

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur**  
**Et de la Recherche Scientifique**



---

**Université Abou Bakr Belkaid Tlemcen**  
**Faculté des Sciences**  
**Département de Physique**

---

**Mémoire de Fin d'Etude pour l'Obtention du Diplôme**  
**d'Ingénieur Physicien**  
**Option : Matériaux et caractérisations**

---

**ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES ET DIELECTRIQUES**  
**D'UN MATERIAU COMPOSITE A BASE D'ARGILE**  
**ET DE FIBRE DE VERRE**

---

par  
**MEDJAOUI Imène**

Soutenu le 28 Juin 2008 devant le jury

**Mr BERRAYAH A.**  
**Mr BOUSSAID A.**  
**Mr SARI A.**

**Maître de Conférence**  
**Maître de Conférence**  
**Chargé de Cours**

**Président**  
**Examineur**  
**Encadreur**



# Résumé

Nous avons préparé des échantillons de marne suivant des protocoles bien déterminés. Après préparation de ces derniers, nous les avons caractérisés mécaniquement et diélectriquement.

Les propriétés diélectriques mesurées, pour la marne hydratée et la marne frittée avec différents ajouts de fibre de verre, ont montré différentes valeurs mais les allures globales restent les mêmes en fonction de la fréquence.

Pour les propriétés mécaniques la réponse du matériau à l'ajout de fibre de verre est remarquable, et le résultat est différent contre toute attente.

Introduction général	1
<b>Chapitre 1 : Généralités</b>	
<b>1.1. Argile</b>	3
1.1.1 Terminologie	4
1.1.2 Composition minéralogique	7
<b>1.2. Les matériaux composites</b>	8
1.2.1 Définition	8
1.2.2 Renfort	8
1.2.3 Fibres minérales ou organiques	8
1.2.4 Matrice	10
1.2.5 Mise en oeuvre des matériaux composites	10
<b>1.3. Les céramiques</b>	10
1.3.1 Terminologie	11
1.3.2 Elaboration et fabrication des céramiques	14
1.3.3 Séchage	15
1.3.4 Frittage	16
1.3.5 Méthodes de formation de poudre céramique	17
<b>1.4 Les verres</b>	17
1.4.1 Les verres	18
1.4.2 Fibre de verre	18
<b>Chapitre 2 : Propriétés diélectriques et mécaniques</b>	
<b>2.1. Propriétés diélectriques</b>	21
2.1.1 Mesure de la permittivité diélectrique	21
2.1.2 Les diélectriques	23
2.1.3 Expression de l'interaction d'un matériau avec des champs électriques ou magnétiques	27
2.1.4 Modèle de Lorentz de la dispersion	28
2.1.5 Relation de dispersion	30
<b>2.2. Propriétés mécaniques</b>	31
2.2.1 Rupture fragile, Ténacité	31
2.2.2 Equilibre énergétique : Critère de Griffith	33
2.2.3 Critère de rupture et ténacité	37
2.2.4 Méthode d'éprouvettes de flexion entaillées	38
<b>Chapitre 3 : Etude expérimentale</b>	
<b>Partie A</b>	
3.A.1 Déshydratation de la marne	39
3.A.2 Mesure de la densité de la marne	39
3.A.3 Analyse de l'eau courante	40
3.A.4 Mesure de retrait en fonction du taux d'humidité	40
3.A.5 Mesure de la constante diélectrique	41

<b>Partie B</b>	
3.B.1 Préparation des échantillons.....	48
3.B.2 Etude de la constante diélectrique.....	49
3.B.3 Mesure de la ténacité.....	71
<b>Partie C</b>	
3.C.1 Discussion et interprétation.....	74
<b>Conclusion</b> .....	76
<b>Références bibliographiques</b> .....	78

# **INTRODUCTION GENERALE**



Les matériaux sont définis comme les solides utilisés par l'homme pour la fabrication d'objet qui constituent le support de cadre de vie. Tous les secteurs de l'activité humaine dépendent des matériaux. Ils apparaissent de la fabrication d'un circuit intégré à l'édification d'un barrage hydroélectrique, dans notre corps pour renforcer ou substituer à nos biomatériaux endommagés, ils sont indispensables à notre sociétés que la nourriture, l'énergie et l'information.

Les matériaux sont classés en fonctions de différents critères (leurs compositions, leurs structures, leurs propriétés...), en trois catégories :

- Métaux et leurs alliages (liaisons métalliques),
- Polymères organiques (liaisons covalentes et liaisons secondaires),
- Céramiques (liaisons covalentes et liaisons ioniques).

Les trois types de matériaux peuvent être combinés pour former un autre type de matériaux appelé matériau composite.

Dans notre travail nous avons vu les deux dernières classes de matériaux (composite et céramique), commençant par une matrice, marne, renforcé par un renfort filamenteux, la fibre de verre. Cette combinaison un composite, ce dernier cuit à une haute température nous donne un céramique.

Les matériaux possèdent un ensemble de propriétés qui détermine son comportement. La caractérisation de ces propriétés a pour but de savoir leur réaction par rapport aux différents facteurs extérieurs (température, contrainte mécanique, champs électrique...).

L'objectif principale de notre travail, qui s'est déroulé, au sein du laboratoire de propriétés de la matière condensée sous la direction de monsieur SARI A., est la caractérisation des propriétés mécaniques et diélectriques du matériau composite à base d'argile et fibre de verre.

La présentation de ce travail est articulée autour de trois chapitres :

- Le 1<sup>er</sup> chapitre présente une synthèse bibliographique sur nos matériaux : argile, matériau composite, matériau céramique et les verres, leurs terminologies, leurs élaborations, propriétés, usages...

## Introduction général

- Le 2<sup>ème</sup> chapitre est consacré à la théorie des propriétés mécaniques et diélectriques des matériaux.
- L'étude expérimentale est présentée dans le 3<sup>ème</sup> chapitre en deux parties.

# CHPITRE 1

**1.1 Argile : [1]**

Le terme argile recouvre un ensemble de minéraux argileux mélangés souvent à d'autres constituants tels que sable, calcaire, oxydes de fer...

**1.1.1 Terminologie :****1.1.1.1. Définition :**

Roches composées principalement de silicates en feuillets (Phyllo silicates) d'Aluminium, plus ou moins hydratés.

Les plus abondants des roches sédimentaires: 50% des sédiments (69 % des sédiments continentaux).

Constituants principaux des sols.  
Formées de particules fines, de l'ordre du  $\mu\text{m}$ ; techniques d'étude et de caractérisation délicates (RXD, MEB, ATD).

**1.1.1.2. Propriétés et utilisation :**

- Absorption d'eau.
- Plasticité: déformation souple sous l'effet des contraintes, rôle de couche savon pour glissements des matériaux à toute échelle (glissement de terrain, nappe tectonique) compaction importante: expulsion d'une grande quantité d'eau. Les pores diminuent, la roche devient imperméable.
- Pouvoir adsorbant.
- Dispersion dans l'eau et floculation: les particules fines restent en suspension dans l'eau agitée; elles décantent dans l'eau immobile avec une vitesse de chute très faible (Loi de Stokes).
- En eau salée, elles s'agglomèrent (floculation) et précipitent plus rapidement.

Loi de Stokes:  $v = C d^2$

v: vitesse de chute

d: diamètre de la particule

C: constante de Stokes dépendant de la différence de densité entre particule et liquide, de la viscosité du liquide et de l'accélération de la pesanteur.

diamètre ( $\mu\text{m}$ )	temps pour parcourir 1 m (à 20°C)	vitesse de chute (cm/s)
60	1 heure 12	0,3
16	19 heures	0,02
4	3 jours 5 heures	.
2	13 jours	.
1	1293 jours	.
0,1	1 heure 12	.

**Tableau 1:** application de la Loi de Stokes à des particules sphériques.

1.1.2 Composition minéralogique :

1.1.2.1 Principaux composants :

- Minéraux argileux (phyllo silicates) dominants.
- Quartz: micro quartz d'origine éolienne; jusqu'à 30% de la roche.
- Calcédoine, opale: forme mal cristallisée et hydratées de la silice; origine organique (plantes, plancton).
- Oxydes et hydroxydes de fer: hématite, goethite.
- Sulfure de fer (pyrite) en milieu réducteur.
- Gibbsite (oxyde d'aluminium) sous climat chaud et humide).
- Carbonates (calcite, dolomite).
- Matière organique :
  - Eléments figurés: pollens, spores, débris ligneux.
  - Matière amorphe (décomposition par bactéries).

La quantité de matière organique intervient est associé au degré d'oxydation du fer, donc la couleur:

- M.O. abondante, milieu réducteur, fer réduit (ferreux), couleur noir, gris, vert.
- M.O. absente: fer oxydé rouge.

Les argiles très riches en M.O. évoluée en profondeur (kérogène) forment les roches mères d'hydrocarbures.

1.1.2.2 Les minéraux argileux :

Ce sont des phyllo-silicates d'aluminium dont les feuillets sont constitués de couches d'octaèdres  $Al(OH)_6$  et de couches de tétraèdres  $SiO_4$  reliées par les atomes O et OH mis en commun. La distance inter-réticulaire  $d$  sépare 2 feuillets successifs. Les substitutions d'atomes sont fréquentes dans les feuillets. L'édifice cristallin peut être désorganisé (la cristallinité est moins bonne). D'autre part, il y a des déséquilibres au niveau des charges; ce déséquilibre est compensé par adsorption de cations dans l'espace inter-foliaire (capacité d'échange des argiles). D'après la structure du feuillet, on distingue principalement les argiles 1/1 (1 couche tétraédrique+1 couche octaédrique) et les argiles 2/1 (2 tétra. pour 1 octaédrique).

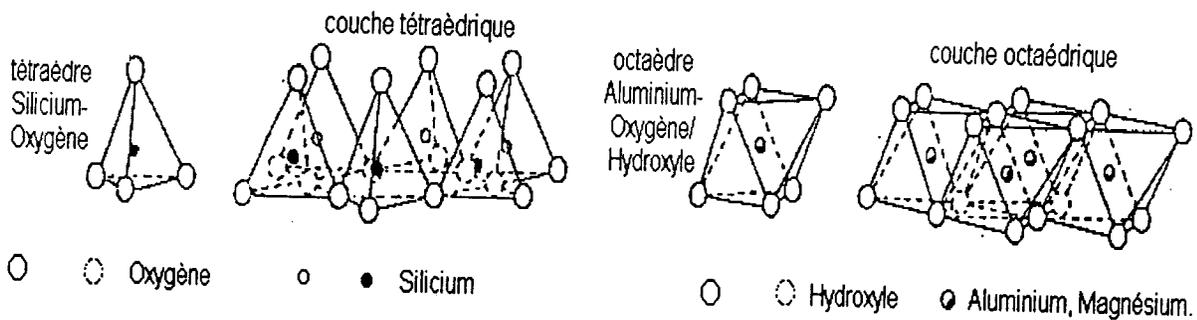


Fig.1 : Structure des minéraux argileux.

a) la Kaolinite : (1/1,  $d=7\text{\AA}$ ).

Pas de substitution dans les couches. Le feuillet est neutre. La kaolinite se forme dans les sols bien drainés, par pH acide, surtout en climat subtropical et tropical. Ses cristaux sont souvent grands (jusqu'à  $15\ \mu\text{m}$ ).

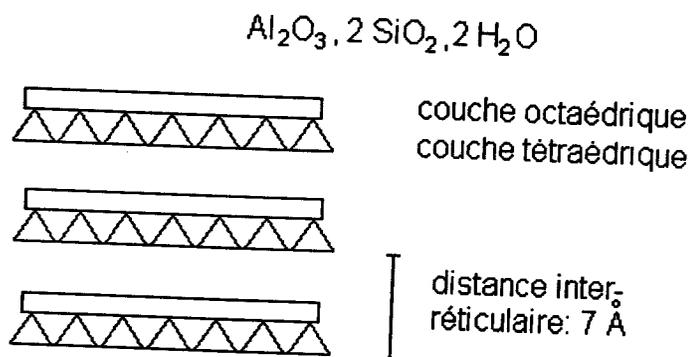


Fig1.a) : Structure de la Kaolinite.

b) les Illites : (2/1,  $d=10\text{\AA}$ )

Association d'une CO (alumineuse) et deux CT (siliceuses). Mais il peut y avoir des substitutions (remplacement de Si par Al). Des cations ( $\text{K}^+$ ) sont adsorbés dans l'espace interfoliaire afin de compenser le déséquilibre des charges. C'est le minéral ubiquiste par excellence. Sa structure est proche de la muscovite (plus d'eau, moins de  $\text{K}^+$ ).

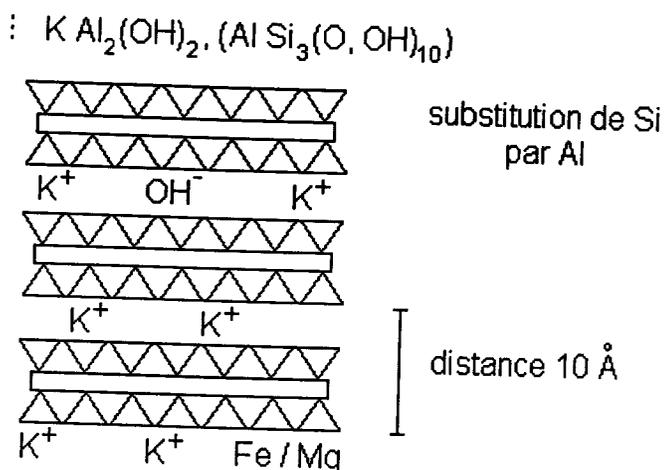


Fig1.b) : Structure de l'Illite.

c) les Smectites : (2/1,  $d=14\ \text{\AA}$ ).

L'empilement des feuillets est désordonné; chaque feuillet est tourné dans son plan par rapport au précédent. Les substitutions d'atomes sont importantes. Ce désordre et la faible charge des feuillets facilitent leur écartement et l'adsorption des molécules variées (eau, cations, molécules organiques) au niveau de l'espace inter-foliaire qui s'écarte ( $d = 18\ \text{\AA}$ ). Les smectites, ou montmorillonites, sont généralement calciques, plus rarement sodiques. Elles sont formées dans les sols mal drainés plutôt alcalins. Les feuillets de smectites peuvent

s'intercalés régulièrement ou irrégulièrement avec d'autres feuillets argileux, souvent illitiques. L'ensemble forme des inter-stratifiés.

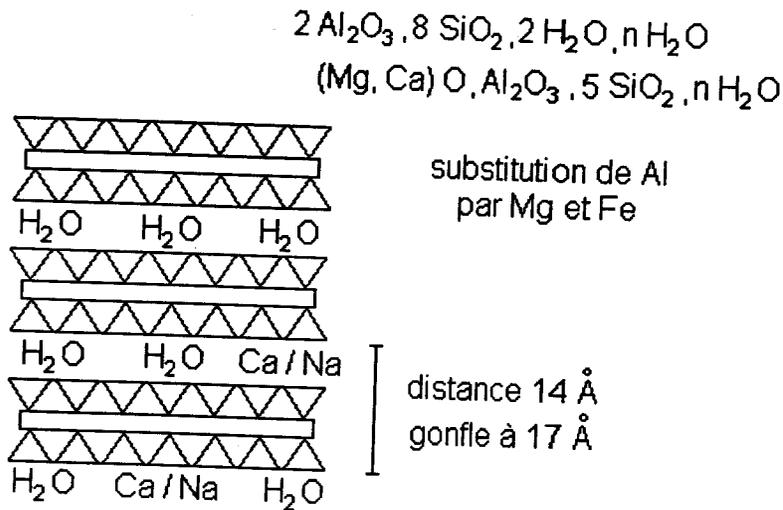


Fig. 1.c) : Structure de Smectite (montmorillonite).

d) les Chlorites : (2/1, d= 14 Å°).

L'espace inter-foliaire est garni par une couche composée de Mg et OH. L'Al est remplacé localement par le Fe. Les chlorites existent en plus grands cristaux dans les roches magmatiques; elles sont également formées pendant la diagénèse des roches sédimentaires. On les retrouve en éléments détritiques dans les sols sous climat peu agressif.

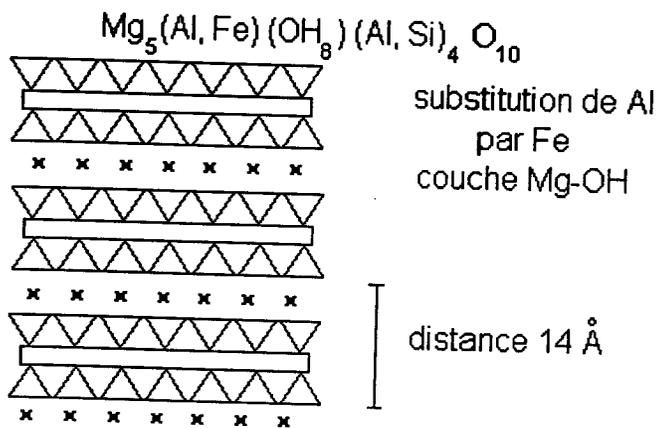


Fig.1.d) : Structure des Chlorites.

e) la Glauconie :

Minéral vert ferrifère proche de l'illite exclusivement formé en milieu marin peu profond.

f) la Vermiculite (2/1, d= 12 Å°)

Fréquente dans les sols de la zone tempérée. La couche octaédrique contient du Fe et du Mg. La vermiculite est proche des illites et chlorite mais montre des propriétés gonflantes.

g) Les argiles fibreuses :

Les feuillets sont discontinus et forment des rubans. Les principaux types sont la sépiolite et l'attapulgite ou paligorskite. On les trouve dans les milieux confinés.

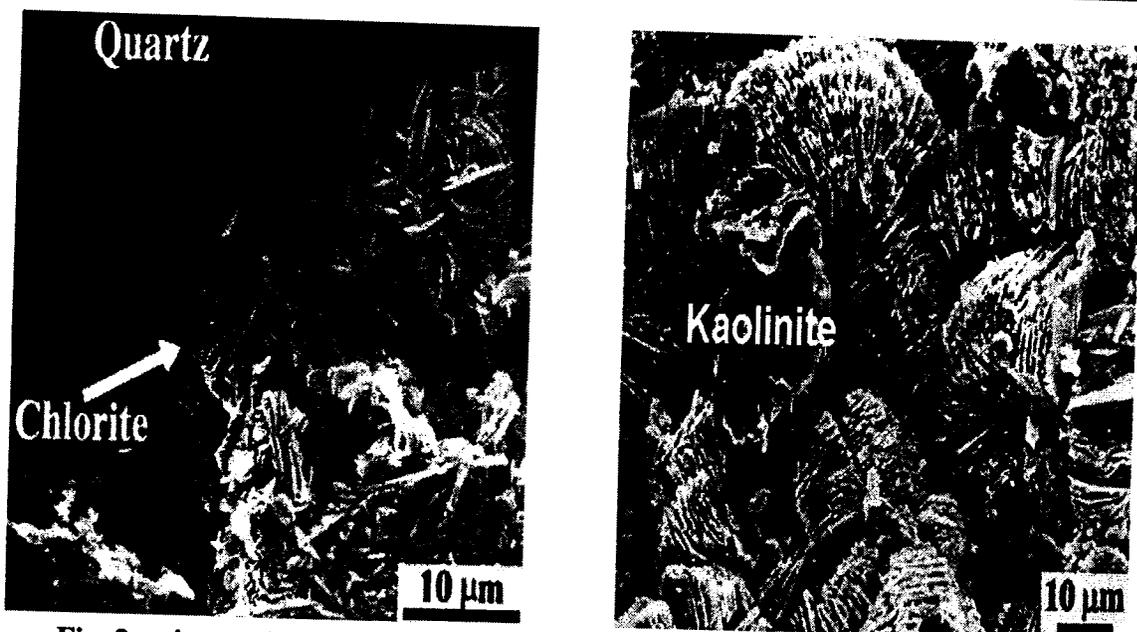


Fig. 2: cristaux de chlorite et de kaolinite vus au microscope électronique à balayage.

## 1.2 Les matériaux composites : [2]

Les matériaux composites disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et, pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique. Ils enrichissent aussi les possibilités de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes, aptes à remplir plusieurs fonctions. Dans chacun des marchés d'application (automobile, bâtiment, électricité, équipements industriels,...), ces performances remarquables sont à l'origine de solutions technologiques innovantes.

Les matériaux composites (à matrices métalliques, élastomères, polymères ou céramiques) offrent aux industriels et aux designers des possibilités nouvelles d'associer fonction, forme et matériaux, au sein de réalisations, matériaux, systèmes de plus en plus performants. Parmi les composites, on distingue deux types : la composite grande diffusion (GD) et les composites hautes performances (HP). Les GD représentent 95% des composites utilisés. Ce sont en général des plastiques armés ou des plastiques renforcés, le taux de renfort avoisinant 30%. Dans 90% des cas, l'anisotropie n'existe pas ou n'est pas maîtrisée car les renforts sont des fibres courtes. Les principaux constituants de bases sont les résines polyesters (95% des résines thermodurcissables) avec des fibres de verre (+ de 99% des renforts utilisés !). Renforts et matrices sont à des coûts voisins.

Les HP, principalement utilisés dans l'aéronautique sont d'un coût élevé. Les renforts sont plutôt des fibres longues. Le taux de renfort est supérieur à 50%, et ce sont les renforts qui influent sur le coût. Les propriétés mécaniques (résistance mécanique et rigidité) sont

largement supérieures à celles des métaux, contrairement aux GD. Des méthodes de calculs de structures et d'homogénéisations ont été développées pour les HP.

### 1.2.1 Définition :

Un matériau composite est, par définition, tout alliage ou matière première comportant un renfort sous forme filamentaire. Il nécessite l'association intime d'au moins deux composants : le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser, ce qui introduit la notion d'un agent de liaison, l'interface. Contrairement aux matières premières classiques dont on connaît à l'avance les caractéristiques mécaniques, celles des composites ne sont réellement connues qu'après fabrication, car on réalise, en même temps, le matériau et le produit. Actuellement, les composés à matrice organique représentent plus de 99% des matériaux composites ; toutefois, il existe également des composites à matrice inorganique (métallique ou céramique) dont la diffusion reste encore marginale.

### 1.2.2 Renfort :

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire, allant de la particule de forme allongée à la fibre continue qui donne au matériau un effet directif. Ils sont caractérisés par :

- la nature de la fibre, minérale ou organique,
- l'architecture du renfort,

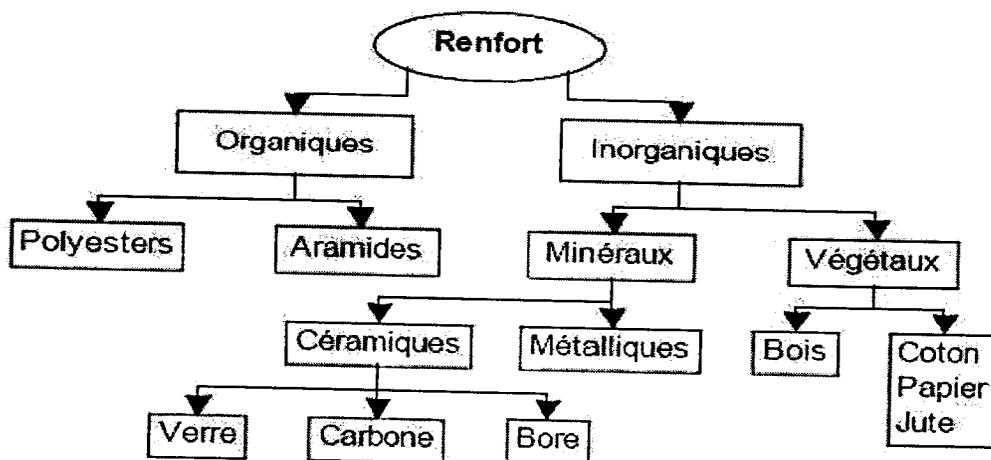


Fig.3 : Principaux matériaux de renfort.

