues, les poussoirs de référence (males et femelles), les lunettes, (sièges des écrous des tirants), les armatures de renforcement, les petite tuyaux pour le coulage (ou ils existent), le d'écoulage, les prises et les sorties de l'air.

En ce qui concerne les poussoirs, les références se trouvent sur les pièces du moule mère, étant constitués par le poussoir complémentaire (femelle pour le male, male pour la femelle).le poussoirs du moule à fabrique est tenu en place au moyen d'une pate quelconque, faiblement collante.

Les lunettes sont forcées dans les bandes en caoutchouc placées dans le moule mère, pour déterminer dans le moule le siège, dans lequel passera le tirant. Les armatures, qui resteront prolongées dans le plâtre, sont tenues séparées du moule mère au moyen d'entretoises en plâtre, qui resteront à leur fois encastrés dans le moule.

En ce qui concerne les petits tuyaux, le moule mère prévoit déjà les logements pour les supports provisoires des tuyaux mêmes.

Les supports sont composés par d'autres tuyaux ou par des fers ronds ayant diamètre légèrement plus petit que celui du tuyau à encastrer dans le moule, de façon qu'ils puissent faire à un travail fini.

Le serrage de chaque élément sur le plan horizontal est fait en générale au moyen d'une ceinture en bande de fer, mises-en tension par des coins de bois ; sur le plan verticale cela est obtenu au moyen de étaux.

➤ Coulage, démoulage, finissage, montage :

Le récipient contenant le mélange de plâtre, termine dans un tuyau en caoutchouc maintenu fermé normalement par une pièce, en ouvrent laquelle le mélange peut sortir et, a travers le tuyau convenablement remplacé, remplir le moule mère.

Pour un remplissage plus régulier, il peut être convenable, si possible d'imprimer au moule mère quelques secousses.

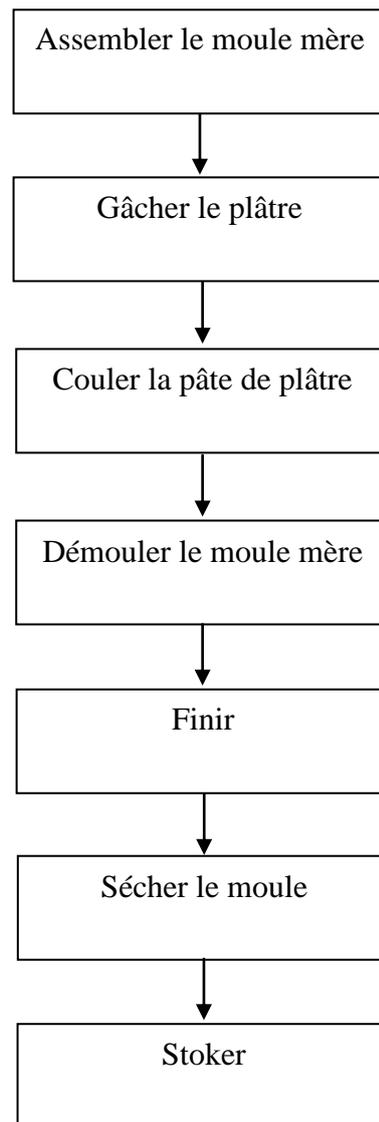
Pour ce fait, la pâte de plâtre doit être employée dans 6 ou 7 minutes de sa préparation.

Dans les 15-20 minutes successives le plâtre aura fait prise : l'augmentation de la température, qu'on peut contrôler à la main en sera l'épreuve.

A ce moment la ou peut procéder au démoulage ; un délai dans cette opération, même si prolongé, n'est pas préjudiciable. Pour facilité le démoulage d'un marteau en caoutchouc il ne faut l'introduction d'air comprimé dans les canaux éventuellement prévus dans le moule mère est généralement efficaces.

Au démoulage suit le finissage qui consiste dans l'élimination des bavures et d'autre imperfection éventuelles (trous, inclusions).

Pour empêcher que déformation successives dans l'une ou l'autre partie du moule en rendent difficile ou même impossible le montage, il est une bonne règle de monter et serrer le moule justement après en avoir complété le finissage.



**Figure II-2 : ORGANIGRAMME DE L'ATELIER DE MODELAGE**

## **II.2.2 Atelier de la barbotine :**

### II.2.2.1 préparation du mélange :

Préparation journalière du mélange, en fonction de la production du coulage. En principe deux préparations de 16 tonne de MP nouvelles par jours.

Contrôle de la barbotine : doit être toujours constante, ce qui dérive des points suivants :

- Exactitude des passages des MP nouvelles et de la quantité d'eaux et d'aditifs.
- Respect des temps de dissolution et de permanence dans les cuves.
- Constance des additions des retours et de barbotine des rebuts.
- Contrôle soigné et contenue les caractéristiques soit en préparation soit en utilisation, fait toujours au même temps et de la même manière de la part du

laboratoire. le chef d'atelier doit se préoccuper que ce contrôle soit fait régulièrement  
apportions des corrections nécessaires.

➤ Les contrôles à faire sont principalement :

1. Densité
2. Viscosité

a) broyage du quartz :

La préparation, sur la base de la « fiche de pesée » mesure le volume d'eau nécessaire a l'aide d'un compteur a eau divisé une quantité déterminée de kaolin tamazert. Puis pesé le quartz et le versé dans le moulin. Réglé le compteur et met en marche le broyeur jusqu'à l'obtention d'un résidu de 6 % +/- 2 la préparation déverse le jus de quartz de deux moulins dans une des quatre cuves et enregistre l'opération sur le registre de pesé de quartz.

b) délayage d'argile :

La préparation, sur la base de la « fiche de pesée » déverse le volume d'eau mesuré avec précision dans la turbodélayeur, déverse ensuite la quantité nécessaire de carbonate de soude et silicate de soude l'une après l'autre, d'échange la quantité d'argile dure un heur et demi à deux heurs. Le jus d'argile obtenus ainsi dans deux turbodélayeurs, est tamisé dans une des quartes cuves, le préparateur enregistre l'opération sur le «registre de pesée »

Tamissage de jus d'argile : La préparation procéde au tamissage de l'argile délayée a travers les vibrations 2500 mailles / cm.

c) mélange :

La préparation, sur la base de la « fiche de pesée » procéder au déchargement des quantités précises de kaolin (remblend, L.P.C et tamazert) et de feldspath (sodique et potassique) dans la cuve de dissolution ou a été déversé le jus d'argile et jus de quartz. La totalité des matières et soumise a l'agitation pendant une durée de 18-20 h le préparateur enregistrer l'opération sur le « registre de pesées ».

d) Tamissage du mélange :

Le préparateur traverse le mélange aux cuves d'homogénéisation par voie de tamissage à l'aide d'un vibrotamis de 930 mailles /cm<sup>2</sup>.

e) Homogénéisation :

Le préparateur procède au transfert de la barbotine fraiche et de vidage déjà tamisé, mélangé à travers le vibrotamis 930 mailles/cm<sup>2</sup>. Dans les cuves d'homogénéisation

l'agitation est continue (18-24 h) le préparateur enregistre l'opération sur le registre de contrôle et correction.

Tamissage de la barbotine homogénéisée : le préparateur procède au tamissage de la barbotine homogénéisée à travers le vibrotamis de 930 mailles/cm<sup>2</sup>. Pour la transférer aux cuves de dépôts.

f) Maturation :

La barbotine homogénéisée et tamisée est transvasée dans les dépôts, laisser sous une agitation lente pendant une durée de 18-24h le préparateur enregistre l'opération sur le registre de contrôle et correction.

g) Stockage :

Le préparateur procède au transfert de la barbotine vers les cuves de stockages afin de l'utiliser ultérieurement dans l'atelier de coulage.

II.2.2.2. liaison avec l'atelier coulage :

- Indication journalière des temps formation épaisseur.
- Connaissance des difficultés et des défauts qui se relèvent.
- Connaissance du taux de rebuts.
- Contrôle des appareillages : Contrôle régulier et continu du correct fonctionnement des différents appareillages et machines, et demande des interventions nécessaires à leurs entretiens.

a) Dépoussiérage :

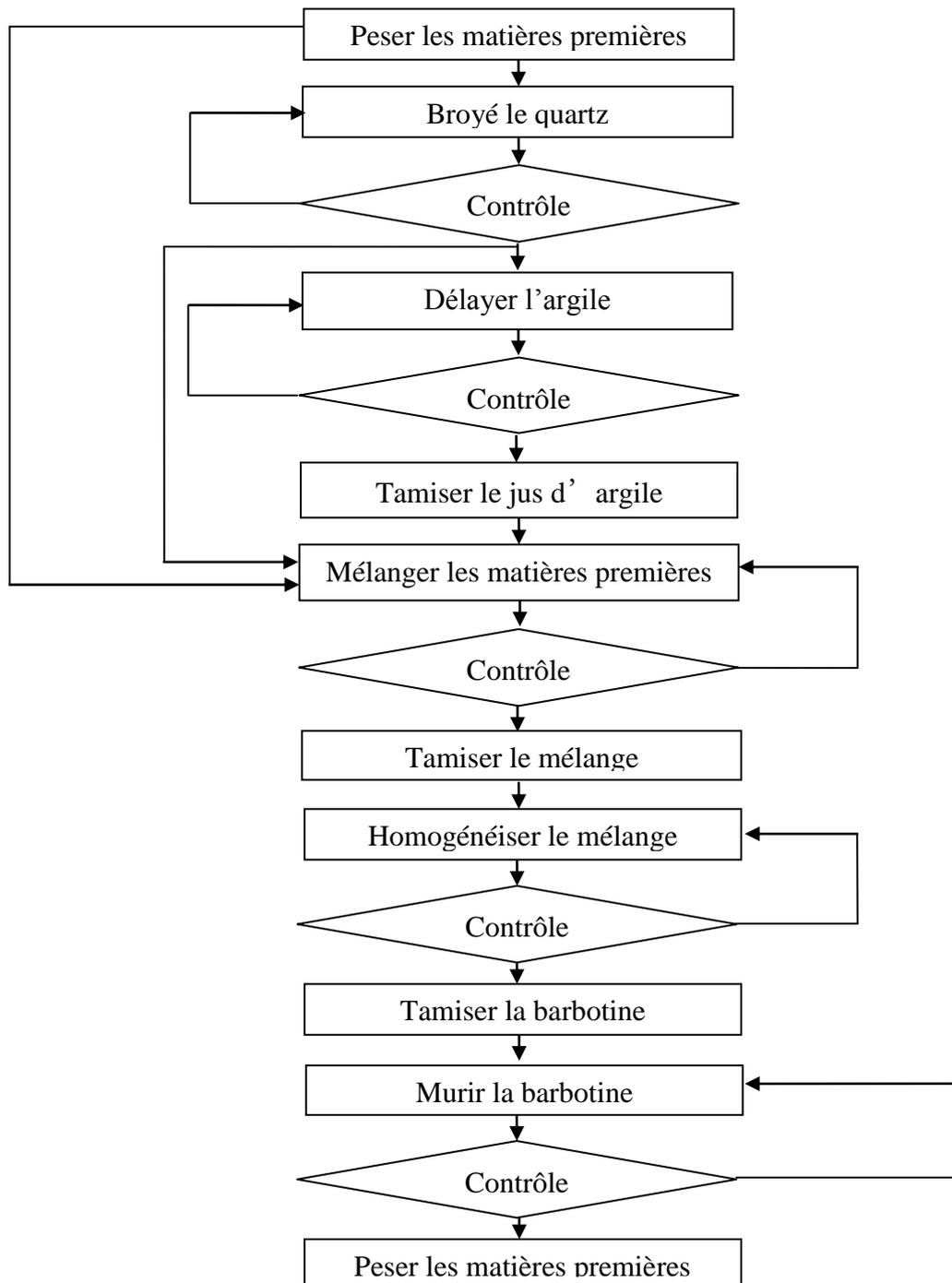
Nettoyage de la prise d'air fréquent. Toutes les prises doit êtres fermées, sauf que pour les places utilisées pour le seul temps de travail de chaque place.

b) Quantités d'eau :

La quantité d'eau à utiliser pour le broyage est liée au type de produit à broyer, à la viscosité, à la dureté, a la densité demandée et à l'adjonction d'éventuels correctifs telle que des fluidifiants.

Normalement le pourcentage d'eau de broyage correspond au (30-40 %) du poids du produit humide broyé, ce qui correspond environ au (22-30 %) du volume utile du moulin.

**N.B :** le moulin ne doit jamais être chargé complètement, mais il doit rester vide pour environ de (20-25 %) du volume utile total.



**Figure. II.3.** Organigramme de l'atelier de préparation de la barbotine

### II.2.3 Atelier de coulage :

#### II.2.3.1 Définition de coulage (moule plâtre) :

Opération consistant à mettre une pièce en forme. En remplissant un moule poreux d'une pâte liquide appelée barbotine. Au contact de la surface du moule. La succion de celui-ci sur le liquide suspensif entraîne le dépôt des particules céramiques. L'épaisseur de matière déposée augmente avec le temps de séchage jusqu'à disparition totale du liquide. Dans le cas du coulage à ciel ouvert. Un revidage de la barbotine en excès est effectué lorsque l'épaisseur désirée de la pièce est atteinte. Dans le cas du coulage entre deux plâtres. Le remplissage du moule est assuré par une nourrice. L'intégralité de la barbotine sèche à l'intérieur du moule pour former une pâte homogène.

Le remplissage du moule doit être lent et constant jusqu'à ce que l'entonnoir de remplissage soit bien rempli. Quand cela est possible le coulage doit être toujours pratiqué de bas en haut (en source) préféré au coulage d'en haut en bas (en cascade). Le remplissage est plus régulier et évite un risque d'inclusion d'air. Attention particulière doit être prise à propos des points de rencontre ou la barbotine arrive de deux voies. En relation avec la forme et la configuration de la pièce et avec les caractéristiques de la barbotine ces points peuvent devenir délicats (points faibles) alors il sera nécessaire de changer les points ou les points d'alimentation ainsi que la position du moule sur le blanc.

Les entonnoirs d'alimentation doivent être continuellement remplis au fur et à mesure que le moule absorbe l'eau de la barbotine et en conséquence le niveau dans les entonnoirs baisse.

Faire bien attention d'éviter qu'une panne « superficielle » devienne un obstacle pour une alimentation continue et active.

Avant de commencer le coulage, il est nécessaire de déboucher chaque tuyau et faire couler autant de barbotine qu'il est nécessaire pour être certain que le tuyau est débouché complètement c.à.d. que la barbotine coule normalement et sans arrêt, sinon cela pourra conduire à un coulage irrégulier avec possibilités d'inconvénient successifs de divers genres.

### II.2.3.2 L'opération de coulage :

C'est à la couleur qu'on confie généralement les opérations suivantes :

Assemblage du moule, Coulage proprement-dit, Extraction de la pièce obtenue et le finissage de celle-ci les notices de travail de caractère général sont égaux pour toutes les pièces. Pour chacune des pièces on indiquera après les détails et les notices particulières.

## a) Assemblage du moule :

Le moule doit être nettoyé et assemblé au dernier moment. Juste avant l'opération de coulage. Pour prolonger autant que possible le séchage et pour une majeure assurance de nettoyage.

Avant l'assemblage du moule les surfaces doivent être humidifiées avec de l'eau sale de barbotine dans le but d'empêcher aux parois correspondantes des pièces. De se détacher une moule avant le temps nécessaire. Tandis que les surfaces qui travaillent à « double épaisseur » doivent être « poudrées » avec de la poudre de talc. Pour un meilleur détachement des pièces au moment de son extraction. Le fait de râper les surfaces actives deux moules avec papier abrasif doit être à l'occurrence adopté. Mais avec les précautions nécessaires.

## b) Coulage des pièces :

Si le coulage n'est pas fait suivant les règles indiquées on trouve les défauts suivants :

- Tache de coulage à l'intérieur des bassins ou bien sur les pièces en générale par point de coulage erroné. le défaut est souvent aussi évident à l'état cuit que la pièce ne peut pas être commerciale.
- Concentration d'air causant des bulles et des vides sur des parties fonctionnelles de la pièce.

Une autre opération qui doit être faite soigneusement est le remplissage des entonnoirs adaptés comme hauteur et capacité. Le non accomplissement de cette norme cause des bosses aux pièces ou bien des pièces éclatées pendant la cuisson.

## c) Vidage :

On ne doit pas ni l'anticiper ni le retarder. Il faut le faire au moment juste déterminé suivant le temps de formation épaisseur et en tenant compte du moule et du temps employé pour le coulage. On évite ainsi des épaisseurs libres trop minces. Non fermeture de quelques parties par prévues. Avec préjudice pour le fonctionnement de la pièce.

## d) Démoulage :

Outre les notices normales déjà données. On recommande :

- de nettoyer la plaque. pour éviter de salir avec des déchets ou d'autres corps étrangers, la pièce a bien abimer la surface que autrement n'aurait pas besoin de retouches.

- remplacer exactement la plaque et la mettre à l'étau bien pour éviter des coups et des déformations à la pièce pendant l'opération de rotation

e) Finissage :

Le finissage ainsi dit à vert (trou console et ébarbage de la partie à mur) doit tenir compte de la consistance de la pièce et par conséquent doit être fait le plus tard possible. C'est-à-dire pendant la dernière heure de travail (de 15.30 à 16.30).

Le deuxième finissage (à faire le jour suivant de coulage) est également bien expliqué au point. La remarque qu'on peut faire est d'éviter toutes les opérations inutiles et d'effectuer l' :

- Ebarbage à l'aide de curette droite ou recourbée de 0.15mm.
- Eponger la pièce par des éponges synthétiques souples.

## II.2.4 Atelier d'émaillage :

### II.2.4.1 Définition des émaux :

Terme générale désignant un revêtement vitreux (non cristallin) obtenu par fusion d'une composition céramique sur un support céramique ou non.

### II.2.4.2 Préparation des émaux :

a) Email de base blanc (ou email opaque de couleur blanche) :

La composition indicative de l'email est suivante. Pour chaque moulin on charge les quantités suivantes :

**Tableau. II.1.** La composition du mélange de l'email opaque

Les matières	Humidité %	Quantités Kg	Pourcentage %
Feldspath NA	0,25	351	29,20
Quartz	0,25	371	30,87
Carbonate de calcium	-	130	10,82
Dolomite	-	95	7,90
Zircosil CFT5	-	130	10,82
Oxyde de zinc	-	30	2,50
Kaolin remblend	5,3	95	7,90

### Additifs :

- Eau : 420-460 litre → 42.50 parties /100 de sec (en poids)
- Chlorure de cobalt 100 g 0.01% en poids

Les broyeurs à boulet peuvent broyer de 1300 à 1500 kg /24h de matériaux.

En considération de la production d'émail nécessaire, on préfère pour chaque moulin chargé 1100kg d'émail de base pour émaillage à blanc.

Après l'émail est broyé pour (18-22h) environ, jusqu'à avoir un résidu 1.4% sur un tamis de 1000 mailles.

Le poids de l'émail par litre est vidé dans une cuve entourées de 3000 litres et soumis à agitation lente. Le déchargement est fait à travers un tamis avec grille de 2500 mailles pourvu de filtre magnétique chaque cuve de 3000 litres pour contenir l'émail fait dans trois moulins.

Après le passage de l'émail dans les tamis avec un filtre magnétique, on fait un prélèvement d'émail de chaque moulin pour contrôler la qualité de ce dernier. Le dépôt d'émail est transféré dans les réservoirs en plastique de service, après un autre tamisage.

b) Email de base blanche pour colorer(ou émail transparent) :

La préparation des émaux colorés, est faite selon un des procédés suivants :

150kg d'émail blanc sont chargés dans les moulins pour l'émail coloré, additionnés de la quantité de couleur nécessaire pour confectionner 400 kg d'émail coloré. Le contenu du moulin est broyé et ensuite déchargé dans une cuve qui contient les 250 kg d'email blanc qui restent pour compléter les 400 kg. La couleur et l'émail sont après homogénéisés en mélangeant avec agitateur mobile à colonne de type CMC pendant au moins 2 heures. On ajoute, après les 6.66 kg de colle « poudre optapix (CF1000G+C50G) ».la mixture suit alors le même procédé que l'émail blanc.

Les matières premières pour l'émail base blanche, sont chargées dans les moulins des émaux colorés suivant les pourcentages fixés:

**Tableau II.2.**la composition du mélange d'émail transparent pour colorer

Les matières premières	Humidité %	Quantités Kg	pourcentage %
Feldspath NA	0,25	351	34,86
Quartz	0,25	261	25,92
Carbonate de calcium	-	100	9,93
Dolomite	-	80	7,94
Zircosil CFT5	-	90	8,94
Oxyde de zinc	-	30	2,98

Kaolin remblend	5,3	95	9,43
-----------------	-----	----	------

Aditifs :

Eau : 420-460 litre      42.50 parties /100 de sec (en poids)

## c) Emaux colorés :

La composition des émaux colorés, considérés dans le contrat d'usine d'EL-MILIA

- Couleur Bleu de ciel et Marron :

**Tableau. II.3.** La composition du mélange d'email marron et bleu ciel

Quantité d'email blanc pour colorer	Marron		Bleu ciel	
	Quantité (Kg)	%	Quantité (kg)	%
50 Kg	3	6	1.25	2.5

- Couleur bleu marine :

**Tableau. II.4.** La composition du mélange d'email vert ,bleu et noir

Quantité d'email blanc pour colorer (Kg)	vert		Bleu		Noir	
	Quantité (g)	%	Quantité (g)	%	Quantité (g)	%
50	165	0.33	350	0.7	65	0.13

- Couleur verte

Bleu ciel      120/403      1.73/100 partie d'email blanc

Jaune      130/200      2.16/100 partie d'email blanc

- Couleur jaune :

Jaune      k 227      0.40/100 partie d'email blanc

Jaune      FK 709      1.60/100 partie d'email blanc

- Couleur rose :

Rose (pink) E 99

2.31/100 partie d'email blanc

II.2.4.3 Préparation de bain d'email :

Chaque réservoir peut contenir 300 kg d'email auquel on ajoute environ 3 kg de solution d'adhésif (la colle) pour l'email transparent et 5 kg pour Email transparent.

**Tableau .II.5.** Préparation de l'email avec la colle

	Email opaque	Email transparent
Email	300 Kg	300 Kg
Poudre optapix (CF1000G+ C50G)	5 Kg	-
Poudre optapix C50G	-	3 Kg

L'adhésif et email sont homogénéisés en mélangeant avec les agitateurs mobiles en rotation. Dans ce moment l'email est prêt pour être transféré dans les réservoirs d'arrosage après tamisage avec un tamis de 400 mailles/cm<sup>3</sup>. Le délayage de ce matériel est lent (regonflement colloïdal) et demande de mélanger pendant 8 heures au moins. A cet effet on peut utiliser comme cuve une citerne en plastique de 400 l et comme mélangeur un des mélangeurs mobiles en rotation.

L'organigramme des étapes de fabrication des émaux est représenté dans la figure.II.x

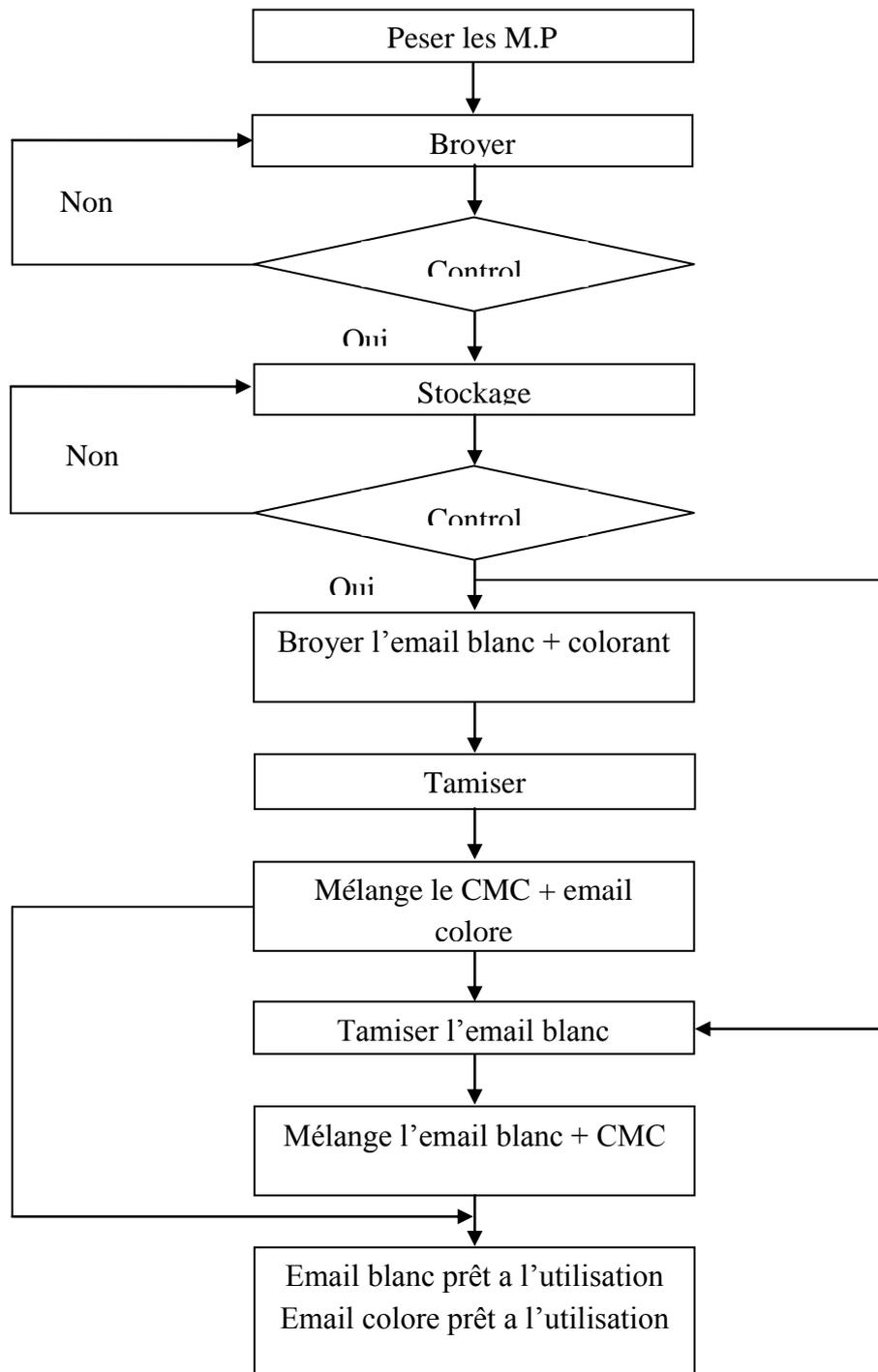


Figure.II.4. Organigramme de préparation des émaux

## II.2.5 Atelier cuisson :

### II.2.5.1 Description et caractéristiques de four :

Le four chariot est un four-tunnel continu.

Le matériau à cuire est chargé sur les chariots (partie inférieure métallique et supérieure en réfractaire) qui est poussés dans le four en glissant sur rail, parcourant le tunnel en avançant progressivement, passant au fur et à mesure par les phases de préchauffage, de cuisson et de refroidissement de façon que le produit traité sorte du four pratiquement froid et dans des conditions qui permettent de le manier assez tôt.

Le four à demi moufle permet d'éviter en général le contact direct et nuisible des flammes avec le matériel à traiter, mais, une fois terminée la combustion, les produits de la combustion sont mis directement en contact avec le produit de façon à avoir un échange de chaleur plus directe et actif, voir plus économique.

Si pourquoi il est extrêmement important, dans le choix du combustible, de tenir compte des résultats de traitement du produit, ainsi que de la présence d'impuretés gazeuses et solide et des exigences du matériel à cuire. Pour être en mesure de régler correctement un four et de la maintenir ensuite dans les conditions de fonctionnement les plus appropriées pour le matériel à traiter, il est indispensable de bien connaître les caractéristiques du four, la circulation des fluides (air, gaz, fumées) à l'intérieur, et le fonctionnement des organes de régulation et de contrôle installés ainsi que leur influence sur le réglage générale du four.

La cuisson est faite dans 4 fours tunnels demi soufflés, ayant les caractéristiques suivant :

**Tableau. II.5.** Les caractéristiques des fours tunnels demi soufflés

Largeur	950 mm
Hauteur	1500 mm
Longueur	75 m
Longueur des chariots	1840 mm
Température maximal	1290°C
Température de cuisson	1250°C
Densité de charge pièces/chariots	12
Cycle de cuisson	21 Heures
Consommation en gaz méthane/24heures	2550 m.c
Wagonnets dans chaque four	42
Bruleurs pour four	12

En ce qui concerne le fonctionnement il faut se référer aux instructions détaillées. Le diagramme temps température est celui indiqué dans les positions latérales et centrales. Les cônes sont disposés sur des petites plaques ayant inclinaison standard et pour chaque petite plaque en emploi 3 cônes, respectivement les numéros : 7 ; 8 et 9.

#### II.2.5.2 Normes générales à observer dans l'atelier de cuisson :

##### a) Fours :

La marche des fours doit être la plus uniforme possible : c'est-à-dire que l'introduction et l'extradition des wagonnets doit être faites au temps prévu, automatiquement est capable de mentir les conditions et les températures de la marche et aucune intervention extra ordinaire n'est nécessaire.