### 1.2.3 Fibres minérales ou organiques :

Les fibres de verre, sont obtenues à partir de silice et d'additifs. Le verre est coulé en fusion à 1.250°C à travers une filière en platine-rhodium ; après refroidissement, les filaments sont étirés pour obtenir des fibres continues. Suivant les applications auxquelles elles sont destinées, les fibres de verre sont réparties en trois qualités :

- fibres E pour les composites grande diffusion (GD)
- fibres D pour les applications dans la construction électrique (circuits imprimés)
- fibres R pour les composites haute performance (HP)

Les fibres de verre constituent le principal renfort, utilisé dans plus de 90% des matériaux composites, et plus particulièrement pour les produits de grande diffusion (GD). Elles offrent, pour un prix raisonnable

- une bonne adhérence entre fibres et résines (matrices)
- de bonnes propriétés mécaniques, mais inférieures à celles de la fibre de carbone;
- des propriétés d'isolation électrique acceptables pour la plupart des applications.

En Europe, les fibres de verre sont utilisées principalement dans :

- la plupart des composites « grande diffusion » (automobile, construction, construction électrique);
- certains composites « hautes performances » avec des fibres de verre « R ».

L'utilisation des fibres de verre dans les composites est principalement limitée par :

- une rigidité insuffisante pour certaines applications comme les pièces de structure primaire en aéronautique ;
- un vieillissement accéléré au contact prolongé de l'eau, des rayonnements UV ou de températures élevées.

Les fibres de verre utilisées dans les composites ont un diamètre de l'ordre de 10 micromètres, nettement supérieur au diamètre critique (de l'ordre de 3 micromètres) pour que la fibre ne présente pas de risque respiratoire et ne puisse engendrer des cancers.

Les principaux producteurs sont : Saint Gobain Vetrotex, Owens Corning, PPG.

Fibre de carbone, leur production repose sur la maîtrise de la production des fibres acryliques, précurseurs traditionnels des fibres de carbone, de formule générique  $(CH_2-CHCN)_n-(CH_2-CXY)_n'$  (acrylonitrile + comonomère) par la voie classique du solvant, dite ex- Pan. On opère par carbonisation de la fibre de polyacrylonitrile (PAN) sous atmosphère neutre d'azote dans des fours à pyrolyse de façons à ne conserver que la chaîne carbonée. L'utilisation de la fibre de carbone reste limitée aux secteurs de l'aéronautique et des sports et loisirs, à cause du prix.

Cependant, Les fibres de carbone souffrent aussi de handicaps techniques qui limitent également leur utilisation pour certaines applications dans les composites :

- un allongement à la rupture insuffisant (inférieur à 2%) comparé à celui des fibres de verre et d'aramide (3 à 4%) ;
- une caractérisation encore insuffisante pour permettre une conception fiable à prix modéré.

La fibre d'aramide, est issue de la chimie organique des polyamides aromatiques (ou polyaramide) par synthèse chimique à basse température ; ses propriétés diffèrent des polyamides aliphatiques classiques (type PA 6-6, dit « Nylon ») ; on la nomme souvent « Kevlar », qui est la marque de son créateur, Dupont de Nemours.

Les composites renforcés de fibres d'aramide offrent une bonne stabilité en température (jusqu'à 200°C en fonction de la matrice) mais souffrent :

- d'une adhérence moyenne entre matrice et fibre,
- d'un prix encore trop élevé.

#### 1.2.4 Matrices :

La matrice permet de lier les fibres de renforts, de répartir les contraintes, d'apporter la tenue chimique de la structure et de donner la forme désirée au produit final. Les différentes familles de Matrice sont présentées l'organigramme suivant:

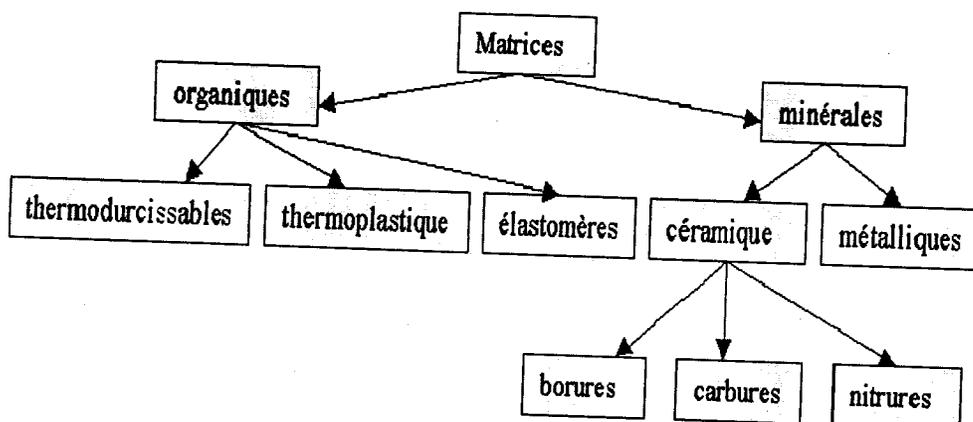


Fig.4 : Les différentes familles de Matrice

#### 1.2.5 Mise en œuvre des matériaux composites :

Les procédés de mise en œuvre des matériaux composites sont beaucoup plus nombreux que les techniques de transformation des métaux. Le terme "Liquid Composite Molding" (LCM) regroupe les procédés de type Transfert (RTM, VARTM, RTMLight, RTMeco, VARI), les procédés de type Transfert/Infusion (CRTM, LRI, FASTRAC) ainsi que l'infusion (RFI, Semi-preg).

De ce fait, depuis plusieurs années des outils numériques ont été développés pour permettre la simulation des différentes étapes de mise en œuvre. Ces outils permettent la description de : la progression du front de résine, la déformation des tissus comprimés dans le moule, la perméabilité des renforts fibreux, les échanges thermiques et l'avancée de la réaction de polymérisation... Certains d'entre eux ont atteint une maturité, d'autres n'en sont encore qu'au stade du développement.

### 1.3 Les céramiques : [3]

Le mot céramique vient du grec « keramikos » et signifie argile ou terre à potier. Citons le cas de la zircone stabilisée, par exemple par des substitutions du zirconium par l'yttrium pour réaliser des éléments chauffants de fours capables de dépasser 2 000°C en atmosphère oxydante.

Le mot céramique désigne des produits de composition et d'apparence diverses, ayant pour base l'argile ou toute terre plastique. L'Académie des Sciences des Etats-Unis a, pour sa part, donné une définition des céramiques qui nous semble plus proche de la réalité : « Les céramiques sont des matériaux non organiques, non métalliques, formés ou consolidés à haute température. »

En fait, trois définitions permettent de préciser les notions de technologie céramique, de matériau céramique et de produit céramique :

- . Technologie céramique : procédé de fabrication consistant à façonner à la forme désirée un objet composé de poudres minérales, puis, par cuisson à haute température, à consolider cet objet dont la forme reste conservée.
- . Matériau céramique : matériau solide artificiel constitué de minéraux anhydres cristallisés, éventuellement associés à une phase vitreuse, formés par synthèse à haute température.
- . Produit céramique : pièce constituée d'un matériau céramique, obtenue généralement par un procédé spécifique (technologie céramique).

Les dimensions des grains sont le plus souvent de l'ordre du micron, mais peuvent atteindre parfois (dans le cas des matériaux réfractaires ou céramiques sanitaires par exemple) quelques dixièmes de millimètres ou plus.

### 1.3.1 Terminologie :

#### 1.3.1.1 Céramiques dites traditionnelles :

Ce sont les céramiques dites aluminosilicates car utilisant comme matière premières essentiellement des composés dont la structure cristalline comporte un squelette de tétraèdres dont les quatre sommets sont occupés par les ions  $O^{2-}$  et le centre par un ion  $Si^{4+}$  ainsi que des octaèdres dont les six sommets sont occupés par des ions  $O^{2-}$  et le centre par un ion  $Al^{3+}$  (l'argile ou le kaolin étant les composés de base de ces compositions) et les céramiques réfractaires dont les exemples les plus anciens étaient également des aluminosilicates comportant des argiles dans leur composition.

#### a) Céramiques aluminosilicates :

Elles sont produites essentiellement à partir d'argiles ou, dans le cas des céramiques les plus nobles, de la matière principale constituant les argiles, le kaolin. Ces matières premières minérales oxydes comportent l'aluminium et le silicium comme éléments principaux, ce qui justifie cette application générique de céramiques aluminosilicates.

#### b) Céramiques réfractaires :

Les céramiques réfractaires sont des matières et produits non métalliques (mais n'excluant pas ceux contenant un constituant métallique) dont la résistance pyroscopique est équivalente à  $1500^{\circ}C$  au minimum. Cette définition est celle des normes ISO/R836 ou AFNO NF B40-001. On demande donc au matériau une inertie chimique vis-à-vis de son environnement conjointement à des propriétés de tenue mécanique, et ce dans le domaine de (haute) température d'utilisation considéré.

Les caractères fonctionnels d'un matériau céramique réfractaire sont donc les suivants :

- . Réfractérité du matériau jusqu'à une température donnée. Le porter à cette température ne modifie que peu sa nature chimique ou physico-chimique ni ses caractéristiques physiques ;
- . Neutralité vis-à-vis des autres matériaux avec lesquels il est en contact à la température de travail : métaux ou verres en fusion, gaz, etc. ;
- . Caractéristiques mécaniques à l'ambiante et à la température de travail ;
- . Conductivité thermique parfaitement contrôlée ;
- . Résistance aux chocs thermiques, paramètre qui dépend, outre des deux précédents, de la valeur du coefficient de dilatation.

La norme ISO 1109 classe les matériaux réfractaires selon la teneur du constituant principal :

- . Réfractaires aluminosilicates : alumineux, argileux, silico-argileux, silicieux, de silice ;
- . Réfractaires basiques : produits de magnésie, de magnésie-chrome, de chromo-magnésie, de chromite, de fostérite, de dolomie ;
- . Réfractaires « spéciaux » : à base de carbone, de graphite, de zircon, de zircone, de carbone de silicium, de carbures, de nitrures, de borures.

La norme ISO 2246 donne, en complément, des précisions sur le procédé de fabrication du matériau.

### 1.3.1.2 Céramiques dites techniques :

Le qualificatif de céramiques techniques recouvre des applications industrielles apparues essentiellement après la Seconde Guerre Mondiale. Elles sont composées d'oxydes autres que les composés silico-alumineux des céramiques traditionnelles, mais aussi, parfois, de borures, de nitrures ou de carbures. Elles ont été longtemps qualifiées de céramiques nouvelles, mais ce terme est devenu désuet suite d'une part à l'importance grandissante des poids économiques des industries concernées et, surtout, du fait que leurs applications sont maintenant relatives à notre environnement quotidien !

Trois grandes classes de céramiques sont regroupées sous ce qualificatif :

- . Les céramiques à applications mécaniques (incluant les céramiques à applications biomédicales),
- . Les céramiques à applications en électronique ou en électrotechnique,
- . Les céramiques dites nucléaires.

#### a) Céramiques à applications mécaniques :

Ce sont des matériaux dont on exploite les propriétés mécaniques tels la dureté ou ténacité. Ces propriétés mécaniques sont associées à des densités très inférieures à celles des métaux que l'on peut mettre en concurrence pour telle ou telle application. Pour des applications à haute température, seules les céramiques conservent des propriétés mécaniques exploitables.

#### b) Céramiques à applications en électronique et en électrotechniques :

Les composants électroniques ou utilisés en électroniques sont traditionnellement classifiés en deux grandes catégories : les composants actifs et les composants passifs. Les composants actifs dont la part la plus importante est réalisée à l'aide de matériaux semi-conducteurs sont dénommés ainsi car ils permettent en particulier d'assurer les fonctions d'amplification, de commande ou de traitement de signal. A l'opposé, les composants dits passifs assurent les fonctions résistives, mécaniques/électriques, etc. Une grande part des composants passifs est réalisée en utilisant la technologie céramique.

Pour les applications électroniques ou électrotechniques, ce sont les propriétés des matériaux placés dans un champ électrique ou magnétique qui sont exploitées.

Ces propriétés de conduction électrique (électronique, ionique, par saut de porteurs) ou d'isolation, magnétiques, piézo-électriques, ferroélectricité, pyroélectricité, diélectriques, supraconductrices, etc. sont directement la conséquence de la structure cristalline de chacun des matériaux concernés et, éventuellement, des propriétés d'échange entre les cations ou anions positionnés chacun dans un site cristallographique bien défini. Elles peuvent être modifiées, modulées, transformées par la maîtrise des défauts cristallins des phases considérées : défauts de substitutions cationiques et/ou anioniques, lacunes, défauts d'insertion, tous défauts qui peuvent être créés ou modifiés par les processus diffusionnels mis en œuvre par la technologie céramique. De même cette technologie permet de maîtriser l'homogénéité ou, au contraire, l'inhomogénéité de composition des grains dont est formée la céramique, et même dans certains cas, l'homogénéité ou bien l'inhomogénéité au sein de chaque grain et des joints de grains les séparant. Cela permet de comprendre les propriétés obtenues en termes de loi des mélanges ou bien de considérer des effets de barrières liés à l'accumulation de charges d'espace au niveau de chaque joint de grain sous l'effet d'un champ électrique. Enfin, cette technologie céramique permet la réalisation de matériaux de microstructure composite car permettant de cofritté en un même objet plusieurs matériaux distincts, menant ainsi par exemple à des composants multicouches, des multi-composants ou encore des circuits électroniques hybrides.

Remarque : On a l'habitude de qualifier l'ordre ou le désordre au sein des céramiques pour l'électronique et l'électrotechnique que nous venons ainsi d'évoquer comme étant à courte, à moyenne ou encore à grande distance par analogie de vocabulaire avec les cristallographes parlant d'ordre à courte, et grande distance pour les matériaux cristallisés, mais l'ordre à courte distance et désordre à grande distance pour les verres.

Ainsi cette technologie permet de réaliser divers composants :

- . Isolants électriques : isolants, substrats, circuits d'interconnexion, condensateurs, résonateurs hyperfréquence ;
- . Céramiques conductrices : supraconducteurs, électrodes, éléments chauffants, résistances pour circuits hybrides, résistances non linéaires ;
- . Composants piézo/pyro/ferroélectriques ;
- . Composants magnétiques : ferrites doux, ferrites durs, ferrites pour applications hyperfréquences ;
- . Capteurs : capteurs pour gaz, capteurs électriques, capteurs piézoélectriques, capteurs catalytiques, capteurs à électrodes solides ;
- . Composants multifonctions : circuits hybrides, multicomposants ;
- . Couches minces : en particulier réalisées par la technologie sol-gel qui est considérée comme une technologie céramique particulière.

c) Céramiques à application nucléaire :

Signalons qu'à l'heure actuelle il n'est pas un seul combustible nucléaire qui ne soit une céramique. L'étape ultime des combustibles nucléaires est aussi une technologie céramique. En effet, cette étape est le traitement des combustibles usés permettant leur séparation en, d'une part, des matériaux pouvant être à nouveau transformés en poudres oxydes puis en

combustibles sous forme de céramiques et, d'autre part, en déchets ultimes. Ces derniers seront enfin incorporés au sein d'une phase vitreuse (les techniciens du nucléaire parlent de matériau vitrifiés).

En effet les combustibles nucléaires sont sous forme d'oxyde avec une pureté nucléaire (autrement dit ne contenant pas des impuretés cationiques neutrophages). On doit alors fritter des matériaux oxydes particulièrement réfractaires en des céramiques de microstructure fine et parfaitement contrôlée, enfermant une faible porosité également parfaitement contrôlée, et ce sans l'aide d'aucun ajout de frittage.

La technologie céramique concerne donc les fonctions suivantes :

- . Combustibles : ils confinent les produits de fission, assurent l'évacuation de la chaleur et conservent la réactivité. Les matériaux concernés sont essentiellement  $UO_2$ ,  $UO_2-PuO_2$ , (U, Pu)C.
- . Autres matériaux : les modérateurs (graphite, etc.), les enrobages de certains combustibles ( $UO_2$  appauvri, SiC, etc.).
- . Traitement des déchets : verres.

### 1.3.2 Elaboration et fabrication des céramiques :

Les méthodes de mise en forme par voie humide nécessitent une période de séchage avant l'étape de frittage. Toutes les méthodes de mise en forme de matières premières non argileuses requièrent l'utilisation d'additifs (souvent organiques) pour faciliter la mise en suspension, ou de liants et de lubrifiants destinés à faciliter le compactage. Ces additifs organiques doivent être éliminés avant l'étape de frittage, lors d'une opération appelée déliantage ou, parfois, dégourdi. Les deux étapes, séchage et déliantage, induisent des retraits et peuvent provoquer des défauts si l'élimination de liquide ou d'additifs est trop rapide. Il est donc important de maîtriser ces étapes car elles sont souvent les plus lentes.

Le frittage permet de transformer le comprimé de poudre en une masse solide et cohérente par l'effet de la température. Des joints de grains sont formés entre les particules et les vides ou pores existant entre ces dernières sont plus ou moins éliminés. Les températures appliquées sont normalement inférieures à la température de fusion du constituant principal. Un constituant mineur qui forme une phase liquide et rend la diffusion de matière plus facile, ce qui accélère le frittage, est parfois présent. Les propriétés d'une céramique frittée sont fortement liées à l'existence de défauts microscopiques tels que :

- des pores (frittage incomplet) ;
- des agglomérats (dus à la matière ou au procédé de mise en forme) ;
- des impuretés chimiques (impuretés des matières premières ou conséquence des procédés d'élaboration).

Les poudres céramiques sont caractérisées par une grande surface spécifique, surface exprimée en  $m^2$  des grains contenus dans un gramme de poudre. Les valeurs de surfaces spécifiques des poudres mises en œuvre par la technologie céramique peuvent être comprises dans une fourchette de quelques 1/10 à quelques  $m^2.g^{-1}$ , quelques dizaines de  $m^2.g^{-1}$  dans les cas extrêmes.

Thermodynamiquement, les énergies de surface ont donc un rôle primordial. Pendant l'étape de frittage, c'est la diminution de cette énergie de surface, conséquence de la création des interfaces solide-solide aux joints de grains, qui est l'énergie motrice qui a pour conséquence la densification des pièces céramiques. A cette densification est associé un déplacement des atomes ou des ions par divers mécanismes de transport essentiellement par diffusion en phase solide qui peuvent se développer suite à l'apport d'énergie thermique amenée lors du cycle de frittage. Les chemins de diffusion possibles sont essentiellement le volume des grains, les joints de grains, la surface des poudres ou une phase liquide parfois présente. La force motrice de frittage relative à l'énergie de surface des grains de poudre est d'autant plus grande que les particules sont plus petites.

Cependant, les difficultés et les coûts de fabrication, de caractérisation, de dispersion, de séchage et la réactivité des poudres submicroniques imposent la mise en œuvre de tailles de grains plus grandes que celles qui seraient souhaitées en ne tenant compte que de considérations théoriques.

La technologie céramique est donc fortement liée aux capacités de maîtriser et caractériser les surfaces et interfaces tout le long de la chaîne de la fabrication.

Remarque : Les matériaux obtenus par frittage ne sont pratiquement jamais des matériaux en état d'équilibre thermodynamique. La structure finale du produit est en relation étroite avec la structure et les caractéristiques granulométriques de la matière première de départ, ainsi qu'avec l'histoire du matériau durant toutes les étapes technologiques de sa transformation de poudre en pièce frittée.

Remarque : La densification d'une céramique dépendra de la granulométrie (taille, distribution de taille) des produits de base. Les poudres utilisées dans la plupart des céramiques ont des granulométries moyennes de l'ordre de 0,1 à 5  $\mu\text{m}$  et, en conséquence, une surface spécifique relativement élevée se situant entre 5 et 15  $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ .

Les caractéristiques et la chimie de surface jouent un rôle important dans les différents phénomènes, à l'interface, induite aux points de contact entre particules à travers l'interface poudre-liquide/dispersant, ainsi qu'aux interfaces grain-grain (joints de grains) dans la céramique finale.

De façon générale la quantité de matériau utilisé dans les techniques de caractérisation est normalement de l'ordre du gramme, prélevée sur des lots de 5 à 50kg ou plus. Un grand soin doit donc être pris afin d'assurer que l'échantillon analysé est représentatif de l'ensemble de la poudre.

### 1.3.3 Séchage :

Le séchage est une étape importante dans plusieurs des procédés de mise en forme. Le phénomène de séchage est pratiquement toujours associé à un retrait de la pièce céramique. L'importance du retrait dépend de la méthode de mise en forme et de la quantité de liquide nécessaire pour fournir les propriétés rhéologiques adaptées au procédé.

Le séchage des céramiques est généralement caractérisé par la mesure de la perte de masse en fonction du temps. Cette mesure exprimée classiquement en pourcentage de perte de masse rapporté à la masse finale du corps sec peut être également présentée en fonction du taux d'humidité plutôt qu'en fonction du temps. La courbe donnant la vitesse d'évaporation en fonction du temps met en évidence deux phases successives : une période initiale où la vitesse

d'évaporation est relativement constante, suivi par une période de chute de vitesse, comme il est présenté dans la figure ci-dessous :

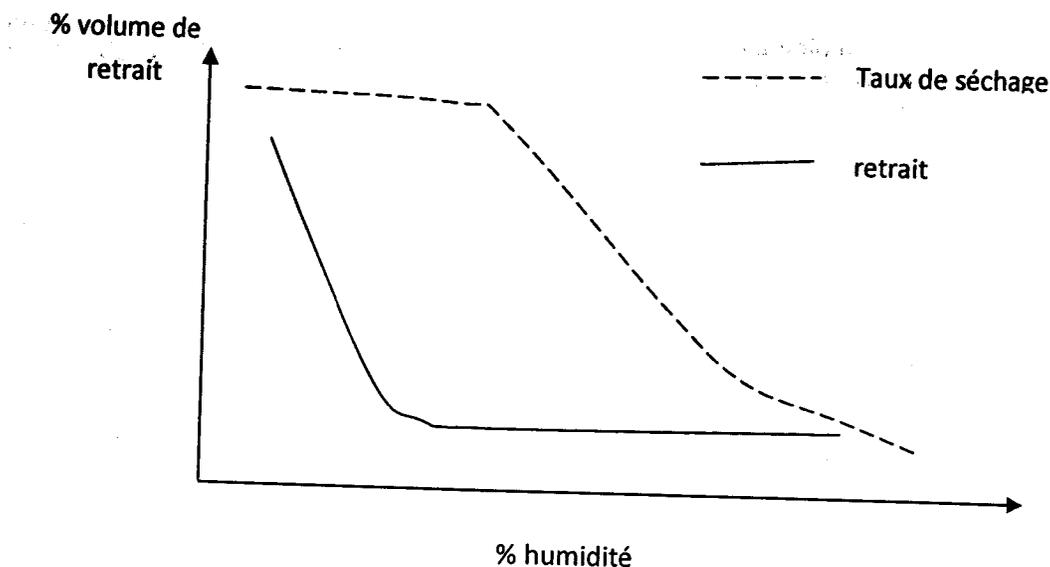


Fig.5 : Retrait du séchage en fonction de la teneur en humidité.

#### 1.3.4 Frittage :

Après la mise en forme des céramiques et séchage, la fabrication des céramiques comprend un traitement thermique à haute température qui assure la consolidation et/ou la densification du matériau.

Cette opération s'appelle frittage : On peut le définir comme le traitement thermique conduisant à la formation de liaisons solides entre les grains d'un composé sans fusion totale de celui-ci ; ces soudures entre grains pouvant ou non s'accompagner d'une densification et de l'élimination de la porosité.

Le comportement au frittage, les mécanismes élémentaires et leurs conséquences sur la microstructure et les propriétés des pièces céramiques dépendent des caractéristiques et de la microstructure des corps crus, de l'atmosphère, de la pression et de la température (y compris les vitesses de chauffage et de refroidissement) du traitement thermique de frittage.

##### 1.3.4.1 Aspects théoriques et mécanismes de frittage : (cas du frittage en phase solide)

Macroscopiquement, la force motrice à l'origine du frittage (souvent appelée énergie motrice du frittage) est la réduction d'énergie associée aux surfaces d'un corps poreux.

Cela peut passer par :

- une diminution de l'aire totale de surface liée à une augmentation de la taille des particules par un mécanisme de coalescence, e/ou,
- la transformation des surfaces solide-vapeur en joints de grains suivie d'une croissance granulaire.

De façon générale, un corps cru poreux constituer d'une masse  $m$  de poudre présente un excès d'énergie de surface par rapport à un corps dense de même masse. Au cours du frittage, le système va tendre à éliminer cet excès d'énergie en transformant les interfaces solide-vapeur en joints (interface solide-solide) puis en diminuant l'aire des joints de grains.

Un corps cru correspondant à une mole de matière est constitué de  $N$  particules sphériques de rayon  $r$  avec :

$$N = \frac{3M}{4\pi r^3 \rho} = \frac{3V_m}{4\pi r^3}$$

Où  $\rho$  est la masse volumique des particules,  $M$  est la masse molaire du matériau et  $V_m$  son volume molaire.

L'aire de surface solide-vapeur d'un tel système de particules est :

$$S = 4\pi r^2 N = \frac{3V_m}{r}$$

Si  $\gamma_{sv}$  est l'énergie spécifique de surface solide-vapeur, l'énergie de surface correspondant à ce système de particules est :

$$E_s = \frac{3\gamma_{sv} V_m}{r}$$

Remarque : Cette énergie  $E_s$  représente la diminution d'énergie du système et à cette énergie correspond donc une force motrice globale de frittage. Ces variations d'énergie (quelques dizaines de joule par mole) sont très inférieures aux variations d'enthalpie libre des réactions chimiques (plusieurs dizaines de kilojoules par mole).

### 1.3.5 Méthodes de formation de poudres céramiques :

#### 1.3.5.1 Décomposition de solide :

La méthode la plus simple de formation de poudres céramiques à partir de réactifs chimiques est certainement la décomposition thermique d'un sel métallique (carbonate ou nitrate). Ce sel est souvent le produit d'une réaction de précipitation. La taille des particules, la pureté, et la forme des poudres finales dépendent fortement des caractéristiques des particules de sel initiales. La décomposition thermique d'un solide pour former un nouveau solide et un effluent gazeux est souvent utilisée pour produire des oxydes simples comme, par exemple, MgO à partir de MgCO<sub>3</sub>. Deux facteurs principaux doivent être pris en considération pour la production de poudres par décomposition : la thermodynamique et la cinétique de réaction. Durant la décomposition d'un solide, la température d'équilibre à laquelle la décomposition devient thermodynamiquement favorable dépend de la force de liaison chimique du solide et, si un gaz est produit, de la pression partielle de ce gaz dans l'atmosphère environnante (exemple MgCO<sub>3</sub> → MO + CO<sub>2</sub>). L'enthalpie standard de formation  $\Delta H_{298}^\circ$  de MgCO<sub>3</sub> à partir de MgO et CO<sub>2</sub> à 298K vaut 105kJ.mole<sup>-1</sup>, valeur positive indiquant que la réaction est endothermique).

#### 1.3.5.2 D'autres méthodes :

Il existe d'autres types de procédés de type solide-solide, solide-vapeur, précipitation, systèmes multications, sol-gel, électrofusion, etc. [4].

## 1.4 Les verres :

Puisque nous avons des fibres de verres au sein de nos céramiques nous allons donner quelques indications concernant les verres et fibre de verre.

### 1.4.1 Les verres :

Le verre est un liquide surfondu refroidi. Lorsque, avec l'abaissement de la température, la viscosité atteint une valeur proche de  $10^{12}$  Pa.s, il se produit le phénomène appelé transition vitreuse qui est la transformation du liquide en verre sans que l'on constate une discontinuité marquée de la viscosité.

D'un point de vue pratique, la valeur de la viscosité importante est celle que possède le liquide à la température du liquidus. Typiquement, une valeur de viscosité de l'ordre d'un millier de Pa.s est nécessaire afin de pouvoir entamer le procédé de formage d'objets sans risque de cristallisation.

En général la viscosité peut être reliée à une forme polymérisée des molécules ou des ions qui le constituent : des chaînes, des réseaux plus ou moins étendus en deux ou en trois dimensions.

Dans les verres à base de silice, l'existence d'un réseau vient de la grande stabilité du tétraèdre  $\text{SiO}_4$  et du fait que chaque oxygène peut se relier à deux atomes de silicium.

Rappelons que la silice pure est constituée par un réseau tridimensionnel de tétraèdres liés par leurs sommets. Sa forme cristalline stable à haute température, la cristobalite, fond à  $1710^\circ\text{C}$  pour donner un liquide très visqueux ( $10^5$  Pa.s). Refroidi, ce liquide forme un verre très utile.

En fait depuis plusieurs millénaires, on a découvert qu'en chauffant du sable avec de l'alcali (carbonate de sodium en particulier) à des températures pouvant être obtenues à l'aide d'un bon feu de bois, on pouvait obtenir un verre [3].

### 1.4.2 Fibre de verre : [6]

La fibre de verre est un filament de verre extrêmement fin. Par extension, les matériaux composites renforcés de cette fibre (généralement associés à polymères) sont aussi appelés fibre de verre.

#### 1.4.2.1 Historique :

La fibre de verre est, historiquement, plus ancienne que la fibre optique de 30 ans. Elle fut en effet brevetée en 1930, contre les années 60 pour la fibre optique. Ce n'est toutefois que récemment qu'elle a révolutionné l'industrie verrière, utilisée pour ses qualités mécaniques et optiques.

Elle est présente sous plusieurs formes, en fonction des applications prévues :

- mat de verre, fils simples ou mêlés à des plastiques ;
- voiles non tissés pour les chapes bitumineuses ;
- tissus pour les avions, les moustiquaires ;
- grilles pour renforcer les ciments, le bitume.

#### 1.4.2.2 Propriétés :

La fibre de verre est intéressante à plus d'un point. Ainsi elle permet des réductions de poids en améliorant les performances, pour un prix compétitif : on peut en faire une fabrication en séries. Elle permet par exemple un allègement des structures d'environ 30% par rapport à l'acier.

Parmi les autres propriétés, citons l'inertie chimique, la résistance aux chocs, l'isolation, ...

Les principales utilisations de la fibre sont, par ordre d'importance (Source : St Gobain-Vetrotex) :

1. les bâtiments et les infrastructures (29%) ;
2. les transports (25%) ;
3. l'électricité et l'électronique (16%) ;
4. les sports et loisirs (14%) ;
5. les équipements industriels (11%).

#### 1.4.2.3 Fabrication :

Fabrication de matériel de sport, comme les perches d'athlétisme, les skis, les planches de surf.

##### a) Matières premières :

Plusieurs types de compositions verrières sont utilisés comme matières premières, en fonction de l'usage spécifique qu'il sera fait de la fibre. Pour les fibres de renforcement, les principaux verres utilisés sont les suivants :

	Verre de type E	Verre de type C	Verre de type AR
SiO <sub>2</sub>	53-55%	60-65%	61%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14-15%	3,5- 6%	/
CaO	17-23%	14%	5%
MgO	1%	3%	/
Na <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.8%	10%	17%
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0-8%	5%	/
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,3%	0,5%	0,3%
TiO <sub>2</sub>	0,5%	/	/
ZrO <sub>2</sub>	/	/	10%

**Tableau 2 :** Exemples de compositions verrières.

##### b) Procédé de fabrication :

Ce procédé se déroule en 5 étapes principales.

1. Affinage à 1500 °C : la composition est chauffée ; elle devient visqueuse (vers 800 °C), puis liquide, et finalement se vitrifie. À 1500 °C, elle est homogène, et les dernières bulles et impuretés disparaissent.
2. Filage par étirement : le verre en fusion se transforme en filament en étant étiré à grande vitesse ; la filature des filaments s'apparente en fait à la filature textile classique pour produire un fil. Ce fil de verre se bobine ensuite autour d'une broche.
3. Ensimage : l'étirage et le bobinage n'ont pas suffisamment d'effet pour rassembler durablement les centaines de filaments en un fil (le verre est trop lisse pour s'agglomérer). L'ensimage consiste à ajouter un revêtement protecteur pour permettre l'agglomération des filaments et faciliter l'intégration dans les polymères.
4. Finition : les fils sont ensuite bobinés ou coupés selon les finalités.
5. Séchage (oven drying) : les fils sont finalement séchés à des températures de 600 à 700°C.

#### 1.4.2.4 Usages :

La fibre de verre trouve des applications en renforcement, isolation et optique. La première application est de loin la plus importante : la fibre de verre est alors utilisée pour renforcer les bétons ou les polymères en vue de fabriquer des matériaux composites. Ceux-ci sont alors capables de se substituer à l'acier ou au carton. Le matériau composite résultant, connu sous le nom de *glass-reinforced plastic* (GRP) souvent appelé « fibre de verre » en langage courant.

##### a) En renforcement :

Dans 9 cas sur 10, la fibre de verre est utilisée comme armature dans des matériaux composites à résine généralement thermodurcissables, polyester, vinylester ou encore époxy (*fibre de verre époxy*, GRE). Dans ces matériaux, comme pour le béton armé, les deux matériaux se complètent, compensant les faiblesses de l'autre. Les fibres apportent la résistance en traction alors que la matrice leur permet de supporter des charges de compression. On utilise soit le moulage au contact, soit le moulage par compression. Dans les deux cas, l'utilisation de moules requiert l'utilisation d'un modèle (souvent en bois).

Dans le moulage au contact, le tissu (c'est un exemple) de fibre de verre est posé au fond du moule ; de la résine est ajoutée, puis un rouleau comprime le tout. L'opération est répétée autant de fois que nécessaire pour obtenir l'épaisseur souhaitée.

Le moulage par compression utilise un moule et un contre-moule chauffés (pour accélérer la polymérisation). Une presse hydraulique assure une bonne répartition de la résine et des fibres de verre, tout comme leur compression.

##### b) En isolation :

Depuis la montée en puissance des politiques d'économie énergétique, la fibre, par ses qualités d'isolation, est un partenaire obligé. Pour ce cas de figure, la fabrication est menée par encollage des fibres par une résine synthétique. Le produit fini aura la forme de panneaux rigides ou de matelas souples pour protéger murs et plafonds, ou encore la forme de coquilles pour isoler les tuyaux.

##### c) En optique :

Les fibres de verres, grâce à leur souplesse, leur transparence et leur excellente capacité de transmission de la lumière, sont jointes en faisceau et utilisées comme fibres optiques. L'utilisation reine est certainement l'endoscopie : un canal permet d'éclairer, par exemple les bronches, tandis qu'un autre canal renvoie la lumière réfléchi sur les bronches au praticien (ou à un support informatique).

##### d) En télécommunication :

Propagation de la lumière dans une fibre optique par réflexion totale. On peut également l'utiliser dans les applications télécom, en traduisant le signal utile non en impulsions électriques, mais en impulsions lumineuses. Mais les grandes distances exigent une pureté et une résistance mécanique parfaites, sans quoi une trop grande dispersion de la lumière conduit à une perte du message.

# CHAPITRE 2



## 2.1 Propriétés diélectriques :

Les propriétés diélectriques d'un matériau sont la conséquence des déplacements à courte distance de charge électrique qu'il comporte sous l'effet d'un champ électrique [4], continu ou alternatif. Le déplacement de ces charges électriques a pour conséquence le stockage d'une quantité d'électricité. Le matériau est alors caractérisé par sa capacité qui est la grandeur quantifiant la charge électrique  $Q$  existant entre deux électrodes placées de part et d'autre et soumises à une différence de potentiel  $V$  :  $C=Q/V$  (farad) où  $Q$  est exprimé en coulomb (C) et  $V$  en volt (V). Lorsque deux électrodes de surface  $S$  distantes de  $e$  sont séparées par le vide, la quantité d'électricité stockée est proportionnelle à la surface et au gradient de tension  $V/e$  existant entre les deux électrodes, avec un coefficient de proportionnalité  $\epsilon_0$  appelé permittivité (constante diélectrique) du vide tel que  $\epsilon_0 = (36 \pi)^{-1} = 8.854 \times 10^{-12}$  F/m. On a alors :  $Q = \xi_0 \frac{V}{e} S$  et  $C_0 = \frac{Q}{V} = \xi_0 \frac{S}{e}$

Lorsqu'un matériau sépare les deux électrodes pour former ainsi un condensateur, la valeur de la capacité est augmentée. La constante diélectrique du matériau appelée également permittivité relative  $\epsilon_r$  est définie comme le rapport entre la valeur de la capacité lorsque le matériau est présent et celle mesurée dans le vide avec la même géométrie :

$$\xi_r = \frac{C}{C_0} = \frac{\xi}{\xi_0}$$

Et la capacité est égal à :

$$C = \xi \frac{S}{e} = \xi_r \xi_0 \frac{S}{e}$$

Où  $\epsilon$  est la permittivité de matériau diélectrique [4].

### 2.1.1 Mesure de la permittivité diélectrique :

#### 2.1.1.1 Condensateur plan: [7]

On appelle ainsi un système de deux conducteurs plans  $C_1$ ,  $C_2$ , parallèles, dont la distance  $e$  est petite vis-à-vis des dimensions linéaires de la surface « utile »  $S$ , c'est-à-dire de la surface de chaque armature qui se trouve vis-à-vis de l'autre.

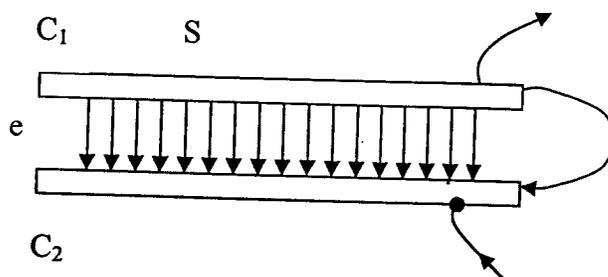


Fig.1 : Bords d'un condensateur plan.

Ce n'est pas un condensateur à influence totale, mais, en dehors des bords des surfaces  $S$ , le champ entre les armatures est uniforme, par raison de symétrie, et sa valeur est partout la même qu'au voisinage immédiat des armatures, soit (dans le vide) :

$$E = \sigma / \epsilon_0,$$

$\sigma$  étant la densité superficielle.

Remarque : Ce champ peut être considéré comme la somme des deux champs de valeur  $\sigma/2\epsilon_0$  dus aux couches simples des deux armatures.

En effet cherchons le potentiel  $V$  en un point  $P$ , situé sur l'axe d'un disque circulaire portant des charges de densité superficielle uniforme  $\sigma$ .

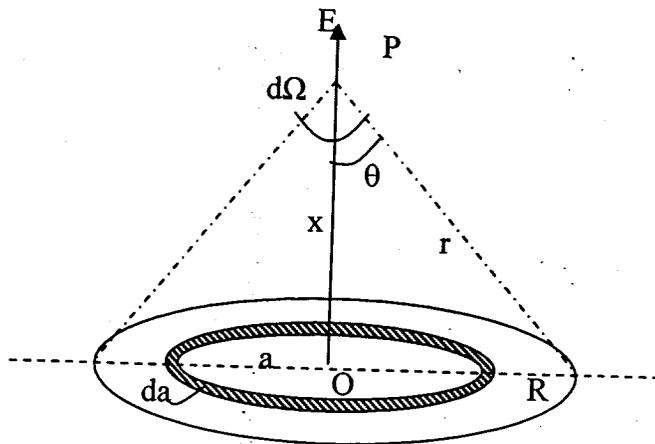


Fig. 2: Champ d'une distribution uniforme sur un disque.

Soit  $x$  la distance de  $P$  au disque. Décomposons celui-ci en couronnes circulaires ; celle de rayon  $a$  et de largeur  $da$  a pour aire  $2\pi a da$  et porte une charge  $dQ=2\pi\sigma a da$ . Cette charge crée en  $P$  le potentiel :

$$dV = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{dQ}{r} = \frac{\sigma}{2\epsilon_0} \frac{a da}{\sqrt{a^2 + x^2}}.$$

D'où :

$$V = \int_0^R dV = \frac{\sigma}{2\epsilon_0} \int_0^R \frac{a da}{\sqrt{a^2 + x^2}} = \frac{\sigma}{2\epsilon_0} \left[ \sqrt{a^2 + x^2} \right]_0^R = \frac{\sigma}{2\epsilon_0} (\sqrt{R^2 + x^2} - x).$$

Le champ, qui par raison de symétrie est dirigé suivant l'axe du disque, a pour valeur :

$$E = -\frac{dV}{dx} = \frac{\sigma}{2\epsilon_0} \left( 1 - \frac{x}{\sqrt{R^2 + x^2}} \right).$$

On peut donner à  $E$  une autre expression en remarquant que :

$$\frac{x}{\sqrt{R^2 + x^2}} = \frac{x}{r} = \cos\theta,$$

Et que  $2\pi(1-\cos\theta)$  représente l'angle solide  $\Omega$  sous lequel on voit du point  $P$  la surface du disque ; d'où :

$$E = \frac{\sigma\Omega}{4\pi\epsilon_0}.$$

Pour un disque indéfini,  $\Omega = 2\pi$ , et :

$$E = \frac{\sigma}{2\epsilon_0}.$$

Remarque : Il est d'ailleurs possible d'éviter la perturbation causée par l'influence des bords, en prenant pour l'une des armatures un disque P de surface S et en laissant autour de lui un anneau de garde, anneau plat qui est exactement dans le même plan que le disque et qui en est séparé par un intervalle très étroit.

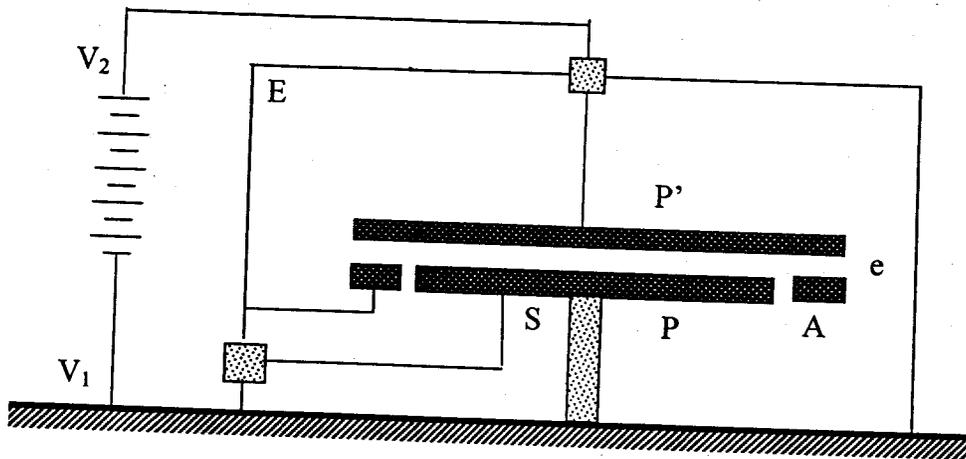


Fig. 3 : Condensateur à anneau de garde.

Pour charger le condensateur, on peut relier le disque P et l'anneau A à la boîte métallique E qui contient l'appareil, tandis que le second plateau P', qui s'étend au-dessus de l'anneau de garde, est porté au potentiel  $V_2$ , celui de la boîte étant  $V_1$ . La charge de la face interne de P est alors la même que si P faisait partie d'un plan indéfini, et d'autre part, il n'y a aucune charge sur sa face externe, car aucune ligne de force ne va de cette face à la boîte formant enceinte, qui est au même potentiel. La charge de P est alors donnée par la formule. :

$$Q = \sigma S = \epsilon_0 SE.$$

Mais :

$$E = \frac{V_1 - V_2}{e},$$

D'où la capacité de P :

$$C = \frac{Q}{V_1 - V_2} = \frac{\epsilon_0 S}{e}.$$

Rigoureuse pour un anneau de garde, cette formule s'applique approximativement à tout condensateur plan d'épaisseur e assez faible.

### 2.1.2 Les diélectriques :

Au voisinage de corps électrisés le champ n'est pas nul dans une cavité entourée d'une substance isolante. Les actions électriques peuvent donc se manifester au travers des isolants : pour cette raison, on donne aussi à ces corps le nom de diélectriques.

Toutefois, lorsque les conducteurs chargés sont plongés dans un milieu matériel isolant, au lieu d'être placés dans le vide, leurs actions électrostatiques mutuelles sont modifiées.

Le rapport entre la capacité C d'un condensateur lorsqu'un isolant déterminé remplit tout l'espace entre ses électrodes, et sa capacité  $C_0$  lorsque cet espace est vide, ne dépend pas de la forme et des dimensions du condensateur, mais seulement de la nature de l'isolant. On peut donc caractériser celui-ci par la quantité :

$$C/C_0 = \epsilon_r,$$

$\epsilon_r$  est appelée la permittivité relative de l'isolant, ou sa constante diélectrique, ou encore son pouvoir inducteur spécifique. C'est un nombre sans dimensions, ne dépendant que de la nature du diélectrique et des conditions thermodynamiques qui définissent son état physique. La loi de Coulomb relative au vide peut être appliquée dans un milieu matériel diélectrique, mais avec un coefficient différent de  $\epsilon_0$  :

$$\vec{F} = \frac{1}{4\pi\epsilon} \frac{QQ'}{r^3} \vec{r} ;$$

$\epsilon$  étant une caractéristique du milieu, appelée sa permittivité électrique, plus grande dans un diélectrique matériel que dans le vide. Elle s'évalue, comme  $\epsilon_0$ , en farads par mètre<sup>1</sup>.

Quand on remplace le vide par un diélectrique, les forces, et par suite les champs et les potentiels, sont donc, à charges constantes, divisés par le rapport :

$$\epsilon_r = \epsilon / \epsilon_0 > 1 ,$$

Appelé permittivité relative. Les capacités  $C = Q/V$  sont alors multipliées par  $\epsilon_r$ .

Important : Cette conception ne s'applique de façon satisfaisante qu'au cas de charges agissant dans un milieu diélectrique homogène et indéfini.

a) Charges induites dans les diélectriques : Champ et déplacement (cas d'un condensateur plan).

Les charges électriques des atomes d'une matière isolante placée dans un champ électrostatique subissent des déplacements spatiaux tels que le champ qu'elles créent, composé avec le champ extérieur, produise le champ total en chaque point. Soit alors les différentes situations suivantes :

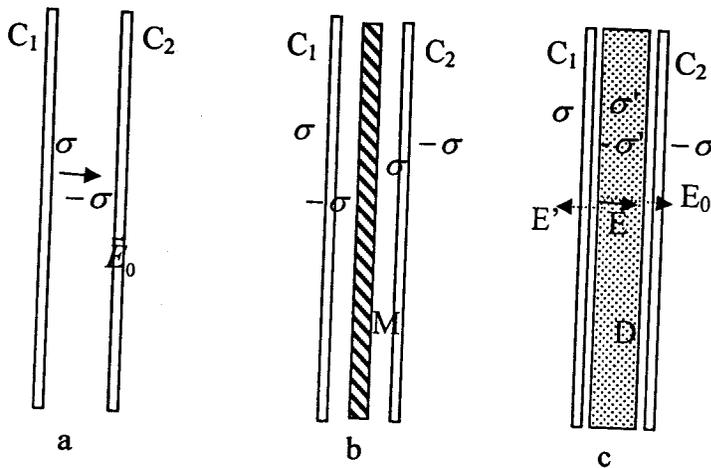


Fig. 4 : Charges induites sur les faces d'une lame conductrice M ou diélectrique D, introduite entre les armatures du condensateur plan  $C_1C_2$ .