En principe le four ne doit pas être touché sans des raisons sérieuses, à examiner avec le responsable montre.

On doit au contraire s'assurer que toutes appareillage du four soient toujours en bonne condition de fonctionnement et demander l'intervention de l'entretien des qu'on relève une défaillance.

##### b) Wagonnets :

On doit contrôler continuellement l'efficacité des wagonnets, leur roulement, l'état des réfractaires et des plans de charge et envoyer a la réparation, l'état des réfractaires et des plans de charge et envoyer a la réparation, tous les wagonnets défectueux.

Un wagonnet en mauvais état ne doit pas absolument entrer dans le four, pour éviter des dangers de blocage ou chutes dans le four, qui seraient extrêmement dangereux.

##### c) Nettoyage des wagonnets :

Avant de charger les wagonnets, il faut les nettoyer et débarrasser des déchets et matériaux différent soit sur le plans de charge que sous le même.

##### d) Charge de wagonnets :

La charge, comme on a déjà dit, doit être uniforme et constante c'est-à-dire que tous les wagonnets doivent avoir le même poids de charge et un uniforme remplissage de la section transversale.

A ce propos il faut que le chef se préoccupe qu'on prépare le stock pour les fins semaines et qu'il signale par temps l'insuffisance éventuelle aux responsables de production, pour évité de devoir réduire la charge à la fin de semaine.

Avant d'effectuer la charge en doit contrôlé que l'alumine sur le plan de charge soit suffisant.

Les pièces doivent être chargées régulièrement, d'une façon stable et employant les moyens de charge appropriés, pour éviter des chutes, des déformations et des appuiement, toujours dangereux.

On relève en particulier le manque des pièces d'enfournement appropriés et l'emploi dangereux de supports remédiés et pas valables. C'est indispensable de réintégrer les supports expressément étudiés et pour lesquelles les moules avaient été préparés.

e) Extraction des wagonnets du four :

On doit tirer seulement un wagonnet à la fois pas plus.

f) déchargement des pièces et sélection des rebuts :

Tous les défauts de cuisson et de chargement doivent être reportés au responsable de l'atelier au plus tôt.

Pour les autres défauts qui dépendent de la production, on doit remettre jour par jour les pièces défectueuses pour l'examen de part des responsables des différents ateliers.

Si la situation des défauts est sérieuse, on doit la signaler tout de suite pour anticiper la prise des mesures nécessaires.

On ne doit pas envoyer au choix les pièces qui sont des évidents rebuts.

Les pièces considérées bonnes passent au choix pour l'examen final.

g) Entretien des wagonnets :

L'entretien des wagonnets continu et bien fait c'est une règle très importante pour éviter des dangereuses conséquences dans la marche des fours et pour augmenter leur durée.

Les roulements doivent être sans blocage, les gardes, les gardes sables droites et pas déformées, les garnitures de tenue entre les wagonnets à leur place et en ordre, les maçonneries en bon état de conservation et les plans de charge à leur place, avec les dalles en bonnes conditions et retournées de temps en temps à cause de leur encombrement. On doit observer en particulier qu'elles soient bien supportées, bien alignées et sortent pas l'encombrement limite fixé.

### II.2.5.3 Les réactions chimiques dans le four :

C'est l'opération finale et décisive des produits céramique et réfractaires puisque leurs qualités en dépendent considérablement. La cuisson d'une pâte réfractaire conduit à des différentes transformations cristallines au sein de mélange constitutif.

Les principaux facteurs qui influent sur la cuisson sont :

- La température.
- L'atmosphère du four.
- La durée de cuisson.

La durée de cuisson d'un chariot est de 21h et chaque 30 minute on enfourne et on défourne un chariot.

Il existe plusieurs types de four dans l'industrie céramique et réfractaire mais le plus adapté est le four tunnel qui comporte trois zones principales : Zone de préchauffage, zone de cuisson et la zone de refroidissement.

Cette opération s'effectue dans un four tunnel comportant 42 Chambres successive dont le premier reste vide. Il est divisé en trois zones :

a) Zone de préchauffages :

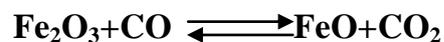
De 40C° à 950C°, elle se divise en deux phases :

- Préchauffages primaire : qui permettent d'éliminer d'eau **hygroscopique** qui n'a pas été évaporée totalement lors du séchage.
- Préchauffages secondaire : qui permettent le départ d'eau de constitution provoque une modification de l'édifice cristalline lors de séchage.

b) zone de cuisson :

De 950C° à 1300C°, elle se divise en deux phase :

- Zone oxydante : qui permet la décomposition des différents oxydes contenus dans la matière l'oxydation se fait dans une atmosphère oxydante avec un excès d'air ou d'oxygène.
- Zone réductrice : qui permet la réduction de l'oxyde ferrique ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) contenu dans la matière première en oxyde de fer ( $\text{FeO}$ ).la réduction se fait dans une atmosphère réductrice en utilisant comme agent de réduction le CO avec un déficit d'air selon la réaction suivante :



Dans cette zone réductrice le feu est réducteur, lorsque les gazes du four contiennent un excès de combustibles ( $\text{CH}_4\dots$ ), c'est-à-dire lorsque il ya un manque d' $\text{O}_2$  ou d'air pour bruler totalement les gaze combustible.

c) Zone de refroidissement :

De 1300°C à 72C° : dans cette zone la température diminue jusqu'à 72C° afin d'avoir la solidité des briques.

La dépendance de la température du four en fonction de sa longueur est représentée dans **(l'annexe II.2)**

## **II.2. processus de fabrication des céramiques sanitaires**

Les étapes de fabrication des céramiques sanitaires passent par plusieurs étapes à savoir :

### **II.2.1. Atelier de modelage :**

#### II.2.1.1. Préparation modèle et moules :

Le travail dans l'atelier modelage comprend 4 opérations fondamentales :

- Fabrication du modèle.
- Fabrication du première moule.
- Fabrication du moule mère.
- Fabrication du moule.

#### II.2.1.2. Fabrication d'un nouveau modèle :

La production du modèle est en plâtre, l'article qu'on veut produire en dimension naturelle, sauf les majorations pour compenser les retraits pendant le séchage, la cuisson et les contre déformation pendant les mêmes phases. L'article à produire pour être représenté par une pièce déjà existante ou par un dessin.

#### II.2.1.3. Fabrication du premier moule :

Sur le modèle on construit « première moule » toujours en plâtre ; il s'agit d'un véritable moule, c'est-à-dire un négatif. Le premier moule est soumis à des essais expérimentaux on coule des pièces pour contrôler que les déformations et les retraits ont été prévus correctement que les opérations de coulage, d'écoulement et démoulage résultent aisées et régulières.

Si nécessaire on effectue sur le premier moule éventuellement en repartant des modèles, les corrections nécessaires.

Le premier moule est composé par une ou plusieurs pièces, suivant la complexité de l'article.

#### II.2.1.4. Fabrication du moule mère :

Chaque pièce composant le premier moule devient maintenant le modèle pour la construction d'un contre moule qui constitue le moule mère.

Le moule mère est fabriqué avec un plâtre spécial lorsqu'on prévoit une production limitée de l'article jusqu'à 10000 pièces environ, ou lorsque au cas d'articles complètement

nouveaux, on prévoit la nécessité d'autres corrections, même après celles exécutées par la suite aux essais faits sur le premier moule, au contraire la production est prévue en grandes quantités et les incertitudes de construction ont même été franchies, le moule mère est habituellement construit en résine époxydique.



**Figure II-1** : Fabrication des moules mères

#### II.2.1.5. Fabrication des moules :

##### a) Préparation du plâtre :

Le plâtre, conservé en sac de cartons dans un endroit sec pendant une période ne dépassant pas 20 ou 30 jours et mélangé avec de l'eau dans un mélangeur sous vide, pendant deux minutes en total. Les proportions en poids sont en générale de 75% en plâtre et 43% en eau, elles peuvent être modifiées dans certaine mesure en relation de la quantité de plâtre et son état de conservation, pour obtenir de toute façon un mélange qui se maintient fluide pendant un temps plutôt long (de 7 à 8 minutes) sans retarder le temps de prise (de 15 à 20 minutes) et obtenir par conséquent pour la pièce finie, une bonne résistance mécanique. Le récipient dans lequel on a préparé le plâtre est transporté au moyen d'un plan au-dessus du point de coulage de transporteur ou sont placés les moules mères qui arrivent successivement, porté par les chariots du transporteur.

Pour ces raisons, la pâte doit être employée dans un délai très bref (de 6 à 7 minutes). Lorsque l'on doit reporter du plâtre sur des moules déjà faits, pour la préparation ou autre la pâte doit être mélangée avec l'eau pour compenser l'absorption de la part de moule.

Pour accélérer le temps de la prise, une agitation ultérieure à la main d'une partie de la pâte dans un seau ou autre récipient est nécessaire.

##### b) Préparation du moule mère :

Nous avons déjà vu que le moule mère est composé par des différents éléments, un pour des parties qui composent le moule et chaque élément peut être composé par plusieurs pièces

différentes .avant le montage, chaque pièce doit être nettoyée soigneusement et lubrifiée sur sa cote active, au but de faciliter la séparation du moule produit à la fin de l'opération.

Pour les moule mères en résine, la lubrification peut aussi se faire par du kérosène, tandis que pour celles en plâtre on préféré habituellement le savon liquide.

Avant de composer et serré les différents éléments il faut mettre en place dans les positions prévues, les poussoirs de référence (males et femelles), les lunettes, (sièges des écrous des tirants), les armatures de renforcement, les petite tuyaux pour le coulage (ou ils existent), le d'écoulage, les prises et les sorties de l'air.

En ce qui concerne les poussoirs, les références se trouvent sur les pièces du moule mère, étant constitués par le poussoir complémentaire (femelle pour le male, male pour la femelle).le poussoirs du moule à fabrique est tenu en place au moyen d'une pate quelconque, faiblement collante.

Les lunettes sont forcées dans les bandes en caoutchouc placées dans le moule mère, pour déterminer dans le moule le siège, dans lequel passera le tirant. Les armatures, qui resteront prolongées dans le plâtre, sont tenues séparées du moule mère au moyen d'entretoises en plâtre, qui resteront à leur fois encastrés dans le moule.

En ce qui concerne les petits tuyaux, le moule mère prévoit déjà les logements pour les supports provisoires des tuyaux mêmes.

Les supports sont composés par d'autres tuyaux ou par des fers ronds ayant diamètre légèrement plus petit que celui du tuyau à encastrer dans le moule, de façon qu'ils puissent faire à un travail fini.

Le serrage de chaque élément sur le plan horizontal est fait en générale au moyen d'une ceinture en bande de fer, mises-en tension par des coins de bois ; sur le plan verticale cela est obtenu au moyen de étaux.

#### ➤ Coulage, démoulage, finissage, montage :

Le récipient contenant le mélange de plâtre, termine dans un tuyau en caoutchouc maintenu fermé normalement par une pièce, en ouvrent laquelle le mélange peut sortir et, a travers le tuyau convenablement remplacé, remplir le moule mère.

Pour un remplissage plus régulier, il peut être convenable, si possible d'imprimer au moule mère quelques secousses.

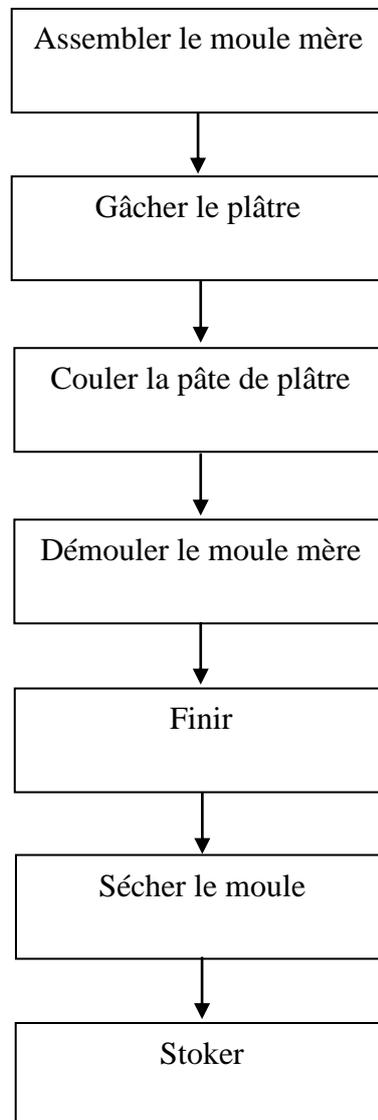
Pour ce fait, la pâte de plâtre doit être employée dans 6 ou 7 minutes de sa préparation.

Dans les 15-20 minutes successives le plâtre aura fait prise : l'augmentation de la température, qu'on peut contrôler à la main en sera l'épreuve.

A ce moment la ou peut procéder au démoulage ; un délai dans cette opération, même si prolongé, n'est pas préjudiciable. Pour facilité le démoulage d'un marteau en caoutchouc il ne faut l'introduction d'air comprimé dans les canaux éventuellement prévus dans le moule mère est généralement efficaces.

Au démoulage suit le finissage qui consiste dans l'élimination des bavures et d'autre imperfection éventuelles (trous, inclusions).

Pour empêcher que déformation successives dans l'une ou l'autre partie du moule en rendent difficile ou même impossible le montage, il est une bonne règle de monter et serrer le moule justement après en avoir complété le finissage.



**Figure II-2 : ORGANIGRAMME DE L'ATELIER DE MODELAGE**

## II.2.2 Atelier de la barbotine :

### II.2.2.1 préparation du mélange :

Préparation journalière du mélange, en fonction de la production du coulage. En principe deux préparations de 16 tonne de MP nouvelles par jours.

Contrôle de la barbotine : doit être toujours constante, ce qui dérive des points suivants :

- Exactitude des passages des MP nouvelles et de la quantité d'eaux et d'aditifs.
- Respect des temps de dissolution et de permanence dans les cuves (voir instruction monter).
- Constance des additions des retours et de barbotine des rebuts.
- Contrôle soigné et contenue les caractéristiques soit en préparation soit en utilisation, fait toujours au même temps et de la même manière de la part du laboratoire. le chef d'atelier doit se préoccuper que ce contrôle soit fait régulièrement apports des corrections nécessaires.
- Les contrôles à faire sont principalement :
  1. Densité
  2. Viscosité

#### a) broyage du quartz :

La préparation, sur la base de la « fiche de pesée » mesure le volume d'eau nécessaire a l'aide d'un compteur a eau divisé une quantité déterminée de kaolin tamazert. Puis pesé le quartz et le versé dans le moulin. Réglé le compteur et met en marche le broyeur jusqu'à l'obtention d'un résidu de 6 % +/- 2 la préparation déverse le jus de quartz de deux moulins dans une des quatre cuves et enregistre l'opération sur le registre de pesé de quartz.

#### b) délayage d'argile :

La préparation, sur la base de la « fiche de pesée » déverse le volume d'eau mesuré avec précision dans la turbodélayeur, déverse ensuite la quantité nécessaire de carbonate de soude et silicate de soude l'une après l'autre, d'échange la quantité d'argile dure un heur et demi à deux heurs. Le jus d'argile obtenus ainsi dans deux turbodélayeurs, est tamisé dans une des quartes cuves, le préparateur enregistre l'opération sur le «registre de pesée »

Tamisage de jus d'argile : La préparation procéde au tamisage de l'argile délayée a travers les vibrations 2500 mailles / cm.

## c) mélange :

La préparation, sur la base de la « fiche de pesée » procéder au déchargement des quantités précises de kaolin (remblend, L.P.C et tamazert) et de feldspath (sodique et potassique) dans la cuve de dissolution ou a été déversé le jus d'argile et jus de quartz. La totalité des matières et soumise a l'agitation pendant une durée de 18-20 h le préparateur enregistrer l'opération sur le « registre de pesées ».

## d) Tamisage du mélange :

Le préparateur traverse le mélange aux cuves d'homogénéisation par voie de tamisage à l'aide d'un vibrotamis de 930 mailles /cm<sup>2</sup>.

## e) Homogénéisation :

Le préparateur procède au transfert de la barbotine fraîche et de vidage déjà tamisé, mélangé à travers le vibrotamis 930 mailles/cm<sup>2</sup>. Dans les cuves d'homogénéisation l'agitation est continue (18-24 h) le préparateur enregistre l'opération sur le registre de contrôle et correction.

Tamisage de la barbotine homogénéisée : le préparateur procède au tamisage de la barbotine homogénéisée à travers le vibrotamis de 930 mailles/cm<sup>2</sup>. Pour la transférer aux cuves de dépôts.

## f) Maturation :

La barbotine homogénéisée et tamisée est transvasée dans les dépôts, laisser sous une agitation lente pendant une durée de 18-24h le préparateur enregistre l'opération sur le registre de contrôle et correction.

## g) Stockage :

Le préparateur procède au transfert de la barbotine vers les cuves de stockages afin de l'utiliser ultérieurement dans l'atelier de coulage.

II.2.2.2. liaison avec l'atelier coulage :

- Indication journalière des temps formation épaisseur.
- Connaissance des difficultés et des défauts qui se relèvent.
- Connaissance du taux de rebuts.

- Contrôle des appareillages : Contrôle régulier et continu du correct fonctionnement des différents appareillages et machines, et demande des interventions nécessaires à leurs entretiens.

a) Dépoussiérage :

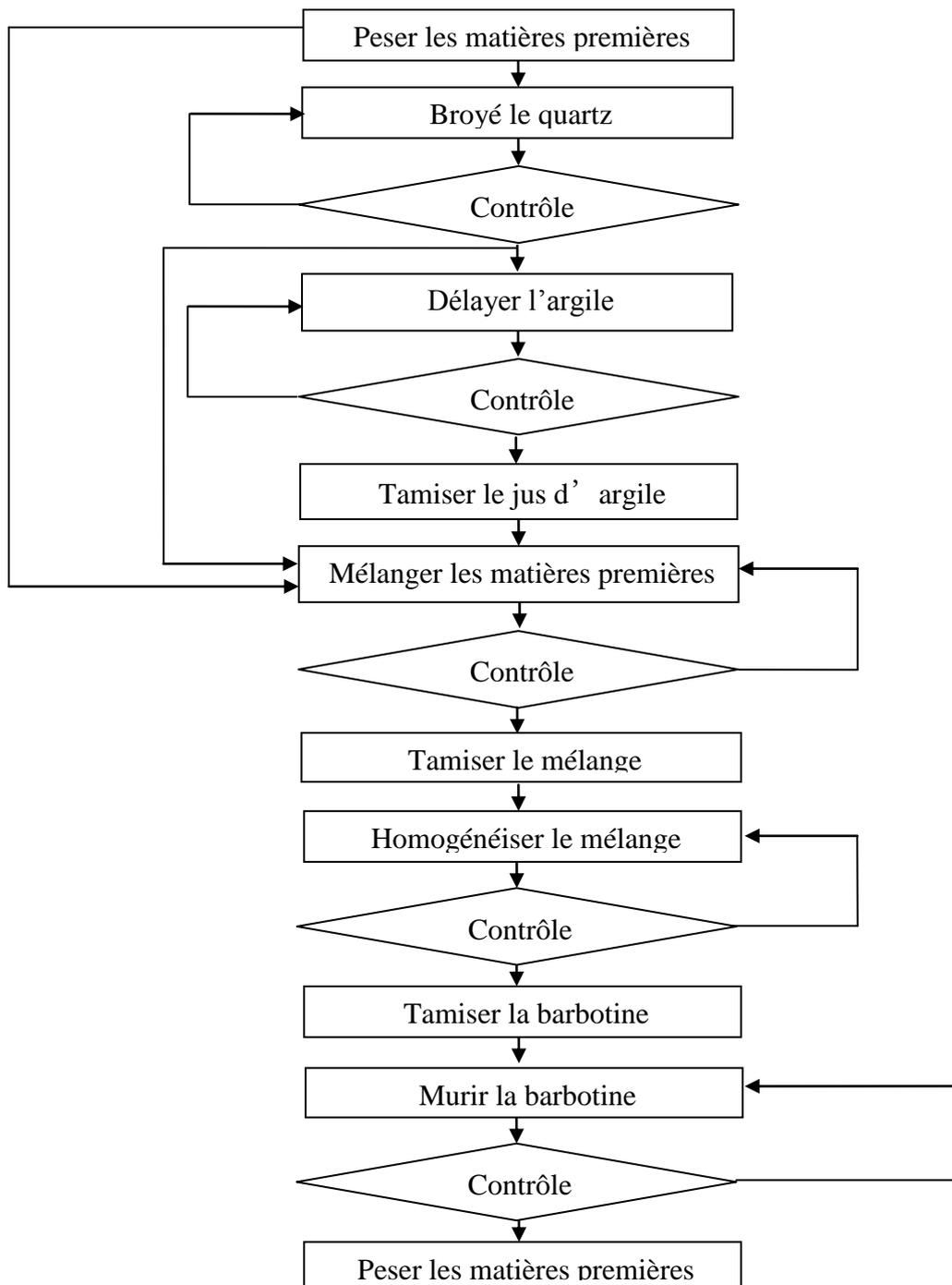
Nettoyage de la prise d'air fréquent. Toutes les prises doit êtres fermées, sauf que pour les places utilisées pour le seul temps de travail de chaque place.

b) Quantités d'eau :

La quantité d'eau à utiliser pour le broyage est liée au type de produit à broyer, à la viscosité, à la dureté, a la densité demandée et à l'adjonction d'éventuels correctifs telle que des fluidifiants.

Normalement le pourcentage d'eau de broyage correspond au (30-40 %) du poids du produit humide broyé, ce qui correspond environ au (22-30 %) du volume utile du moulin.

**N.B :** le moulin ne doit jamais être chargé complètement, mais il doit rester vide pour environ de (20-25 %) du volume utile total.



**Figure. II.3.** Organigramme de l'atelier de préparation de la barbotine

## II.2.3 Atelier de coulage :

### II.2.3.1 Définition de coulage (moule plâtre) :

Opération consistant à mettre une pièce en forme. En remplissant un moule poreux d'une pâte liquide appelée barbotine. Au contact de la surface du moule. La succion de celui-ci sur le liquide suspensif entraîne le dépôt des particules céramiques. L'épaisseur de matière

déposée augmente avec le temps de séchage jusqu'à disparition totale du liquide. Dans le cas du coulage à ciel ouvert. Un revidage de la barbotine en excès est effectué lorsque l'épaisseur désirée de la pièce est atteinte. Dans le cas du coulage entre deux plâtres. Le remplissage du moule est assuré .Par une nourrice. L'intégralité de la barbotine sèche à l'intérieur du moule pour former une pate homogène.

Le remplissage du moule doit être lent et constant jusqu' à ce que l'entonnoir de remplissage soit bien rempli. Quand cela est possible le coulage doit être Toujours pratiqué de bas en haut (en source) préféré au coulage d'en haut en bas (en cascade). Le remplissage est plus régulier et évite un risque d'inclusion d'air. Attention particulière doit être prise à propos des points de rencontre ou la barbotine arrive de deux voies. En relation avec la forme et la configuration de la pièce et avec les caractéristiques de la barbotine ces points peuvent devenir délicats (points faibles) alors il sera nécessaire de changer les points ou les points d'alimentation ainsi que la position du moule sur le blanc.

Les entonnoirs d'alimentation doivent être continuellement remplis au fur et a mesure que le moule absorbe l'eau de la barbotine et en conséquence le niveau dans les entonnoirs baisse.

Faire bien attention d'éviter qu'une pane « superficiel » devienne un obstacle pour une alimentation continue et active.

Avant de commencer le coulage, il est nécessaire de déboucher chaque tuyau et faire couler autant de barbotine qu'il est nécessaire pour être certain que le tuyau est déboucher complètement c.à.d. que la barbotine coule normalement et sans arrêt, sinon cela pourra conduire a un coulage irrégulier avec possibilités d'inconvénient successifs de divers genres.

#### II.2.3.2 L'opération de coulage :

C'est à la couleur qu'on confie généralement les opérations suivantes :

Assemblage du moule, Coulage proprement-dit, Extraction de la pièce obtenu et le finissage de celle-ci les notices de travail de caractère général sont égaux pour toutes les pièces .pour chacune des pièces on indiquera après les détailles et les notices particulières.

##### a) Assemblage du moule :

Le moule doit être nettoyé et assemblé au dernier moment. Juste avant l'opération de coulage. Pour prolonger autant que possible le séchage et pour une majeure assurance de nettoyage.

Avant l'assemblage du moule les surfaces doivent être humidifiées avec de l'eau sale de barbotine dans le but d'empêcher aux parois correspondantes des pièces. De se détacher une moule avant le temps nécessaire. Tandis que les surfaces qui travaillent à « double épaisseur » doivent être « poudrées » avec de la poudre de talc. Pour un meilleur détachement des pièces au moment de son extraction. Le fait de râper les surfaces actives deux moules avec papier abrasif doit être à l'occurrence adopté. Mais avec les précautions nécessaires.

b) Coulage des pièces :

Si le coulage n'est pas fait suivant les règles indiquées on trouve les défauts suivants :

- Tache de coulage à l'intérieur des bassins ou bien sur les pièces en générale par point de coulage erroné. le défaut est souvent aussi évident a l'état cuit que la pièce ne peut pas être commerciale.
- Concentration d'air causant des bulles et des vides sur des parties fonctionnelles de la pièce.

Une autre opération qui doit être faite soigneusement est le remplissage des entonnoirs adaptés comme hauteur et capacité. Le non accomplissement de cette norme cause des bosses aux pièces ou bien des pièces éclatées pendant la cuisson.

c) Vidage :

On ne doit pas ni l'anticiper ni le retarder. Il faut le faire au moment juste déterminé suivant le temps de formation épaisseur et en tenant compte du moule et du temps employé pour le coulage. On évite ainsi des épaisseurs libres trop minces. Non fermeture de quelques parties par prévues. Avec préjudice pour le fonctionnement de la pièce.

d) Démoulage :

Outre les notices normales déjà données. On recommande :

- de nettoyer la plaque. pour éviter de salir avec des déchets ou d'autres corps étrangers, la pièce a bien abimer la surface que autrement n'aurait pas besoin de retouches.
- remplacer exactement la plaque et la mettre à l'étau bien pour éviter des coups et des déformations à la pièce pendant l'opération de rotation

e) Finissage :

Le finissage ainsi dit à vert (trou console et ébarbage de la partie a mur) doit tenir compte à la consistance de la pièce et par conséquent doit être fait-le plus tard possible. C est-a-dire pendant la dernière heure de travail (de 15.30 a 16.30).

Le deuxième finissage (a faire le jour suivant de coulage) est également bien expliqué au point. La remarque qu'on peu faire est d éviter toutes les opérations inutiles et d'effectuer l' :

- Ebarbage à laide de curette droite ou recourbée de 0.15mm.
- Eponger la pièce par des éponges synthétiques souples.

## II.2.4 Atelier d'émaillage :

### II.2.4.1 Définition des émaux :

Terme générale désignant un revêtement vitreux (non cristallin) obtenu par fusion d'une composition céramique sur un support céramique ou non.

### II.2.4.2 Préparation des émaux :

a) Email de base blanc(ou émail opaque de couleur blanche) :

La composition indicative de l'émail est suivante Pour chaque moulin on charger les quantités suivantes :

**Tableau.II.1.**la composition du mélange de l'émail opaque

Les matières	Humidité %	Quantités Kg	Pourcentage %
Feldspath NA	0,25	351	29,20
Quartz	0,25	371	30,87
Carbonate de calcium	-	130	10,82
Dolomite	-	95	7,90
Zircosil CFT5	-	130	10,82
Oxyde de zinc	-	30	2,50
Kaolin remblend	5,3	95	7,90

### Additifs :

- Eau : 420-460 litre → 42.50 parties /100 de sec (en poids)
- Chlorure de cobalt 100 g 0.01% en poids

Les broyeurs à boulet peuvent broyer de 1300 à 1500 kg /24h de matériaux.

En considération de la production d'émail nécessaire, on préfère pour chaque moulin chargé 1100kg d'émail de base pour émaillage à blanc.

Après l'émail est broyé pour (18-22h) environ, jusqu'à avoir un résidu 1.4% sur un tamis de 1000 mailles.

Le poids de l'émail par litre est vidé dans une cuve entourées de 3000 litres et soumis à agitation lente. Le déchargement est fait à travers un tamis avec grille de 2500 mailles pourvu de filtre magnétique chaque cuve de 3000 litres pour contenir l'émail fait dans trois moulins.

Après le passage de l'émail dans les tamis avec un filtre magnétique, on fait un prélèvement d'émail de chaque moulin pour contrôler la qualité de ce dernier. Le dépôt d'émail est transféré dans les réservoirs en plastique de service, après un autre tamisage.

b) Email de base blanche pour colorer(ou émail transparent) :

La préparation des émaux colorés, est faite selon un des procédés suivants :

150kg d'émail blanc sont chargés dans les moulins pour l'émail coloré, additionnés de la quantité de couleur nécessaire pour confectionner 400 kg d'émail coloré. Le contenu du moulin est broyé et ensuite déchargé dans une cuve qui contient les 250 kg d'email blanc qui restent pour compléter les 400 kg. La couleur et l'émail sont après homogénéisés en mélangeant avec agitateur mobile à colonne de type CMC pendant au moins 2 heures. On ajoute, après les 6.66 kg de colle « poudre optapix (CF1000G+C50G) ».la mixture suit alors le même procédé que l'émail blanc.