Entre les plateaux  $C_1$  et  $C_2$  d'un condensateur (fig. 4 (a)), sur lesquels la densité de charges est constante (armatures isolées), soit  $\sigma$  sur  $C_1$  et  $-\sigma$  sur  $C_2$ , existe dans le vide un champ :

<sup>1</sup> La permittivité non rationalisée est  $\hat{\epsilon} = 4\pi\epsilon$ .

$$E_0 = \sigma / \epsilon_0$$

Compté positivement de  $C_1$  vers  $C_2$ . Introduisons une plaque métallique M (fig. 4 (b)). Il apparaît sur ses deux faces des densités de charges induites égales et de signes opposés  $\pm \sigma$ , de façon que le champ s'annule dans le métal. Remplaçons le métal par un diélectrique D (fig. 4 (c)) occupant tout l'espace entre les plateaux, et admettons que des charges induites apparaissent sur les faces de la plaque diélectrique, comme sur celles de la plaque métallique précédente, mais avec une densité  $\sigma'$  sur  $C_1$  -  $\sigma'$  sur  $C_2$  (le signe de  $\sigma'$  dépendant, d'une façon qu'il s'agit d'établir, de celui de  $\sigma$ ).

Elles créent dans le diélectrique un champ :

$$\vec{E}' = \sigma' / \epsilon_0$$

Le champ résultant dans le diélectrique est :

$$\vec{E} = \vec{E}_0 + \vec{E}' = \frac{\sigma + \sigma'}{\epsilon_0}$$

Mais, les charges des armatures étant constantes, l'introduction du diélectrique a divisé le potentiel par la permittivité relative  $\epsilon_r$  ; par suite :

$$\vec{E} = \vec{E}_0 / \epsilon_r$$

Pour retrouver ce résultat à partir de l'équation ci-dessus, il suffit de poser :

$$\frac{\sigma + \sigma'}{\epsilon_0} = \frac{E_0}{\epsilon_r} = \frac{\sigma}{\epsilon_0 \epsilon_r}$$

D'où :

$$\sigma' = -\sigma \left( 1 - \frac{1}{\epsilon_r} \right)$$

La densité sur l'isolant doit donc être proportionnelle à la densité sur le condensateur ;  $\epsilon_r$  étant  $> 1$ ,  $\sigma'$  est encore de signe opposé à  $\sigma$ . (On voit qu'un condensateur peut être regardé - en ce qui concerne les effets d'influence - comme ayant une permittivité relative infinie, puisque dans ce cas  $\sigma' = -\sigma$ .)

Conclusion : La présence d'un diélectrique modifie donc le champ électrostatique, non pas en altérant la loi d'action de charges données, mais en modifiant la grandeur et la distribution des charges. Il existe toutefois une différence importante entre  $\sigma'$  et  $\sigma$ . La densité  $\sigma$  est celle de charges que l'on doit fournir au condensateur pour le charger ou qu'on peut recueillir en le déchargeant, ce sont des charges mobiles. La densité  $\sigma'$  est celle de charges induites, que l'on ne peut séparer du diélectrique : elles lui sont liées.

#### b) Matériaux diélectriques en courant alternatif :

Pour mesurer la permittivité diélectrique d'un matériau isolant, on mesure le paramètre global correspondant, c'est-à-dire la capacité d'un condensateur dont le diélectrique est fait de ce matériau. L'angle de perte de ce condensateur sera identique à l'angle de perte du matériau en question (du moins si les pertes dues aux électrodes sont négligeables).

A fréquence fixée, on peut modéliser un condensateur à l'aide de deux éléments idéaux, une capacité idéale et une résistance, que l'on peut indifféremment connecter en série ou en parallèle (les valeurs obtenues sont bien entendu différentes selon que l'on considère l'un ou l'autre modèle).

Le modèle série s'obtient en séparant les parties réelles et imaginaires de l'impédance. On obtient

$$(S11-10) \quad \bar{Z} = R_s + \frac{1}{j\omega C_s} = \frac{1}{j\omega C_s} (1 + jtg\delta)$$

où

$$(S10-10b) \quad tg \delta = \omega R_s C_s$$

Le modèle parallèle s'obtient en séparant les parties réelles et imaginaires de l'admittance. On obtient

$$(S11-11) \quad \bar{Y} = \frac{1}{R_p} + j\omega C_p = j\omega C_p (1 - jtg\delta)$$

où

$$(S10-10b) \quad tg \delta = 1 / (\omega R_p C_p)$$

On peut facilement passer du modèle série au modèle parallèle et vice versa, en utilisant les équations ci-dessus et le fait que

$$(S11-12) \quad Y = \frac{1}{Z}$$

de sorte que

$$(S11-13) \quad \frac{C_s}{C_p} = 1 + tg^2 \delta$$

**Remarque :** En pratique,  $tg \delta$  est petit, de sorte que  $C_s \approx C_p$  et que l'on peut donc parler de la capacité  $C$  sans préciser de quel modèle il s'agit.

### c) Polarisation d'un diélectrique :

Admettons que dans un diélectrique ne portant pas de charges mobiles (telles que celles qui peuvent lui être communiqués par frottement ou par contact) existent, à l'échelle moléculaire, des dipôles électriques élémentaires. L'un d'eux situé en  $O$ , et de moment électrique  $p$ , crée en un point  $M$  distant de  $r$  un potentiel qui a pour valeur :

$$\frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{p \cos \theta}{r^2},$$

$\theta$  étant l'angle de  $OM$  avec l'axe du dipôle (voir figure ci-dessous).

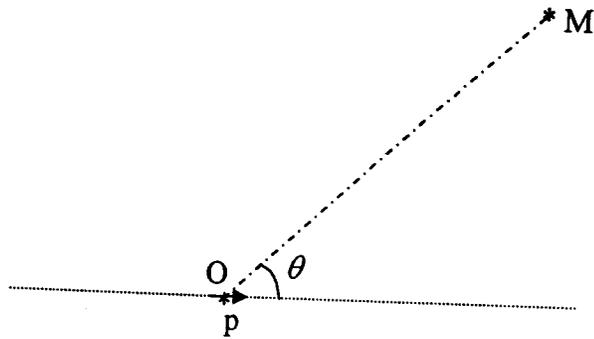


Fig.5 : l'angle de polarisation.

2.1.3 Expression de l'interaction d'un matériau avec des champs électriques ou magnétiques : [8]

a) Equations du matériau – forme multiplicative :

$$\begin{aligned} \vec{J} &= \sigma \vec{E} \\ \vec{D} &= \epsilon \vec{E} = \epsilon_r \epsilon_0 \vec{E} \\ \vec{B} &= \mu \vec{H} = \mu_r \mu_0 \vec{H} \end{aligned} \quad (1)$$

Avec  $\sigma$  : la conductivité ;  $\epsilon$  : la constante diélectrique ;  $\mu$  : la permittivité magnétique ;  $\vec{J}$  : la densité de courant ;  $\vec{D}$  : le vecteur déplacement électrique ;  $\vec{E}$  : le champ électrique ;  $\vec{B}$  : l'induction magnétique ;  $\vec{H}$  : le champ magnétique.

b) Equation du matériau – forme additive :

$$\begin{aligned} \vec{J} &= \sigma \vec{E} \\ \vec{D} &= \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \\ \vec{B} &= \mu_0 \vec{H} + \vec{M} \end{aligned} \quad (2)$$

Avec  $\sigma$  : la conductivité ;  $\vec{P}$  : la polarisation électrique ;  $\vec{M}$  : la polarisation magnétique ou magnétisation ;  $\vec{J}$  : la densité de courant ;  $\vec{D}$  : le vecteur déplacement électrique ;  $\vec{E}$  : le champ électrique ;  $\vec{B}$  : l'induction magnétique ;  $\vec{H}$  : le champ magnétique.

Pour des champs suffisamment faibles,  $\vec{P}$  et  $\vec{M}$  sont respectivement :

$$\begin{aligned} \vec{P} &= \epsilon_0 \eta \vec{E} \\ \vec{M} &= \mu \chi \vec{H} \end{aligned} \quad (3)$$

Avec  $\eta$  : la susceptibilité diélectrique, et  $\mu$  : la susceptibilité magnétique .

Ainsi :

$$\vec{D} = \epsilon(1 + \eta) \vec{E} = \epsilon_r \epsilon_0 \vec{E} \text{ on déduit alors } \epsilon_r = 1 + \eta \quad (4)$$

$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi) \vec{H} = \mu_r \mu_0 \vec{H} \text{ on déduit alors } \mu_r = 1 + \chi. \quad (5)$$

La présentation des équations sous forme « multiplicative » permet de caractériser le matériau par un indice de réfraction complexe ou une constante diélectrique complexe ; la présentation

de ces équations sous une forme « additive » permet de caractériser le matériau par une conductivité complexe.

#### 2.1.4 Modèle de Lorentz de la dispersion :

On a l'habitude dans le traitement théorique de la dispersion de considérer séparément les contributions à la constante diélectrique dues aux électrons liés et aux électrons libres. Dans les diélectriques seuls les premiers jouent un rôle, dans les métaux les seconds jouent un rôle prédominant ; dans les semi-conducteurs, les deux contributions sont importantes. Les premiers jouent un rôle important dans le domaine des grandes énergies par rapport au gap, les seconds dans le domaine des faibles énergies.

##### a) Cas des diélectriques :

Une bonne explication phénoménologique de la variation de la constante diélectrique avec la longueur d'onde est donnée par le modèle de Lorentz qui considère le solide comme une assemblée d'oscillateurs mis en vibration forcée par le rayonnement.

Nous allons calculer la polarisation du milieu, due au déplacement des électrons liés par rapport à leur position d'équilibre, sous l'influence d'un champ électrique oscillant pouvant être éventuellement attaché à une onde électromagnétique. On supposera que la force de rappel est proportionnelle au déplacement  $x$  et qu'il existe une force de frottement proportionnelle à la vitesse  $dx/dt$ .

Soient  $m\omega_0^2 x$  la force de rappel et  $m\gamma \frac{dx}{dt}$  la force de frottement,  $\omega_0$  et  $\gamma$  étant des pulsations.

L'équation du mouvement de l'électron s'écrit :

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + m\gamma \frac{dx}{dt} + m\omega_0^2 x = -eEe^{-i\omega t}. \quad (6)$$

**Remarque :** Précisons que dans le cas des matériaux covalents, il est logique, à cause de la délocalisation des électrons de valence, de supposer qu'il n'y a pas de différence entre le champ macroscopique appliqué et le champ localisé au voisinage de l'électron. Dans les cristaux ioniques par contre, il faut corriger le champ macroscopique pour tenir compte du champ local.

La solution de l'équation différentielle ci-dessus, montre que  $x$  varie sinusoïdalement avec une amplitude complexe (complexe à cause du terme de frottement) donné par :

$$x = \frac{-eE_0/m}{\omega_0 - \omega^2 - i\omega\gamma} e^{-i\omega t}. \quad (7)$$

Ainsi la polarisation du milieu due à cet électron est :

$$P_x = -ex_0 = \frac{-e^2 E_x / m}{\omega_0 - \omega^2 - i\omega\gamma}. \quad (8)$$

La polarisation par unité de volume, pour  $N$  électrons devient :

$$P_x = -Nex_0 = \frac{Ne^2 E_x / m}{\omega_0 - \omega^2 - i\omega\gamma}. \quad (9)$$

Rappelons que l'introduction du vecteur polarisation permet d'écrire les équations du matériau sous la forme :

$$\vec{D} = \epsilon_r \epsilon_0 \vec{E} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}, \quad (10)$$

$$\text{Donc } \varepsilon_r = 1 + \frac{\vec{P}}{\varepsilon_0 \vec{E}}. \quad (11)$$

Dans un système à une dimension :

$$\varepsilon_r = 1 + \frac{P_x}{\varepsilon_0 E_x} = 1 - \frac{Nex_0}{\varepsilon_0 E_x}, \quad (12)$$

Soit

$$\eta_r^* = (n + ik)^2 = 1 + \frac{Ne^2 / m\varepsilon_0}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\omega\gamma}. \quad (13)$$

En séparant partie réelle et partie imaginaire, on obtient :

$$\begin{aligned} n^2 - k^2 = \varepsilon_1 &= 1 + \frac{Ne^2}{m\varepsilon_0} \frac{\omega_0^2 - \omega^2}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \omega^2\gamma^2} \\ 2nk = \varepsilon_2 &= \frac{Ne^2}{m\varepsilon_0} \frac{\omega\gamma}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \omega^2\gamma^2} \end{aligned} \quad (14)$$

Étudions en détail l'évolution de  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  quand la fréquence du rayonnement varie :

- Cas où  $\omega = 0$

$$\varepsilon_1 = 1 + \frac{Ne^2}{m\varepsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2}; \quad (15)$$

$$\varepsilon_2 = 0$$

D'où la permittivité complexe :

$$\varepsilon_r^* = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2 = 1 + \frac{Ne^2}{m\varepsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2} = \varepsilon_{or}; \quad (16)$$

C'est la constante diélectrique statique du matériau.

b) Cas où  $\omega \ll \omega_0$  :

C'est-à-dire dans le domaine des basses énergies où on peut négliger le terme d'amortissement.

$$\varepsilon_1 = n^2 - k^2 = n^2 \approx 1 + \frac{Ne^2}{m\varepsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} \quad (17)$$

$$\varepsilon_2 = k \rightarrow 0$$

Ainsi le milieu est transparent pour ces fréquences ; et l'on peut remarquer aussi que l'indice de réfraction  $n$  devient indépendant de la fréquence, donc le milieu est aussi non dispersif.

c) Cas où  $\omega \gg \omega_0$  :

Nous sommes alors dans le domaine des hautes énergies.

On peut encore négliger le terme d'amortissement :

$$\varepsilon_1 \approx n^2 - k^2 = n^2 \approx 1 + \frac{Ne^2}{m\varepsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2}. \quad (18)$$

$$\varepsilon_2 \approx k \approx 0$$

Le milieu devient encore transparent et non dispersif aux hautes énergies.

d) Cas où  $\omega \approx \omega_0$  :

C'est le voisinage de la résonance.

Les expressions (14) montrent que  $\epsilon_2$  passe par un maximum et  $\epsilon_1$  passe par la valeur 1. Il en résulte que  $k$  passe par un maximum et  $n$  une valeur donnée par les équations (14) où l'on exprime  $n$  et  $k$  en fonction de  $\epsilon_1$  et  $\epsilon_2$ , prises pour  $\omega = \omega_0$ , soit :

$$n = \frac{1}{\sqrt{2}} \left[ 1 + \left( 1 + \frac{Ne^2}{m\epsilon_0 \omega_0 \gamma} \right)^{1/2} \right]^{1/2} \rightarrow n \approx 1.$$

Ainsi on peut résumer sur deux courbes les variations de  $n$  et  $k$ , dans les intervalles de pulsations considérées.

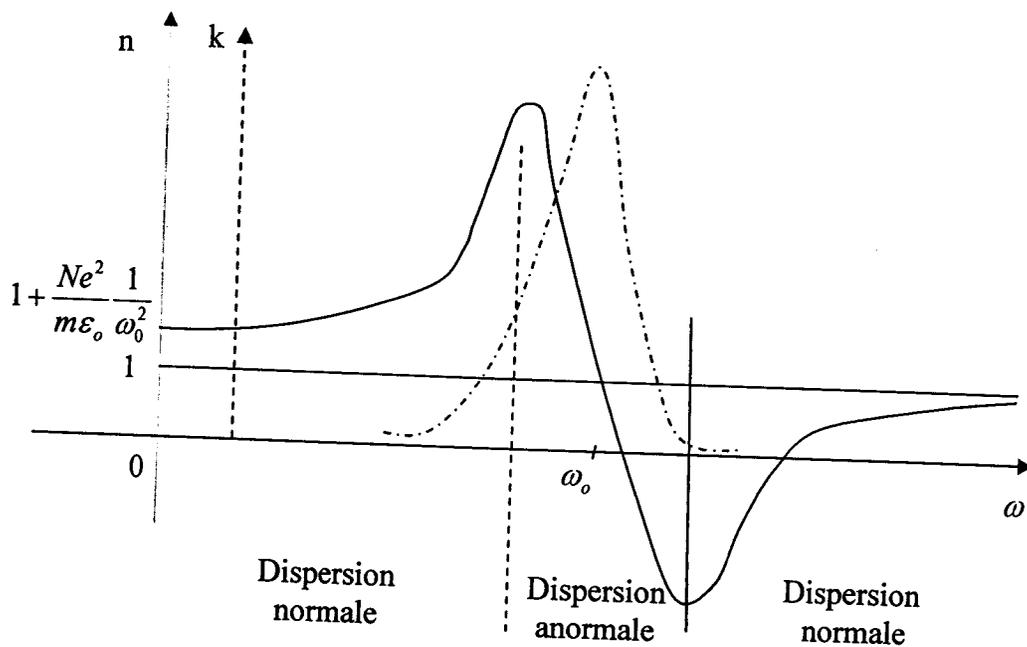


Fig.6 : La variation des successibilités diélectriques dans un intervalle de pulsation.

### 2.1.5 Relations de dispersion :

Les relations de dispersion sont de nature très générale et relient la partie réelle et la partie imaginaire d'une quantité complexe qui décrit une relation linéaire entre deux amplitudes, dans la mesure où une relation de causalité existe entre ces deux amplitudes. Ces relations portent le nom de relation de Kramers-krönig.

Pour les propriétés électromagnétiques, il existe une relation de causalité entre le vecteur déplacement  $\vec{D}(\omega)$  et le vecteur champ électrique  $\vec{E}(x)$ ,  $\vec{D}(\omega)$  n'existe qu'une fois que  $\vec{E}(\omega)$  a été appliqué ; la constant diélectrique relie les amplitudes de ces deux quantités :

$$\vec{D}(\omega) = \epsilon(\omega)\vec{E}(\omega)$$

Les relations de Kramers-Krönig sont :

$$\epsilon_1(\omega) = 1 + \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\omega' \epsilon_2(\omega')}{\omega'^2 - \omega^2} d\omega'$$

$$\epsilon_2(\omega) = -\frac{2}{\pi} \omega \int_0^{\infty} \frac{\epsilon_1(\omega')}{\omega'^2 - \omega^2} d\omega'$$

Il résulte de ces deux expressions que si l'une des deux quantités est connue à toutes les fréquences on peut calculer l'autre à une fréquence quelconque.

En particulier si  $\varepsilon_2(\omega) = 0$  à toutes les fréquences, on obtient  $\varepsilon_1(\omega) = 1$  pour tout  $\omega$ . Ce qui signifie qu'il ne peut y avoir de dispersion s'il n'apparaît pas une atténuation quelque part dans le spectre.

## 2.2. Propriétés mécaniques :

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, du module d'Young à la limite d'élasticité en passant par la ténacité ou la résistance à la fatigue.

Les propriétés mécaniques dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface, des conditions d'applications des efforts et de la vitesse de déformation.

### 2.2.1 Rupture fragile, Ténacité :

Une rupture est la séparation d'un matériau en deux ou plus pièces sous l'action d'une contrainte. Or, une rupture fragile, au contraire à celle dite ductile, est caractérisée par l'absence de déformation plastique macroscopique, et donc par la propagation très rapide des fissures avec faible consommation d'énergie.

La fragilité est l'état d'une substance qui, lorsqu'on lui impose des contraintes mécaniques ou qu'on lui fait subir des déformations brutales (c'est-à-dire sous forme de choc), sa fracture n'exige qu'une faible énergie. Si l'énergie à fournir pour produire la fracture est importante, on dira que la substance est tenace.

Pour déterminer expérimentalement la ténacité, on utilise une éprouvette pré-fissurée. En exerçant sur cette éprouvette un système de forces appropriées, on soumet sa fissure à un mode d'ouverture et on évalue l'énergie élastique libérée par la progression de la fissure. Cette énergie est proportionnelle au carré de la ténacité.

[8] Dans le cas d'un matériau cristallin sans défauts, on peut estimer la résistance à rupture maximale en fonction de la force des liaisons atomiques.

Un modèle très simple montre l'importance de l'énergie de surface.

Soit 2 plans atomiques qu'une contrainte de tension  $\sigma$  chercherait à séparer

Hypothèse : on suppose que cette contrainte varie sinusoidalement en fonction de la distance de séparation des deux plans atomiques,  $x$ , et qu'elle prend une valeur maximale,  $\sigma_0$ , pour  $x = a_0 + a/2$ ,  $a_0$  étant la distance entre les plans atomiques à l'équilibre (sous contrainte nulle).

Elle s'écrit donc :

$$\sigma = \sigma_0 \sin \frac{\pi}{a}(x - a_0)$$

$a + a_0$  représentent une estimation de la distance entre les plans atomiques lors de la rupture.

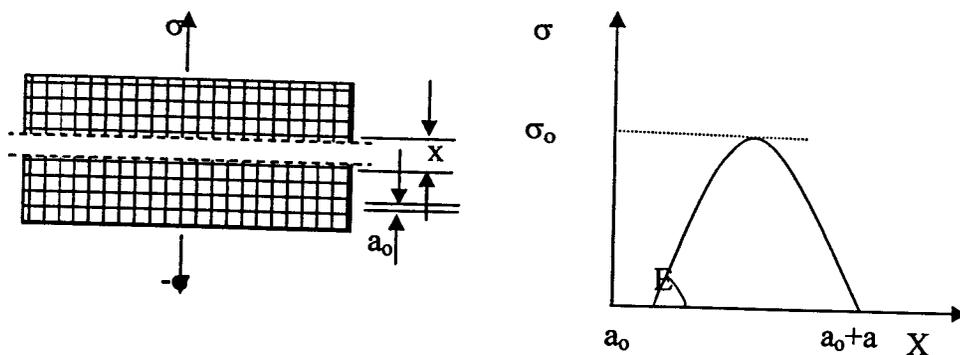


Fig. 7 : Résistance théorique au clivage : modèle d'Orowan.

Pour les faibles contraintes et faibles déformations (domaine élastique), le module de Young relie la déformation à la contrainte par la relation :

$$\rho = \varepsilon E, \text{ avec dans le cas présent } \varepsilon = \frac{dx}{a_0}$$

On suppose pour les faibles déformations :

$$\sin \pi(x - a_0)/a \equiv \pi(x - a)/a = (\pi/a)dx,$$

la relation  $\rho = \varepsilon E$  devient pour  $x=a_0$  (déformation nulle) :

$$\sigma_0 \frac{\pi}{a} dx = \frac{dx}{a_0} E \text{ ou encore } \sigma_0 = \frac{a}{a_0} \frac{E}{\pi}.$$

Pour déterminer  $a$ , on considère que l'énergie  $\gamma$  de création par rupture d'une unité d'aire de nouvelle surface correspond au travail de la force par unité d'aire de séparation des plans atomiques depuis la position d'équilibre ( $x=a_0$ ) jusqu'à  $x=a_0+a$ , distance à la rupture. Ceci s'écrit :

$$2\gamma = \int_{a_0}^{a_0+a} \sigma dx = \int_{a_0}^{a_0+a} \sigma_0 \sin\left(\frac{\pi}{a}(x - a_0)\right) dx = \frac{\sigma_0 a}{\pi} \left[ -\cos\left(\frac{\pi}{a}(x - a_0)\right) \right]_{a_0}^{a_0+a} = 2\sigma_0 \frac{a}{\pi}$$

Le facteur 2 correspond à la création à la rupture de 2 unités d'aires de nouvelles surfaces de part et d'autre du plan de rupture. Ceci s'écrit :

$$a = \frac{\pi\gamma}{\sigma_0}.$$

En remplaçant  $a$  par cette expression dans  $\sigma_0 = \left(\frac{a}{a_0}\right)(E/\pi)$ , on arrive à  $\sigma_0 = (E\gamma/a_0)^{1/2}$  et, si

l'on considère que la maximum de la contrainte  $\sigma_0$  correspond à la contrainte théorique à rupture  $\sigma_h$ , on peut écrire :

$$\sigma_h = \sqrt{\frac{E\gamma}{a_0}}.$$

Il est donc possible d'estimer la contrainte théorique à rupture d'un cristal sans défaut à partir des valeurs de  $E$ ,  $\gamma$  et  $a_0$ , si elles sont disponibles.