Les matières premières pour l'émail base blanche, sont chargées dans les moulins des émaux colorés suivant les pourcentages fixés:

**Tableau II.2.**la composition du mélange d'émail transparent pour colorer

Les matières premières	Humidité %	Quantités Kg	pourcentage %
Feldspath NA	0,25	351	34,86
Quartz	0,25	261	25,92
Carbonate de calcium	-	100	9,93
Dolomite	-	80	7,94
Zircosil CFT5	-	90	8,94
Oxyde de zinc	-	30	2,98
Kaolin remblend	5,3	95	9,43

Aditifs :

Eau : 420-460 litre      42.50 parties /100 de sec (en poids)

c) Emaux colorés :

La composition des émaux colorés, considérés dans le contrat d'usine d'EL-MILIA

➤ Couleur Bleu de ciel et Marron :

**Tableau. II.3.** composition du mélange d'émail marron et bleu ciel

Quantité d'émail blanc pour colorer	Marron		Bleu ciel	
	Quantité (Kg)	%	Quantité (kg)	%
50 Kg	3	6	1.25	2.5

➤ Couleur bleu marine :

**Tableau. II.4.** composition du mélange d'émail vert ,bleu et noir

Quantité d'émail blanc pour colorer (Kg)	vert		Bleu		noir	
	Quantité (g)	%	Quantité (g)	%	Quantité (g)	%
50	165	0.33	350	0.7	65	0.13

➤ Couleur verte

Bleu ciel      120/403      1.73/100 partie d'émail blanc

Jaune      130/200      2.16/100 partie d'émail blanc

➤ Couleur jaune :

Jaune      k 227      0.40/100 partie d'émail blanc

Jaune      FK 709      1.60/100 partie d'émail blanc

➤ Couleur rose :

Rose (pink) E 99      2.31/100 partie d'émail blanc

#### II.2.4.3 Préparation de bain d'émail :

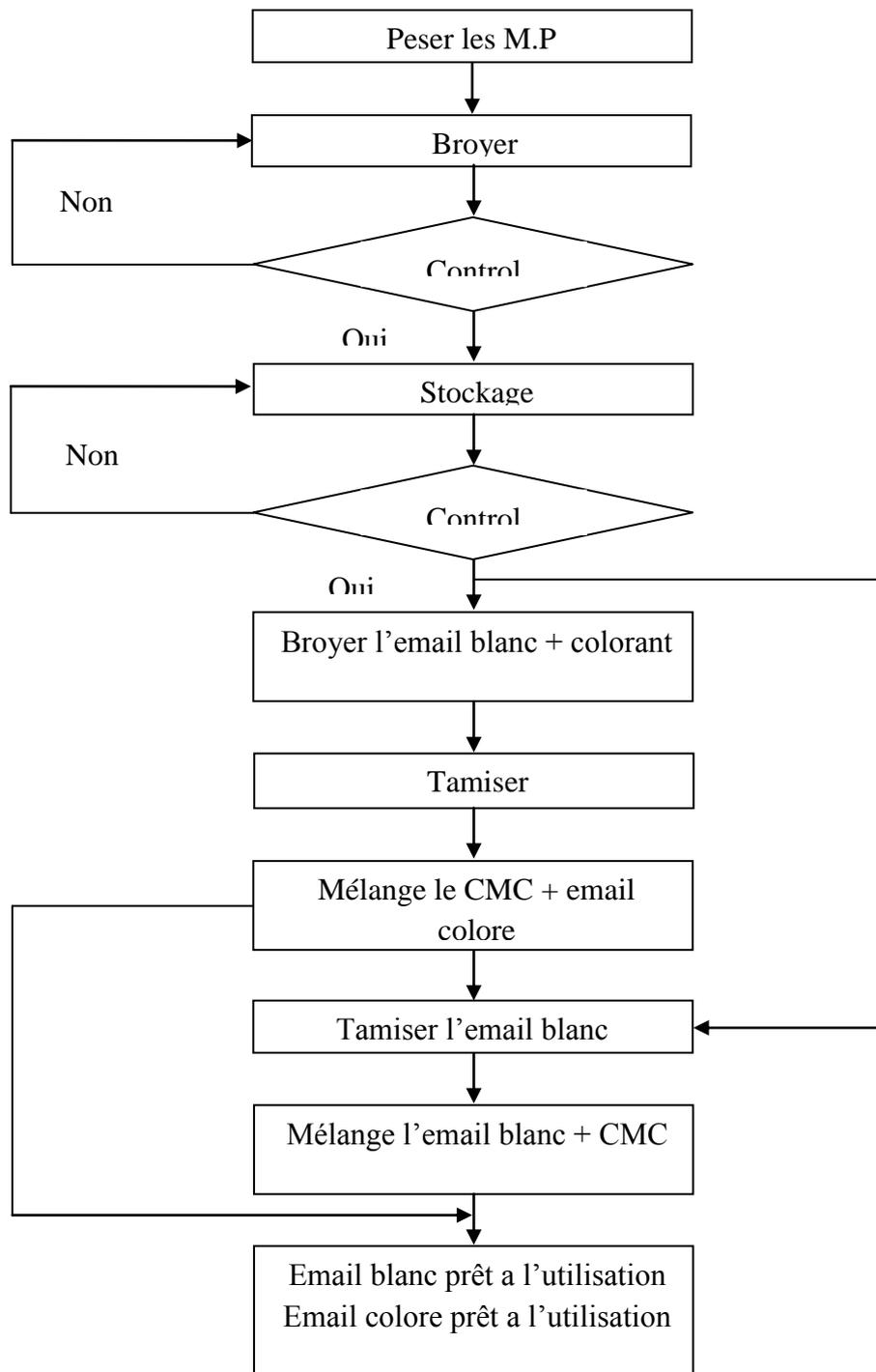
Chaque réservoir peut contenir 300 kg d'émail auquel on ajoute environ 3 kg de solution d'adhésif (la colle) pour l'émail transparent et 5 kg pour Email transparent.

**Tableau .II.5.** Préparation de l'émail avec la colle

	Email opaque	Email transparent
Email	300 Kg	300 Kg
Poudre optapix (CF1000G+ C50G)	5 Kg	-
Poudre optapix C50G	-	3 Kg

L'adhésif et émail sont homogénéisés en mélangeant avec les agitateurs mobiles en rotation. Dans ce moment l'émail est prêt pour être transféré dans les réservoirs d'arrosage après tamisage avec un tamis de 400 mailles/cm<sup>3</sup>. Le délayage de ce matériel est lent (regonflement colloïdal) et demande de mélanger pendant 8 heures au moins. A cet effet on peut utiliser comme cuve une citerne en plastique de 400 l et comme mélangeur un des mélangeurs mobiles en rotation.

L'organigramme des étapes de fabrication des émaux est représenté dans la figure.II.x

**Figure.II.4.** Organigramme de préparation des émaux

## II.2.5 Atelier cuisson :

### II.2.5.1 Description et caractéristiques de four :

Le four chariot est un four-tunnel continu.

Le matériau à cuire est chargé sur les chariots (partie inférieure métallique et supérieure en réfractaire) qui est poussés dans le four en glissant sur rail, parcourant le tunnel en avançant progressivement, passant au fur et à mesure par les phases de préchauffage, de cuisson et de refroidissement de façon que le produit traité sorte du four pratiquement froid et dans des conditions qui permettent de le manier assez tôt.

Le four à demi moufle permet d'éviter en général le contact direct et nuisible des flammes avec le matériel à traiter, mais, une fois terminée la combustion, les produits de la combustion sont mis directement en contact avec le produit de façon à avoir un échange de chaleur plus directe et actif, voir plus économique.

Si pourquoi il est extrêmement important, dans le choix du combustible, de tenir compte des résultats de traitement du produit, ainsi que de la présence d'impuretés gazeuses et solide et des exigences du matériel à cuire. Pour être en mesure de régler correctement un four et de le maintenir ensuite dans les conditions de fonctionnement les plus appropriées pour le matériel à traiter, il est indispensable de bien connaître les caractéristiques du four, la circulation des fluides (air, gaz, fumées) à l'intérieur, et le fonctionnement des organes de régulation et de contrôle installés ainsi que leur influence sur le réglage générale du four.

La cuisson est faite dans 4 fours tunnels demi soufflés, ayant les caractéristiques suivant :

**Tableau. II.5.** Les caractéristiques des fours tunnels demi soufflés

Largeur	950 mm
Hauteur	1500 mm
Longueur	75 m
Longueur des chariots	1840 mm
Température maximal	1290°C
Température de cuisson	1250°C
Densité de charge pièces/chariots	12
Cycle de cuisson	21 Heures
Consommation en gaz méthane/24heures	2550 m.c
Wagonnets dans chaque four	42
Bruleurs pour four	12

En ce qui concerne le fonctionnement il faut se référer aux instructions détaillées. Le diagramme temps température est celui indiqué dans les positions latérales et centrales. Les cônes sont disposés sur des petites plaques ayant inclinaison standard et pour chaque petite plaque en emploi 3 cônes, respectivement les numéros : 7 ; 8 et 9.

#### II.2.5.2 Normes générales à observer dans l'atelier de cuisson :

##### a) Fours :

La marche des fours doit être la plus uniforme possible : c'est-à-dire que l'introduction et l'extradition des wagonnets doit être faites au temps prévu, automatiquement est capable de maintenir les conditions et les températures de la marche et aucune intervention extra ordinaire n'est nécessaire.

En principe le four ne doit pas être touché sans des raisons sérieuses, à examiner avec le responsable montre.

On doit au contraire s'assurer que toutes appareillage du four soient toujours en bonne condition de fonctionnement et demander l'intervention de l'entretien des qu'on relève une défaillance.

##### b) Wagonnets :

On doit contrôler continuellement l'efficacité des wagonnets, leur roulement, l'état des réfractaires et des plans de charge et envoyer à la réparation, l'état des réfractaires et des plans de charge et envoyer à la réparation, tous les wagonnets défectueux.

Un wagonnet en mauvais état ne doit pas absolument entrer dans le four, pour éviter des dangers de blocage ou chutes dans le four, qui seraient extrêmement dangereux.

##### c) Nettoyage des wagonnets :

Avant de charger les wagonnets, il faut les nettoyer et débarrasser des déchets et matériaux différents soit sur les plans de charge que sous le même.

##### d) Charge de wagonnets :

La charge, comme on a déjà dit, doit être uniforme et constante c'est-à-dire que tous les wagonnets doivent avoir le même poids de charge et un uniforme remplissage de la section transversale.

A ce propos il faut que le chef se préoccupe qu'on prépare le stock pour les fins semaines et qu'il signale par temps l'insuffisance éventuelle aux responsables de production, pour éviter de devoir réduire la charge à la fin de semaine.

Avant d'effectuer la charge on doit contrôler que l'alumine sur le plan de charge soit suffisant.

Les pièces doivent être chargées régulièrement, d'une façon stable et employant les moyens de charge appropriés, pour éviter des chutes, des déformations et des appuiement, toujours dangereux.

On relève en particulier le manque des pièces d'enfournement appropriés et l'emploi dangereux de supports remédiés et pas valables. C'est indispensable de réintégrer les supports expressément étudiés et pour lesquelles les moules avaient été préparés.

e) Extraction des wagonnets du four :

On doit tirer seulement un wagonnet à la fois pas plus.

f) déchargement des pièces et sélection des rebuts :

Tous les défauts de cuisson et de chargement doivent être reportés au responsable de l'atelier au plus tôt.

Pour les autres défauts qui dépendent de la production, on doit remettre jour par jour les pièces défectueuses pour l'examen de part des responsables des différents ateliers.

Si la situation des défauts est sérieuse, on doit la signaler tout de suite pour anticiper la prise des mesures nécessaires.

On ne doit pas envoyer au choix les pièces qui sont des évidents rebuts.

Les pièces considérées bonnes passent au choix pour l'examen final.

g) Entretien des wagonnets :

L'entretien des wagonnets continu et bien fait c'est une règle très importante pour éviter des dangereuses conséquences dans la marche des fours et pour augmenter leur durée.

Les roulements doivent être sans blocage, les gardes, les gardes sables droites et pas déformées, les garnitures de tenue entre les wagonnets à leurs places et en ordre, les maçonneries en bon état de conservation et les plans de charge à leur place, avec les dalles en bonnes conditions et retournées de temps en temps à cause de leur encombrement. On doit observer en particulier qu'elles soient bien supportées, bien alignées et sortent pas l'encombrement limite fixé.

### II.2.5.3 Les réactions chimiques dans le four :

C'est l'opération finale et décisive des produits céramique et réfractaires puisque leurs qualités en dépendent considérablement. La cuisson d'une pâte réfractaire conduit à des différentes transformations cristallines au sein de mélange constitutif.

Les principaux facteurs qui influent sur la cuisson sont :

- La température.
- L'atmosphère du four.
- La durée de cuisson.

La durée de cuisson d'un chariot est de 21h et chaque 30 minutes on enfourne et on défourne un chariot.

Il existe plusieurs types de four dans l'industrie céramique et réfractaire mais le plus adapté est le four tunnel qui comporte trois zones principales : Zone de préchauffage, zone de cuisson et la zone de refroidissement.

Cette opération s'effectue dans un four tunnel comportant 42 Chambres successive dont le premier reste vide. Il est divisé en trois zones :

a) Zone de préchauffages :

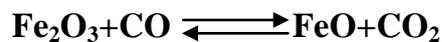
De 40C° à 950C°, elle se divise en deux phases :

- Préchauffages primaire : qui permettent d'éliminer d'eau **hygroscopique** qui n'a pas été évaporée totalement lors du séchage.
- Préchauffages secondaire : qui permettent le départ d'eau de constitution provoque une modification de l'édifice cristalline lors de séchage.

b) zone de cuisson :

De 950C° à 1300C°, elle se divise en deux phase :

- Zone oxydante : qui permet la décomposition des différents oxydes contenus dans la matière l'oxydation se fait dans une atmosphère oxydante avec un excès d'air ou d'oxygène.
- Zone réductrice : qui permet la réduction de l'oxyde ferrique ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) contenu dans la matière première en oxyde de fer ( $\text{FeO}$ ).la réduction se fait dans une atmosphère réductrice en utilisant comme agent de réduction le CO avec un déficit d'air selon la réaction suivante :



Dans cette zone réductrice le feu est réducteur, lorsque les gazes du four contiennent un excès de combustibles ( $\text{CH}_4\dots$ ), c'est-à-dire lorsque il ya un manque d' $\text{O}_2$  ou d'air pour bruler totalement les gaze combustible.

c) Zone de refroidissement :

De 1300°C à 72C° : dans cette zone la température diminue jusqu'à 72C° afin d'avoir la solidité des briques.

La dépendance de la température du four en fonction de sa longueur est représentée dans **(l'annexe II.2)**

### III.1. Introduction

Les compositions chimiques, minéralogiques et paramètres de caractérisation rhéologique, physique et mécanique des matériaux étudiés sont d'une importance primordiale afin de pouvoir aboutir à des matériaux suffisamment denses avec des propriétés raisonnables. Nous nous sommes intéressés à des matériaux actuellement exploités par l'industrie céramique sanitaire Algérienne.

Parmi ces matières on trouve : le kaolin remblend d'Angleterre, le feldspath de Turquie, le sable de « Boussaâda » qui est exploité par l'industrie céramique plus spécialement à La société céramique sanitaire el-Milia et des rejets de céramique. Les propriétés de ces matières et leurs dérivées, sont décrites dans ce chapitre, ainsi que les différentes méthodes d'analyses.

### III.2.Composition chimique et minéralogique des matières premières :

#### III.2.1.Kaolin d'Angleterre (Kaolin RMD):

La kaolinite idéale du point de vue chimique et structural est rare dans la nature. Pour ce travail, nous avons recherché un kaolin aussi proche que possible du cas idéal. Le kaolin RMD de l'Angleterre est un kaolin naturel exploité par la société céramique sanitaire el-Milia.

**Tableau III.1** : Composition chimique du Kaolin remblend

Oxydes (%)	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO	SO <sub>3</sub>	PF
K RMD	48	36,5	1,01	0,05	0,07	0,3	2	0,1	-	-	-	12

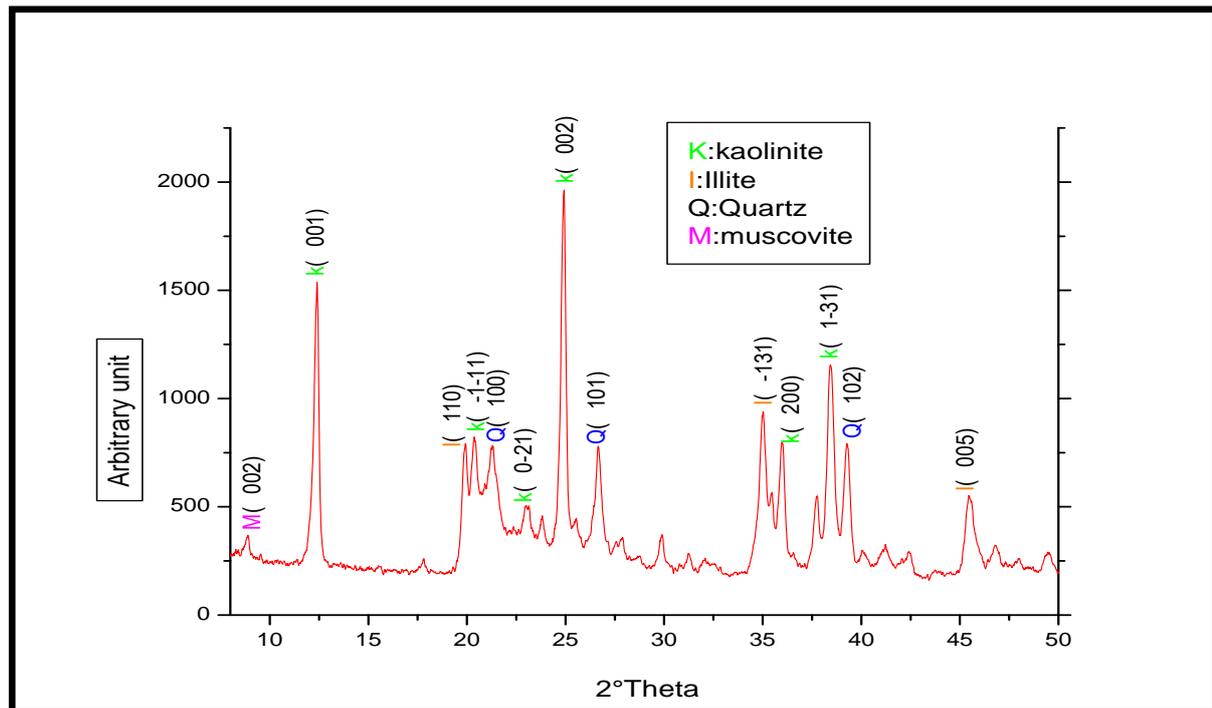
Donc le kaolin de RMD est de première catégorie il est le plus demandé vue sa pureté, sa blancheur et les différents usages possibles surtout en céramique. Dans ce travail, nous avons utilisé un kaolin extrait d'Angleterre désigné «RMD». Nous constatons qu'il contient plus d'alumine. Le choix a été fixé en raison de sa grande teneur en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36,5%).

On remarque d'après le tableau III.1 que l'argile RMD est très plastique, ce qui lui permet d'être utilisée dans la fabrication des pâtes céramiques, qui peut être confirmé par des tests industriels et est cuit blanc puisque le pourcentage en TiO<sub>2</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est inférieure à 1,5% [9]. La recherche de minéraux composant le kaolin RMD est menée au moyen d'un diffractomètre de rayons X sur une plage d'angle 0 à 50°.

Le dépouillement des spectres de DRX est un peu complexe, car le kaolin brut contient des phases minérales, des matières organiques et des impuretés. Le spectre représente les

phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de kaolinite, illites, quartz et muscovite :

- Kaolinite (fichier A.S.T.M 00-014-0164)
- Illite (fichier A.S.T.M 00-029-1496)
- Quartz (fichier A.S.T.M 00-033-1161)
- Muscovite (fichier A.S.T.M 00-034-0175)



**Figure III.1** : Diffractogramme des RX du Kaolin RMD

La figure III.1 présente le diagramme de diffraction RX du kaolin RMD. Les raies ( $2\theta = 12.28, 21.18, 24.92, 36.13$  et  $38.97$ ) sont caractérisées par la kaolinite ( $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ). Illite ( $\text{K}_{0.7}\text{Al}_2(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) par ( $2\theta = 20.02, 35.02$  et  $45.75$ ), le quartz par ( $2\theta = 26.65, 22.85$  et  $39.45$ ) et le muscovite ( $2\theta = 8.85$ ).

### III.2.2. Feldspath (Na) de Turquie :

En général le feldspath sodique est destiné pour la fabrication des porcelaines tendres, par contre le feldspath potassique est utilisé pour les porcelaines dures [10-13]. Le feldspath compose la matrice vitreuse des céramiques, température de fusion =  $1100$  à  $1300^\circ\text{C}$ . Les différents types de feldspath sont :

- Feldspath potassique (Orthose) :  $\text{K}_2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$
- Feldspath sodique (Albite) :  $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$

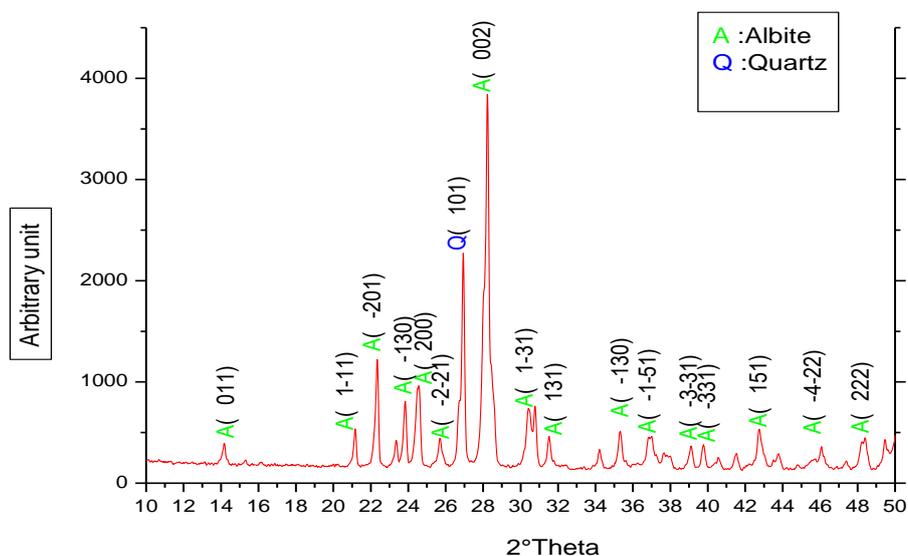
Lorsque la concentration en  $\text{Na}_2\text{O}$  est élevée on obtient des céramiques dites de nouvelle génération qui possèdent des propriétés mécaniques plus élevées [14-16]. Le tableau III.2 représente la composition chimique de feldspath de Turquie à différents pourcentages des oxydes métalliques, d'après ce tableau on remarque un fort pourcentage en  $\text{Na}_2\text{O}$  :

**Tableau.III.2** : Composition chimique du feldspath

Oxydes (%)	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{MnO}$	$\text{SO}_3$	PF
Feldspath (Na)	69,53	18,25	0,10	0,29	0,7	0,15	0,28	10,10	0,25	-	-	0,35

La recherche de minéraux composant le Feldspath (Na) est menée au moyen d'un diffractomètre de rayons X sur une plage d'angle  $0$  à  $50^\circ$ . Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de l'albite, le quartz :

- L'albite : (fichier A.S.T.M 00-041-1480)
- Le quartz : (fichier A.S.T.M 00-033-1161)



**Figure.III.2** : Diffractogramme des RX du feldspath

Les raies les plus intenses ( $2\theta=14.07$ ,  $23.99$ ,  $28.02$ ,  $30.4$  et  $31.43$ ) caractérisent le Feldspath sodique (Albite) :  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ , le quartz ( $\text{SiO}_2$ ) ( $2\theta=20.85$ ,  $26.65$  et  $39.54$ ). Les minéraux de la famille des feldspaths ont également un effet fondant en relation avec le quartz ( $\sim 1050^\circ\text{C}$ ). La présence du quartz en quantité suffisante limite la plasticité du mélange.

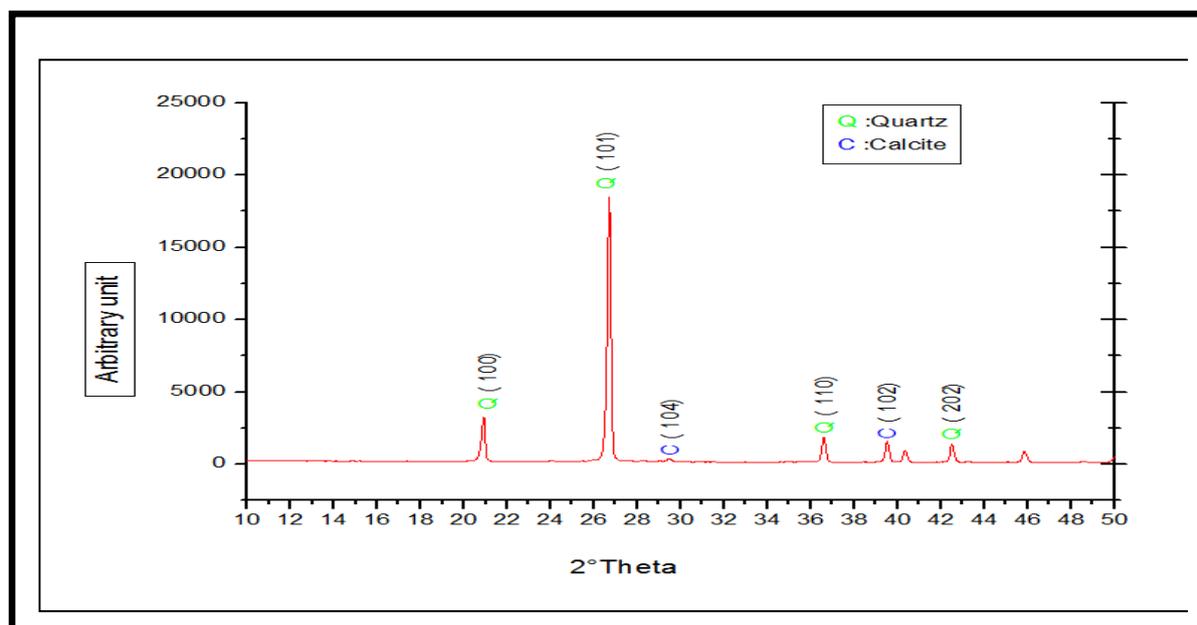
### III.2.3. Sable de Msila (Boussaâda) :

La région de Boussaâda est considérée comme une région semi aride à aride située au sud de la capitale d'Alger (environ 400 km). Le sable de dunes utilisé dans cette étude est un sable local. Les analyses chimiques du sable de dunes de la région de Boussaâda montrent la présence d'un fort pourcentage en silice (% SiO<sub>2</sub> > 96) [17-19]. Le sable utilisé est normalisé CEN (Standard Sand), certifié : ISO 679 conforme aux exigences de la norme EN 196-1, d'origine naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est conditionné, dans des sachets de polyéthylène contenant 1350 ± 5 g. Le sable des dunes de Boussaâda est un sable siliceux. Le tableau.III.3 donne la composition chimique du sable de Boussaâda.