Le modèle ci-dessus permet aussi d'estimer l'énergie de surface  $\gamma$  à partir du module de Young,  $E$ , et de la distance entre plans atomiques à l'équilibre,  $a_0$ , et donc d'estimer la contrainte théorique à la rupture uniquement à partir du module de Young,  $E$ .

En effet on peut écrire :

$$\gamma = \frac{\sigma_0 a}{\pi} = \frac{E}{\pi} \left(\frac{a}{a_0}\right) \frac{a}{\pi} = \frac{E}{a_0} \left(\frac{a}{\pi}\right)^2$$

Et, en supposant que  $a=a_0$ , on obtient :

$$\gamma = \frac{Ea_0}{\pi^2} \text{ et } \sigma_h = \frac{E}{\pi}.$$

Conclusion : La résistance théorique au clivage est d'autant plus élevée que le module de Young et l'énergie de surface sont grands et que la distance entre plans atomiques est petite ; le clivage s'effectue donc suivant les plans de bas indices ou les plans denses

Remarque : Cependant, pour l'immense majorité des matériaux céramiques, la résistance à la rupture mesurée est inférieure de plusieurs ordres de grandeur à cette résistance théorique.

Remarque : Griffith, dans les années 1920, a postulé que les matériaux fragiles contenaient des défauts microscopiques et que les concentrations de contraintes associées à ces défauts ou microfissures conduisaient à des contraintes à la rupture beaucoup plus faibles que ces résistances théoriques au clivage

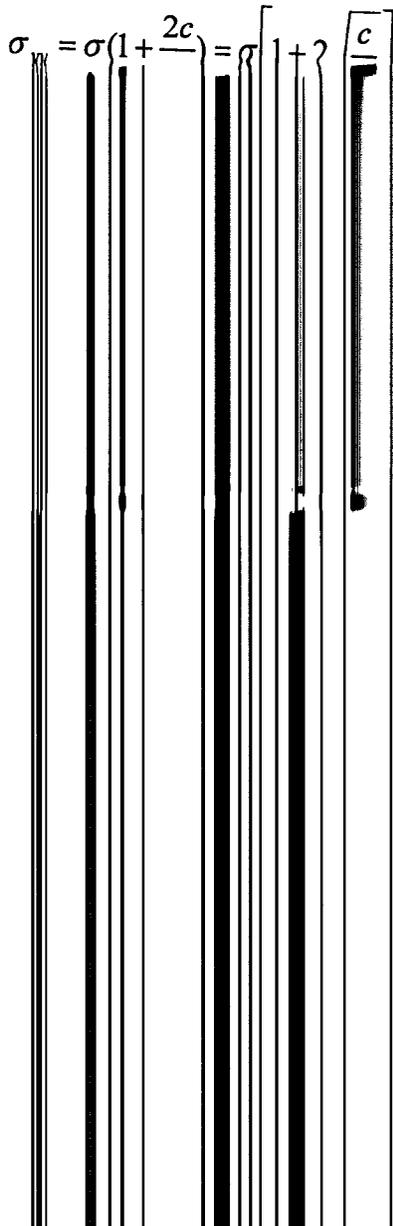
Remarque : Dans le cas des solides ductiles, les dislocations, par leur mobilité, autorisent la déformation plastique pour des niveaux de contrainte relativement bas et contribuent ainsi à abaisser la résistance. A l'opposé, les matériaux céramiques du fait de leur structure cristalline plus compliquée ne possèdent pas suffisamment de systèmes de glissement indépendants pour permettre une déformation plastique.

Les solides fragiles sont donc considérés comme pré-fissurés du fait de l'existence de défauts microscopiques. Quelle que soit leur nature, ces défauts seront appelés microfissures, lesquelles peuvent être internes ou « externes » à la surface. Les pores, les inclusions, les défauts de structure (joints de grains, joints de macles, coalescence de dislocations...) et l'anisotropie de dilatation thermique des cristaux sont les principales sources de microfissures internes. A la surface des solides, les microfissures résultent essentiellement des défauts introduits lors de l'élaboration, de la mise en forme et de l'usinage éventuel, ainsi que des agressions mécaniques (chocs, rayures) ou physico-chimiques (corrosion) ; leur taille typique est de l'ordre du micron ou de la dizaine de microns. La rupture s'amorce sur des défauts microscopiques (microfissures, pores, etc.) et résulte de la propagation catastrophique de fissures avec un effet d'entaille très prononcée.

### 2.2.2 Equilibre énergétique : Critère de Griffith

[4] La rupture par propagation brutale de fissure peut être abordé dans les matériaux en les considérant comme des milieux continus. Cette hypothèse restera valable tant que la fissure a un rayon de courbure très grand devant la distance interatomique.

Dans le cas d'une fissure « allongée » avec une contrainte perpendiculaire à l'axe principale de la fissure, le calcul de la répartition des contraintes autour du défaut est compliqué à calculer mais le résultat le plus important est que la contrainte  $\sigma_{yy}$  parallèle à la contrainte initiale de traction est donnée à l'extrémité de la fissure par :



Avec  $U_e$ , l'énergie élastique du système sous contrainte,  $W$  le travail des forces extérieures compté négativement et  $U_s$ , l'énergie de surface liée à la fissure.

Selon l'approche de Griffith, la fissure de longueur  $2c$  se propagera sous la contrainte  $\sigma$  si  $dU/dt < 0$ ; cette condition correspond à un abaissement de l'énergie du système. La condition d'équilibre pour la fissure s'écrit donc,  $dU/dc = 0$ , ou encore :

$$\frac{d(U_e + W + U_s)}{dc} = 0.$$

Pour un matériau à comportement élastique linéaire et dans le cas de la propagation d'une fissure sous une charge constante, il existe une relation simple entre la variation de l'énergie élastique du système et le travail de la force extérieure. La figure ci-dessous montre comment arriver à cette relation :

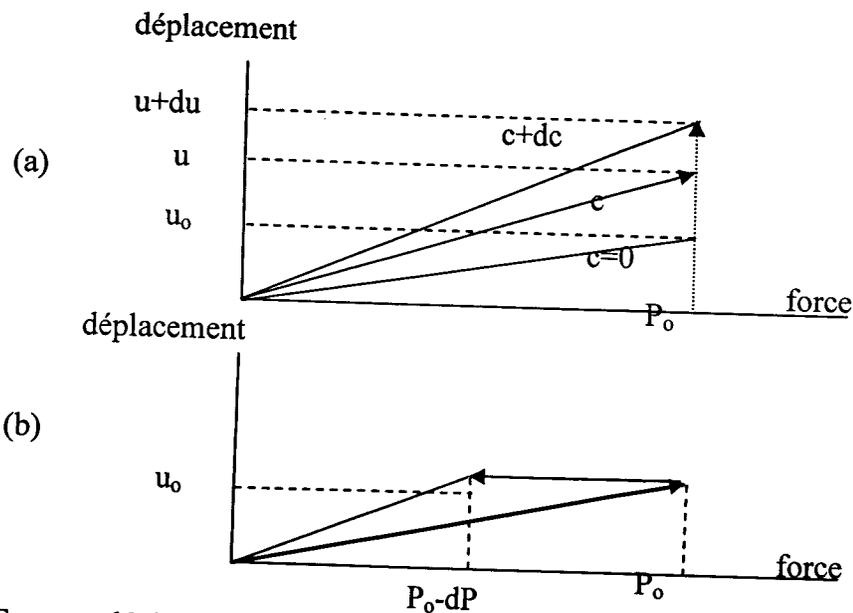


Fig. 8: Force et déplacement pendant la croissance d'une fissure : (a) condition de force constante ; (b) condition de déplacement constant.

Pour un échantillon sans fissure, la force  $P_0$  provoque un déplacement élastique,  $u_0$ , et l'énergie élastique du matériau s'écrit :

$$U_e(0, P_0) = \frac{1}{2} P_0 u_0.$$

Pour un échantillon avec une fissure de longueur  $2c$ , la même force,  $P_0$ , provoque un déplacement élastique,  $u$ , proportionnel à  $P_0$ , l'énergie élastique correspondante s'écrit :

$$U_e(c, P_0) = \frac{1}{2} P_0 u.$$

Lors de la propagation de la fissure sous la force de contrainte,  $F_0$ , le déplacement élastique augmente de  $du$  et l'énergie élastique devient :

$$U_e(c + dc, P_0) = \frac{1}{2} P_0 (u + du).$$

La variation d'énergie élastique du système, lors de la propagation de la fissure de  $c$  à  $c + dc$ , s'écrit donc :

$$dU_e(c \rightarrow c + dc, P_0) = \frac{1}{2} P_0 (u + du) - \frac{1}{2} P_0 u = \frac{1}{2} P_0 du.$$

Le travail de la force extérieure constante,  $F_0$ , lors de la propagation de la fissure s'écrit :

$$dW(c \rightarrow c + dc, P_0) = -P_0 du,$$

Ce qui conduit à la relation :

$$dW(c \rightarrow c + dc, P_0) = -2dU_e(c \rightarrow c + dc, P_0).$$

Cette expression montre que le travail de la force extérieure,  $F_0$ , est égal à 2 fois la variation d'énergie élastique du matériau. Ceci revient à dire que, lors de la propagation réversible d'une fissure de longueur infinitésimale, seulement la moitié du travail de la force extérieure est utilisée par le système pour augmenter son énergie élastique.

La condition d'équilibre de la fissure devient :

$$\frac{dU_e - 2dU_e + dU_s}{dc} = 0 \quad \text{ou} \quad \frac{dU_e}{dc} = \frac{dU_s}{dc}.$$

L'autre moitié du travail de la force extérieure est donc utilisée pour augmenter l'énergie de surface du système.

Pour une fissure de longueur  $2c$  dans une plaque d'épaisseur unité, l'énergie de surface du système,  $U_s$ , s'écrit :

$$U_s = 4\gamma c,$$

Le facteur 4 correspond aux 2 surfaces de la fissure de longueur  $2c$ .

L'énergie élastique d'un matériau avec une fissure de longueur  $2c$  soumis à une contrainte  $\sigma$  s'écrit :

$$U_e = \frac{\pi c^2 \sigma^2}{E}, \quad \text{pour un état de contrainte plane (plaque mince).}$$

Ou

$$U_e = \frac{\pi(1-\nu^2)c^2 \sigma^2}{E}, \quad \text{pour un état de déformation plane (plaque épaisse).}$$

En termes de dérivées par rapport à la longueur de la fissure, ces relations deviennent :

$$\frac{dU_e}{dc} = \frac{\pi c \sigma^2}{E}, \quad \text{en contrainte plane} \quad (55)$$

$$\frac{dU_e}{dc} = \frac{2\pi(1-\nu^2)c \sigma^2}{E}, \quad \text{en déformation plane.}$$

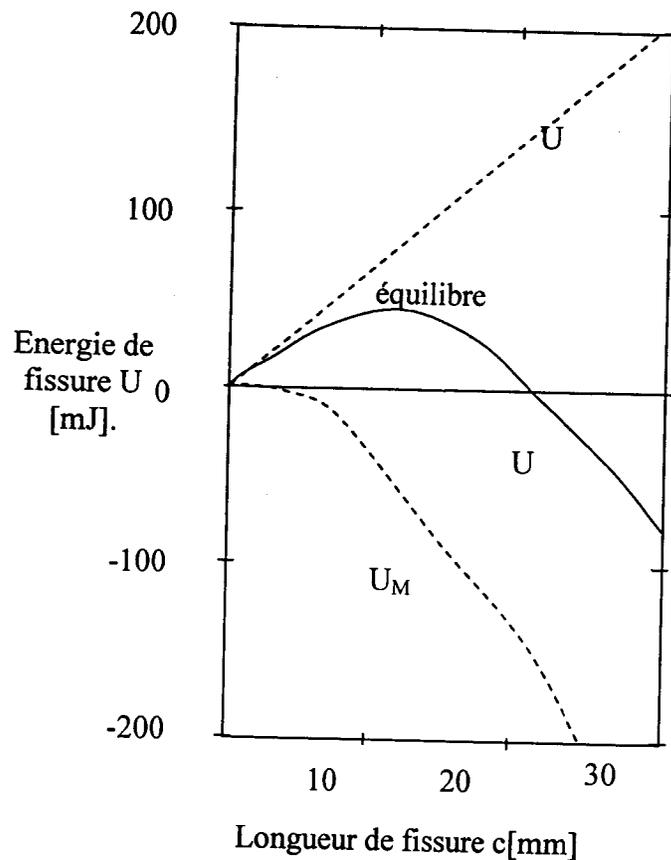
La dérivée de l'énergie de surface s'écrit  $dU_s/dc = 4\gamma$ , et la condition de stabilité de la fissure,  $dU_e/dc = dU_s/dc$  s'écrit :

$$\frac{2\pi c \sigma^2}{E} = 4\gamma \quad \text{en contrainte plane}$$

Et

$$\frac{2\pi(1-\nu^2)c \sigma^2}{E} = 4\gamma \quad \text{en déformation plane.}$$

Ces conditions de stabilité correspondent à l'égalité d'une énergie élastique qui varie comme le carré de la longueur de la fissure et une énergie de surface qui varie linéairement avec la longueur de la fissure (voir figure ci-dessus).



**Fig. 9:** Energie d'une fissure de Griffith soumise à un état de contrainte plane de tension uniforme.

Il existe donc pour une contrainte appliquée,  $\sigma$ , une demi-longueur critique de fissure  $c_c$  au-delà de laquelle il y aura propagation de la fissure ::

$$c_c = \frac{2\gamma E}{\pi\sigma^2} \text{ en contrainte plane}$$

$$c_c = \frac{2\gamma E}{\pi(1-\nu^2)\sigma^2} \text{ en déformation plane.}$$

Connaissant les paramètres  $\gamma$  et  $E$  d'un matériau et ayant mesuré une contrainte de rupture, ces formules permettent d'estimer la taille des défauts à l'origine de la rupture.

Pour une longueur de fissure donnée, il existe donc une contrainte critique,  $\sigma_R$ , au-delà de laquelle la rupture interviendra par propagation brutale de la fissure de longueur  $2c$  :

$$\sigma_R = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi c}} \text{ en contrainte plane.}$$

$$\sigma_R = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi(1-\nu^2)c}} \text{ en déformation plane}$$

Remarque : Ce type de relations entre la contrainte à rupture et l'inverse de la racine carrée de la taille du défaut à l'origine de la rupture est désignée habituellement sous le nom d'équation de Griffith.

Ce dernier a vérifié cette théorie en introduisant des fissures de différentes longueurs dans des plaques de verres et en mesurant les contraintes à rupture de ces plaques entaillées.

Le développement qui précède concerne le cas de la propagation d'une fissure sous une charge constante. Pour une fissure se propageant de  $c$  à  $c+dc$  dans un échantillon en condition de déplacement constant (points d'application de la force immobiles), le travail de la force extérieure est égal à zéro ( $du=0$ ) :

$$dW(c \rightarrow c + dc, du = 0) = 0.$$

Lors de la propagation de la fissure en condition de déplacement constant la force chute de  $P_0$  à  $P_0 + dP$  (voir figure précédente (b)), la condition d'équilibre pour la fissure devient :

$$\frac{dU_e}{dc} = \frac{dU_s}{dc}.$$

En condition de déplacement constant et lors de la propagation de la fissure de  $c$  à  $c+dc$ , l'énergie élastique stockée dans le matériau diminue et le terme de gauche de l'équation 55 est donc positif. On retrouvera donc les mêmes expressions donnant les contraintes à rupture que précédemment.

### 2.2.3 Critère de rupture et ténacité :

Il existe différents modes de chargement d'une fissure plane :

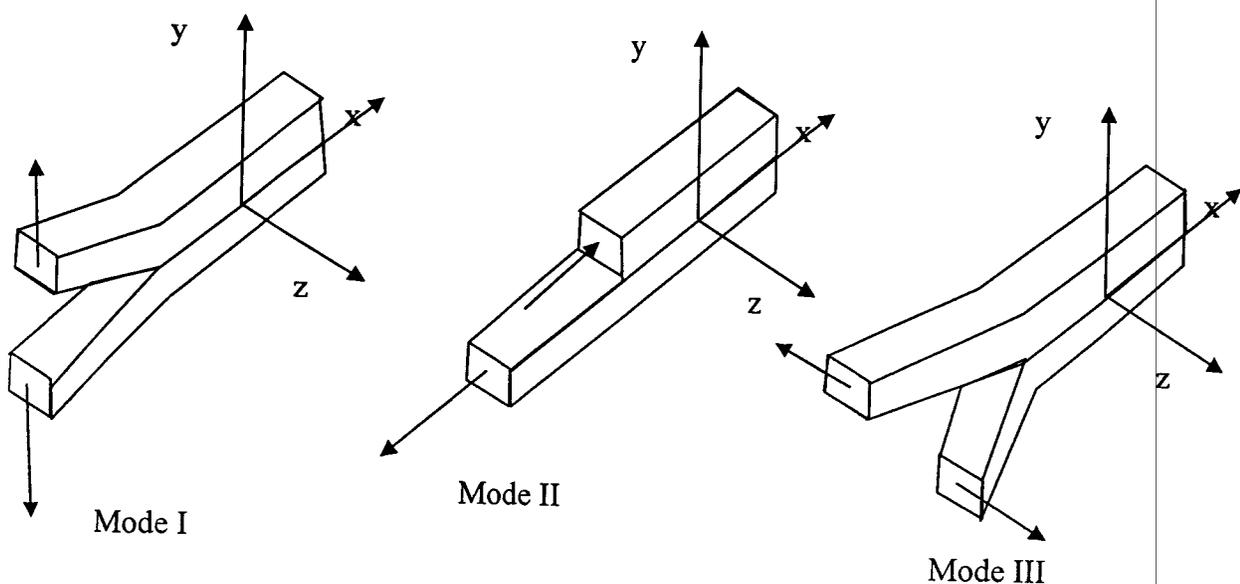


Fig. 10 : Modes de chargement d'une fissure plane.

Pour les céramiques il est généralement admis que la propagation des fissures se fait préférentiellement en mode I. Pour une fissure de longueur  $c$  à débouchant à la surface, le facteur de concentration de contrainte s'écrit :

$$K_I = \sigma Y \sqrt{c}$$

$Y$  étant un paramètre sans dimension qui dépend de la géométrie de l'éprouvette.

Remarque : Les expressions des paramètres  $Y$  sont disponibles dans les ouvrages spécialisés pour de nombreuses géométries d'éprouvettes ou de pièces.

Pour une contrainte extérieure,  $\sigma$ , la fissure se propagera si le facteur de concentration de contrainte  $K_I$  dépasse une valeur critique,  $K_{IC}$ , caractéristique du matériau. Cette condition s'écrit :

$$K_I \sigma Y \sqrt{c} \geq K_{IC}$$

Ce paramètre  $K_{IC}$ , correspond à la résistance à la propagation de fissure du matériau et s'appelle la ténacité (fracture toughness) : il s'exprime en  $\text{MPAm}^{1/2}$ . Il rend compte de l'aptitude du matériau à s'opposer à la propagation brutale d'une fissure. Sa valeur témoigne de la fragilité du matériau.

Pour la majorité des céramiques elle se situe entre 2 et 5  $\text{MPAm}^{1/2}$  alors que pour les verres elle est inférieure à 1  $\text{MPAm}^{1/2}$ . Pour la plupart des métaux, elle est au moins d'un ordre de grandeur supérieure.

Réciproquement, connaissant la ténacité d'un matériau, il est possible de calculer la taille maximale du défaut tolérable pour ne pas avoir de rupture sous une contrainte appliquée donnée.

#### 2.2.4 Méthode d'éprouvettes de flexion entaillées :

Pour déterminer expérimentalement la ténacité d'un matériau, la méthode générale consiste en l'introduction d'une fissure d'une longueur connue très supérieure à celles de tous les autres défauts existant naturellement dans le matériau et ensuite de mesurer la contrainte de rupture de l'éprouvette fissurée.

Une éprouvette de flexion est entaillée très finement (à la meule diamantée, éventuellement) puis est soumise à un essai de flexion trois points. La charge maximal  $P$  à rupture permet de déterminer la ténacité par une formule du type :

$$K_{IC} = Y \frac{3Pl}{2h^2b} \sqrt{a}$$

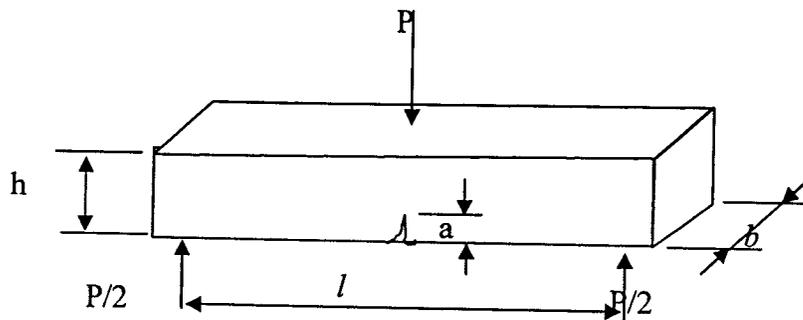


Fig. 11: Epreuve de flexion entaillée en flexion 3 points.

# CHAPITRE 3



**Partie A :**

Cette partie est consacrée à la description de l'ensemble des expériences effectuées sur certaines propriétés physico-chimique mécanique et électrique de la marne pure et crue.

La marne qui est la matière première de notre matériau, elle est extraite de mont de Rmilia à côte Chlaïda de profondeur de 23m, c'est une roche sédimentaire contenant du calcaire  $\text{CaCO}_3$  et de l'argile en quantités à peu près équivalentes (35 % à 65 %).

Les expériences concernant l'étude de la marne passent par différentes étapes, commençant tout d'abord par la déshydratation de la marne.

**3. A.1 Déshydratation de la marne :**

- **Mode opératoire :**
- Peser différents quantités de marne ayant une masse initiale  $m_i = 26.208 \pm 0.001g$ .
- Sécher à l'aide d'une chauffeurette à une température  $T = 105 \pm 10^\circ\text{C}$  pendant 15 minutes.
- Peser la marne déshydratée soit  $m_f = 24.9 \pm 0.001g$

Alors  $\Delta m = |m_i - m_f| = 1.308 \pm 0.001g$ , est la masse d'eau disparue de la marne

**3. A.2 Mesure de la densité de la marne déshydratée :**

Nous avons utilisé 2 méthodes :

- a) **1<sup>ère</sup> Méthode :** Produit compacté dans une fiole jaugée à 25ml.
- Remplir la fiole jaugée à 25 ml ( $V_{\text{fiole}} = 25 \pm 0.04$  ml), par la marne.
  - Peser la marne,  $m = 36.004 \pm 0.001g$ .
  - Calculer la densité de la marne, ainsi :

$$\rho_{\text{marne}} = \frac{m_{\text{marne}}}{V_{\text{fiole}}} = \frac{36.004}{25} = 1.4401 \pm 0.0023 \text{ Kg / L}$$

b) **2<sup>ème</sup> méthode:** Matériau compact immergé dans un fluide visqueux (liquide synthétique pour freins et embrayage).