**Tableau III.3 :** Composition chimique du sable de Boussaâda

Oxyde(%)	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO	SO <sub>3</sub>	PF
S.M	96,33	0,36	0,26	0,08	1,2	0,51	0,18	0,45	0,05	0,01	-	1,8

L'analyse au diffractomètre à rayons X a été utilisée pour déterminer les différents minéraux constituant les matériaux non plastiques. L'analyse des rayons X du quartz est présentée dans la figure III.3 :



**Figure III.3 :** Diffractogramme des RX du sable (quartz) de Boussaâda

La phase majoritaire non gonflante mise en évidence dans ces matériaux est le quartz (sable), les raie les plus intense ( $2\theta=22.85, 26.65, 36.54$  et  $43.14$ ), est caractérisée par le quartz SiO<sub>2</sub> avec l'apparition d'autres pics tels que : la calcite. ( $2\theta=29.4$  et  $39.5$ ) La présence

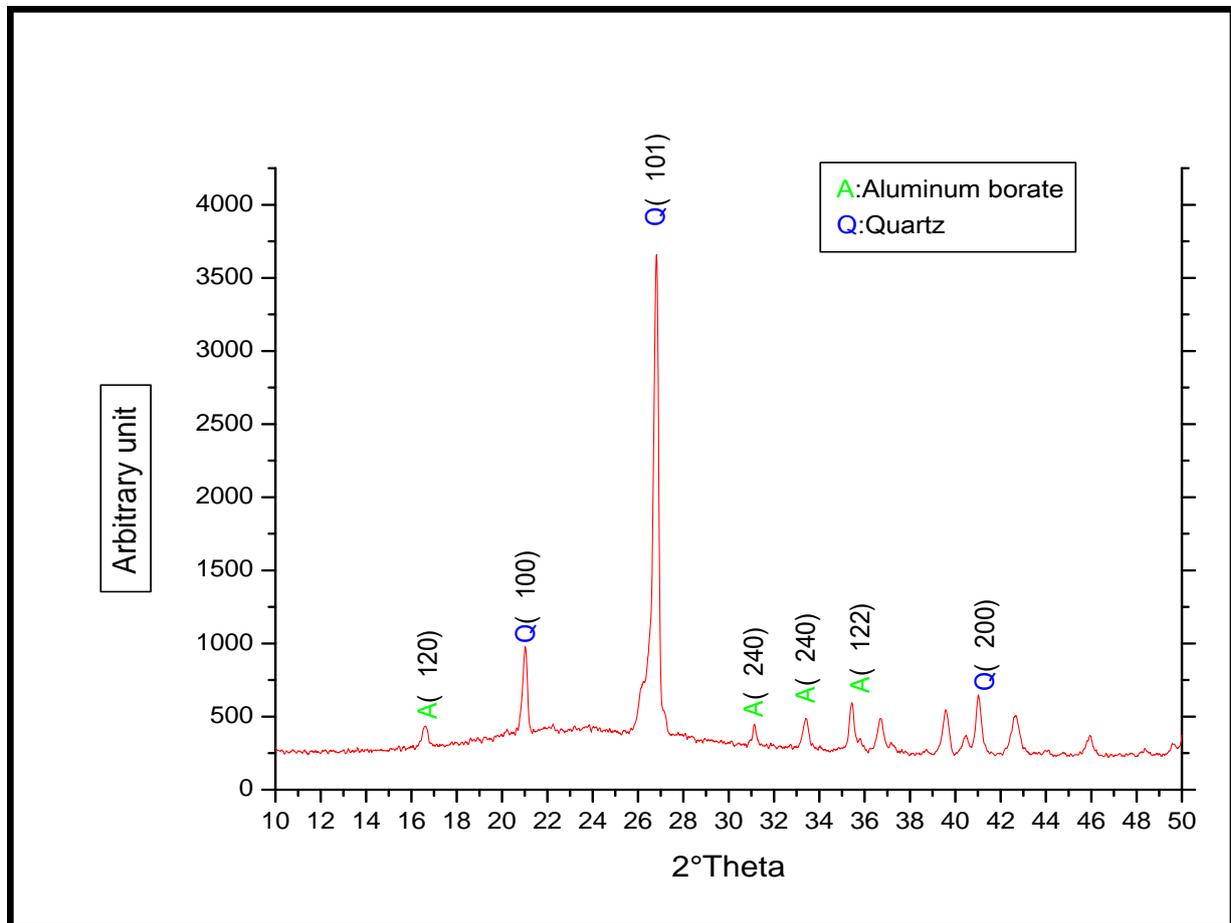
du quartz en forte quantité diminue la plasticité du mélange, la présence de la calcite agit comme fondant dans le matériau céramique pendant la cuisson.



**Figure III.4 :** Sable de Boussaâda

#### **III.2.4.Rejet de la casse (RC) :**

Le rejet de la casse des céramiques sanitaire est un produit fini subit un choc après un traitement thermique dans le four il est considéré comme déchet solide inerte ayant une dureté élevée. La composition minéralogique de ce rejet est représentée sur la figure III.5 suivante :



**Figure III.5 :** Diffractogramme des RX de rejet de la casse (RC)

La figure III.5 présente le diagramme de diffraction RX du rejet de la casse (RC). Les raies ( $2\theta = 20.85$ ,  $26.65$  et  $42.46$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). Aluminium borate ( $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$ ) par ( $2\theta = 16.49$ ,  $33.34$  et  $35.81$ ).

Le spectre DRX de la Figure III-5 montre une prédominance de quartz limite la plasticité du mélange avec de faibles quantités d'impuretés cristallines (minéraux non argileux), avec des traces de magnésium Fluoride .



Figure III.6 : Photo du rejet de la casse (RC).

### III.2.5.Rejet d'émaillage :

Le rejet d'émaillage issu des émaux qui précipitent dans l'eau se forme liquide composé de plusieurs matières et mélangé dans des moulins et provoquent des boues contaminantes.

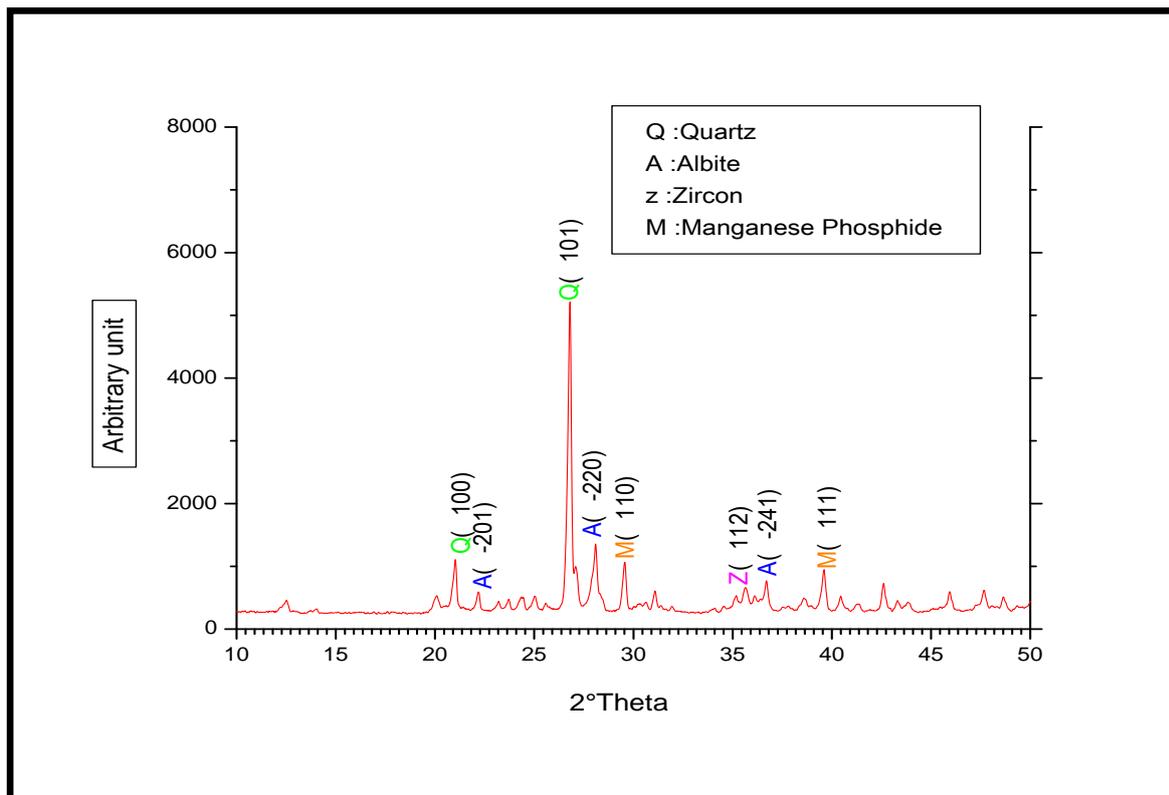


Figure III.7 : Diffractogramme RX de rejet d'émaillage (RE)

La figure .III.7 présente le diagramme de diffraction RX du rejet d'émaillage (RE). Les raies ( $2\theta = 21.85$  et  $26.65$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). L'albite ( $\text{AlNaO}_8\text{Si}_3$ ) par ( $2\theta = 22.04$  et  $28.3$ ), le Zircon ( $\text{ZrSiO}_4$ ) par ( $2\theta = 35.62$ ) Manganèse Phosphide ( $\text{Mn}_{5.64}\text{P}_3$ ) par ( $2\theta = 29.45$  et  $39.62$ )



**Figure.III.8 :** Photo du rejet d'émaillage (RE).

### **III.2.6.Discussion :**

D'après les résultats des compositions chimiques des matières premières, les principaux constituants minéralogiques sont : la silice et l'alumine. Pour le feldspath, on remarque que le pourcentage en  $\text{SiO}_2$  est supérieur à 50%, ceci montre que le sable est présent sous ses deux formes. Par ailleurs, le pourcentage de  $\text{SiO}_2$  pour le sable de Boussaâda est supérieur à 90%, ce qui nous permet d'affirmer que le sable de Boussaâda est un sable siliceux. Les analyses diffractométriques révèlent une prédominance de feldspath sodique accompagnée d'une présence d'Albite. Le kaolin d'Angleterre, ce dernier contient un mélange de kaolinite, d'illite et de quartz.

### **III.3 Elaboration des porcelaines a base des rejets de céramiques sanitaires :**

#### **III.3.1. Eléments et matériels constitutifs des porcelaines :**

##### **III.3.1.1.Matières utilisés dans la fabrication des porcelaines :**

Trois principaux composants de base de la porcelaine :

- le kaolin (50 %) qui donne à la porcelaine sa blancheur.
- le quartz (20 %) qui apporte la dureté et la translucidité recherchée.
- le feldspath (30 %) qui joue le rôle de fondant et permet la vitrification.

##### **III.3.1.2 matériels utilisés :**

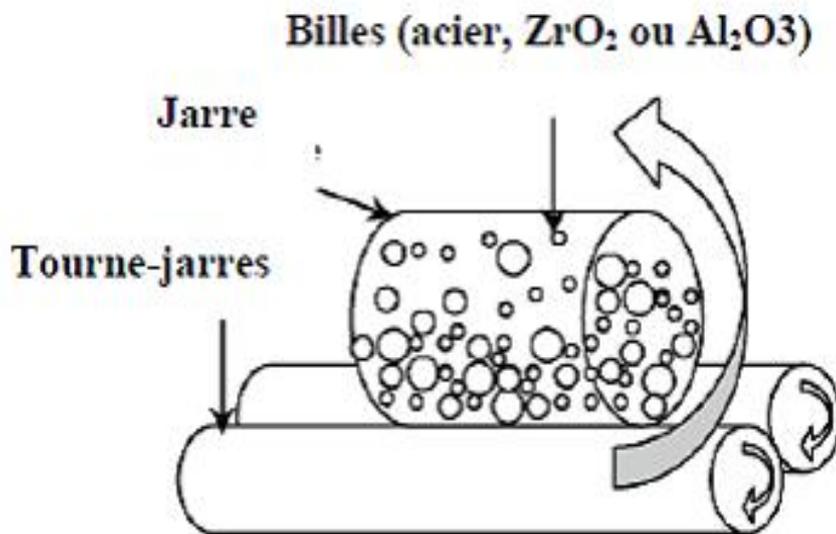
- Broyeur de laboratoire
- Tamiseuse électrique
- Presses isostatiques
- Etuve de laboratoire

- Four tunnel électrique
- Outils et matériels de laboratoires (balances, .....)

### III.3.2.Préparation des matières premières :

#### III.3.2.1 Broyage :

Les matières premières sont mélangées et broyées afin d'homogénéiser le mélange. La principale méthode de broyage pour le sable, le kaolin et le feldspath est le broyage en jarre. Le broyage a été appliqué aux particules dont la taille varie du mm à quelques centaines de  $\mu\text{m}$  et il permet d'en réduire la taille jusqu'à des valeurs comprises entre 1 et  $63 \mu\text{m}$  (broyeur à billes en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).



**Figure.III.9** Schéma d'un système de broyage en jarres [1]

Pour le broyage à sec des rejets de la casse et les rejets d'émaillage on utilise un concasseur à mâchoire de laboratoire d'une puissance de 2200 w et 50 Hz de fréquence ,ce broyeur convient aux matériaux tendres, demi-durs ou cassants de dureté jusqu'à environ 5 Mohos, ainsi que des substances fibreuses et à base de cellulose.

Le broyage s'effectue par effets d'impacts, de rebonds et de cisaillements. Dès que la substance divisée atteint le degré de finesse requis, elle est soumise alors à la force centrifuge et rassemblée dans un récipient collecteur annulaire.



**Figure III.9 :** Concasseur a mâchoire de laboratoire

### III.3.2.2 Tamisage :

Le tamisage est l'une des plus anciennes méthodes d'analyse granulométrique, et aussi l'une des plus largement utilisées car il est peu coûteux .elle sert a déterminer la distribution pondérale des particules d'un matériaux suivant leurs dimensions et elle permet de séparer le matériau en fractions granulaires de tous les matières premières utilisés dans notre essai d'élaboration des porcelaine a une dimension de 1 à 63  $\mu\text{m}$  a l'aide d'une tamiseuse électrique d'amplitude de 5 .



**Figure III.10 :** Tamiseuse.

### **III.3.3. Caractérisation des porcelaines :**

La composition en poids des matières premières des porcelaines est généralement un mélange de 50% grain fin de kaolin, 30% de feldspath et 20% en silice (quartz) d'où la

température de cuisson est 1290°C [21]. Cependant, une approche importante du problème global est d'augmenter la densité et la viscosité, qui dépendent principalement du pourcentage massique de rejets (10, 20 et 30%) dans la formulation de la charge des matières premières.

La préparation du mélange a été portée sur des matières premières qui sont : le kaolin remblend (RMD) importé de l'Angleterre par SCSEI-milia, le feldspath de la Türkiye, le sable de Boussaâda et les rejets de SCSEI-milia (rejet de la casse et rejet d'émaillage). Les pourcentages massiques pour la préparation de différents mélanges sont présentés dans le tableau suivant :

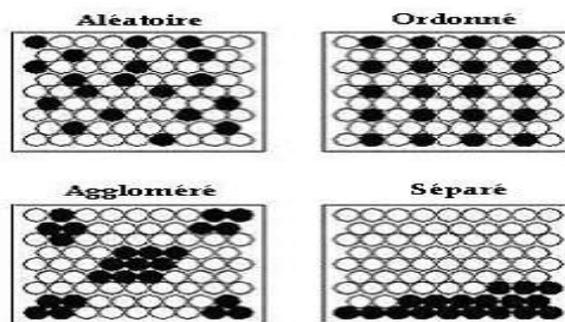
**Tableau III.4.** Les différents mélanges pour la préparation

N°essai Matières premières	N°1	N°2	N°3	N°4	N°5	N°6	N°7
Kaolin(%)	50	50	50	50	50	50	50
Sable(%)	20	20	20	20	20	20	20
Feldspath(%)	30	20	10	-	20	10	-
RC(%)	-	10	20	30	-	-	-
RE(%)	-	-	-	-	10	20	30

### III.3.4. Fabrication des porcelaines par pressage :

#### III.3.4.1 Mélange de poudres :

Dans l'élaboration de matériaux composites, avec des phases différentes, la distribution d'une phase par rapport à l'autre, est très importante pour assurer l'homogénéité de l'échantillon. Un compact qui a été mieux mélangé offrira un nombre plus élevé de points de contact entre les composants et donc une meilleure configuration initiale pour le frittage.



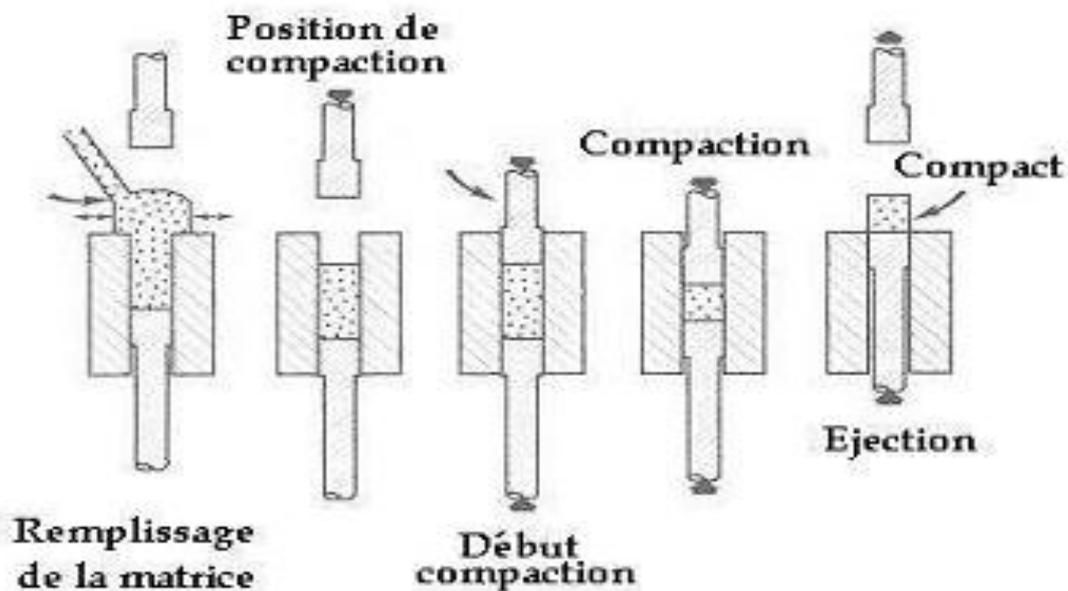
**Figure III.11 :** Distribution des phases dans un mélange de poudres.

Le mélange des poudres à sec doit être réalisé sous conditions contrôlées pour éviter la détérioration de la poudre.

### III.3.4.2. Mise en forme :

La mise en forme des poudres sert à créer un échantillon pressé de résistance suffisante pour qu'il soit manipulable, de forme proche de la forme finale (sachant que le frittage entraîne en général des variations dimensionnelles) et avec une porosité réduite par rapport à l'empilement de particules (permettant une diminution de temps de frittage pour parvenir à une densité proche de la densité théorique).

Dans notre cas on utilise la compression en matrice fermée pour fabriquer une forme déterminée par les outils (parois de la matrice ou poinçons) et la densification s'obtient par application d'une force axiale, qui génère des contraintes radiales, assurant le moulage de la poudre contre les parois verticales des outils. Le procédé de compaction est constitué de plusieurs étapes : remplissage, fermeture de l'outil, application d'une force de 2 bars, décharge et finalement l'éjection de l'échantillon après 5 min de l'application de la force comme c'est montré dans la figure III.12.



**Figure.III.12** : Cycle de compaction de poudres

Un des plus grands problèmes pour une compaction uni-axiale concerne la distribution de contraintes à l'intérieur du comprimé. Les contraintes générées par la compression deviennent plus faibles quand on s'éloigne du poinçon qui applique la charge, à cause du frottement entre la poudre et les parois de la matrice. Cette différence de contraintes produit une différence dans la densité à l'intérieur du compact : la densité est plus élevée près des outils et plus faible au centre de l'échantillon. Ceci crée des propriétés hétérogènes dans le compact.

Finalement l'éjection du comprimé par déplacement du piston inférieur est une étape délicate à cause du relâchement localisé des contraintes et du frottement avec les parois de la matrice. Ces efforts peuvent causer la fissuration du comprimé.



**Figure III.13 : Presse axiale**

#### III.3.4.3. Frittage :

La dernière étape dans la fabrication des porcelaines est la consolidation par frittage, au cours de laquelle la pièce acquiert la résistance et les dimensions du composant final. Le frittage est un traitement thermique qui permet de passer d'un matériau à l'état de poudre à un matériau solide. Le traitement se déroule au four à une température de 1290° C où tous les composants de la poudre restent à l'état solide. La consolidation est réalisée par le grossissement des contacts entre les particules par diffusion de matière.



**Figure III.14 : Four tunnel électrique**

### III.3.5. Organigramme d'élaboration des porcelaines :

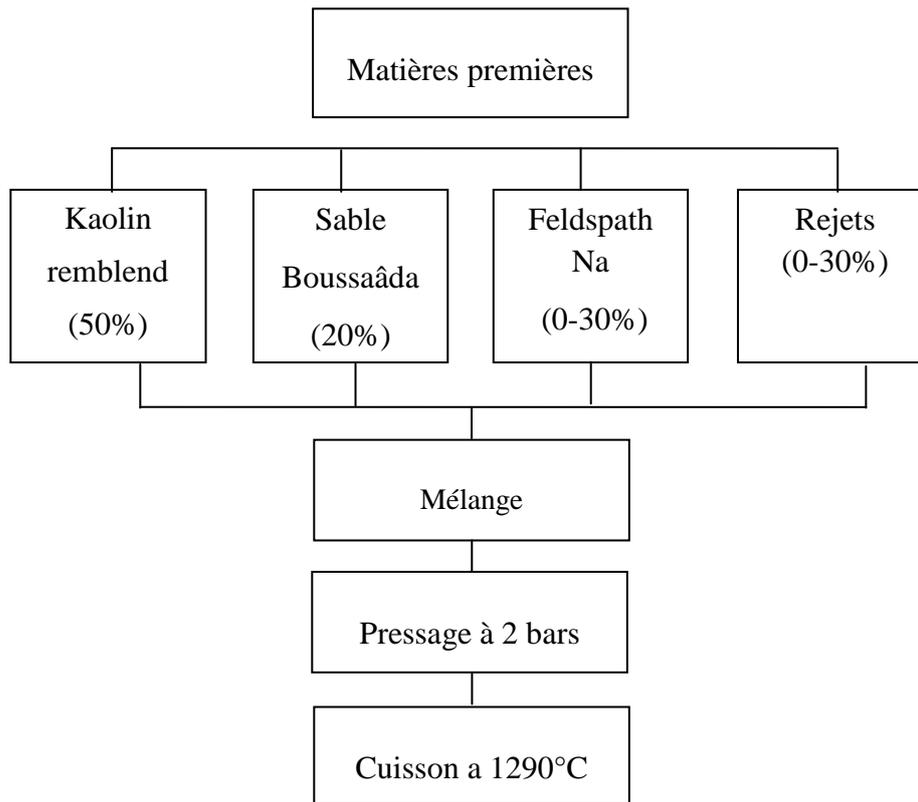


Figure .III.15. Schéma classique de fabrication des produits de porcelaine

### III.3.6. photos des porcelaines élaborées :



0%RC



10%RC



20%RC



30%RC



0%RE



10%RE



20%RE



30%RE

Nous remarquons sur ces photos que les échantillons à base de rejet de RC sont beaucoup plus grands que celles élaborées avec RE. Le frittage semble agir efficacement avec les rejets d'émaillages qu'avec les rejets de la casse.

**Conclusion :**

Dans le domaine de fabrication des céramiques telle la porcelaine, la composition chimique et minéralogique des matières premières joue un rôle essentiel dans l'élaboration des porcelaines. Dans notre travail on remarque une présence très importante du quartz dans toutes les matières premières analysées par la diffraction des rayons X.

Ces matières premières ont été passées par le stade de préparation mécanique (broyage, tamisage) pour assurer l'homogénéisation du mélange et l'obtention des caractéristiques physico-chimiques dans les normes comme la blancheur, la dureté, et la vitrification après cuisson à 1290°C.

Finalement les porcelaines élaborées à base de RE sont très petites en comparaison à celles de RC et la pièce de référence (0%R)

## IV.1.Introduction

Nous nous intéressons dans ce chapitre à la synthèse des différents résultats obtenus par les différentes techniques expérimentales et présenter les résultats concernant la préparation et l'étude de la porcelaine et celles consacrées aux résultats obtenus. L'utilisation des différentes techniques de caractérisations physiques et chimique, permettra de comparer de façon globale l'influence des pourcentages de rejet de céramique incorporés dans la formulation (0% rejet) sur les dimensions, les pertes de masses et les phases minéralogiques qui en découlent.

## IV.2. Analyses des porcelaines élaborées :

Pour vérifier que notre porcelaine fabriqué a base des rejets est valorisable il faut étudier les propriétés physico-chimiques de ces porcelaines passant par les différentes méthodes et techniques d'analyses.

### IV.2.1. Analyses physiques :

Les résultats des caractérisations physico-mécaniques étudiées qui sont le retrait et la résistance à la flexion des mélanges de porcelaine mesurée après cuisson à une température 1290°C. La quantité utilisée de rejet dans les formulations des compositions de porcelaine affecte considérablement le comportement de frittage et les propriétés des porcelaines cuites.

#### IV.2.1.1.Retrait après cuisson :

a) Pertes de masse :

Le frittage est l'étape du procédé où le liant est extrait des pièces. Après cette étape, on pèse les pièces pour calculer le pourcentage de perte de masse (Tableau. IV.1). Le pourcentage de perte de masse est calculé comme indiqué ci-dessous :

$$R = \frac{M_0 - M_1}{M_0} * 100 \quad ; \quad Rm = \frac{R_1 + R_2 + R_3}{3}$$

$M_0$  (g): La masse de l'échantillon crus

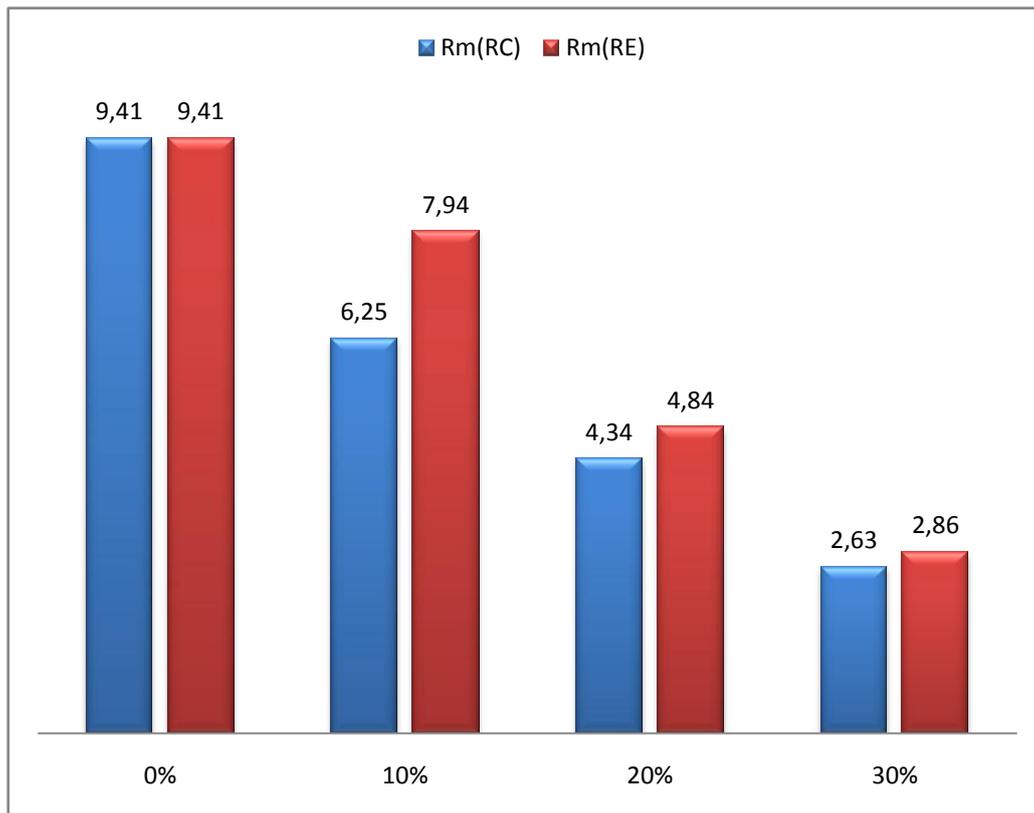
$M_1$  (g): La masse de l'échantillon cuit

$Rm$  (g) : Le pourcentage moyen des pertes en masse

**Tableau. IV.1.** Pertes de masse des échantillons

Composition des céramiques	Rejet	N°	M <sub>0</sub> (g)	M <sub>1</sub> (g)	Retrait Rm (%)	Retrait moyen Rmc (%)
0%	Porcelaine	1	1,99	1,80	9,55	9,41
		2	1,95	1,75	10,26	
		3	1,78	1,63	8,43	
10%	RC	1	1,91	1,79	6,28	6,25
		2	1,87	1,73	7,49	
		3	1,81	1,72	4,97	
	RE	1	1,83	1,7	7,10	7,94
		2	1,81	1,66	8,29	
		3	1,78	1,63	8,43	
20%	RC	1	1,93	1,84	4,66	4,34
		2	1,81	1,74	3,87	
		3	1,78	1,7	4,49	
	RE	1	1,7	1,62	4,71	4,84
		2	1,68	1,59	5,36	
		3	1,57	1,5	4,46	
30%	RC	1	1,92	1,87	2,60	2,63
		2	1,9	1,84	3,16	
		3	1,87	1,83	2,14	
	RE	1	1,62	1,6	1,23	2,86
		2	1,5	1,44	4,00	
		3	1,49	1,44	3,36	

La représentation graphique des pertes en masse est présenté sur l'histogramme suivant :



**Figure IV-1** Retrait massique des échantillons après cuisson en %

Le retrait massique des porcelaines élaborées à base des rejets est inférieur à celle de la porcelaine de référence, en plus les porcelaines élaborées à base des rejets d'émaillage ont un retrait massique plus important que les porcelaines élaborées à base des rejets de la casse.

b) Retraits sur les diamètres :