- Prendre un parallélépipède de marne pesant  $m_i = 32,979 \pm 0,001g$
- Sécher sur une chauffeurette à  $100^\circ\text{C}$  jusqu'à ce que le poids soit constant  $m_f = m_{\text{parall}} = 32.260 \pm 0.001g$ .
- Immerger dans un tube gradué contenant un fluide visqueux ayant un volume  $V_i = 50\text{ml}$ .
- Déduire le volume du parallélépipède sachant que le volume final est  $V_f = 65\text{ml}$ .

D'où  $V_{\text{parall}} = 15 \pm 0.1\text{ml}$ .

D'où la densité est déterminée par :

$$\rho_{\text{marne}} = \frac{m_{\text{parall}}}{V_{\text{parall}}} = \frac{32,260}{15} = 2,150 \pm 0.014 \text{ Kg / L}$$

3. A.3 Analyse de l'eau courante :

3. A.3.1 Mesure des impuretés qui existent dans l'eau courante :

- Pesons 50g d'eau du robinet.
- Evaporer toute la quantité et peser :

$\Delta m = 0,004g$ , représente la masse des impuretés dans 50g d'eau.

3. A.3.2 Mesure de la densité de l'eau :

- prendre une fiole jaugée à  $25 \pm 0.04ml$  et remplir avec l'eau.
- Peser la masse de l'eau,  $m_{eau} = 24.845 \pm 0.001g$ .

Donc la densité de l'eau est :

$$\rho_{eau} = \frac{m_{eau}}{V_{fiole}} = \frac{24,845}{25} = 0,9938 \pm 0.0016 Kg / L$$

3. A.4 Mesure du retrait en fonction du taux d'humidité :

Nous avons fait 4 mélanges (marne+ eau)

- 1<sup>er</sup> mélange : 10g de marne déshydraté + 5,5g d'eau courante.

Le mélange obtenu donne une pâte légèrement collante avec une certaine humidité en surface (aspect brillant).

- 2<sup>ème</sup> mélange : 10g de marne déshydraté + 5g d'eau courante.

Le mélange obtenu est pâteux peu collant et moins brillant.

- 3<sup>ème</sup> mélange : 10g de marne déshydratant + 4,5g d'eau courante.

Le mélange obtenu donne une pâte plastique avec une brillance peu observable.

- 4<sup>ème</sup> mélange : 10g de marne déshydraté + 4g d'eau courant.

Le mélange donne une pâte plastique non brillante.

Chaque mélange est introduit dans une alvéole à 3 cubes ayant les dimensions suivantes :

La longueur :  $L = 1,4 \pm 0,01 cm$

La largeur :  $l = 1,36 \pm 0,03 cm$

La hauteur :  $h = 1,47 \pm 0,05 cm$ .

Soit le volume :  $V = 2,80 \pm 0,174 cm^3$

Nous laissons sécher et mesurons les nouvelles dimensions donnant le rétrécissement :

Dimensions	L cm	l cm	h cm	V cm <sup>3</sup>	$\frac{\Delta V}{V}$
1 <sup>er</sup> Mélange	1.18±0.05	1.18±0.03	1.11±0.05	1.55±0.05	0.44
2 <sup>ème</sup> Mélange	1.20±0.02	1.2±0.01	1.15±0.02	1.66±0.18	0.40
3 <sup>ème</sup> Mélange	1.19±0.02	1.2±0.03	1.19±0.03	1.71±0.08	0.38
4 <sup>ème</sup> Mélange	1.22±0.01	1.23±0.04	1.22±0.02	1.85±0.1	0.33

Tableau 1 : Dimensions des échantillons après retrait pour chaque quantité d'eau.

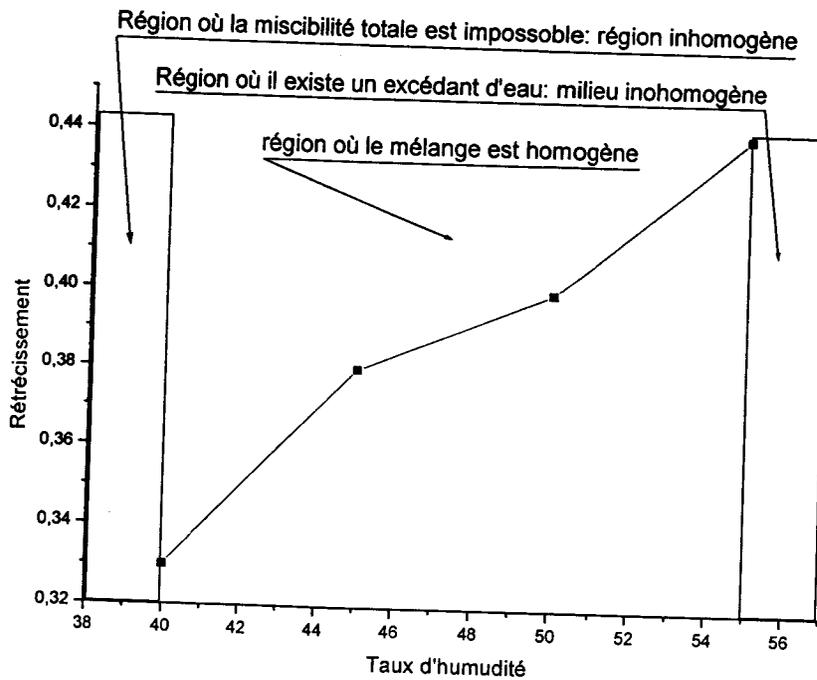


Fig.1 : le rétrécissement en fonction de différent taux d'humidité

3. A.5 Mesure de la constante diélectrique :

Pour nos mesures nous avons utilisé les équipements suivants :

- Un générateur de fréquence FG-202C de marque C &C,
- Une résistance variable à plots,
- Un oscilloscope double voie, de marque HAMEG 20 MHz et de référence HM 203-S,
- Une cellule porte échantillon ayant une épaisseur  $e=3\text{mm}$  constituée de 2 électrodes de chaque côté avec un anneau de garde ayant un diamètre  $D=70,1\text{mm}$ , dans laquelle nous pouvons mettre le mélange (marne-eau).

L'échantillon est obtenu par mélange d'une quantité de marne déshydraté avec différents taux d'humidité par rapport à la masse de la marne sèche (40%, 45%, 50%, 55%, 60%).

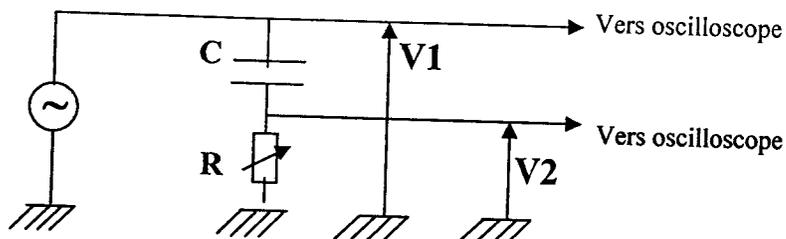


Fig.2 : Montage électrique permettant de mesurer la constante diélectrique.

L'étude en fréquence, est la détermination de la capacité sont données sur les figures ci-dessous.

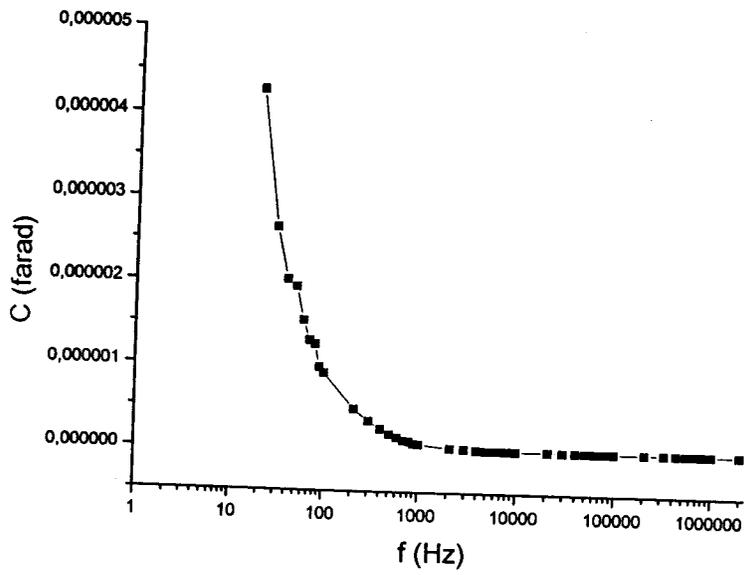


Fig.3 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant :  
marne +40% d'eau.

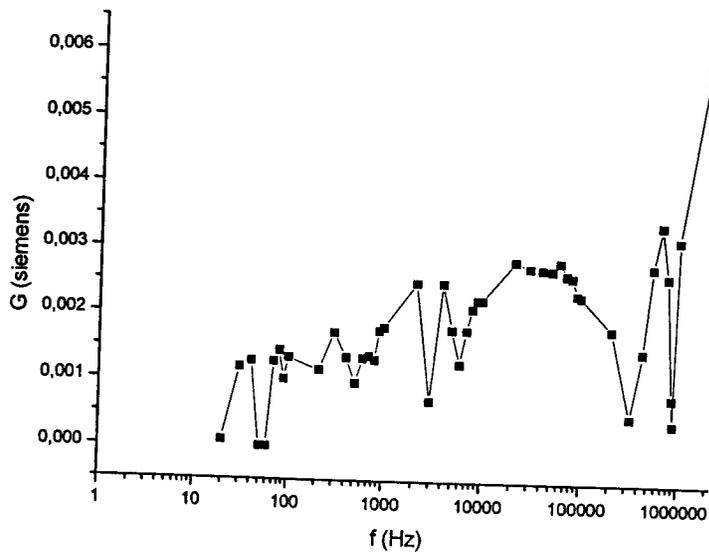


Fig.4 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant :  
marne +40% d'eau.



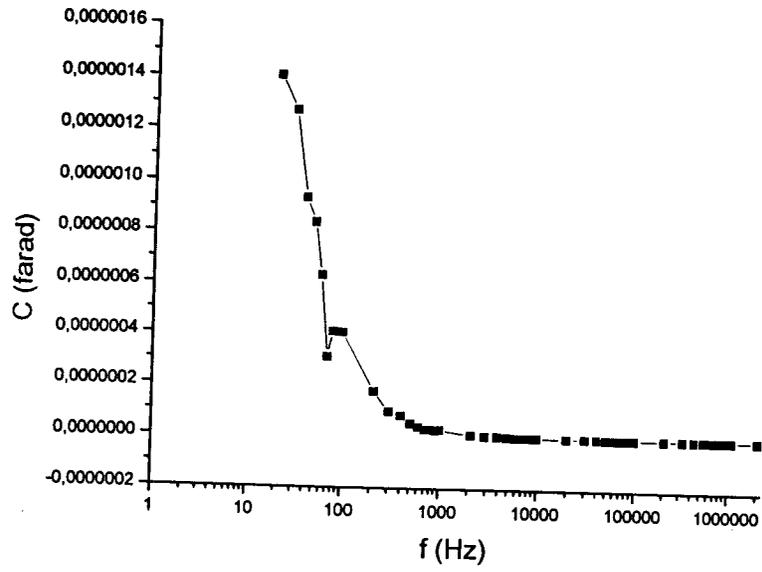


Fig.5 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant :  
marne +45% d'eau.

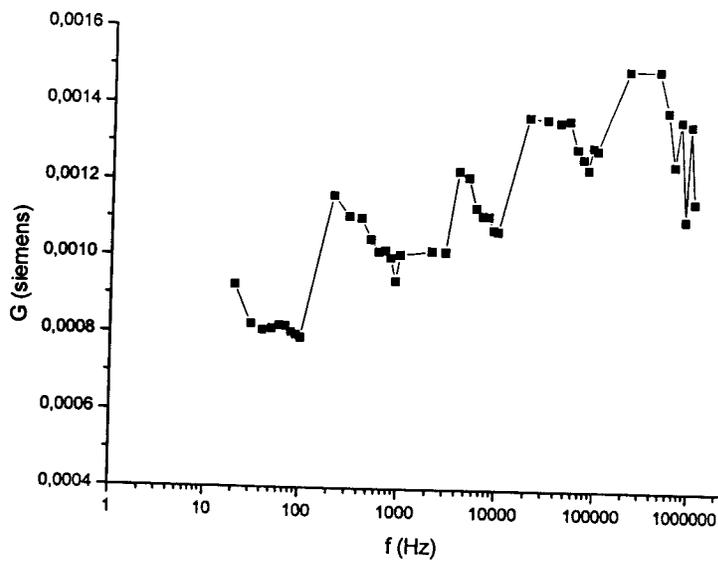


Fig.6 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant :  
marne +45% d'eau.



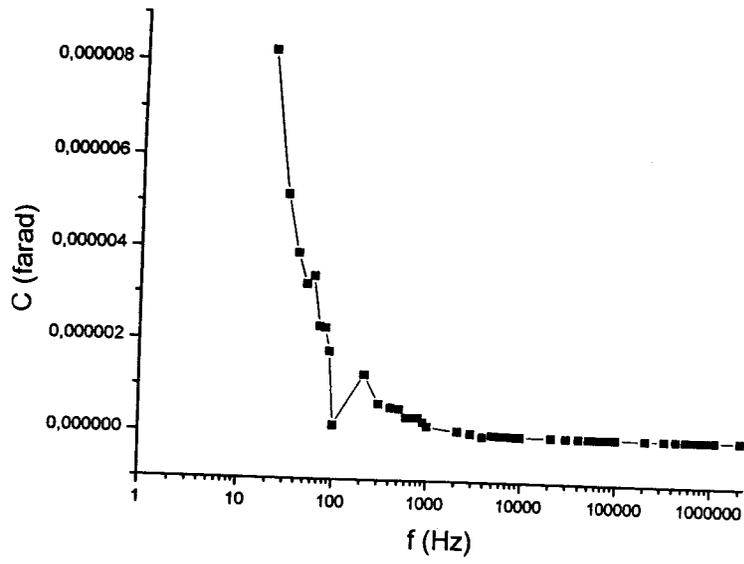


Fig.7 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant : marne +50% d'eau.

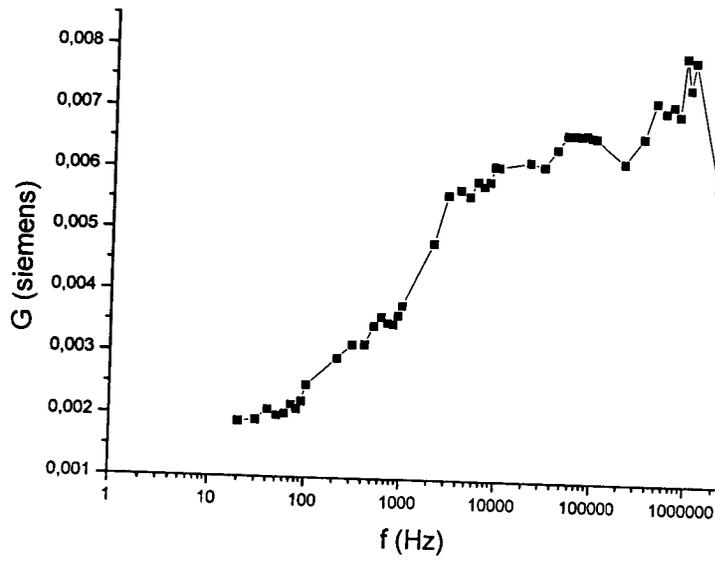


Fig.8 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant : marne +50% d'eau.



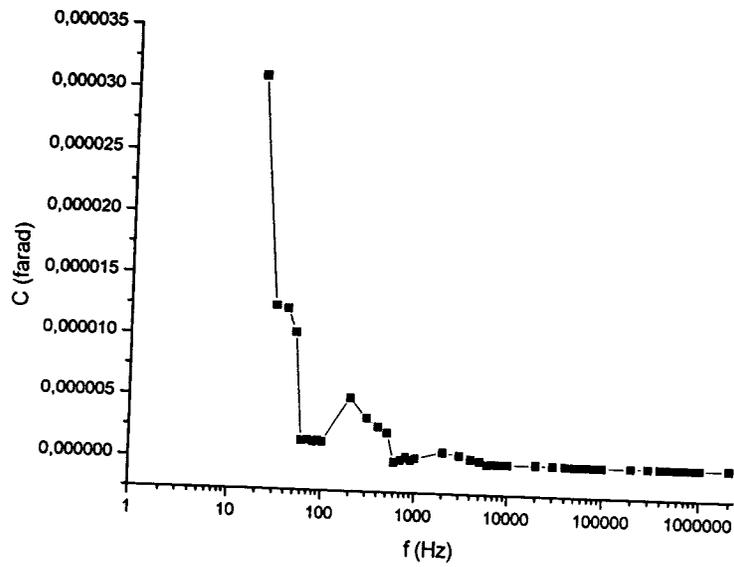


Fig.9 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant :  
marne +55% d'eau.

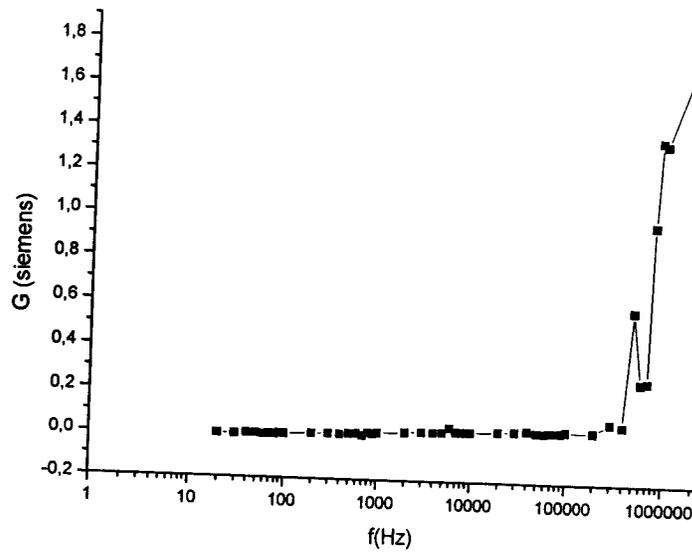


Fig.10 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant :  
marne +55% d'eau.



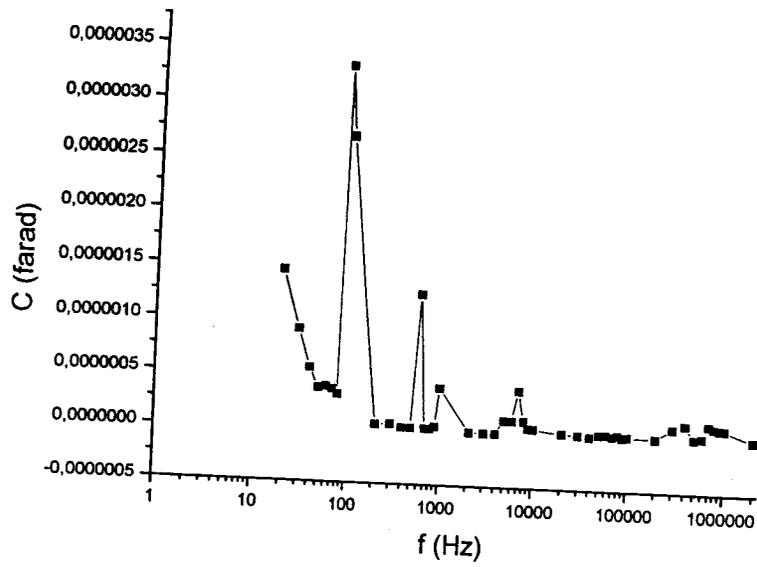


Fig.11 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant : marne +60% d'eau.

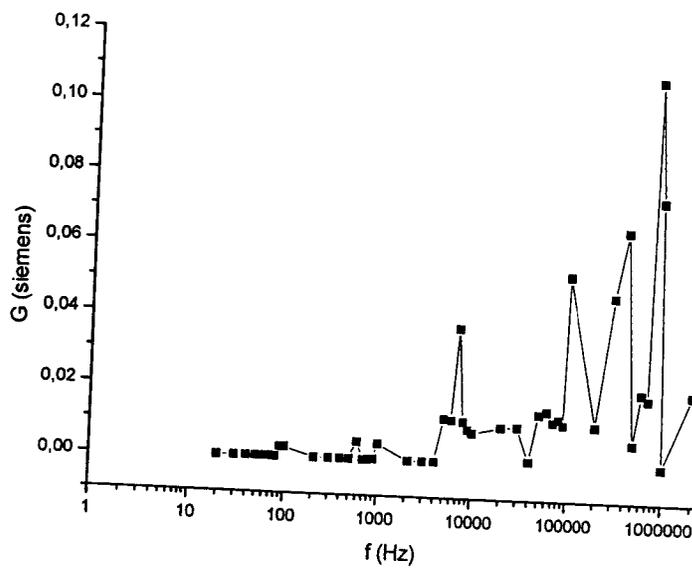


Fig.12 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour la cellule contenant : marne +60% d'eau.



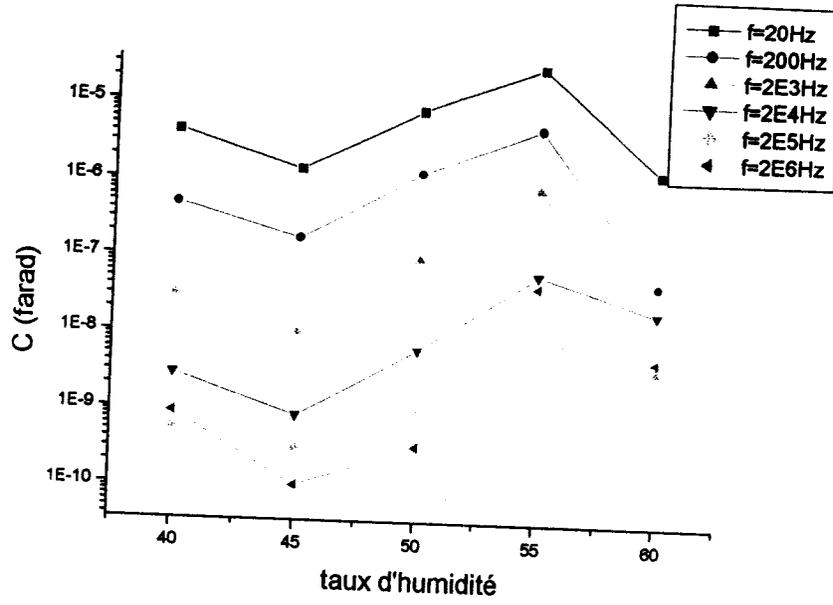


Fig.13 : la capacité C à différentes fréquences en fonction de différent taux d'humidité dans la marne hydratée.



**Partie B**

Dans cette partie nous allons décrire l'étude de la marne avec rajout de différents taux de fibres de verre relatifs à la masse initial de la marne.

Pour cela nous sommes passés par :

3. B.1 Préparation des échantillons :

- Choisir une quantité de marne, mélangée avec une quantité d'eau jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène.
- Etaler la pâte sous forme d'une feuille.
- Ajouter la fibre de verre d'une façon uniforme en s'aidant d'un tamis.
- Nous plions la feuille de pâte, en répétant l'opération jusqu'à 5 fois, et en respectant la transformée du boulanger.
- Refaire le même travail avec les différents taux relatifs à la masse de marne.