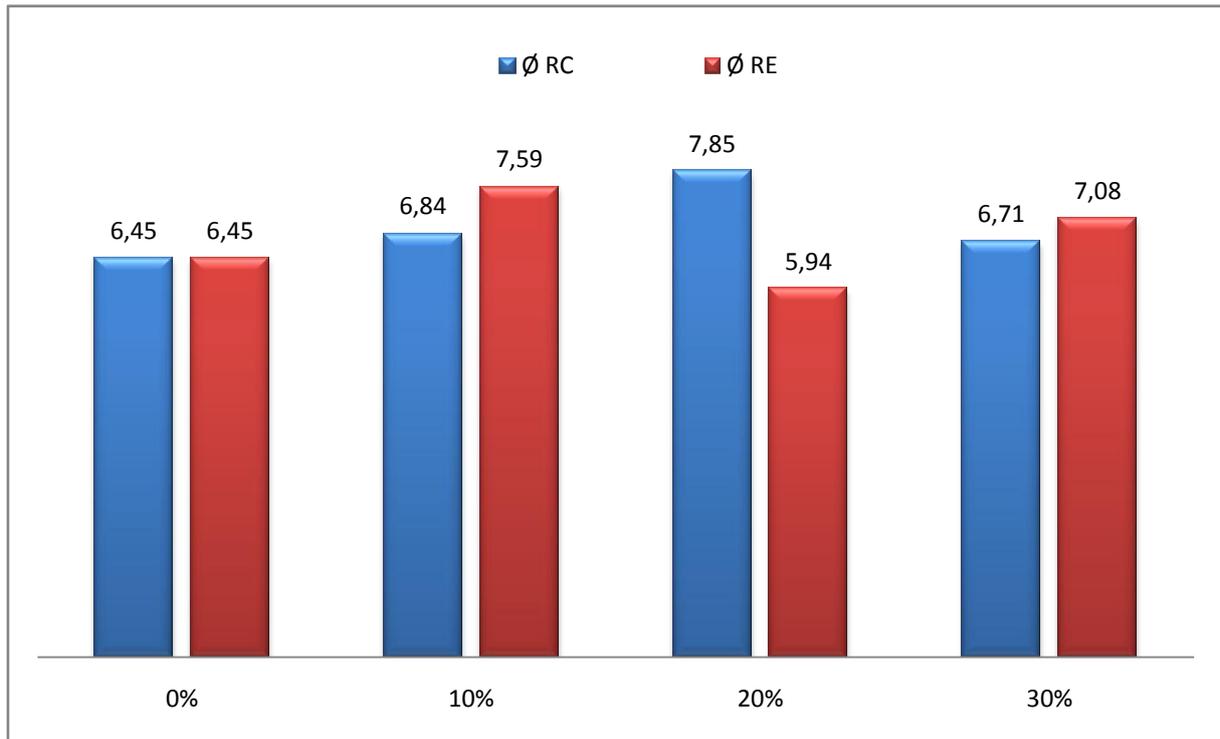
Pour le contrôle dimensionnel des éprouvettes il faut mesurer à l'aide d'un pied à coulisse les diamètres des pièces de différents pourcentages en rejets en état crus et après cuisson. (Tableau. IV.2).

$$Rd = \frac{\varnothing_0 - \varnothing_1}{\varnothing_0} * 100$$

$$Rdm = \frac{Rd_1 + Rd_2 + Rd_3}{3}$$

**Tableau. IV.2.** Retrait sur les diamètres des céramiques élaborées après cuisson

Composition des éprouvettes	Rejet	N°	$\varnothing_0$ (mm)	$\varnothing_1$ (mm)	Retrait Rd (%)	Retrait moyen Rd (%)
0%	Porcelaine	1	13,2	12,40	6,06	6,45
		2	13,2	12,3	6,82	
		3	13,15	12,3	6,46	
10%	RC	1	13,2	12,3	6,82	6,84
		2	13,15	12,25	6,84	
		3	13,15	12,25	6,84	
	RE	1	13,2	12,2	7,58	7,59
		2	13,15	12,2	7,22	
		3	13,15	12,1	7,98	
20%	RC	1	13,2	12,2	7,58	7,85
		2	13,15	12,1	7,98	
		3	13,15	12,1	7,98	
	RE	1	13,2	12,45	5,68	5,94
		2	13,2	12,45	5,68	
		3	13,15	12,3	6,46	
30%	RC	1	13,2	12,4	6,06	6,71
		2	13,15	12,2	7,22	
		3	13,15	12,25	6,84	
	RE	1	13,2	12,35	6,44	7,08
		2	13,2	12,2	7,58	
		3	13,15	12,2	7,22	



**Figure IV-2** Retrait de diamètre des éprouvettes après cuisson en %

Ce diagramme montre que la variation du diamètre des porcelaines élaborées ne diminue pas considérablement par rapport à la pièce de référence (0% Rejets). En effet les retraits dimensionnelles des diamètres quand il s'agit des rejets de casse sont relativement les mêmes que quand il s'agit des rejets d'émaillage.

c) Retraits en épaisseurs :

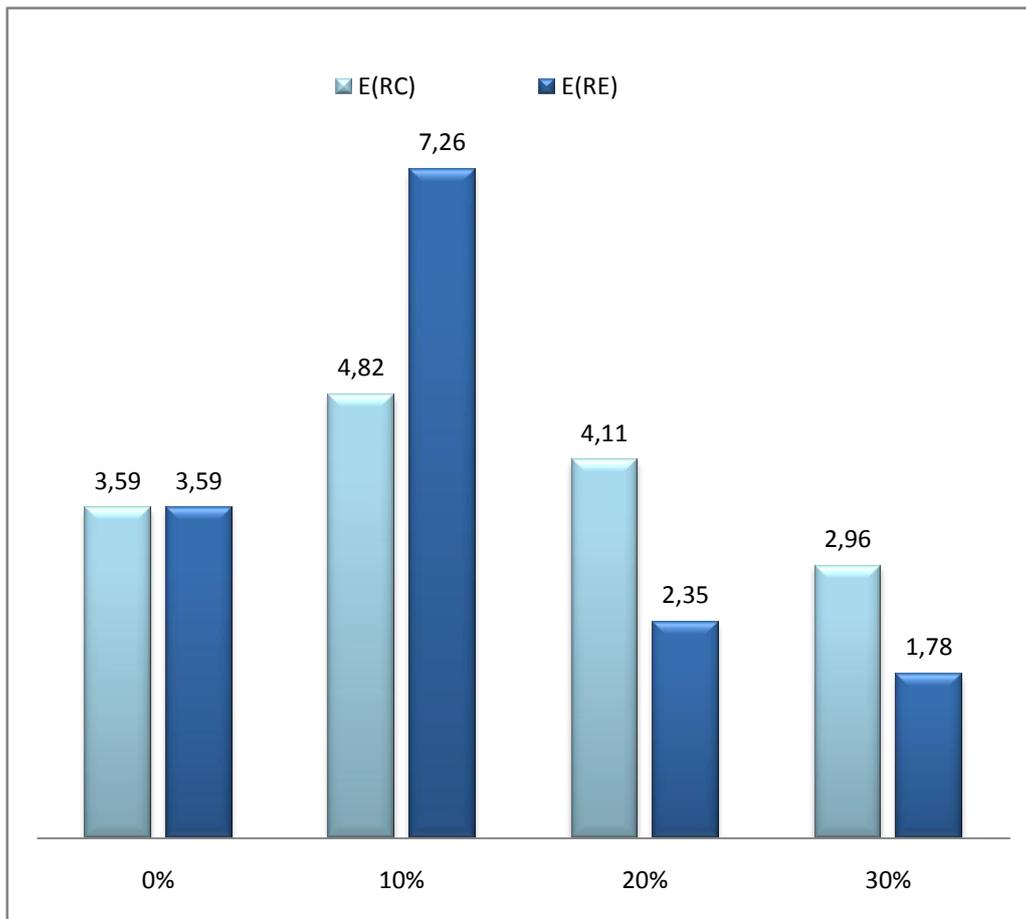
Le même travail par rapport au retrait des diamètres des pièces élaborées est réalisé sur les retraits en épaisseurs d'après les relations suivantes :

$$RE = \frac{E0 - E1}{E0} * 100 \quad ; \quad Rem = \frac{RE1 + RE2 + RE3}{3}$$

**Tableau. IV.3.**Retrait d'épaisseur des éprouvettes après cuisson

Composition des éprouvettes	Rejet	N°	L'épaisseur des éprouvette crus $E_0$ (mm)	L'épaisseur des éprouvettes cuites $E_1$ (mm)	Retrait RE (%)	Retrait moyen $RE_m$ (%)
0%	Porcelaine	1	7,65	7,40	3,27	3,59
		2	7,55	7,2	4,64	
		3	7	6,8	2,86	
10%	RC	1	7,9	7,6	3,80	4,82
		2	7,5	7,1	5,33	
		3	7,5	7,1	5,33	
	RE	1	7,6	7	7,89	7,26
		2	7,2	6,7	6,94	
		3	7,2	6,7	6,94	
20%	RC	1	7,65	7,4	3,27	4,11
		2	7,25	6,9	4,83	
		3	7,1	6,8	4,23	
	RE	1	6,65	6,5	2,26	2,35
		2	6,4	6,25	2,34	
		3	6,15	6	2,44	
30%	RC	1	7	6,8	2,86	2,96
		2	6,7	6,5	2,99	
		3	6,6	6,4	3,03	
	RE	1	6,75	6,65	1,48	1,78
		2	6,65	6,5	2,26	
		3	6,2	6,1	1,61	

La représentation graphique des retraits en épaisseurs est présenté sur l'histogramme suivant :



**Figure IV-3** Histogramme représentant le retrait d'épaisseur des éprouvettes après cuisson en (%)

On remarque que le retrait d'épaisseur des céramiques diminue en fonction d'augmentation du pourcentage des rejets. En plus le retrait d'épaisseur est élevé par rapport à la pièce de référence (%).

#### IV.2.1.2. Propriétés mécaniques :

La caractérisation des lois de comportement des matériaux sur une plage de vitesses importante implique d'utiliser des techniques variées, avec des précautions propres à chacune d'entre elles.

##### a) Mode opératoire :

L'essai de traction consiste à enregistrer l'évolution de l'allongement relatif de la longueur initiale  $L_0$  en fonction de la force de traction ou contrainte  $\sigma$ . Avec une vitesse de 2 mm/min jusqu'à la rupture des éprouvettes.

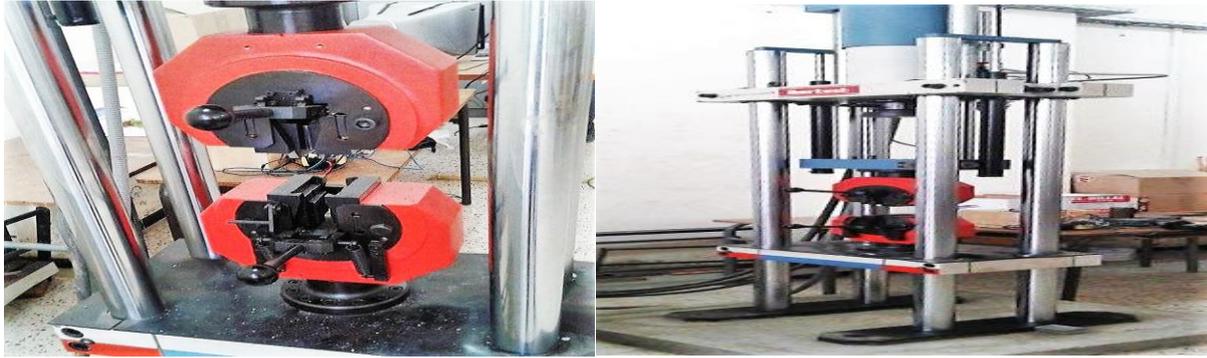


Figure IV-4 Machine de traction universelle

b) Résultats :

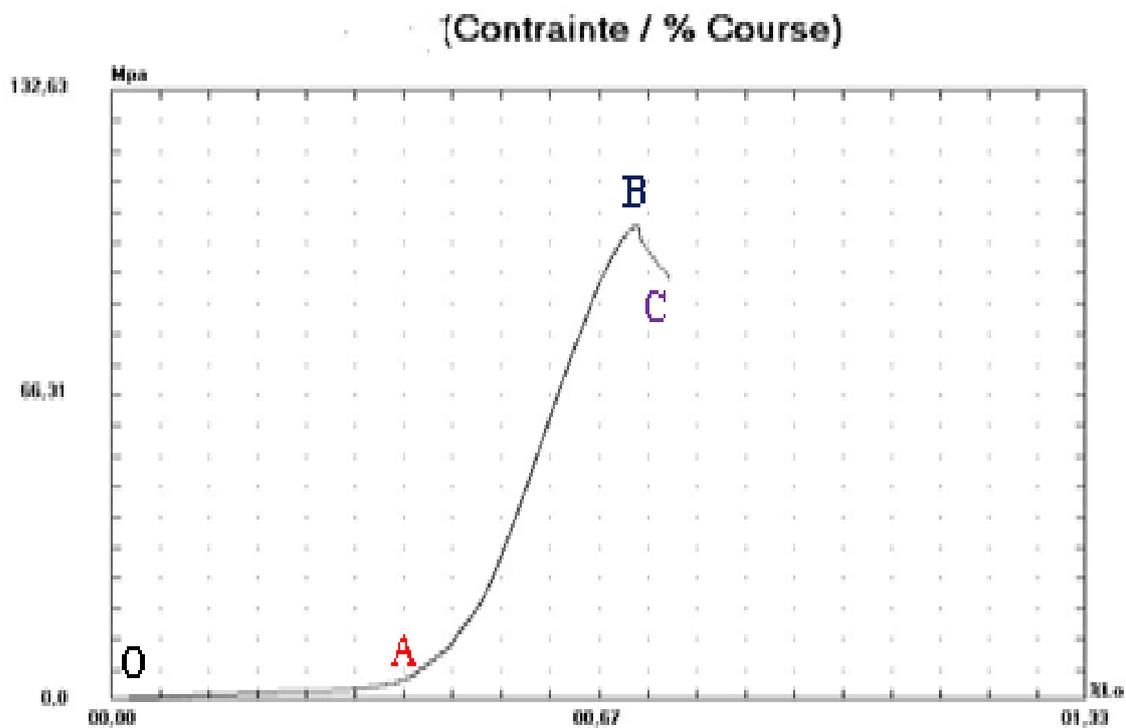
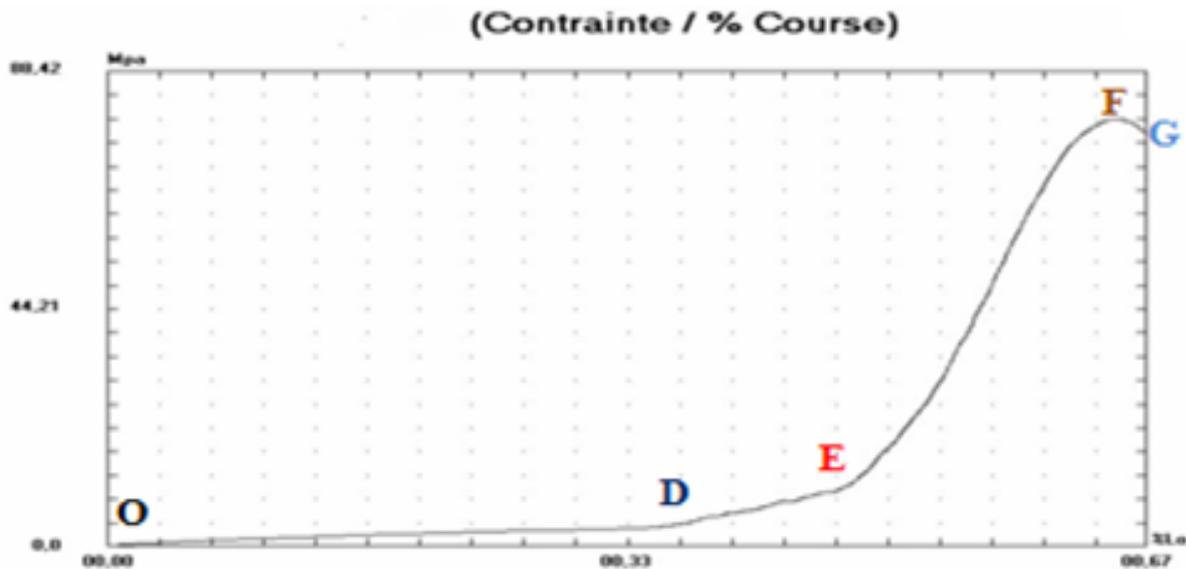


Figure IV-5 Courbe de contrainte en fonction d'allongement de compression d'une éprouvette (0% Rejet)

On distingue deux domaines de déformation dans la Figure IV.5 :

- OA : Domaine de déformation élastique.
- AC : Domaine de déformation plastique : AB (déformation homogène), BC (Zone de striction) avec C est le point de rupture (contrainte maximal est 58.53 MPa).



**Figure IV-6** Courbe de contrainte en fonction d'allongement de compression d'une éprouvette (10% RE)

Les domaines de déformation dans la Figure IV.6 :

- OD : Domaine de déformation élastique.
- DG: Domaine de déformation plastique : DE (déformation permanente) EF (déformation homogène) et FG (Zone de striction) avec G est le point de rupture (contrainte maximal est 79.58 MPa).

c) Calcul de module d'Young :

A partir des courbe de traction et en utilisant la loi de Hooke on peut calculer le module d'Young.

$$\sigma = E * \varepsilon \quad (1)$$

$\sigma$  : Contrainte en MPa

E : le module d'Young en Mpa /unité

$\varepsilon$  : Allongement en pourcentage (%)  $\varepsilon = \Delta L / L_0$

D'après équation (1) le module d'Young est la pente de la courbe de traction et figure IV.5 (dans le domaine AB) :

$$E = \text{tg } \alpha = \frac{\Delta \sigma}{\Delta L_0 / 100} \quad ; \quad E = \frac{58.53 - 13.263}{0.7035 - 0.532} * 100$$

$$E = 26.4 \text{ GPa}$$

En utilisant la figure IV.6 (dans le domaine EF) :

$$E = \text{tg } \alpha = \frac{\Delta\sigma}{\Delta L_0/100} \quad ; \quad E = \frac{79.578 - 17.684}{0.6435 - 0.502} * 100$$

$$E = 43.74 \text{ GPa}$$

D'après nos résultats on remarque que le module d'Young augmente proportionnellement avec l'augmentation de la quantité de rejets.

## IV.2.2. Durabilité chimique et absorption en eau :

### IV.2.1.1. Absorption en eau :

Certain matériaux granulaires peuvent présenter une porosité interne qui est préjudiciable, en particulier, à la résistance au gel des porcelaines. En effet, l'eau incluse dans le granulat provoque l'éclatement de la pièce lorsque celui-ci est soumis de manière prolongée à de basses températures.

Cet essai permet de déterminer le coefficient d'absorption d'eau d'un matériau.

#### Conduite de l'essai

- prenez la prise d'essai (pastilles fabriquée en porcelaine), laissée sécher dans l'étuve à 105°C pendant 10 min, peser la prise d'essai soit  $P_s$ .
- Immerger la prise d'essai préparée dans l'eau *pendant 02 heures*.
- Retirer l'échantillon de l'eau, laissée la prise d'essai s'égoutter, peser soit  $P_h$ .

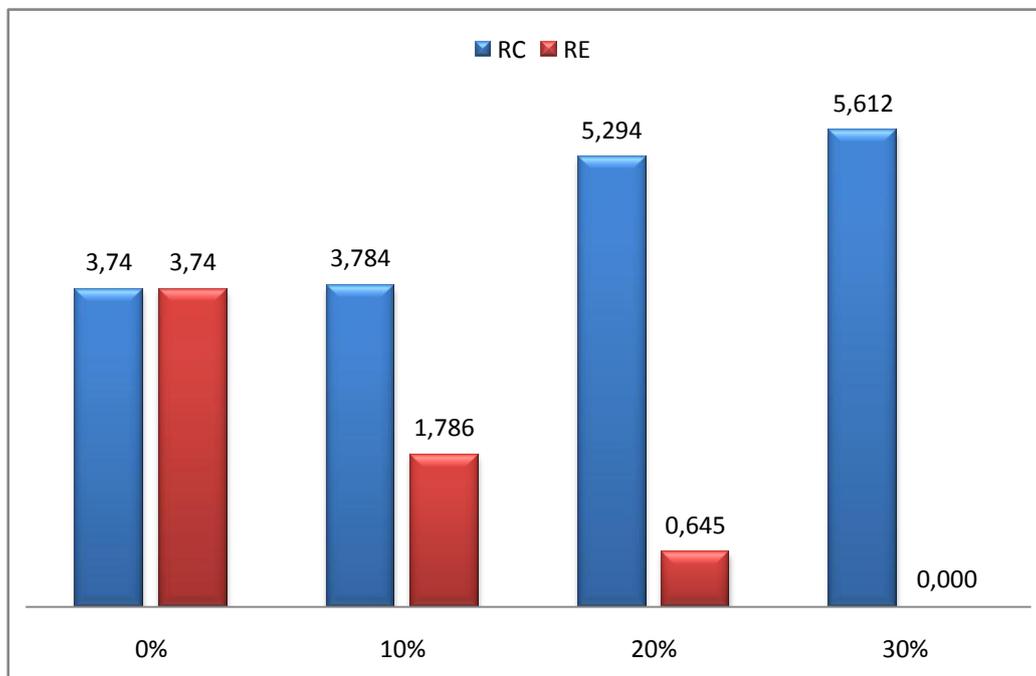
En calculant le coefficient d'absorption qui est défini comme le rapport de l'augmentation de la masse de l'échantillon après imbibition par l'eau, à la masse sèche de l'échantillon en utilisant le rapport suivant :

$$A(\%) = \frac{P_h - P_s}{P_h} * 100$$

**Tableau. IV.4.** L'absorption en eau des différentes éprouvettes selon leur pourcentage de rejets

Composition des éprouvettes (%)	Rejet	La masse des éprouvettes sèches $P_s$ (g)	La masse des éprouvettes humides $P_h$ (g)	L'Absorption en eau A(%)
0	Porcelaine	1,8	1,87	3,74
10	RC	1,78	1,85	3,784
	RE	1,65	1,68	1,786
20	RC	1,61	1,7	5,294
	RE	1,54	1,55	0,645
30	RC	1,85	1,96	5,612
	RE	1,44	1,44	0,000

La représentation graphique de ces résultats est représenté sur la figure IV.7 qui suit :



**Figure IV-7** L'histogramme représentatif d'absorption en eau

D'après les résultats obtenus de cette analyse et en comparaison avec la pièce de référence (0% Rejet) on remarque que les éprouvettes fabriquées à base des rejets de la casse ont une absorption en eau supérieur à celle de rejets d'émaillage qui est nulle à 30% RE.

#### IV.2.2.1. Attaque acide par HCl :

Réalisation d'une attaque par HCl à des échantillons de porcelaine a base de rejet pour étudier leurs durabilités chimiques.

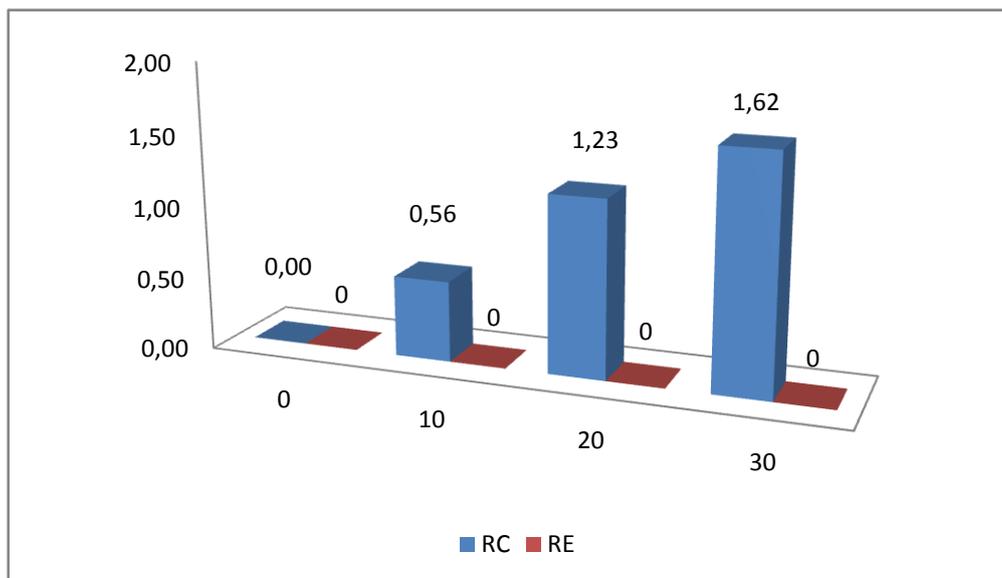
##### Conduite de l'essai

- prenez la prise d'essai (pastilles fabriqué en porcelaine), laissé sécher dans l'étuve à 105°C pendant 10 min, peser la prise d'essai soit  $P_0$ .
- Immerger la prise d'essai préparée dans l'HCl *pendant 02 heures*.
- Retirer l'échantillon de la solution acide, laissé la prise d'essai s'égoutter, peser soit  $P_1$ .

En calculant la perte en masse défini comme le rapport de l'augmentation de la masse de l'échantillon après imbibition par la solution acide, à la masse sèche de l'échantillon en utilisant le rapport suivant :  $\Delta P = (P_0 - P_1) * 100$

**Tableau. IV.5.** Perte en poids des pièces attaqués par HCL

Pièce	Poids avant (g)	Poids après (g)	Poids après séchage (g)	$\Delta m\%$
porcelaine	1,8	1,85	1,80	0,00
10% RC	1,78	1,81	1,77	0,56
20% RC	1,63	1,69	1,61	1,23
30% RC	1,85	1,94	1,82	1,62
10% RE	1,65	1,67	1,65	0,00
20% RE	1,54	1,55	1,54	0,00
30% RE	1,44	1,45	1,44	0,00



**Figure IV-8** L'histogramme représentatif de perte en masse en %

D'après les résultats on ne remarque aucun changement de teinte dans la solution HCl. L'histogramme précédent représente clairement la perte en masse après l'attaque des éprouvettes par HCl et il y a une perte importante de masse des échantillons à base des rejets de la casse d'une façon proportionnelle avec l'augmentation des pourcentages des rejets par contre les échantillons à base des rejets d'émaillage on ne remarque aucune perte de masse notable.

#### IV.2.1.2. Attaque par NaOH:

Réalisation d'une attaque par NaOH sur les échantillons de porcelaine à base de rejet pour étudier la perte en masse.

#### Conduite de l'essai

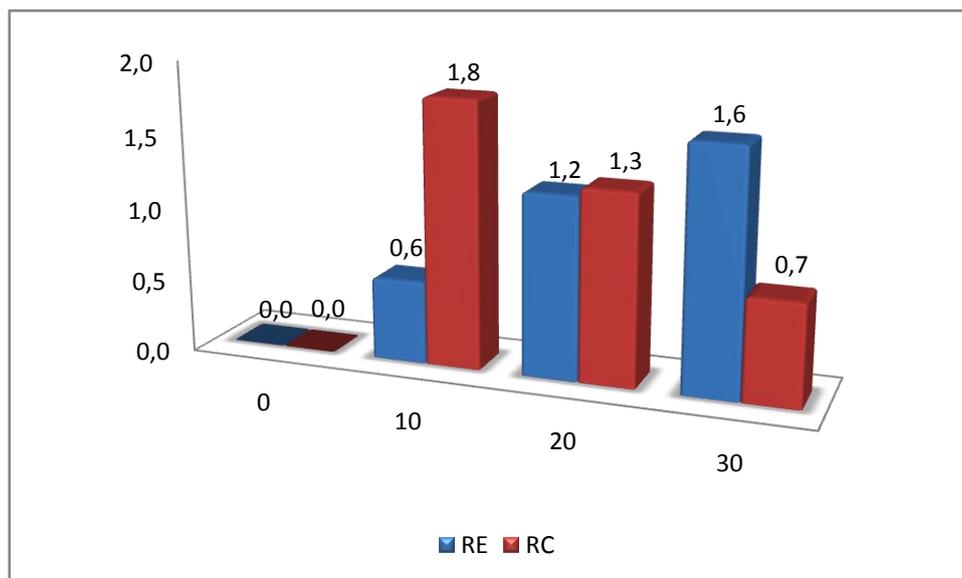
- prenez la prise d'essai (pastilles fabriquées en porcelaine), laissez sécher dans l'étuve à 105°C pendant 10 min, pesez la prise d'essai soit  $P_0$ .
- Immerger la prise d'essai préparée dans NaOH pendant 02 heures.
- Retirer l'échantillon de la solution acide, laissez la prise d'essai s'égoutter, pesez soit  $P_1$ .

En calculant la perte en masse défini comme le rapport de l'augmentation de la masse de l'échantillon après imbibition par la solution acide, à la masse sèche de l'échantillon en utilisant le rapport suivant :

$$\Delta P = (P_0 - P_1)/P_0 * 100$$

**Tableau. IV.6.**Perte en poids des pièces attaqués par NaOH

Echantillons	Poids avant (g)	Poids après P <sub>0</sub> (g)	Poids après séchage P <sub>1</sub> (g)	Δm%
porcelaine	1,80	1,84	1,80	0,0
10% RC	1,77	1,83	1,76	0,6
20% RC	1,61	1,67	1,59	1,2
30% RC	1,82	1,94	1,79	1,6
10% RE	1,65	1,68	1,62	1,8
20% RE	1,54	1,55	1,52	1,3
30% RE	1,44	1,45	1,43	0,7

**Figure IV-9** L'histogramme représentatif de perte en masse en %

La perte en masse des éprouvettes fabriquées à base des rejets d'émaillage varie d'une façon décroissante respectivement au pourcentage des rejets. Et contrairement celle fabriqué a base des rejets de la casse. On conclut que tous les échantillons ont une perte en masse importante en comparaison avec ceux de référence (0%Rejets).

### IV.2.3. Analyse minéralogique (DRX) :

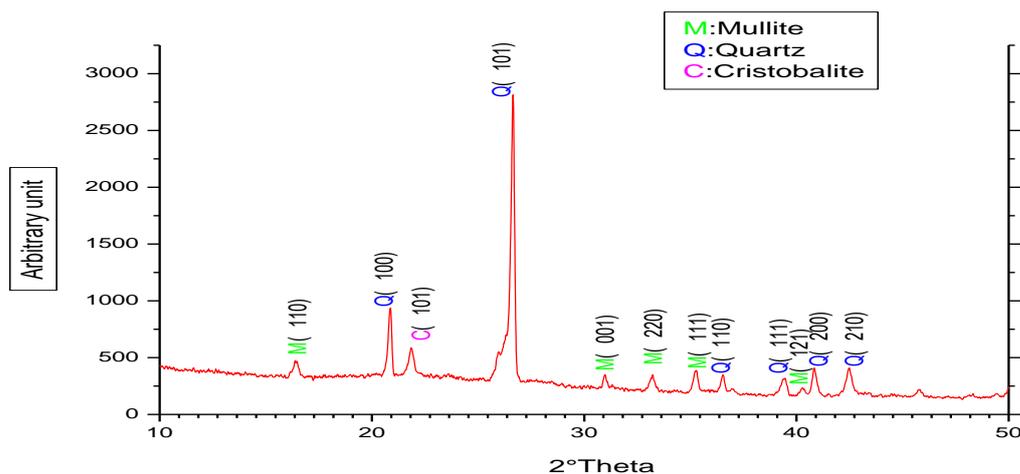
Après chaque traitement thermique, les échantillons sont soumis à l'analyse par DRX. L'analyse des spectres résultants permet d'évaluer les phases présentes dans les échantillons. Les spectres obtenus sont indexés par des méthodes conventionnelles de recherche des distances interreticulaires des plans diffractant correspondants à chaque raie de diffraction des RX, puis comparés avec les fiches A. S. T. M.

Les compositions minéralogiques d'après les résultats de la diffraction par rayons X du produit fini selon les pourcentages en rejet est :

#### IV.2.3.1. porcelaine (0%R) :

Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de mulite, quartz et Cristobalite :

- Quartz (fichier ASTM 00-046-1045).
- Mulite (fichier ASTM 00-015-0776).
- C : Cristobalite (fichier ASTM 00-039-1425).



**Figure IV-10** Diffractogramme des RX de porcelaine (0%R)

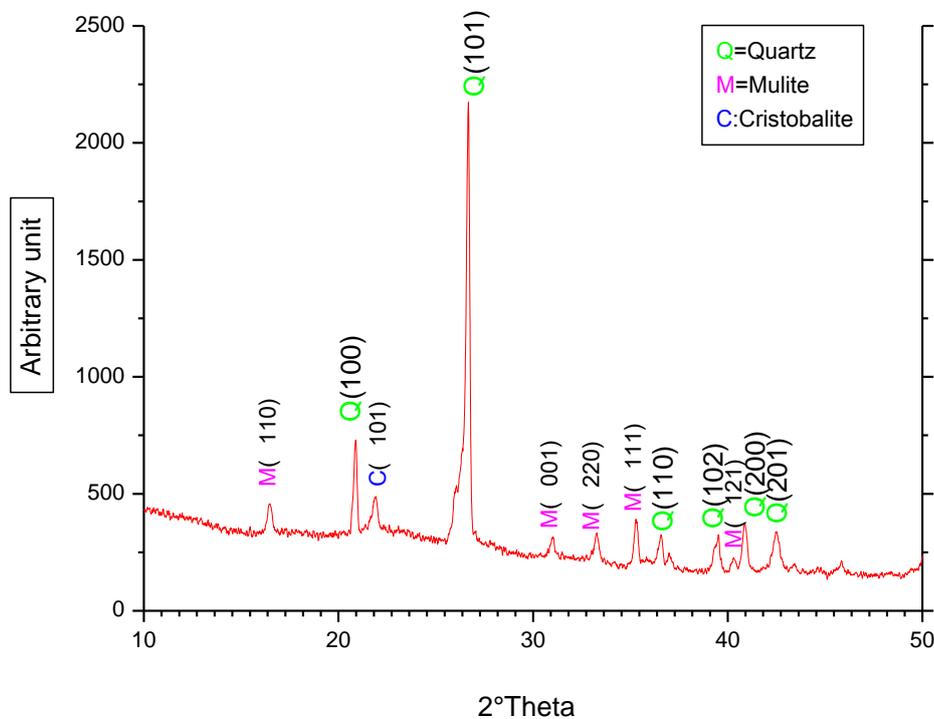
La figure IV.10. présente le diagramme de diffraction RX l'échantillon a 10 % RC. Les raies ( $2\theta = 20.86 ; 26.64 ; 36.54 ; 40.3 ; 42.45 ; 45.79$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ).

La mulite ( $\text{Al}_6\text{O}_{13}\text{Si}_2$ ) par les raies ( $2\theta^\circ = 16.43 ; 30.96 ; 33.23 ; 35.27 ; 40.87$ ).et la cristobalite ( $\text{SiO}_2$ ) par ( $2\theta^\circ = 21.98$ )

#### IV.2.3.2. (10%RC) :

Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de mulite, quartz et :

- Quartz (fichier ASTM 00-046-1045).
- Mulite (fichier ASTM 00-015-0776).
- C : Cristobalite (fichier ASTM 00-039-1425).



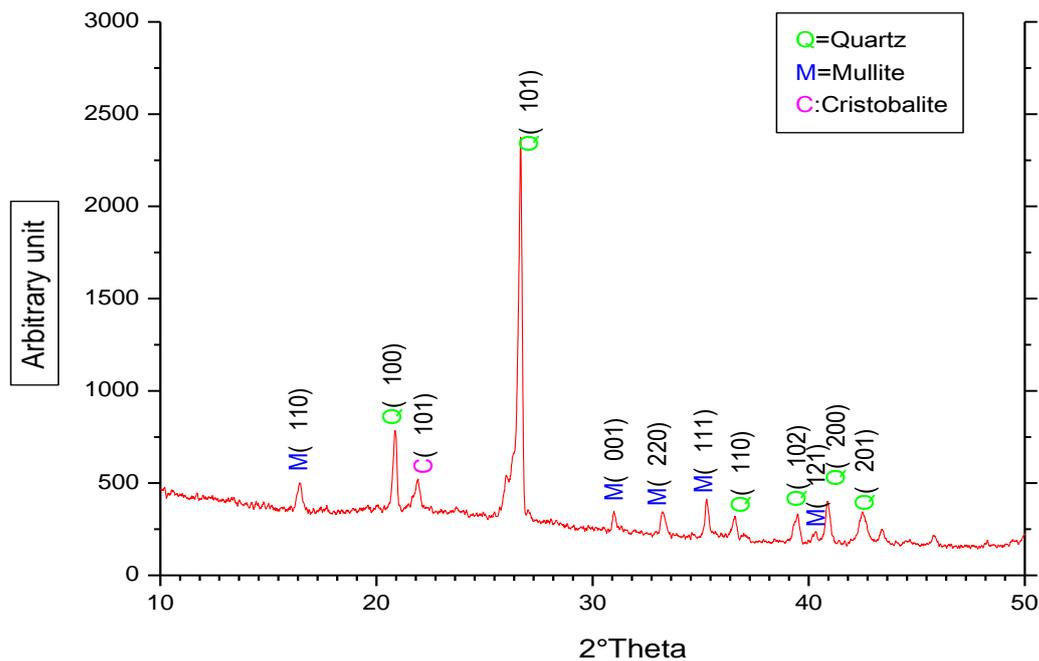
**Figure IV-11** Diffractogramme de l'échantillon 10%RC

La figure IV.11. Présente le diagramme de diffraction RX l'échantillon a 10 % RC. Les raies ( $2\theta^\circ = 20.86 ; 26.64 ; 36.54 ; 40.3 ; 42.45$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). La mulite ( $\text{Al}_6\text{O}_{13}\text{Si}_2$ ) par les raies ( $2\theta^\circ = 16.43 ; 30.96 ; 33.23 ; 35.27 ; 40.87$ ).et la cristobalite ( $\text{SiO}_2$ ) par ( $2\theta^\circ = 21.98$ )

IV.2.3.3. (20%RC) :

Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de mulite et quartz:

- Quartz (fichier ASTM 00-046-1045).
- Mulite (fichier ASTM 00-015-0776).
- C : Cristobalite (fichier ASTM 00-039-1425).



**Figure IV-12** Diffractogramme des RX de l'échantillon a 20% RC

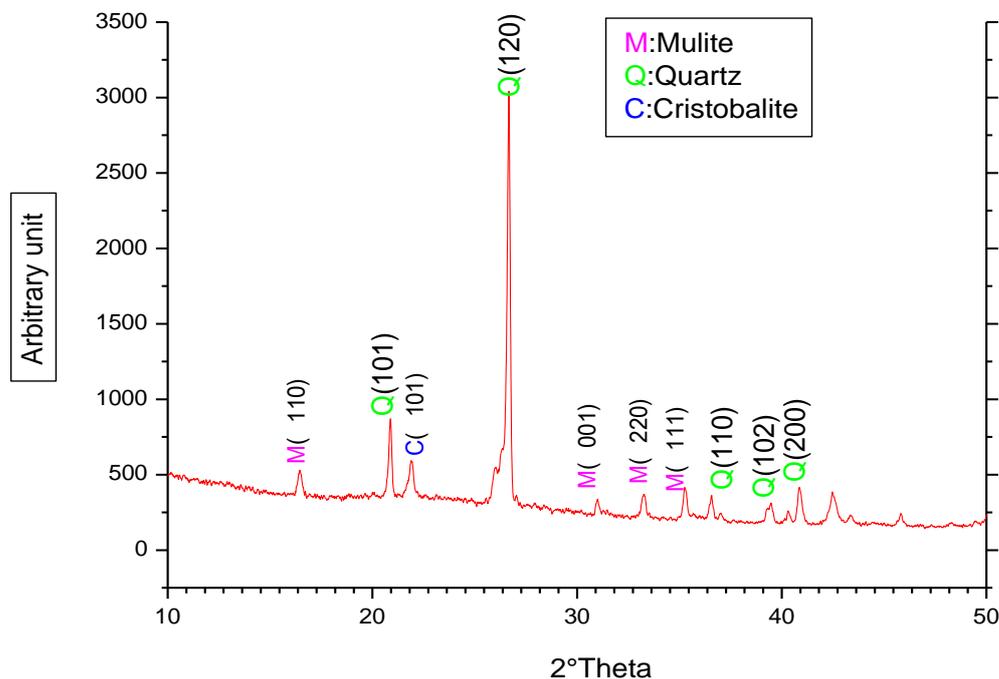
La figure IV.12. présente le diagramme de diffraction RX l'échantillon a 20 % RC. Les raies ( $2\theta = 26.64$  ;  $36.54$  ;  $39.46$  ;  $42.45$  ;  $45.79$  ;  $20.86$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). La mulite ( $\text{Al}_6\text{O}_{13}\text{Si}_2$ ) ( $2\theta = 16.43$  ;  $30.96$  ;  $35.97$  ;  $33.22$  ;  $40.87$ ). La cristobalite ( $\text{SiO}_2$ ) par ( $2\theta = 21.98$ )

IV.2.3.4. (30%RC) :

Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de mulite, quartz et Cristobalite :

- Quartz (fichier ASTM 00-046-1045).
- Mulite (fichier ASTM 00-015-0776).

- C : Cristobalite (fichier ASTM 00-039-1425).



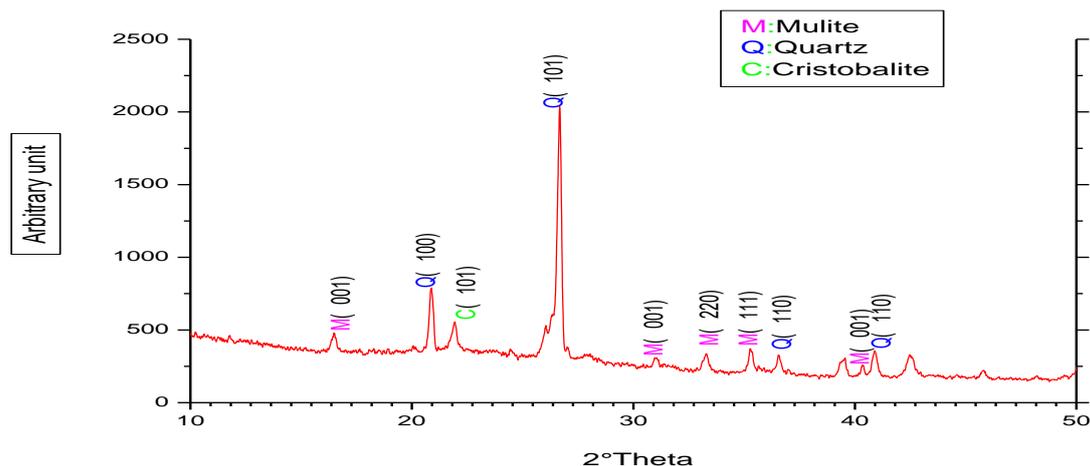
**Figure IV-13** Diffractogramme des RX de l'échantillon a 30 % RC.

La figure présente le diagramme de diffraction RX l'échantillon a 30 % RC. Les raies ( $2\theta = 20.86 ; 26.64 ; 39.46 ; 36.54$  et  $42.45$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). La mulite ( $\text{Al}_6\text{O}_{13}\text{Si}_2$ ) ( $2\theta = 16.43 ; 30.96 ; 33.22 ; 35.27$ ) et le Cristobalite ( $\text{SiO}_2$ ) par ( $2\theta = 21.92$ ).

#### IV.2.3.5. (10%RE) :

Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de mulite, quartz et Cristobalite :

- Quartz (fichier ASTM 00-046-1045).
- Mulite (fichier ASTM 00-015-0776).
- C : Cristobalite (fichier ASTM 00-039-1425).



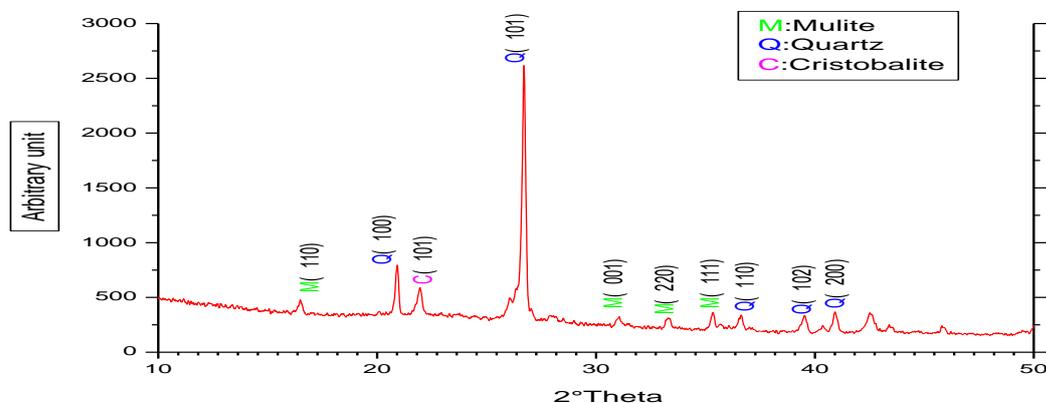
**Figure IV-14** Diffractogramme des RX de l'échantillon à 10 % RE

La figure.IV.14. présente le diagramme de diffraction RX l'échantillon a 10 % RE. Les raies ( $2\theta^\circ=20.86$  ;  $26.64$  ;  $36.54$  ;  $42.45$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). Mulite ( $\text{Al}_6\text{O}_{13}\text{Si}_2$ ) ( $2\theta^\circ= 16.43$  ;  $30.96$  ;  $35.97$  ;  $33.22$  ;  $40.87$ ).le Cristobalite ( $\text{SiO}_2$ ) par ( $2\theta^\circ= 21.92$ ).

#### IV.2.3.6. (20%RE) :

Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de mulite, quartz et Cristobalite :

- Quartz (fichier ASTM 00-046-1045).
- Mulite (fichier ASTM 00-015-0776).
- C : Cristobalite (fichier ASTM 00-039-1425).



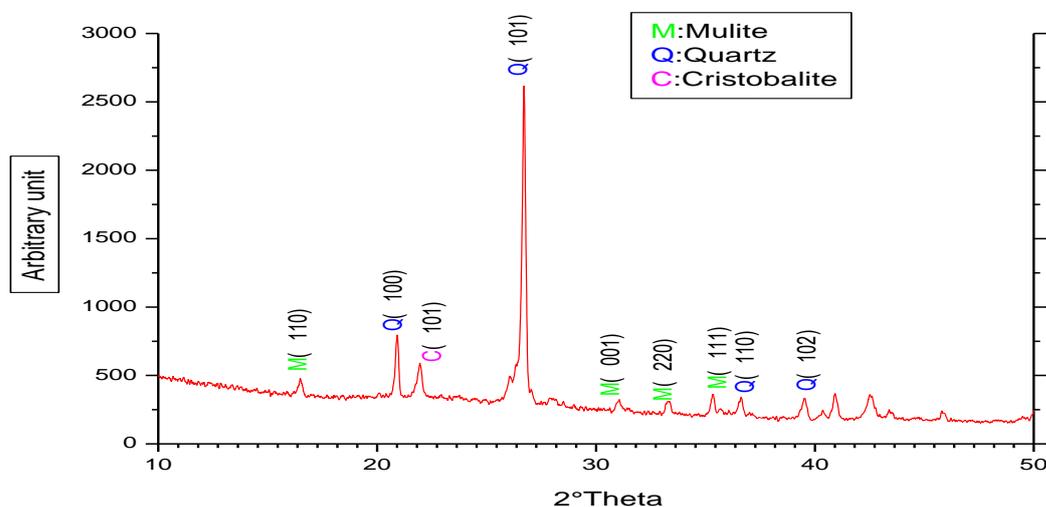
**Figure IV-15** Diffractogramme des RX de l'échantillon à 20 % RE

La figure IV.15.présente le diagramme de diffraction RX l'échantillon a 20 % RE. Les raies ( $2\theta=20.86$  ;  $26.64$  ;  $36.54$  ;  $39.46$  ;  $42.45$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). Mulite ( $\text{Al}_6\text{O}_{13}\text{Si}_2$ ) ( $2\theta= 16.43$  ;  $30.96$  ;  $33.22$  ;  $35.27$ ). Le Cristobalite ( $\text{SiO}_2$ ) par ( $2\theta= 21.92$ ).

#### IV.2.3.7. (30%RE) :

Le spectre représente les phases essentielles qui apparaissent, elles sont composées de mulite, quartz et CAM :

- Quartz (fichier ASTM 00-046-1045).
- Mulite (fichier ASTM 00-015-0776).



**Figure IV-16** Diffractogramme des RX de l'échantillon à 30 % RE

Les raies ( $2\theta=20.86$  ;  $26.64$  ;  $36.54$  ;  $39$ ) sont caractérisées par le quartz ( $\text{SiO}_2$ ). Mulite ( $\text{Al}_6\text{O}_{13}\text{Si}_2$ ) ( $2\theta= 16.43$  ;  $30.96$  ;  $33.22$  ;  $35.27$ ). Le Cristobalite ( $\text{SiO}_2$ ) par ( $2\theta= 21.92$ ).

### Conclusion

Après l'application des différentes méthodes d'analyses sur les porcelaines élaborées on distingue les résultats suivant :

- le retrait massique des porcelaines élaborées à base de rejet est inferieur au retrait de pièce de référence.
- Une petite différence de retrait en diamètre.
- Le retrait d'épaisseur est élevé qui augmente proportionnellement avec les pourcentages des rejets par rapport à la pièce de référence.

- Absorption en eau très élevée des porcelaines à base de RC et très faible à celle de RE.
- Après l'attaque par HCL la perte en masse est juste pour RC.
- Perte en masse importante des éprouvettes après l'attaque par NaOH.

## Conclusion générale

Les besoins en matériaux pour des applications à hautes températures présentant une certaine résistance aux agressions chimiques et à faible coût de revient ont conduit à étudier la possibilité de développer des matériaux à partir des matières premières locales. L'objectif de ce travail était l'évaluation des caractéristiques thermo-physiques et physico-mécaniques de matériaux à base composite à base de rejet, ainsi que leurs évolutions en fonction de traitement thermique pouvant aller jusqu'à 1290°C. Sept formulations en porcelaine ont été préparées à différentes teneurs allant de (0 à 30% en rejet d'émaillage et de 0 à 30% en rejet de la casse des céramiques sanitaires).

Les différents tests rhéologiques réalisés ont permis de mettre en évidence le comportement rhéofluidifiant ou pseudo-plastique qui est caractérisé par une bonne distribution granulométrique des matières premières, la présence du quartz presque dans toutes les compositions chimiques des matières premières.

L'utilisation des rejets dans l'industrie céramique pour la formulation des porcelaines est limitée à des teneurs de 10% en rejets d'émaillage(RE). Après l'application des différentes méthodes d'analyses sur les porcelaines élaborées on distingue les résultats suivant :

- le retrait massique des porcelaines élaborées à base de rejet est inférieur au retrait de pièce de référence.
- Une petite différence de retrait en diamètre.
- Le retrait d'épaisseur est élevé qui augmente proportionnellement avec les pourcentages des rejets par rapport à la pièce de référence.
- Absorption en eau très élevée des porcelaines à base de RC et très faible à celle de RE.
- Après l'attaque par HCL la perte en masse c'est juste pour RC.
- Perte en masse importante des éprouvettes après l'attaque par NaOH.

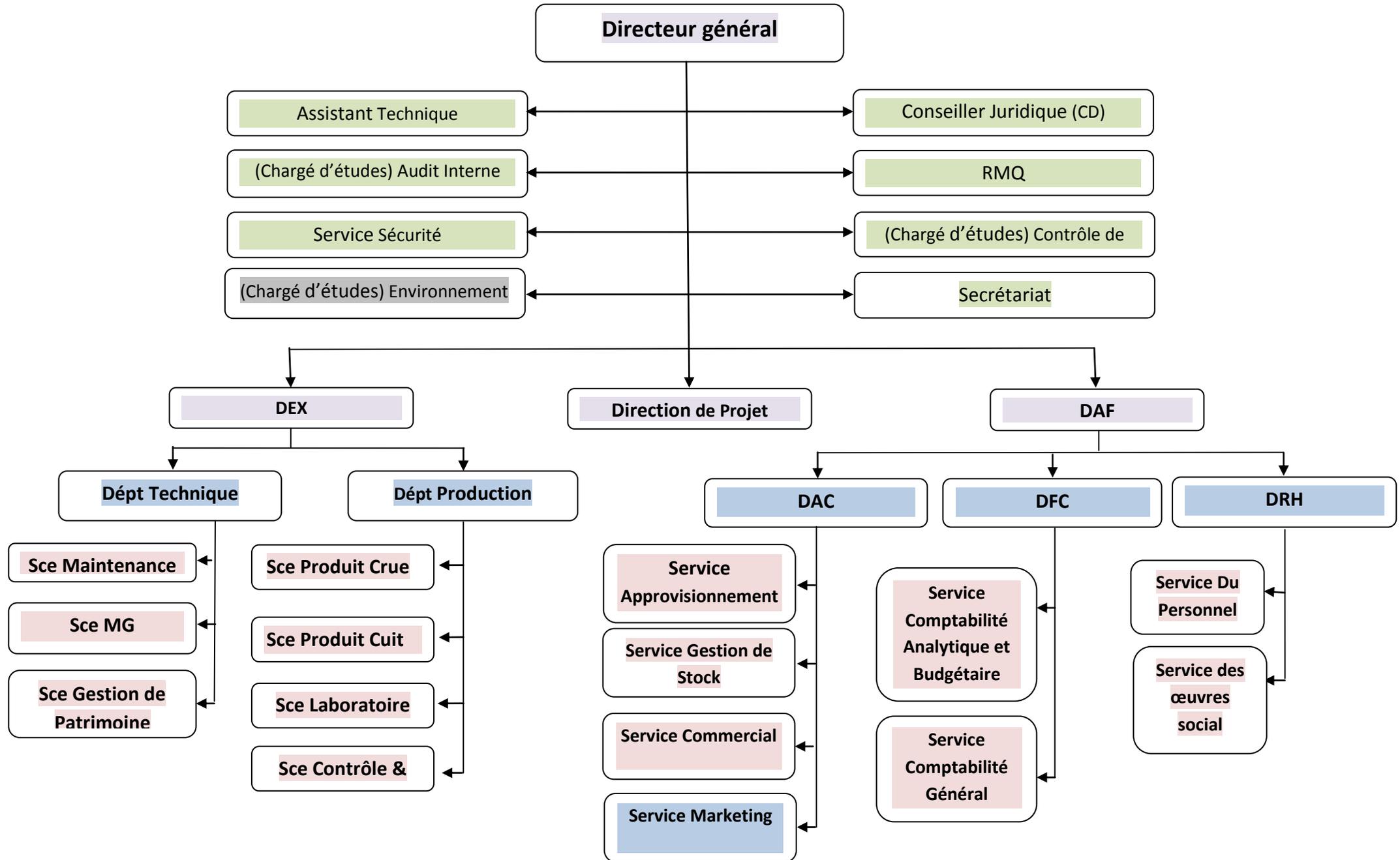
En perspectives : nous aurons espéré déterminer d'autres propriétés telles que la résistance au feu la réfractarité et porosité en fonction des taux d'ajout des différents rejets. A cela s'ajoute notre souhait d'étudier le relargage des métaux lourds dans les différents milieux d'eau (neutre basique et acide).

Notre souhait à terme est que cette démarche expérimentale et scientifique, appliquée à des matières premières d'utilisation courante, contribuant au développement durable de notre pays. Cette préoccupation est toujours restée au cœur de notre activité de recherche sur la valorisation des matériaux locaux.

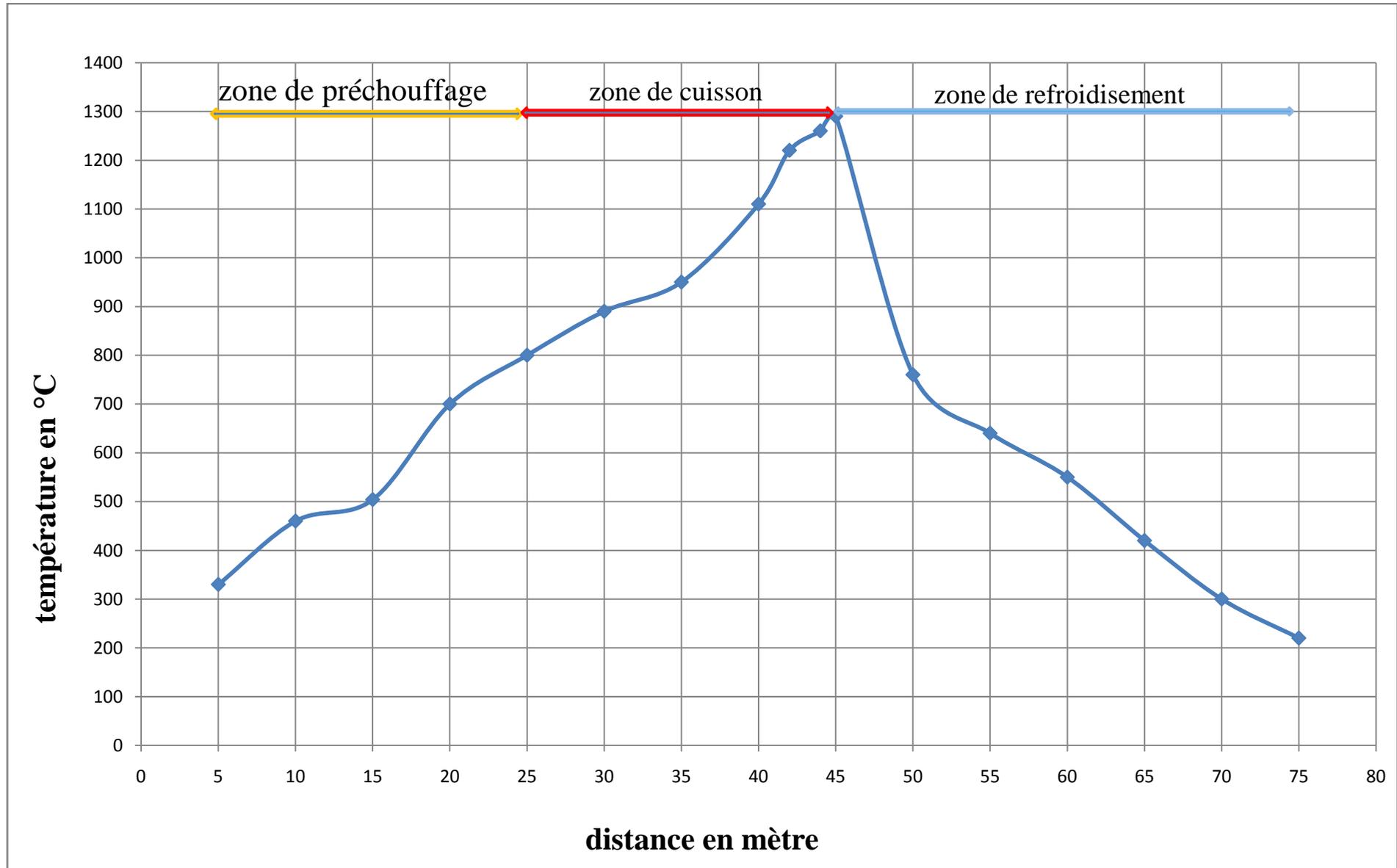
## Références bibliographiques

- [01] F. Andreola, C. Siligardi, Rheological behaviour and mechanical properties of porcelain stoneware bodies containing Italian clay added with bentonites. *Ceramic international*, 35,1159-1164 (2009).
- [02] J.M.Haussonne, C. Carry, *Céramiques et verres, principes et techniques d'élaboration*. *Ceramic international*, 26, 830 (2005).
- [03] JC nieppce et jm haussone, batio 3 : matériau de base pour les conducteur céramiques
- [04] G. Aliprandi, « Matériaux réfractaires et céramiques techniques », Ed SEPTIMA, Paris, 238 (1979).
- [05] J. L. Chermant, *Les céramiques thermomécaniques* ». Pres. De CNRS, 20-40 (1989).
- [06] N. Aklouche, « Préparation et étude des composés cordiérite et anorthite ». Thèse de doctorat de l'université Mentouri Constantine, (2009).
- [07] F. Benlizidia, « Etude des phénomènes de rupture à long terme des isolants pour câbles d'énergie sous pression ».Thèse de doctorat de l'université Paul Sabatier.
- [08] W. M. Carty and U Senapati, «Porcelain raw materials, processing phase evolution and mechanical behavior». *J. Am ceram soc* 81, 3-20 (1998).
- [09] K Devineau, « Destabilisation haute température de poudres granitiques : évolution des propriétés minéralogiques et physiques ». Thèse doctorat de l'université de Lorraine, (2002).
- [10] K. Flogeak, «Etude de la capacité de rétention de produits phytosanitaires par deux solides modèles des sols influence de la présence des cations métalliques ».Thèse de doctorat de l'université de Reims Champagne-Ardenne, (2001).
- [11] S. Caillere. S. Henin. M. Rauturaeu, « Minéralogie des Argiles : Classification et Nomenclature ». Ed MASSON, Tome 2 19-44 (1982)
- [12] M. Boudchicha, « Étude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de kaolin-dolomite». Thèse de doctorat de l'université d'El-Hadj Lakhder (BATNA), (2010).
- [13] H. Hurray, Traditionnal and new applications for kaolin, smectite and polygoskite: a general overview. *Journal, appl-clay sci*, vol 17, 207-221 (2000).
- [14] A. I. Avgustinik, « *Ceramics* (2nd ed.) ». Stroiizdat, Leningrad, [in Russian] (1975).