Le tableau ci-dessus représente les différentes quantités d'eau et de fibres de verre pour chaque mélange

	Marne	Taux d'eau relatif à la masse de marne	Masse de la fibre de verre	Taux de fibre de verre relatif à la masse de marne
1 <sup>ère</sup> Mélange	24g	40%	0g	0%
2 <sup>ème</sup> Mélange	27g	40%	0.6g	2.22%
3 <sup>ème</sup> Mélange	27g	42%	0.75g	2.77%
4 <sup>ème</sup> Mélange	27g	42.6%	0.9g	3.33%
5 <sup>ème</sup> Mélange	27g	43%	1.05g	3.88%
6 <sup>ème</sup> Mélange	27g	45%	1.2g	4.44%
7 <sup>ème</sup> Mélange	27g	45%	1.35g	5%
8 <sup>ème</sup> Mélange	27g	45%	1.5g	5.55%

**Tableau2 :** Différent taux d'eau et de fibre de verre relatif à masse du marne.

Pour chaque mélange nous moulons des pièces sous formes de disques ayants un diamètre D=27.85 mm, puis les laisser sécher avant le frittage à une température T=1000°C pendant 3 heures.

Après la cuisson des échantillons, nous mesurons le retrait de chaque série, (échantillons ayants même taux d'eau et de fibre de verre), les résultats obtenus sont dans le tableau ci-dessous :

	Diamètre de chaque série (cm)	Diamètre initial (cm)	Retrait	La dispersion	$\Delta D$
Mélange -1-	25.05	27.85	0.1	0.00166	0.04
Mélange -2-	25.8	27.85	0.0736	0.00125	0.035
Mélange -3-	25.7	27.85	0.0772	0.035	0.187
Mélange -4-	25.875	27.85	0.071	0.0569	0.238
Mélange -5-	26.175	27.85	0.0601	0.0156	0.125
Mélange -6-	26.17	27.85	0.0603	0.0346	0.186
Mélange -7-	26.16	27.85	0.0606	0.0208	0.144
Mélange -8-	26.14	27.85	0.0614	0.0274	0.165

**Tableau3 :** Rétrécissement des échantillons après frittage.

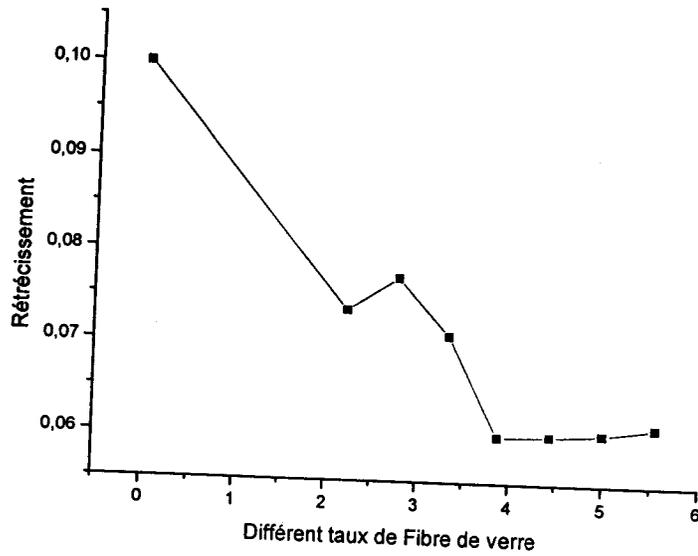


Fig.14 : Rétrécissement des échantillons après frittage en fonction de différent taux de fibre de verre.

3. B.2 Etude de la constante diélectrique :

Pour cela, nous avons réalisé le même montage précédent. Les résultats obtenus sont représentés dans les graphes ci-dessous :

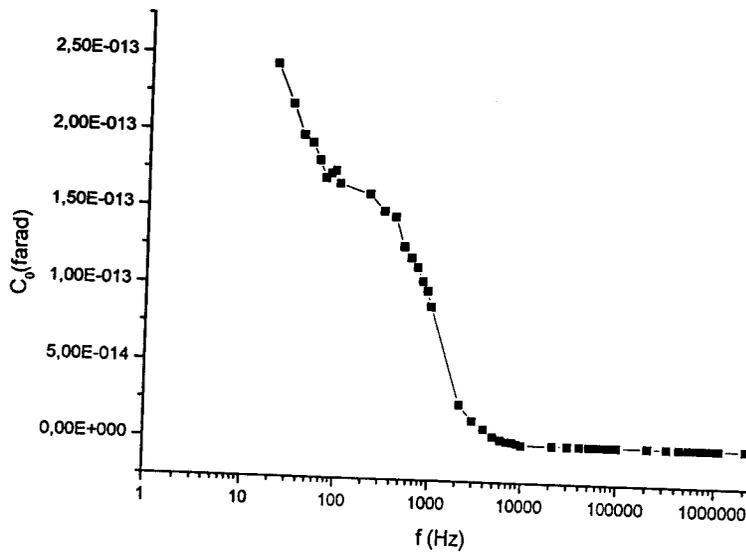


Fig.15: La capacité C en fonction de la fréquence f pour la cellule vide.



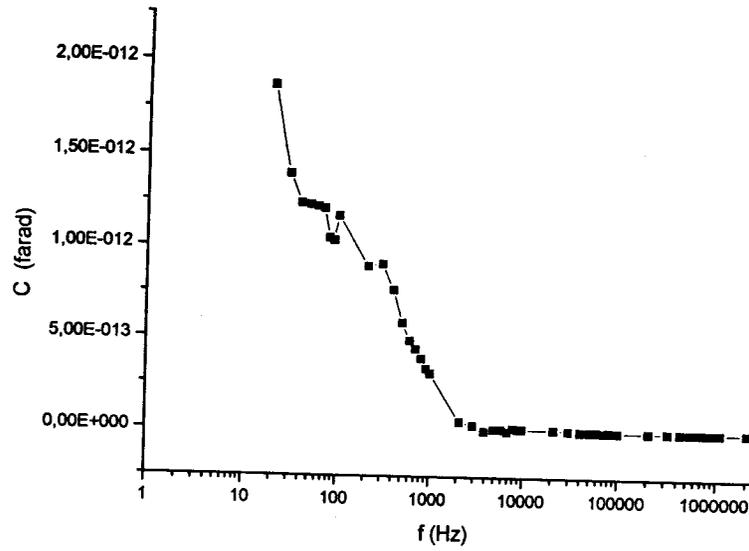


Fig.16 : La capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant :  
marne + 0% Fibre de Verre –mélange 1-.

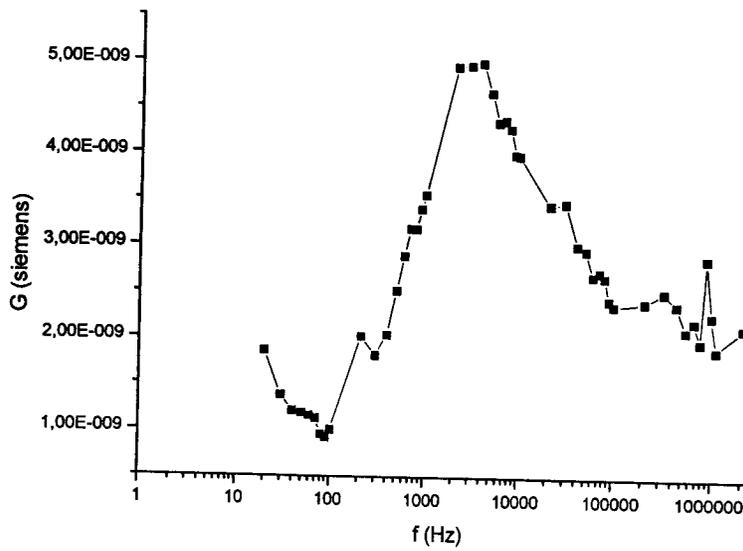


Fig.17 : La conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant :  
marne + 0% Fibre de Verre –mélange 1-.



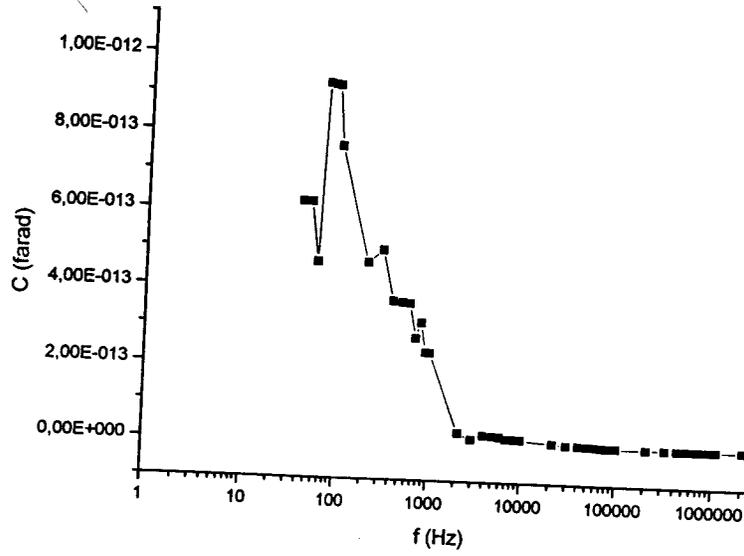


Fig.18 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant : marne + 2.22% Fibre de Verre –mélange 2-.

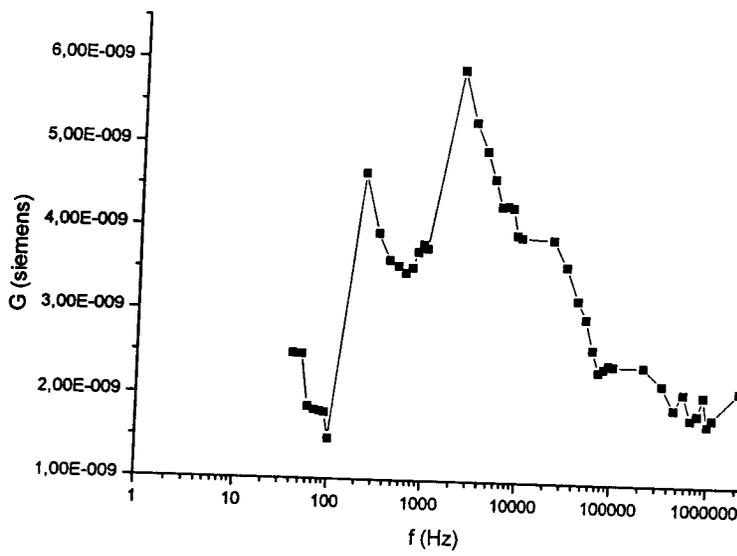


Fig.19 : la conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant : marne + 2.22% Fibre de Verre –mélange 2-.



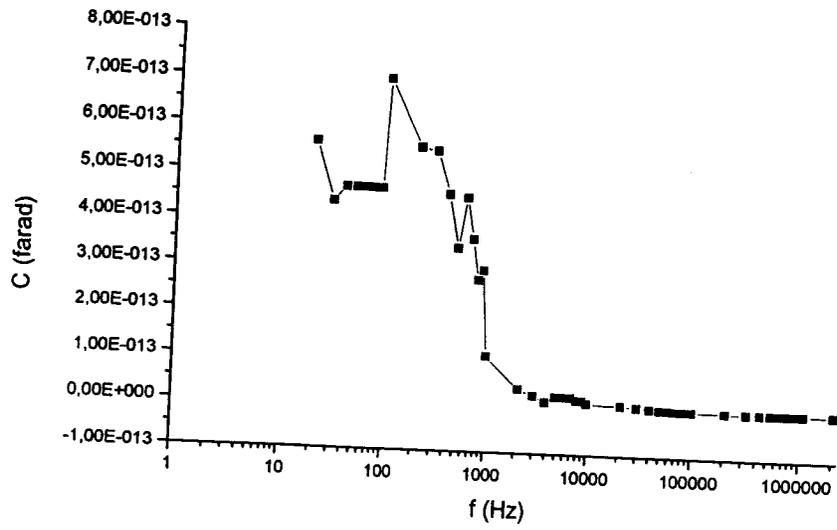


Fig.20: la capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant : marne + 2.77% Fibre de Verre -mélange 3-.

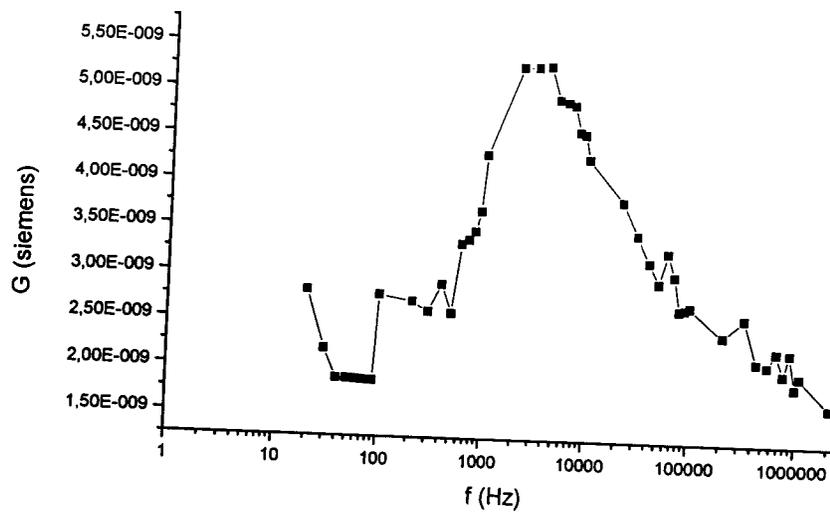


Fig.21 : la conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant : marne + 2.77% Fibre de Verre -mélange 3-.



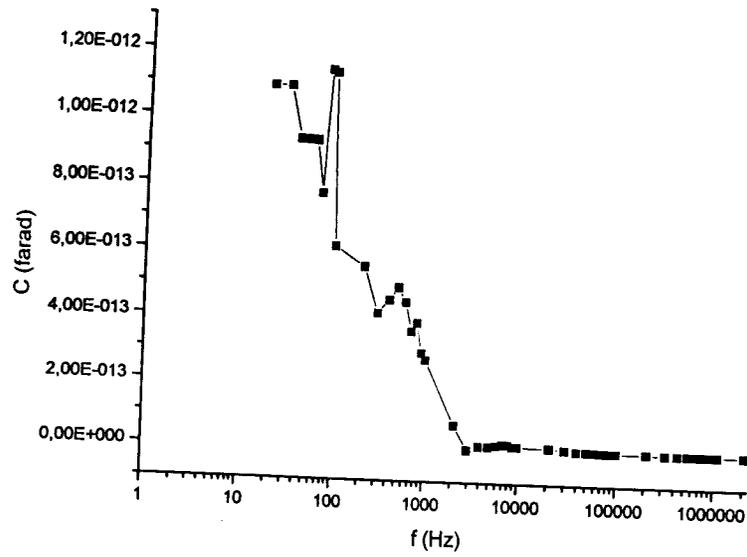


Fig.22 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant : marne + 3.33% Fibre de Verre -mélange 4-.

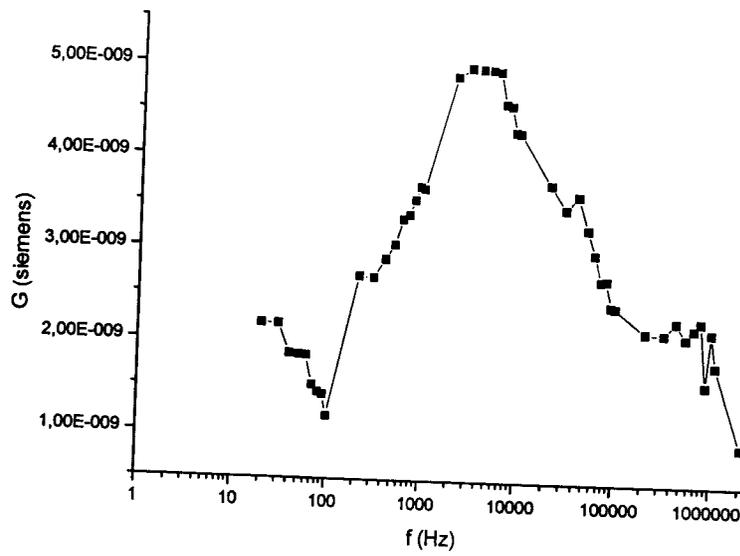


Fig.23: la conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant : marne + 3.33% Fibre de Verre -mélange 4-.



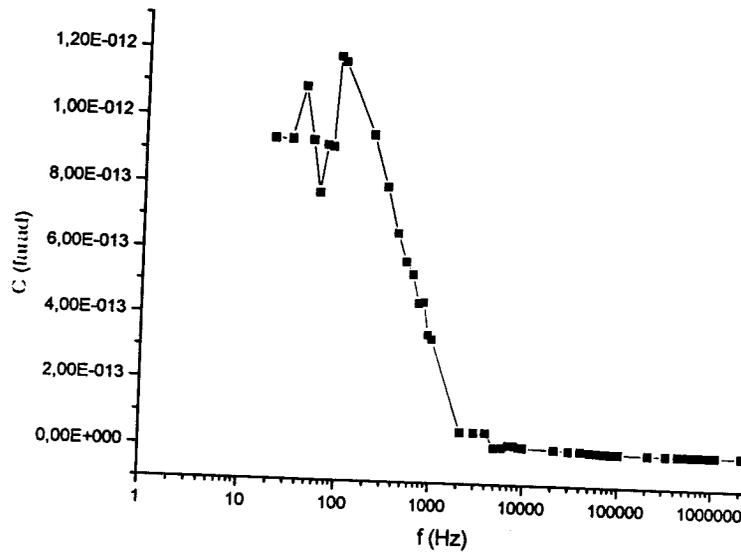


Fig.24 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant : marne + 3.88% Fibre de Verre –mélange 5-.

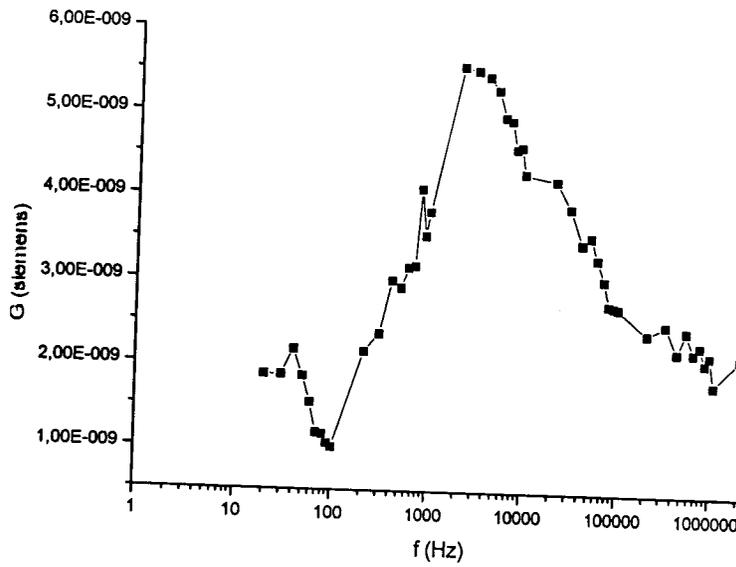


Fig.25 : la conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant : marne + 3.88% Fibre de Verre –mélange 5-.



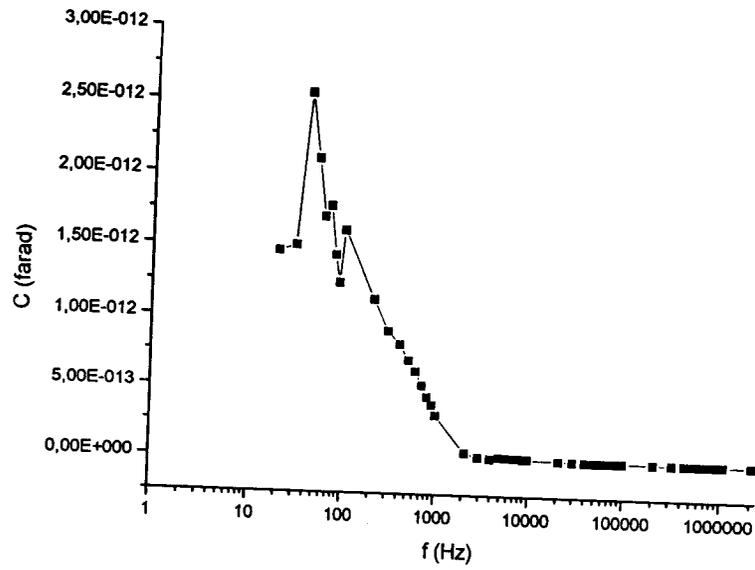


Fig.26 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant : marne + 4.44% Fibre de Verre –mélange 6-.

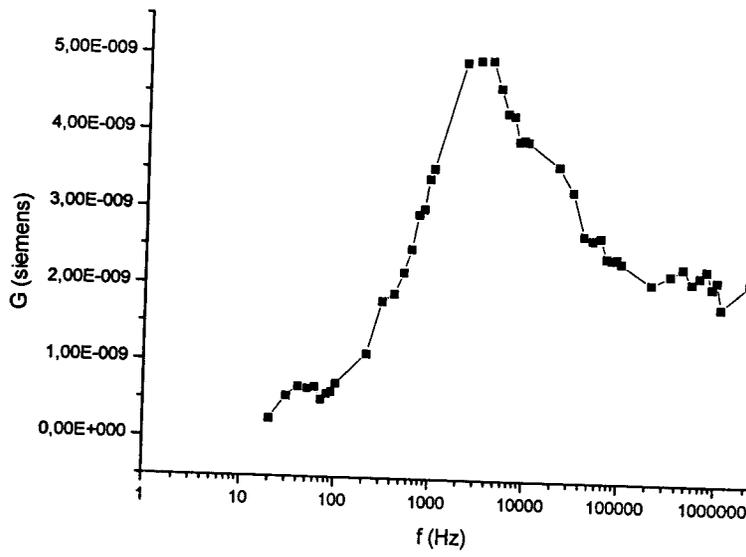


Fig.27 : la conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant : marne + 4.44% Fibre de Verre –mélange 6-.



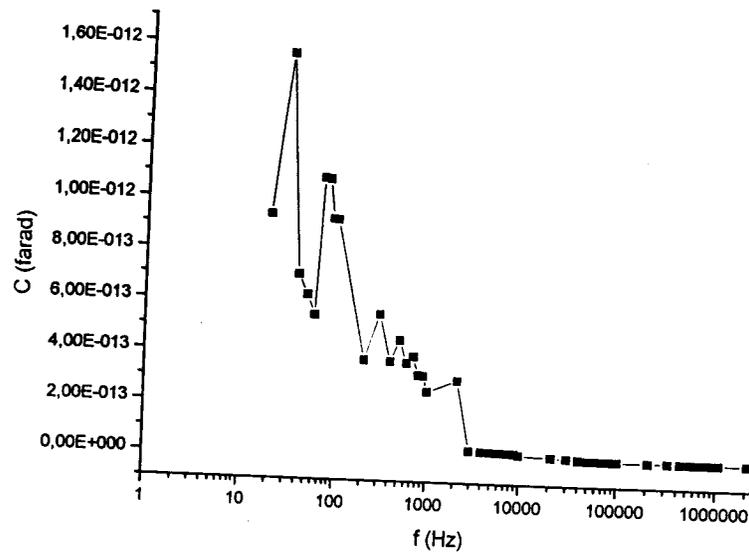


Fig.28 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant :  
marne + 5% Fibre de Verre -mélange 7-.