- [15] A. Assifaoui, « Etude de la stabilité de barbotines à base d'argiles locales. Application aux formulations céramiques industrielles ». Thèse de doctorat de l'université Casablanca (2002).
- [16] M. Thierry, Thèse Doctorat d'Etat, CEA Grenoble, (1999)
- [17] S. Kouloughli, « Etude expérimentale des mélanges sable bentonite ». Thèse de doctorat de l'université Mentouri Constantine, (2007).
- [18] N. Koumtoudja, « Transformations thermiques, organisation structural et frottement des composites kaolinite-miscovite ». Thèse de doctorat de l'université de Limoges (2004).
- [19] L. Lepluart, « Nanocomposites Epoxide/Amine/montmorillonite Rôles des interactions sur la formation, la morphologie aux différents niveaux d'échelle et les propriétés mécaniques des réseaux ». Thèse de doctorat, école doctorale de Matériaux de Lyon, (2002).
- [20] B. Singh and R. Gilkes, *Clays Clay Miner.* 40, 212, (1992).
- [21] A. García, C. Domínguez-Ríos M.H. Bocanegra-Bernal, and A. Aguilar-Elguézabal, Use of thermally treated bentonitic clay in the formulation of ceramic tiles, *Applied clay science*, 46, Issue 3, 271-276 (2009).
- [22] K. Flogeac, « Etude de la capacité de rétention de produits sanitaires par deux modèles des sols, influence de la présence des cations métalliques ». Thèse de doctorat de l'université de Reims champagne-Ardenne, (2004).
- [23] M. Lamara, M. Gueddouda, B. Benabed, « Stabilisation physico-chimique des argiles gonflantes (sable de dune + sel) ». *Revue française de Géotechnique* N° 115, 2<sup>ème</sup> trimestre. 25-35 (2006)
- [24] O. Bouras, « Propriétés absorbante d'argile pontées organophiles : synthèse et caractérisation ». Thèse de doctorat de l'université de Limoges, (2003)
- [25] B. Singh and R. Gilkes, *Clays Clay Miner.* 40, 212, (1992).
- [26] Etude réalisée par le CARMA " Centre d'animation régional en matériaux avancés " « Les Céramiques Industrielles », les Alpes-Maritimes, (1999).
- [27] W.D. Kingery, *Introduction to Ceramics*, J. Wiley & Sons, New York. 781 (1976).
- [28] M.F. Abadir, E.H. Sallam and I.M. Bakr, Preparation of porcelain tiles from Egyptian raw materials, *Ceram. Int.* 28 303–310 (2002).



Annexe 1 : Organigramme de la société céramique sanitaire EL-MILIA



**Annexe 2 :** Dépendances de la température du four en fonction de sa longueur

**Annexe 3 : les fiches A.S.T.M des différents minéraux****Name and formula**

Reference code:	00-046-1045
Mineral name:	Quartz, syn
PDF index name:	Silicon Oxide
Empirical formula:	O <sub>2</sub> Si
Chemical formula:	SiO <sub>2</sub>

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P3221
Space group number:	154
a (?):	4,9134
b (?):	4,9134
c (?):	5,4052
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	120,0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,65
Measured density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,66
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	113,01
Z:	3,00
RIR:	3,41

**Subfiles and Quality**

Subfiles:	Inorganic
	Mineral
	Alloy, metal or intermetallic
	Cement and Hydration Product
	Common Phase

Forensic  
Quality: Star (s)

**Comments**

Color: White  
General comments: Low temperature quartz.  
2 $\theta$  determination based on profile fit method .  
Optical data: B=1.544, Q=1.553, Sign +=  
Additional pattern: To replace 33-1161 .  
Temperature: Pattern taken at 23(1) C .

**References**

Primary reference: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany ,*ICDD Grant-in-Aid*(1993) ,  
Structure: *Z. Kristallogr*(1992) ,177 ,**198** .  
Optical data: Swanson, Fuyat ,*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539*(1954) ,24 ,**3** ,

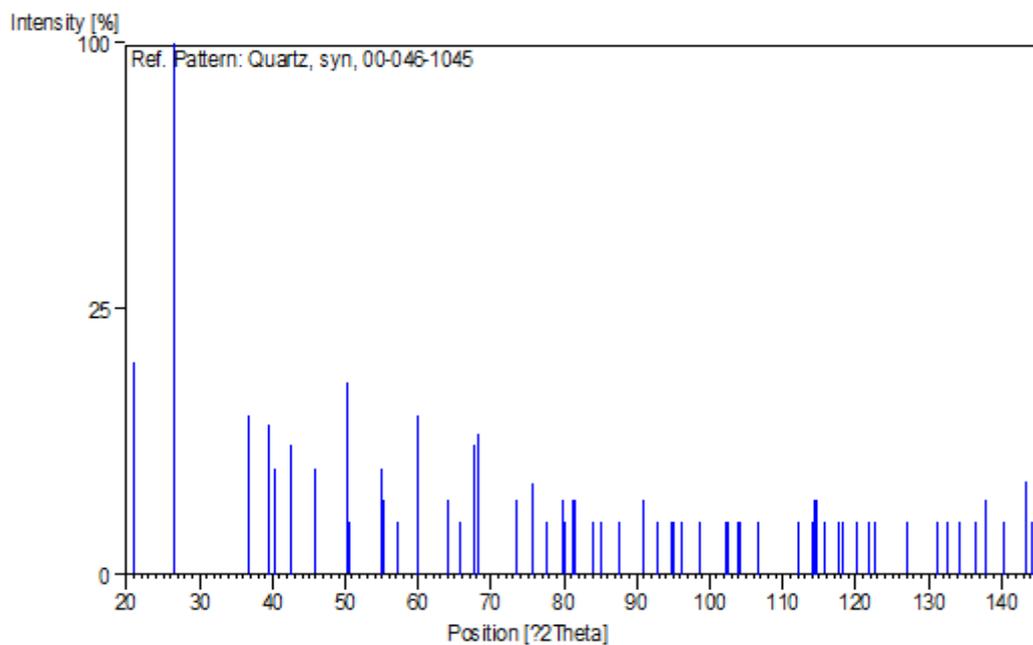
**Peak list**

I [%]	2Theta [deg]	d [Å]	l	k	h	No.
16,0	20,860	4,25499	0	0	1	1
100,0	26,640	3,34347	1	0	1	2
9,0	36,544	2,45687	0	1	1	3
8,0	39,465	2,28149	2	0	1	4
4,0	40,300	2,23613	1	1	1	5
6,0	42,450	2,12771	0	0	2	6
4,0	45,793	1,97986	1	0	2	7
13,0	50,139	1,81796	2	1	1	8
1,0	50,622	1,80174	3	0	0	9
4,0	54,875	1,67173	2	0	2	10
2,0	55,325	1,65919	3	0	1	11
1,0	57,235	1,60827	0	1	2	12
9,0	59,960	1,54153	1	1	2	13
2,0	64,036	1,45289	3	1	1	14
1,0	65,786	1,41841	0	0	3	15
6,0	67,744	1,38210	2	1	2	16
7,0	68,144	1,37496	3	0	2	17
5,0	68,318	1,37188	1	0	3	18
2,0	73,468	1,28791	4	0	1	19
3,0	75,660	1,25595	2	0	3	20
1,0	77,675	1,22832	0	2	2	21
2,0	79,884	1,19982	3	1	2	22
1,0	80,047	1,19779	1	2	2	23
2,0	81,173	1,18399	4	1	1	24
2,0	81,491	1,18017	0	1	3	25
1,0	83,840	1,15298	1	1	3	26
1,0	84,957	1,14065	4	0	2	27

## Annexes

1,0	87,439	1,11455	3	0	3	28
2,0	90,831	1,08155	2	1	3	29
1,0	92,788	1,06380	0	0	4	30
1,0	94,651	1,04772	5	0	1	31
1,0	95,119	1,04380	1	0	4	32
1,0	96,238	1,03461	4	1	2	33
1,0	98,751	1,01490	3	2	2	34
1,0	102,231	0,98958	5	1	1	35
1,0	102,567	0,98725	3	1	3	36
1,0	103,877	0,97834	4	0	3	37
1,0	104,203	0,97617	0	2	3	38
1,0	106,593	0,96078	1	2	3	39
1,0	112,114	0,92853	0	1	4	40
1,0	114,061	0,91816	2	2	3	41
2,0	114,467	0,91606	3	0	4	42
2,0	114,639	0,91518	1	1	4	43
1,0	115,885	0,90889	4	2	2	44
1,0	117,537	0,90085	6	0	0	45
1,0	118,313	0,89719	5	1	2	46
1,0	120,124	0,88891	4	1	3	47
1,0	121,853	0,88135	6	0	1	48
1,0	122,605	0,87817	2	1	4	49
1,0	127,251	0,85980	5	0	3	50
1,0	131,203	0,84584	6	1	1	51
1,0	132,756	0,84075	1	0	5	52
1,0	134,293	0,83592	4	0	4	53
1,0	136,424	0,82956	6	0	2	54
2,0	137,895	0,82539	3	1	4	55
1,0	140,318	0,81891	0	3	3	56
3,0	143,251	0,81168	2	0	5	57
1,0	144,119	0,80967	1	3	3	58

### Stick Pattern



**Name and formula**

Reference code:	00-014-0164
Mineral name:	Kaolinite-1A
PDF index name:	Aluminum Silicate Hydroxide
Empirical formula:	$\text{Al}_2\text{H}_4\text{O}_9\text{Si}_2$
Chemical formula:	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Anorthic
Space group:	C1
a (?):	5,1550
b (?):	8,9590
c (?):	7,4070
Alpha (°):	91,6800
Beta (°):	104,9000
Gamma (°):	89,9400
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,59
Measured density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,64
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	165,22
Z:	2,00
RIR:	-

**Subfiles and Quality**

Subfiles:	Inorganic
	Mineral
	Corrosion
	Common Phase
	Educational pattern
	Forensic
	Pigment/Dye
Quality:	Indexed (I)

**Comments**

Color: White

General comments: Validated by calculated pattern Borg and Smith, GSA Memoir, 122 .

Sample source: Specimen from Scalby, Yorkshire, England, UK .

Optical data: A=1.559(6), B=1.564(5), Q=1.565(5), Sign=-, 2V=24-50°

Additional pattern: To replace 5-143 and 12-447 .

**References**

Primary reference: Goodyear, Duffin ,*Mineral. Mag*(1961) ,902 ,**32** ,.

Optical data: Deer, W., Howie, R., Zussman, J ,*Rock Forming Minerals*194 ,**3** ,

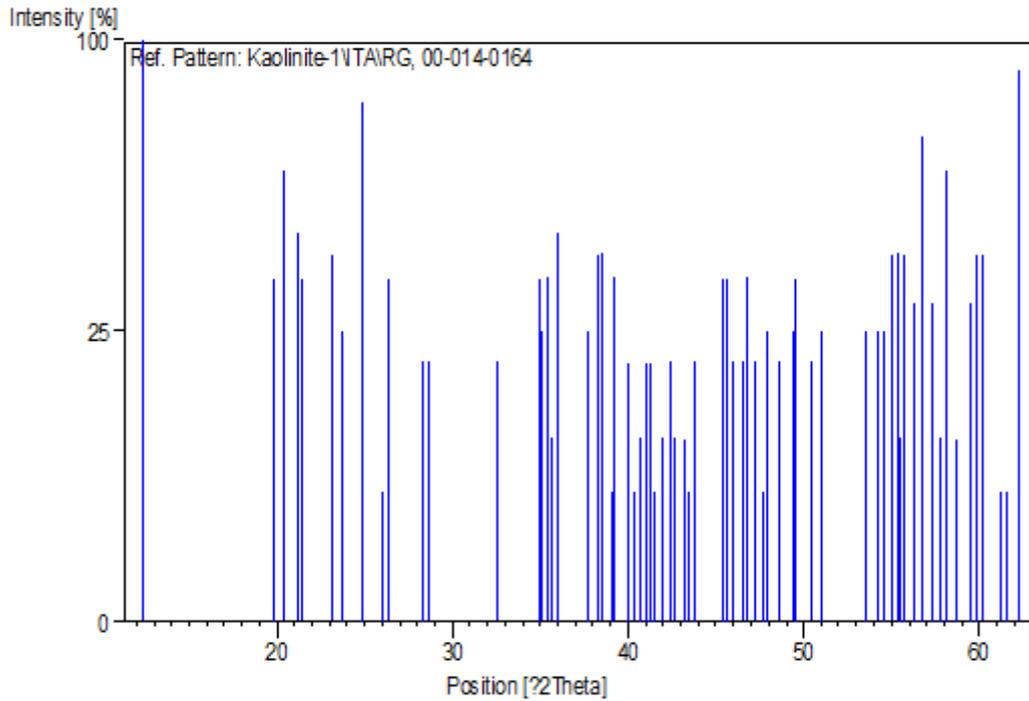
**Peak list**

I [%]	2Theta[deg]	d [Å]	l	k	h	No.
100,0	12,335	7,17000	1	0	0	1
35,0	19,810	4,47800	0	2	0	2
60,0	20,324	4,36600	0	1	1-	3
45,0	21,208	4,18600	1	1-	1-	4
35,0	21,451	4,13900	1	1	1-	5
40,0	23,101	3,84700	1	2-	0	6
25,0	23,740	3,74500	1	2	0	7
80,0	24,858	3,57900	2	0	0	8
5,0	26,033	3,42000	1	1-	1	9
35,0	26,379	3,37600	1	1	1	10
20,0	28,263	3,15500	2	1-	1-	11
20,0	28,709	3,10700	2	1	1-	12
20,0	32,485	2,75400	2	2	0	13
35,0	34,939	2,56600	1	0	2-	14
25,0	35,122	2,55300	0	3	1	15
35,0	35,380	2,53500	1	3-	1-	16
10,0	35,612	2,51900	2	1-	1	17
45,0	35,966	2,49500	0	0	2	18
25,0	37,686	2,38500	3	0	0	19
40,0	38,320	2,34700	2	0	2-	20
40,0	38,473	2,33800	1	3-	1	21
5,0	39,046	2,30500	3	1	1-	22
35,0	39,259	2,29300	1	3	1	23
20,0	39,985	2,25300	2	3-	1-	24
5,0	40,284	2,23700	0	4	0	25
10,0	40,644	2,21800	1	2	2-	26
20,0	41,050	2,19700	2	3	1-	27
20,0	41,266	2,18600	1	0	2	28
5,0	41,524	2,17300	0	2	2	29
10,0	41,969	2,15100	1	4-	0	30
20,0	42,340	2,13300	3	2-	0	31
10,0	42,697	2,11600	1	4	0	32
10,0	43,189	2,09300	2	2-	2-	33
5,0	43,473	2,08000	3	2	0	34
20,0	43,827	2,06400	2	2	2-	35
35,0	45,378	1,99700	3	0	2-	36
35,0	45,619	1,98700	2	3-	1	37
20,0	45,937	1,97400	1	2-	2	38

Annexes

20,0	46,485	1,95200	1	2	2	39
35,0	46,815	1,93900	2	3	1	40
20,0	47,280	1,92100	2	4-	0	41
5,0	47,675	1,90600	3	1	1	42
25,0	47,915	1,89700	3	3-	1-	43
20,0	48,652	1,87000	2	4	0	44
25,0	49,355	1,84500	3	3	1-	45
35,0	49,555	1,83800	3	2-	2-	46
20,0	50,375	1,81000	3	2	2-	47
25,0	51,008	1,78900	4	0	0	48
25,0	53,547	1,71000	2	2-	2	49
25,0	54,267	1,68900	0	5	1-	50
25,0	54,547	1,68100	1	5-	1-	51
40,0	54,972	1,66900	0	4	2-	52
40,0	55,296	1,66000	0	4	2	53
10,0	55,441	1,65600	3	4-	0	54
40,0	55,697	1,64900	2	1	3-	55
30,0	56,291	1,63300	0	1	3-	56
70,0	56,783	1,62000	3	3	1	57
30,0	57,285	1,60700	3	4	0	58
10,0	57,796	1,59400	2	5-	1-	59
60,0	58,115	1,58600	4	3-	1-	60
10,0	58,683	1,57200	1	4-	2	61
30,0	59,472	1,55300	4	2	2-	62
40,0	59,812	1,54500	4	1-	1	63
40,0	60,155	1,53700	3	0	2	64
5,0	61,166	1,51400	1	1-	3	65
5,0	61,571	1,50500	3	4-	2-	66
90,0	62,306	1,48900	1	3-	3-	67

**Stick Pattern**



**Name and formula**

Reference code:	00-029-1496
Mineral name:	Illite-1M
PDF index name:	Potassium Aluminum Silicate Hydroxide
Empirical formula:	$\text{Al}_2\text{H}_2\text{K}_{0.70}\text{O}_{12}\text{Si}_4$
Chemical formula:	$\text{K}_{0.7}\text{Al}_2(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Monoclinic
Space group:	C2/m
Space group number:	12
a (?):	5,2040
b (?):	8,9500
c (?):	10,1800
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	101,6800
Gamma (°):	90,0000
Measured density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,60
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	464,32
Z:	2,00
RIR:	0,70

**Subfiles and Quality**

Subfiles:	Inorganic
	Mineral
	Corrosion
	Common Phase
	Forensic
Quality:	Blank (B)

**Comments**

Sample source:	Specimen from Hungary .
----------------	-------------------------

## Annexes

Additional pattern: To replace 2-462 and 31-968 .

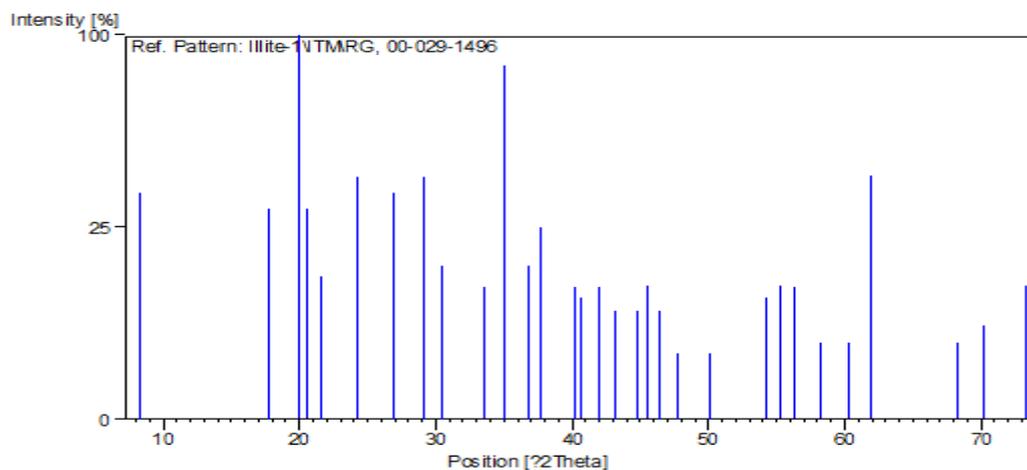
### References

Primary reference: Brindley, G., Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA ,  
*ICDD Grant-in-Aid(1977)* ,

### Peak list

I [%]	2Theta [deg]	d [Å]	l	k	h	No.
35,0	8,257	10,70000				1
30,0	17,725	5,00000	2	0	0	2
100,0	20,027	4,43000	0	1	1	3
30,0	20,495	4,33000	1	1	1-	4
14,0	21,605	4,11000	1	2	0	5
40,0	24,299	3,66000	2	1	1-	6
35,0	26,914	3,31000	3	0	0	7
40,0	29,160	3,06000	2	1	1	8
16,0	30,474	2,93100	3	1	1-	9
12,0	33,472	2,67500	3	2	0	10
85,0	35,023	2,56000	1	3	1-	11
16,0	36,728	2,44500	1	3	1	12
25,0	37,670	2,38600	2	3	1-	13
12,0	40,190	2,24200	0	4	0	14
10,0	40,682	2,21600	0	2	2	15
12,0	41,969	2,15100	3	3	1-	16
8,0	43,189	2,09300	1	2	2	17
8,0	44,763	2,02300	4	1	1	18
12,0	45,571	1,98900	5	0	0	19
8,0	46,359	1,95700	5	1	1-	20
3,0	47,755	1,90300	2	2	2	21
3,0	50,079	1,82000	5	2	0	22
10,0	54,302	1,68800	0	5	1	23
12,0	55,187	1,66300	2	4	2-	24
12,0	56,366	1,63100	5	2	2-	25
4,0	58,155	1,58500	3	4	2-	26
4,0	60,198	1,53600	4	1	3-	27
40,0	61,982	1,49600	2	1	3	28
4,0	68,311	1,37200	5	2	2	29
6,0	70,118	1,34100	6	3	1	30
12,0	73,198	1,29200	7	1	1	31

### Stick Pattern



**Name and formula**

Reference code:	00-034-0175
Mineral name:	Muscovite-2M <sub>2</sub>
PDF index name:	Potassium Sodium Aluminum Silicate Hydroxide
Empirical formula:	Al <sub>2</sub> H <sub>2</sub> KO <sub>12</sub> Si <sub>4</sub>
Chemical formula:	( K , Na ) Al <sub>2</sub> ( Si , Al ) <sub>4</sub> O <sub>10</sub> ( OH ) <sub>2</sub>

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Monoclinic
Space group:	C2/c
Space group number:	15

a (?):	8,9650
b (?):	5,1750
c (?):	20,3100
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	100,6670
Gamma (°):	90,0000

Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,77

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 925,98

Z: 4,00

RIR: 0,36

**Subfiles and Quality**

## Annexes

Subfiles: Inorganic  
Mineral  
Corrosion

Quality: Calculated (C)

### Comments

Sample source: Specimen from the pyrite deposits of North America .

Analysis: Chemical analysis (wt.%): SiO<sub>2</sub> ,85.81 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ,7.89 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ,1.60 CaO  
0.96, K<sub>2</sub>O 2.11, H<sub>2</sub>O ,1.10 +minor TiO<sub>2</sub> , FeO, Na<sub>2</sub>O: ( K<sub>0.68</sub>Na<sub>0.09</sub>  
Al<sub>1.93</sub>Si<sub>3.5</sub>Al<sub>0.5</sub>O<sub>10.6</sub>OH · 1.94(

### References

Primary reference: Smith, D., Zolensky, Penn State University, University Park, Pennsylvania,  
USA ,*ICDD Grant-in-Aid*(1983) ,

Unit cell: Zhoukhlstov, A. et al ,*Clays Clay Miner*(1973) ,465 ,**21** ,.

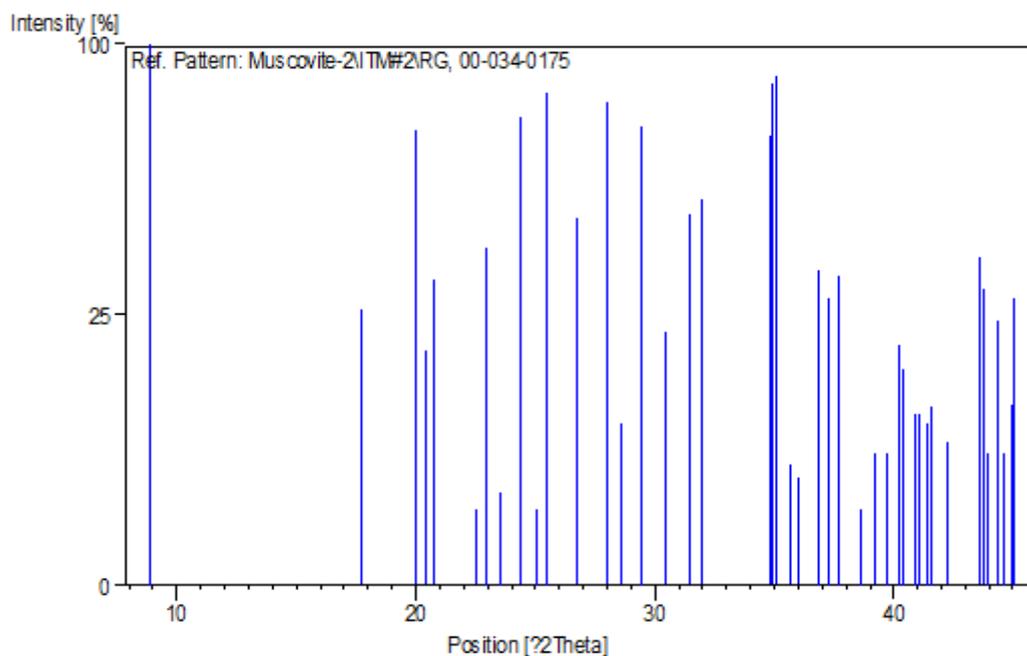
### Peak list

I [%]	2Theta[deg]	d [A]	l	k	h	No .
100,0	8,853	9,98000	2	0	0	1
26,0	17,760	4,99000	4	0	0	2
71,0	19,964	4,44400	0	1	1	3
19,0	20,461	4,33700	2	0	2-	4
32,0	20,786	4,27000	1	1	1	5
2,0	22,560	3,93800	2	1	1	6
39,0	22,914	3,87800	3	1	1-	7
3,0	23,517	3,78000	2	0	2	8
75,0	24,333	3,65500	4	0	2-	9
2,0	25,028	3,55500	3	1	1	10
83,0	25,480	3,49300	4	1	1-	11
46,0	26,774	3,32700	6	0	0	12
80,0	28,028	3,18100	4	1	1	13
9,0	28,550	3,12400	5	1	1-	14
72,0	29,406	3,03500	4	0	2	15
22,0	30,506	2,92800	6	0	2-	16
47,0	31,418	2,84500	5	1	1	17
51,0	31,995	2,79500	6	1	1-	18
69,0	34,799	2,57600	2	1	3-	19
86,0	34,939	2,56600	1	2	0	20
89,0	35,108	2,55400	6	1	1	21
5,0	35,715	2,51200	7	1	1-	22

## Annexes

4,0	35,966	2,49500	8	0	0	23
34,0	36,837	2,43800	4	1	3-	24
28,0	37,249	2,41200	3	2	0	25
33,0	37,703	2,38400	2	1	3	26
2,0	38,645	2,32800	5	1	3-	27
6,0	39,188	2,29700	4	2	0	28
6,0	39,746	2,26600	3	1	3	29
20,0	40,209	2,24100	1	2	2-	30
16,0	40,397	2,23100	0	2	2	31
10,0	40,894	2,20500	6	1	3-	32
10,0	41,089	2,19500	1	2	2	33
9,0	41,424	2,17800	3	2	2-	34
11,0	41,564	2,17100	5	2	0	35
7,0	42,236	2,13800	4	1	3	36
37,0	43,561	2,07600	7	1	3-	37
30,0	43,805	2,06500	9	1	1-	38
6,0	43,962	2,05800	3	2	2	39
24,0	44,324	2,04200	6	2	0	40
6,0	44,600	2,03000	5	2	2-	41
11,0	44,927	2,01600	8	0	2	42
28,0	45,068	2,01000	5	1	3	43

### Stick Pattern



### Name and formula

Reference code:	00-033-1161
Mineral name:	Quartz, syn
Common name:	silica
PDF index name:	Silicon Oxide

Empirical formula: O<sub>2</sub>Si

Chemical formula: SiO<sub>2</sub>

### **Crystallographic parameters**

Crystal system: Hexagonal

Space group: P3221

Space group number: 154

a (?): 4,9133

b (?): 4,9133

c (?): 5,4053

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 120,0000

Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,65

Measured density (g/cm<sup>3</sup>): 2,66

Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 113,00

Z: 3,00

RIR: 3,60

### **Status, subfiles and quality**

Status: Marked as deleted by ICDD

Subfiles: Inorganic

Mineral

Alloy, metal or intermetallic

Cement and Hydration Product

Common Phase

Educational pattern

Forensic

NBS pattern

Quality: Star (S)

### **Comments**

## Annexes

Deleted by:	Deleted by 46-1045, higher $F_N$ , more complete, LRB 1/95 .
Color:	Colorless
General comments:	Pattern reviewed by Holzer, J., McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA , <i>ICDD Grant-in-Aid</i> .(1990 ) Agrees well with experimental and calculated patterns .
Sample source:	Sample from the Glass Section at NBS, Gaithersburg, MD, USA, ground single-crystals of optical quality .
Optical data:	B=1.544, Q=1.553, Sign +=
Additional pattern:	To replace 5-490 and validated by calculated pattern .
Additional diffraction line(s):	Plus 6 additional reflections to 0.9 .089
Temperature:	Pattern taken at 25 C .

### References

Primary reference:	<i>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25(1981) ,61 ,18 ,</i>
Optical data:	Swanson, Fuyat , <i>Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539(1954) ,24 ,3 ,</i>

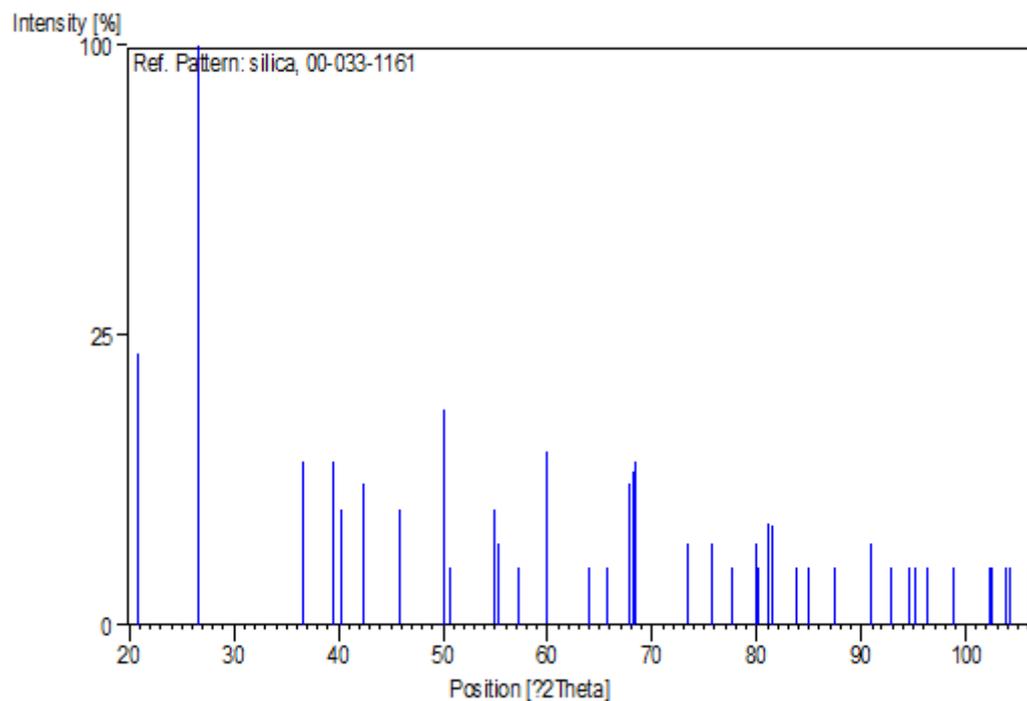
### Peak list

I [%]	2Theta [deg]	d [Å]	l	k	h	No .
22,0	20,850	4,25700	0	0	1	1
100,0	26,652	3,34200	1	0	1	2
8,0	36,542	2,45700	0	1	1	3
8,0	39,456	2,28200	2	0	1	4
4,0	40,284	2,23700	1	1	1	5
6,0	42,465	2,12700	0	0	2	6
4,0	45,809	1,97920	1	0	2	7
14,0	50,141	1,81790	2	1	1	8
1,0	50,611	1,80210	3	0	0	9
4,0	54,869	1,67190	2	0	2	10
2,0	55,328	1,65910	3	0	1	11
1,0	57,238	1,60820	0	1	2	12
9,0	59,949	1,54180	1	1	2	13
1,0	64,001	1,45360	3	1	1	14
1,0	65,761	1,41890	0	0	3	15
6,0	67,750	1,38200	2	1	2	16
7,0	68,131	1,37520	3	0	2	17
8,0	68,323	1,37180	1	0	3	18
2,0	73,462	1,28800	4	0	1	19
2,0	75,671	1,25580	2	0	3	20
1,0	77,662	1,22850	0	2	2	21
2,0	79,878	1,19990	3	1	2	22
1,0	80,046	1,19780	1	2	2	23
3,0	81,148	1,18430	4	1	1	24
3,0	81,472	1,18040	0	1	3	25
1,0	83,821	1,15320	1	1	3	26
1,0	84,971	1,14050	4	0	2	27
1,0	87,464	1,11430	3	0	3	28
2,0	90,858	1,08130	2	1	3	29
1,0	92,822	1,06350	0	0	4	30
1,0	94,665	1,04760	5	0	1	31

## Annexes

1,0	95,119	1,04380	1	0	4	32
1,0	96,227	1,03470	4	1	2	33
1,0	98,738	1,01500	3	2	2	34
1,0	102,199	0,98980	2	0	4	35
1,0	102,559	0,98730	3	1	3	36
1,0	103,884	0,97830	4	0	3	37
1,0	104,199	0,97620	0	2	3	38
1,0	106,145	0,96360	5	0	2	39

### Stick Pattern



### Name and formula

Reference code:	00-041-1480
Mineral name:	Albite, calcian, ordered
PDF index name:	Sodium Calcium Aluminum Silicate
Empirical formula:	$Al_{1.2}Ca_{0.2}Na_{0.8}O_8Si_{2.8}$
Chemical formula:	$(Na, Ca) Al (Si, Al)_3O_8$

### Crystallographic parameters

Crystal system:	Anorthic
Space group:	C-1
a (?):	8,1610
b (?):	12,8580

## Annexes

---

c (?): 7,1120  
Alpha (°): 93,6800  
Beta (°): 116,4200  
Gamma (°): 89,3900  
Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,64  
Measured density (g/cm<sup>3</sup>): 2,63  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 333,42  
Z: 4,00  
RIR: 1,06

### Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic  
Mineral  
Common Phase  
Educational pattern  
Forensic  
Quality: Indexed (I)

### Comments

Color: White  
General comments:  $\Delta 2\theta$ ; 1.66 = (31-1 - 131)  $\Delta 2\theta$  .073 = (41-2- - 241-)  
Sample source: Specimen from Zdanov, Czechoslovakia .  
Analysis: Chemical analysis (wt.%): SiO<sub>2</sub> 60.8 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 24.7 CaO 5.3, Na<sub>2</sub>O 8.6, K<sub>2</sub>O 0.4: ( Na<sub>0.76</sub>Ca<sub>0.19</sub>K ) ( 0.05Si<sub>2.8</sub>Al ( 1.2O · 8  
Optical data: A=1.527, B=1.531, Q=1.538, Sign=+, 2V=77°  
Additional pattern: To replace 9-457 and validated by calculated pattern 20-548 .  
Temperature: Pattern taken at 25(1) C .

### References

Primary reference: Sanc, I., Polytechna, Foreign Trade Corporation, Panska, Czechoslovakia ., *ICDD Grant-in-Aid*(1990) ,  
Structure: Colville, A., Ribbe, P ., *Spec. Pap. Geol. Soc. Am*(1966) ,41 ,**101** ,.  
Optical data: Deer, W., Howie, R., Zussman, J ., *Rock Forming Minerals*(1963) ,94 ,**4** ,

Annexes

Unit cell:

Bayliss, P., Univ. of Calgary, Alberta, Canada *„Private Communication ,  
(1990)*

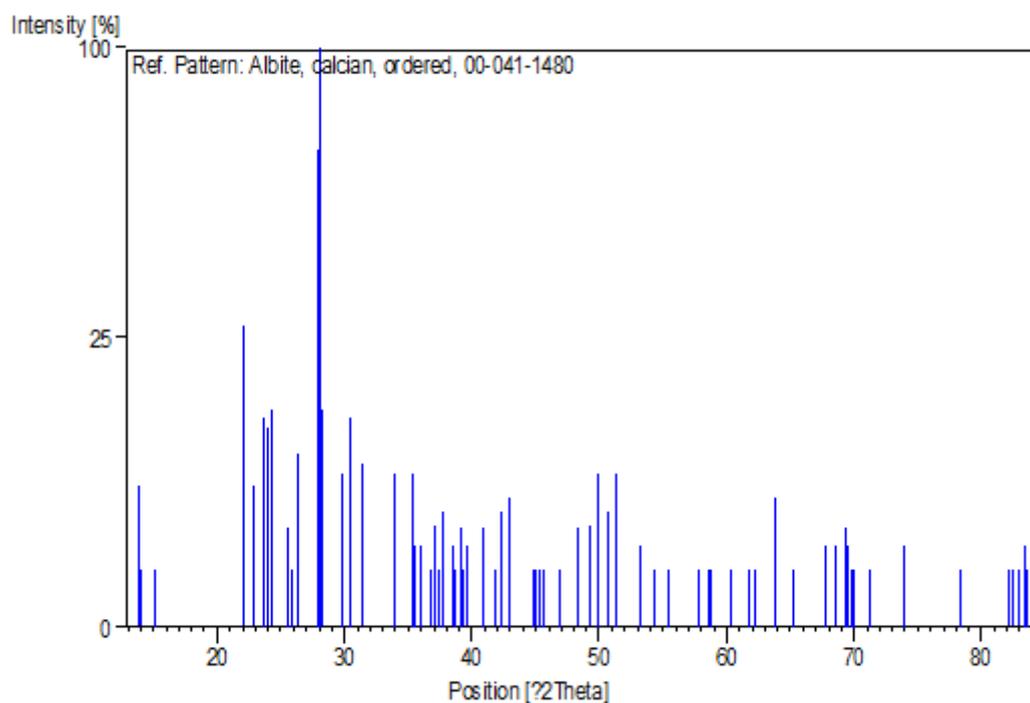
**Peak list**

I [%]	2Theta [deg]	d [Å]	l	k	h	No.
6,0	13,901	6,36558	0	2	0	1
1,0	14,071	6,28905	0	1	1	2
1,0	15,091	5,86616	1	1-	1-	3
27,0	22,031	4,03136	1	0	2-	4
6,0	22,951	3,87179	1	1-	1	5
13,0	23,651	3,75875	1	1	1	6
12,0	23,991	3,70624	0	3	1-	7
14,0	24,341	3,65374	0	0	2	8
3,0	25,501	3,49010	1	3	1-	9
1,0	25,862	3,44232	1	2-	2-	10
9,0	26,432	3,36936	2	1	1-	11
68,0	27,882	3,19733	2	0	2-	12
100,0	28,022	3,18167	2	0	0	13
14,0	28,322	3,14865	0	2	2	14
7,0	29,822	2,99359	1	3-	1	15
13,0	30,432	2,93496	1	4-	0	16
8,0	31,432	2,84382	1	3	1	17
7,0	33,892	2,64281	2	3	1-	18
7,0	35,332	2,53832	1	4-	2-	19
2,0	35,542	2,52380	1	2-	2	20
2,0	36,012	2,49193	1	4	2-	21
1,0	36,722	2,44536	1	2	2	22
1,0	36,812	2,43959	0	5	1-	23
3,0	37,042	2,42496	1	5-	1-	24
1,0	37,442	2,39997	0	1	3-	25
4,0	37,672	2,38584	0	4	2	26
2,0	38,472	2,33805	1	5	1-	27
1,0	38,652	2,32757	3	1-	1-	28
3,0	39,132	2,30012	1	3-	3-	29
1,0	39,372	2,28665	1	3	3-	30
2,0	39,682	2,26950	3	1	1-	31
3,0	40,862	2,20664	1	5-	1	32
1,0	41,873	2,15571	3	2	2-	33
4,0	42,323	2,13383	0	6	0	34
5,0	42,913	2,10584	1	5	1	35
1,0	44,863	2,01873	2	0	4-	36
1,0	45,053	2,01066	1	0	4-	37
1,0	45,323	1,99930	2	0	2	38
1,0	45,623	1,98685	1	1-	3	39
1,0	46,853	1,93751	2	2-	4-	40
3,0	48,373	1,88012	2	2	2	41
3,0	49,193	1,85068	3	0	4-	42
7,0	49,873	1,82702	0	0	4	43
4,0	50,773	1,79673	3	1	1	44
7,0	51,353	1,77779	4	0	2-	45
2,0	53,143	1,72205	2	4-	4-	46
1,0	53,223	1,71965	3	4	0	47
1,0	54,373	1,68596	4	2	2-	48
1,0	55,374	1,65785	2	4	2	49
1,0	57,824	1,59330	4	0	0	50
1,0	58,534	1,57565	4	2-	4-	51
1,0	58,774	1,56978	4	2-	0	52
1,0	60,274	1,53425	3	2-	2	53
1,0	61,774	1,50055	1	8-	2-	54
1,0	62,224	1,49077	2	3	3	55
5,0	63,814	1,45740	0	8	2	56

## Annexes

1,0	65,254	1,42868	4	1	5-	57
2,0	67,755	1,38191	4	3-	1	58
2,0	68,454	1,36948	5	0	4-	59
3,0	69,345	1,35406	1	5	5-	60
2,0	69,435	1,35252	2	9-	1-	61
1,0	69,845	1,34558	1	5-	5-	62
1,0	69,945	1,34390	5	1	1-	63
1,0	71,245	1,32254	5	3-	1-	64
2,0	73,925	1,28107	4	0	6-	65
1,0	78,356	1,21935	2	8	2	66
1,0	82,086	1,17312	6	1	3-	67
1,0	82,396	1,16949	4	8-	0	68
1,0	82,966	1,16290	2	10	0	69
2,0	83,416	1,15776	5	4	0	70
1,0	83,546	1,15629	4	7-	5-	71

### Stick Pattern



### Name and formula

Reference code:	00-005-0586
Mineral name:	Calcite, syn
PDF index name:	Calcium Carbonate
Empirical formula:	CCaO <sub>3</sub>
Chemical formula:	CaCO <sub>3</sub>

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Rhombohedral
Space group:	R-3c
Space group number:	167
a (?):	4,9890
b (?):	4,9890
c (?):	17,0620
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	120,0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,71
Measured density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,71
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	367,78
Z:	6,00
RIR:	2,00

**Subfiles and Quality**

Subfiles:	Inorganic
	Mineral
	Cement and Hydration Product
	Common Phase
	Educational pattern
	Forensic
	NBS pattern
	Superconducting Material
Quality:	Star (S(

**Comments**

Color:	Colorless
General comments:	Other form: aragonite.

Pattern reviewed by Parks, J., McCarthy, G., North Dakota State Univ.,

## Annexes

Fargo, ND, USA ,*ICDD Grant-in-Aid*.(1992)

Agrees well with experimental and calculated patterns.

Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed .

Sample source: Sample from Mallinckrodt Chemical Works .

Analysis: Spectroscopic analysis: <0.1% Sr; <0.01% Ba; <0.001% Al, B, Cs, Cu, K, Mg, Na, Si, Sn; <0.0001% Ag, Cr, Fe, Li, Mn .

Optical data: A=1.487, B=1.659, Sign -=

Temperature: Pattern taken at 26 C .

### References

Primary reference: Swanson, Fuyat ,*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539* ,**II**(1953) ,51 ,

Optical data: *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed* ,**II**142 ,

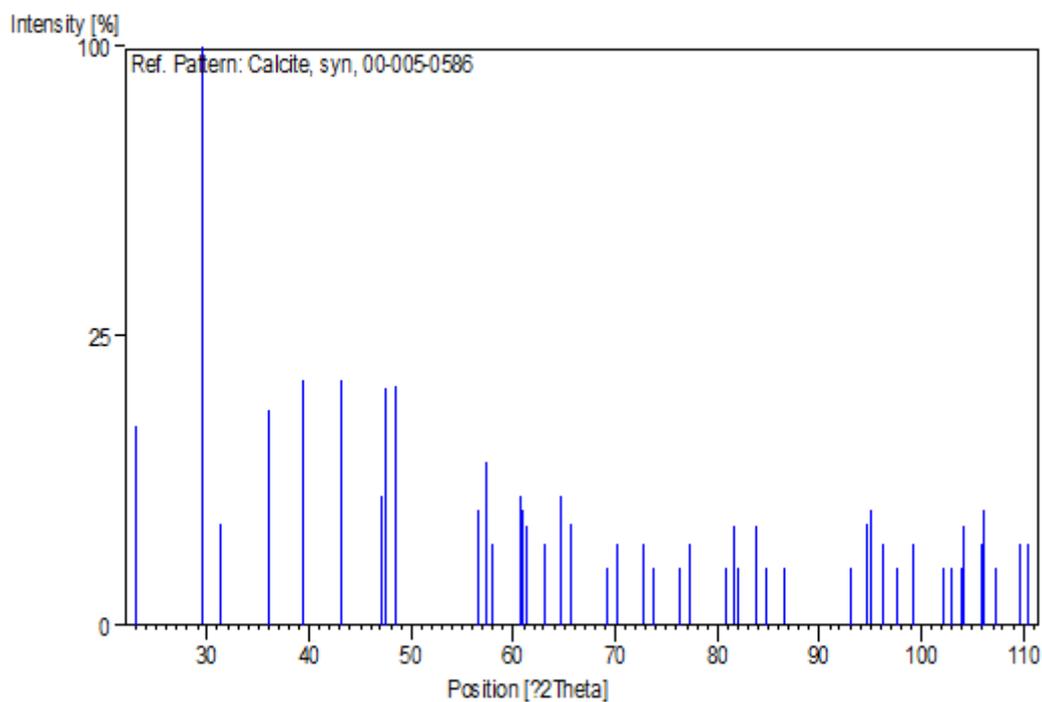
### Peak list

I [%]	2Theta[deg]	d [Å]	l	k	h	No.
12,0	23,022	3,86000	2	1	0	1
100,0	29,406	3,03500	4	0	1	2
3,0	31,418	2,84500	6	0	0	3
14,0	35,966	2,49500	0	1	1	4
18,0	39,402	2,28500	3	1	1	5
18,0	43,146	2,09500	2	0	2	6
5,0	47,124	1,92700	4	2	0	7
17,0	47,490	1,91300	8	1	0	8
17,0	48,514	1,87500	6	1	1	9
4,0	56,555	1,62600	1	1	2	10
8,0	57,402	1,60400	2	2	1	11
2,0	58,075	1,58700	10	0	1	12
5,0	60,678	1,52500	4	1	2	13
4,0	60,987	1,51800	8	0	2	14
3,0	61,345	1,51000	9	1	1	15
2,0	63,060	1,47300	5	2	1	16
5,0	64,678	1,44000	0	0	3	17
3,0	65,599	1,42200	12	0	0	18
1,0	69,231	1,35600	7	1	2	19
2,0	70,238	1,33900	10	2	0	20
2,0	72,870	1,29700	8	2	1	21
1,0	73,729	1,28400	6	0	3	22
1,0	76,300	1,24700	0	2	2	23
2,0	77,177	1,23500	12	1	1	24
1,0	80,933	1,18690	2	1	3	25
3,0	81,547	1,17950	10	1	2	26
1,0	82,113	1,17280	14	1	0	27
3,0	83,767	1,15380	4	3	1	28
1,0	84,788	1,14250	6	2	2	29
1,0	86,483	1,12440	11	2	1	30
1,0	93,072	1,06130	14	0	2	31
3,0	94,701	1,04730	4	0	4	32
4,0	95,011	1,04470	8	1	3	33
2,0	96,165	1,03520	16	0	1	34
1,0	97,647	1,02340	13	1	2	35
2,0	99,161	1,01180	12	0	3	36
1,0	102,242	0,98950	1	2	3	37

## Annexes

1,0	102,952	0,98460	2	3	2	38
1,0	103,899	0,97820	10	3	1	39
3,0	104,124	0,97670	14	2	1	40
2,0	105,846	0,96550	4	2	3	41
4,0	106,145	0,96360	8	4	0	42
1,0	107,334	0,95620	16	2	0	43
2,0	109,561	0,94290	0	1	4	44
2,0	110,484	0,93760	12	2	2	45

### Stick Pattern



### Name and formula

Reference code:	00-032-0003
PDF index name:	Aluminum Borate
Empirical formula:	$\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$
Chemical formula:	$\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$

### Crystallographic parameters

Crystal system:	Orthorhombic
Space group:	Amam
Space group number:	63
a (?):	7,6874
b (?):	15,0127
c (?):	5,6643

## Annexes

Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 90,0000  
Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,68  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 653,71  
Z: 1,00  
RIR: 1,27

### Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic  
Common Phase  
NBS pattern

Quality: Star (S)

### Comments

Color: Colorless

General comments: Molecular weight used = 1056.890 .

Sample preparation: The sample was prepared by heating a 1:1 mixture of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> together at 1250 C. The compound was later annealed at 1500 C .

Additional pattern: To replace 9-248 and 29-9 .

Temperature: Pattern at 25 C .

### References

Primary reference: *Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25(1980) ,5 ,17 ,*

### Peak list

I [%]	2Theta [deg]	d [Å]	l	k	h	No.
1,0	11,759	7,52000	0	2	0	1
100,0	16,494	5,37000	0	2	1	2
18,0	16,714	5,30000	1	1	0	3
50,0	20,352	4,36000	1	1	1	4
8,0	23,107	3,84600	0	0	2	5
16,0	23,707	3,75000	1	3	0	6
14,0	26,041	3,41900	0	2	2	7
40,0	26,403	3,37300	0	4	1	8
2,0	28,672	3,11100	1	1	2	9
7,0	31,578	2,83100	2	0	0	10
40,0	33,344	2,68500	0	4	2	11
4,0	33,810	2,64900	2	2	0	12
25,0	35,818	2,50500	2	2	1	13
4,0	37,058	2,42400	0	2	3	14
5,0	39,011	2,30700	1	1	3	15
3,0	39,474	2,28100	2	0	2	16

## Annexes

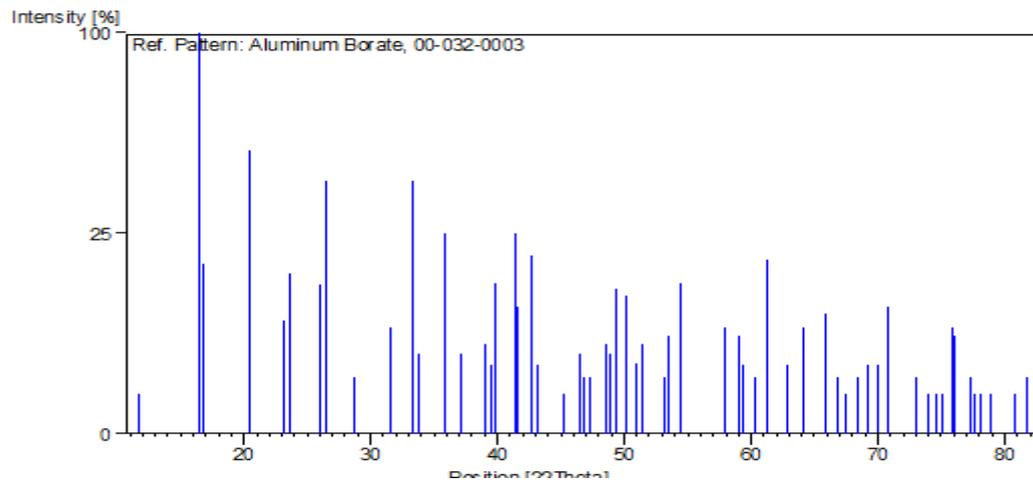
---

14,0	39,856	2,26000	2	4	0	17
25,0	41,365	2,18100	2	2	2	18
10,0	41,604	2,16900	2	4	1	19
20,0	42,697	2,11600	1	3	3	20
3,0	43,103	2,09700	0	6	2	21
1,0	45,187	2,00500	1	7	0	22
4,0	46,601	1,94740	2	4	2	23
2,0	46,751	1,94150	1	7	1	24
2,0	47,259	1,92180	0	0	4	25
5,0	48,560	1,87330	3	1	0	26
4,0	48,880	1,86180	0	2	4	27
13,0	49,429	1,84240	2	2	3	28
12,0	50,091	1,81960	3	1	1	29
3,0	50,990	1,78960	0	6	3	30
5,0	51,359	1,77760	1	7	2	31
2,0	53,161	1,72150	3	3	1	32
6,0	53,531	1,71050	0	4	4	33
14,0	54,400	1,68520	2	6	2	34
7,0	57,939	1,59040	2	0	4	35
6,0	58,971	1,56500	3	5	1	36
3,0	59,330	1,55640	1	5	4	37
2,0	60,328	1,53300	2	8	1	38
19,0	61,211	1,51300	2	6	3	39
3,0	62,898	1,47640	1	1	5	40
7,0	64,199	1,44960	2	8	2	41
9,0	65,923	1,41580	4	0	0	42
2,0	66,861	1,39820	0	10	2	43
1,0	67,440	1,38760	1	7	4	44
2,0	68,459	1,36940	4	2	1	45
3,0	69,231	1,35600	3	5	3	46
3,0	70,029	1,34250	0	8	4	47
10,0	70,791	1,32990	2	2	5	48
2,0	72,981	1,29530	0	10	3	49
1,0	73,930	1,28100	0	0	6	50
1,0	74,569	1,27160	2	4	5	51
1,0	75,157	1,26310	0	2	6	52
7,0	75,848	1,25330	2	10	2	53
6,0	75,991	1,25130	0	12	0	54
2,0	77,259	1,23390	3	9	1	55
1,0	77,579	1,22960	1	9	4	56
1,0	78,070	1,22310	4	2	3	57
1,0	78,853	1,21290	2	8	4	58
1,0	80,760	1,18900	2	6	5	59
2,0	81,758	1,17700	4	4	3	60

### **Stick Pattern**

# Annexes

---



## Résumé

Dans le secteur des industries céramiques il existe des rejets qui influent sur l'environnement et l'économie des entreprises. Parmi ces rejets on a les rejets de céramique sanitaire de la casse et d'émaillage qu'on veut caractériser pour les valoriser dans le domaine des porcelaines.

Sept formulations en porcelaine ont été préparées, avec différentes teneurs des rejets allant de 0 à 30 % du poids total. L'absorption d'eau, l'attaque chimique et la résistance à la compression ont été mesurés à une température de 1290°C. Il en résulte que l'ajout de rejets augmente la résistance du produit et augmente le degré de dispersion lors du broyage des composants, améliorant ainsi le processus de frittage. Les résultats de diffraction des rayons X (DRX) montrent que l'intensité des pics qui caractérisent le mélange 10% en rejet d'émaillage, correspond à des bandes qui indiquent que la phase mullitique est plus importante et mieux observable dans le diffractogramme du matériau contenant 10% de rejet d'émaillage.

**Mots-clés** : Porcelaine, Rejet, physico-chimiques, mécanique, caractérisation, propriétés

## Abstract

In the sector of ceramic industries there are releases that affect the environment and economy of companies. These releases were the ceramic sanitary ware releases the breaks and glazing that have desired to characterize then develop them in china area.

Seven porcelain formulations were prepared with different content of discharges from 0 to 30% of the total weight. The weight loss and removal of the various formulations were measured using various techniques of mechanical analyzes. The water absorption, chemical attack and the compressive strength were also measured at a temperature of 1290 ° C. It follows that the addition of discharges increases the product strength and increasing the degree of dispersion upon grinding of the components, thereby improving the sintering process. It was found that the weight loss values, the shrinkage is reduced with respect to values of thermal resistance and compressive strength for a firing temperature of 1290 ° C and a rate of 10% by enameling releases the latter experiencing significant growth. Diffraction data of X-ray (XRD).

The intensity of the peaks characteristic of the mixture 10% by discharges of enameling, corresponds to bands which indicate that the mullite phase is larger and better observable in the diffractogram of the material containing 10% enameling rejection.

**Keywords:** Porcelain, Rejects, Enameling, breakage, Adding, Development, Characterization, Properties physics-chemical and mechanical.