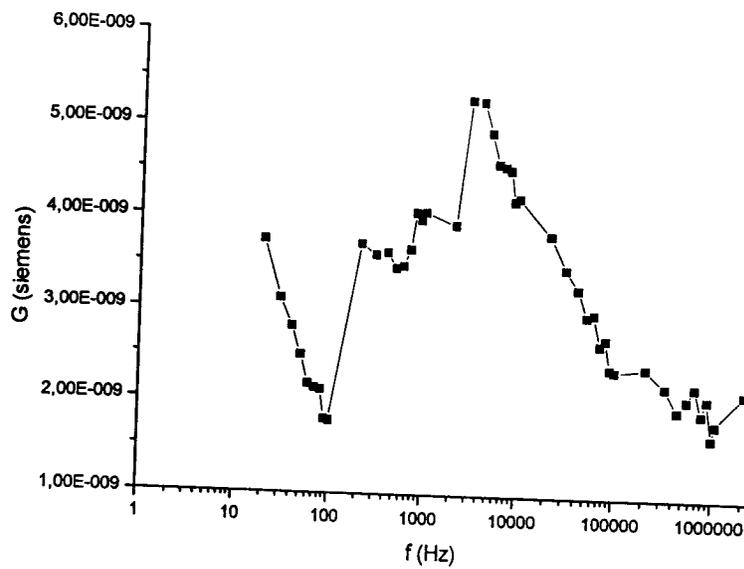


Fig.29 : la conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant :  
marne + 5% Fibre de Verre -mélange 7-.



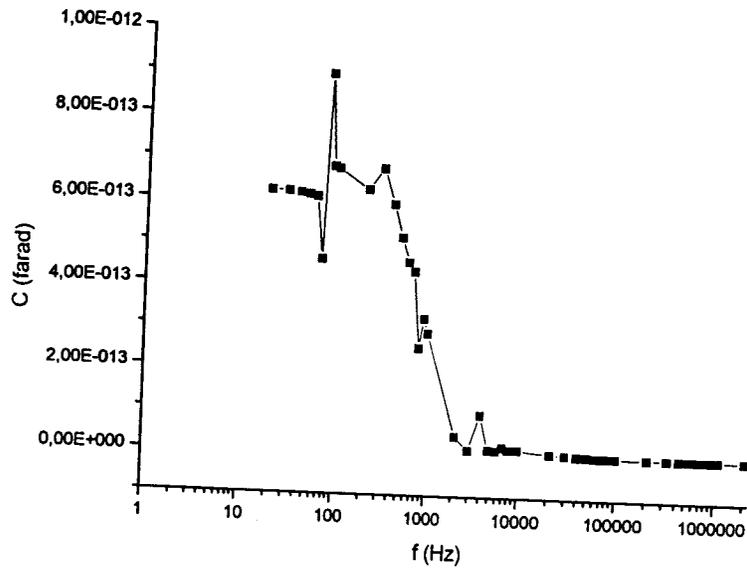


Fig.30 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant :  
marne + 5.55% Fibre de Verre –mélange 8-.

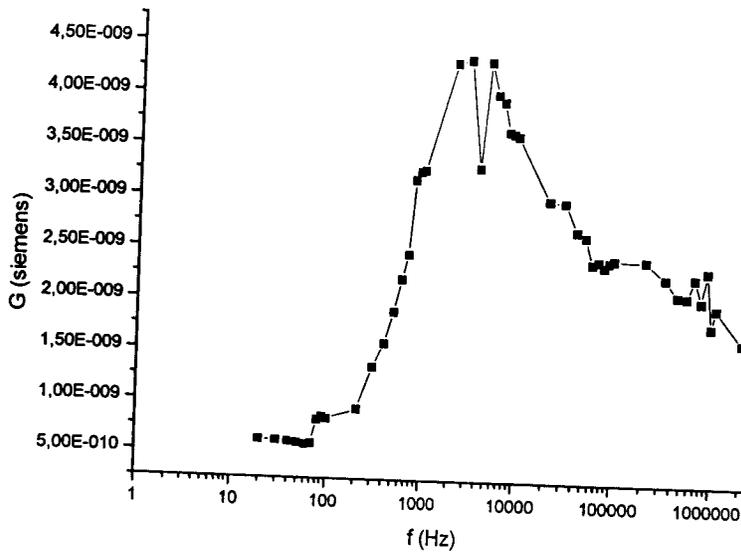


Fig.31 : la conductance en fonction de la fréquence pour une céramique ayant :  
marne + 5.55% Fibre de Verre –mélange 8-.



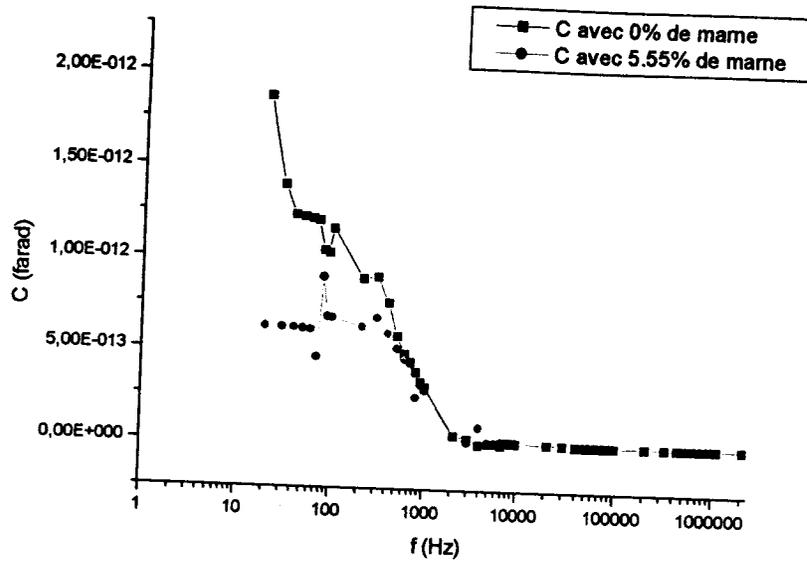


Fig.32 : La capacité C pour céramique ayant 0% de fibre de verre et autre ayant 5.55% de fibre de verre.

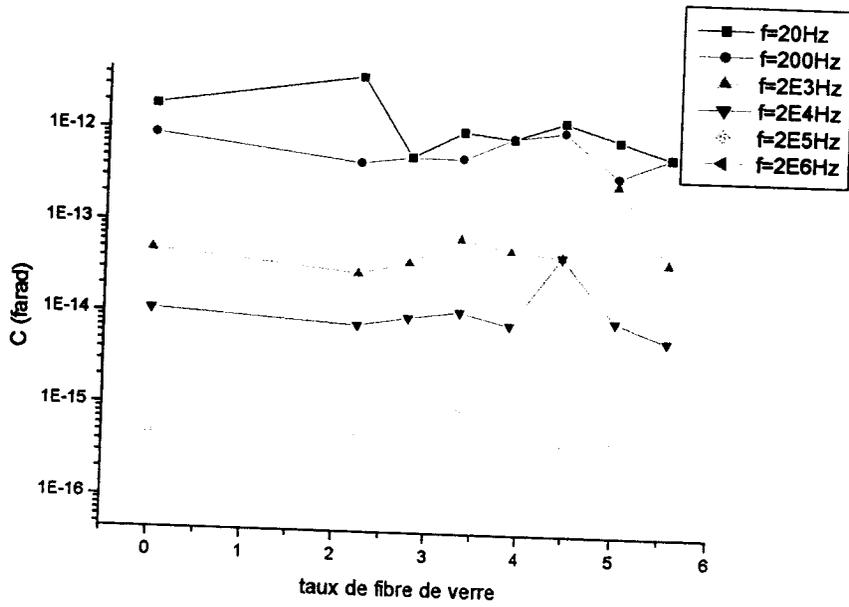


Fig.33 : La capacité C à différent fréquence en fonction de différent taux de fibre de verre.



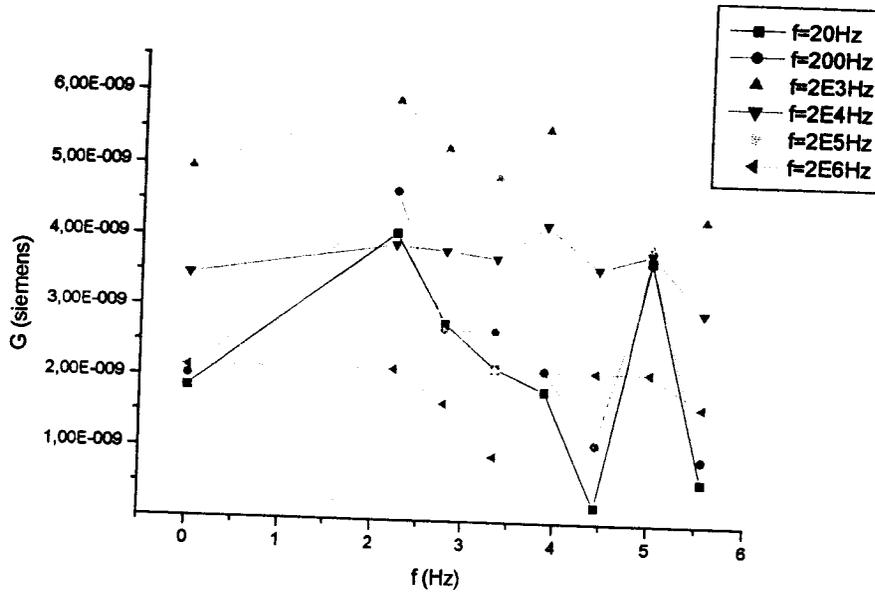


Fig.34 : La conductance G à différent fréquence en fonction de différent taux de fibre de verre.

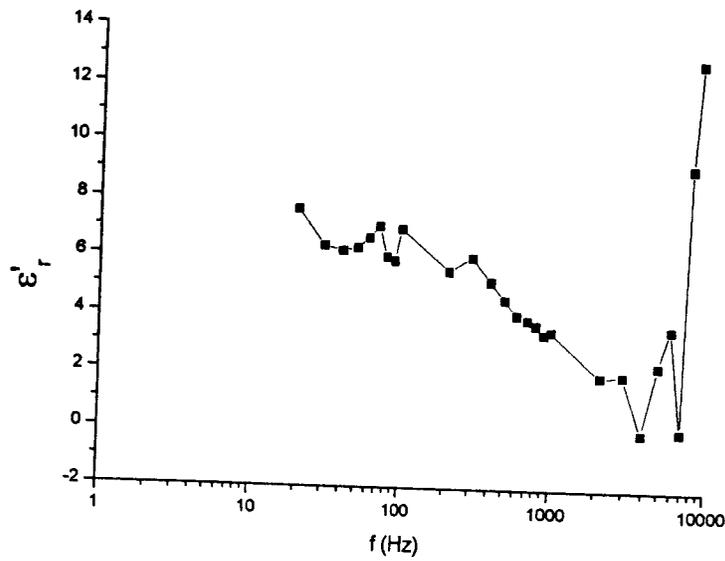


Fig.35 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\mathcal{R}_e(\epsilon_r)$  en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant marne + 0% Fibre de Verre -mélange 1-.



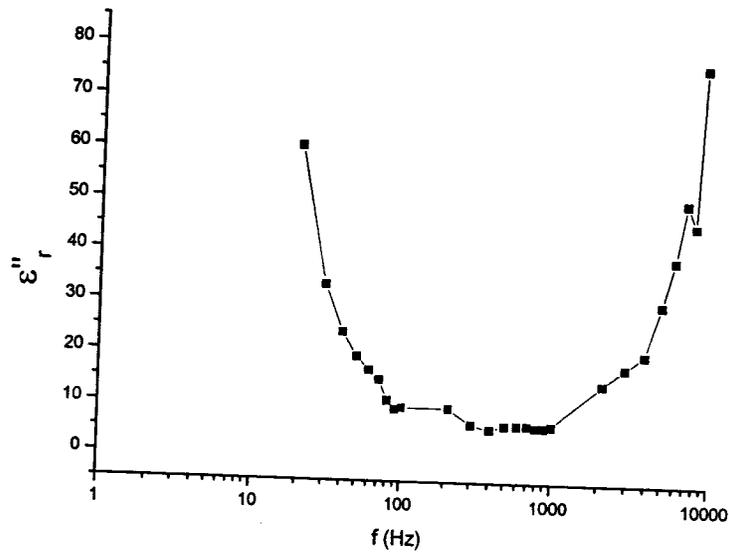


Fig.36 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon'_r$  en fonction de la fréquence f une céramique : marne + 0% Fibre de Verre –mélange 1-

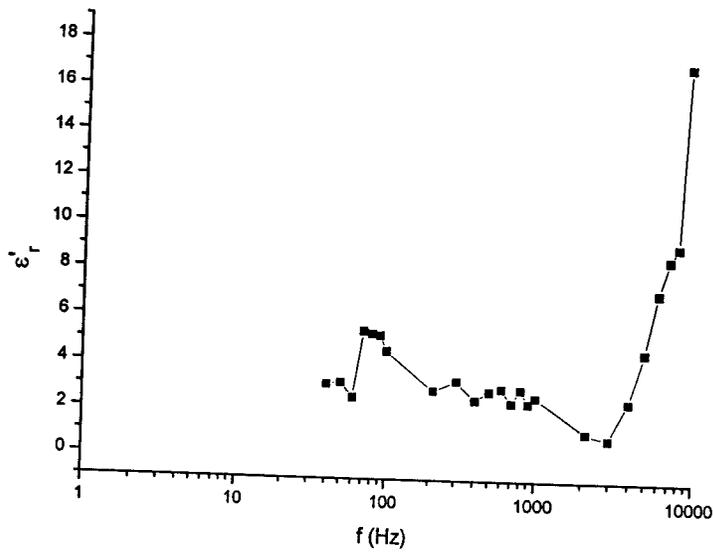


Fig.37 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon'_r$  en fonction de la fréquence f pour une céramique ayant :marne + 2.22% Fibre de Verre –mélange 2-



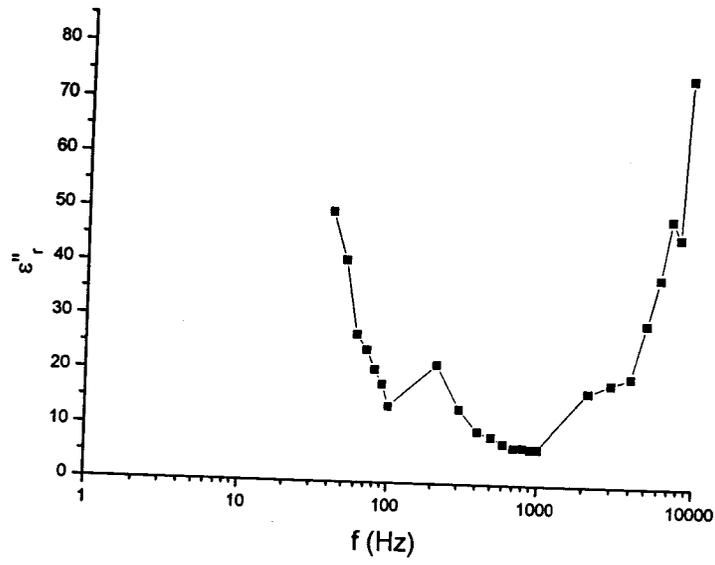


Fig.38 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r$  en fonction de la fréquence f  
 céramique : marne + 2.22% Fibre de Verre -mélange 2-

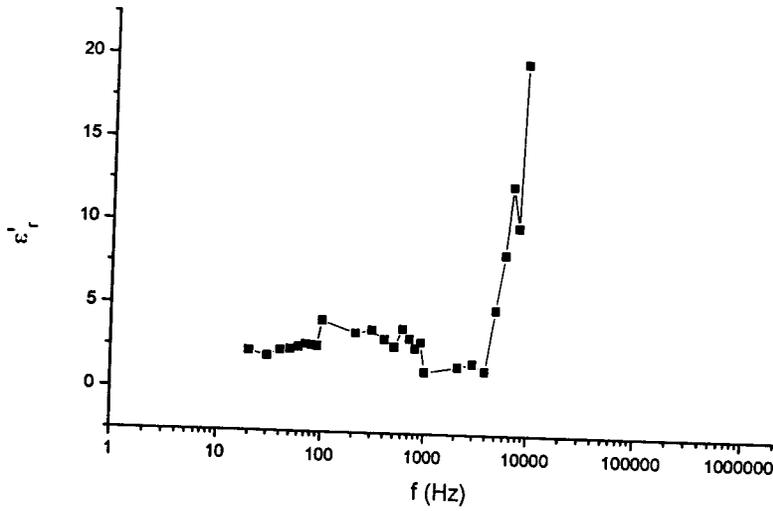


Fig.39 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r$  en fonction de la fréquence f pour  
 céramique ayant : marne + 2.77% Fibre de Verre -mélange 3-



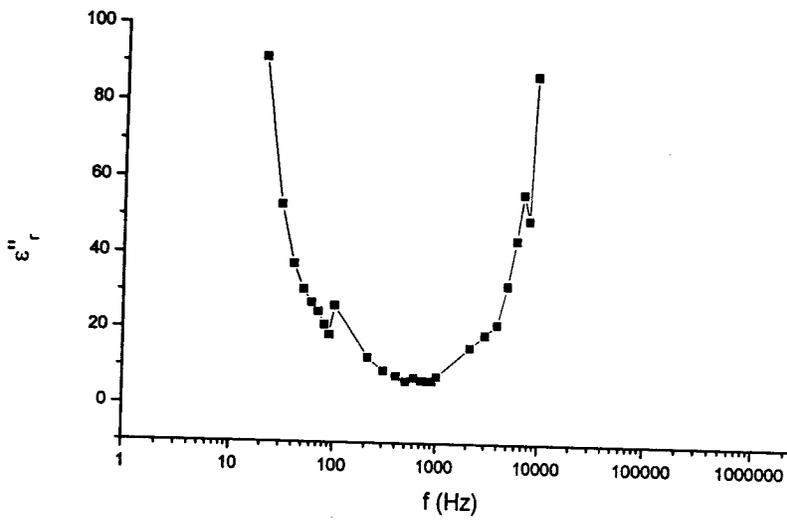


Fig.40 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\mathcal{J}_m(\epsilon_r)$  en fonction de la fréquence f  
céramique : marne + 2.77% Fibre de Verre -mélange 3-

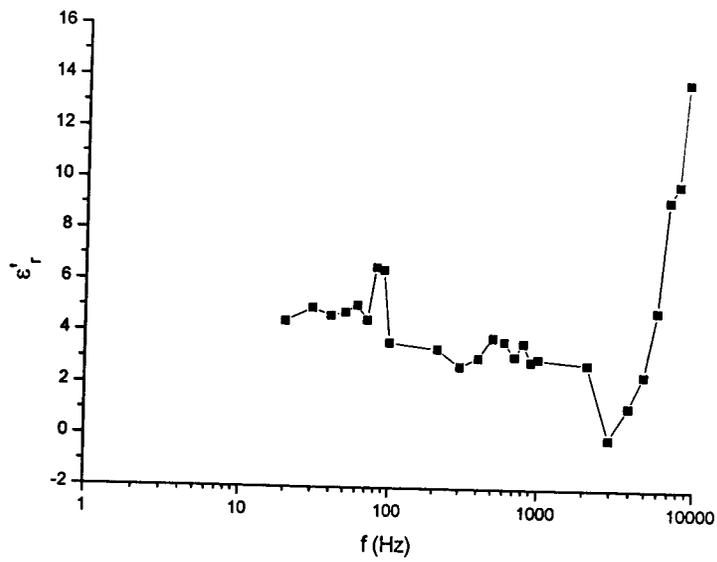


Fig.41 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\mathcal{J}_\epsilon(\epsilon_r)$  en fonction de la fréquence f  
pour céramique ayant : marne + 3.33% Fibre de Verre -mélange 4-

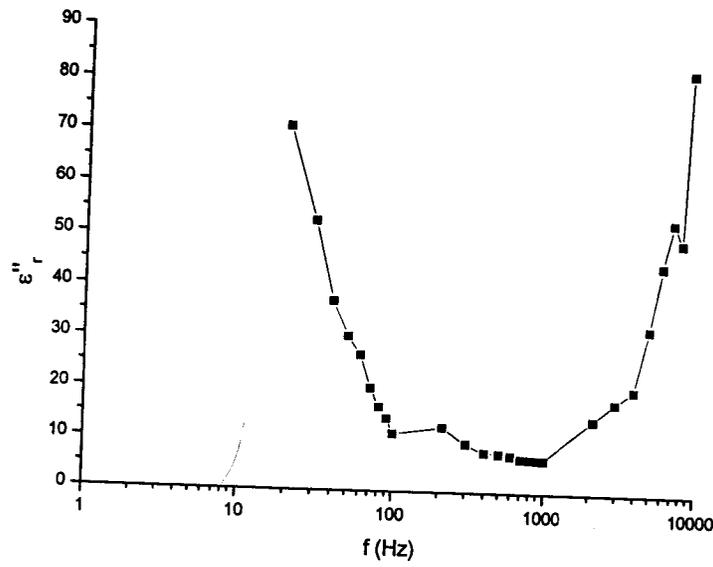


Fig.42 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r'$  en fonction de la fréquence f pour céramique : marne + 3.33% Fibre de Verre –mélange 4-

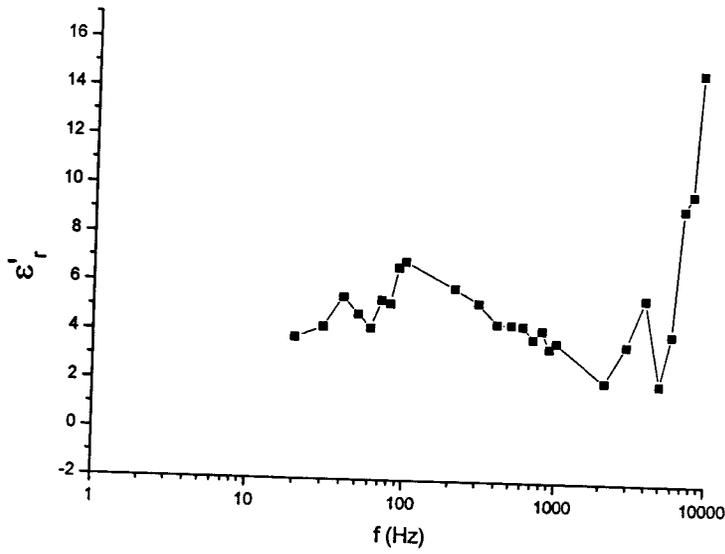


Fig.43 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r'$  en fonction de la fréquence f pour céramique ayant : marne + 3.88% Fibre de Verre –mélange 5-

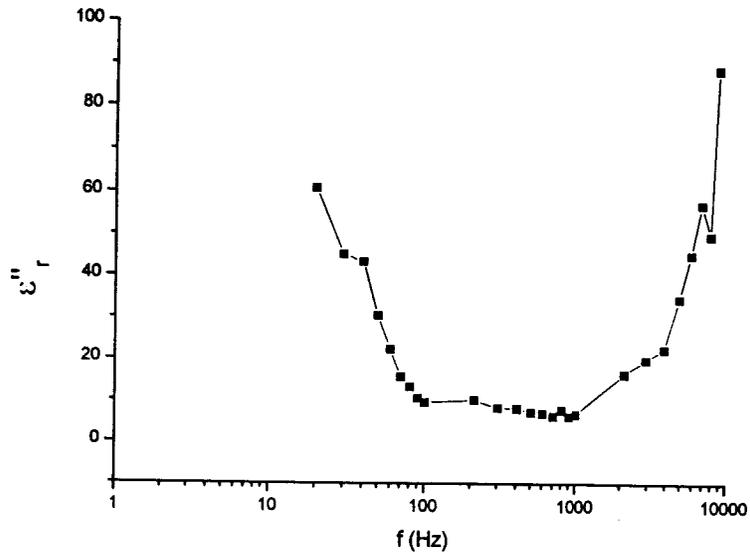


Fig.44 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r$  en fonction de la fréquence f pour céramique : marne + 3.88% Fibre de Verre -mélange 5-

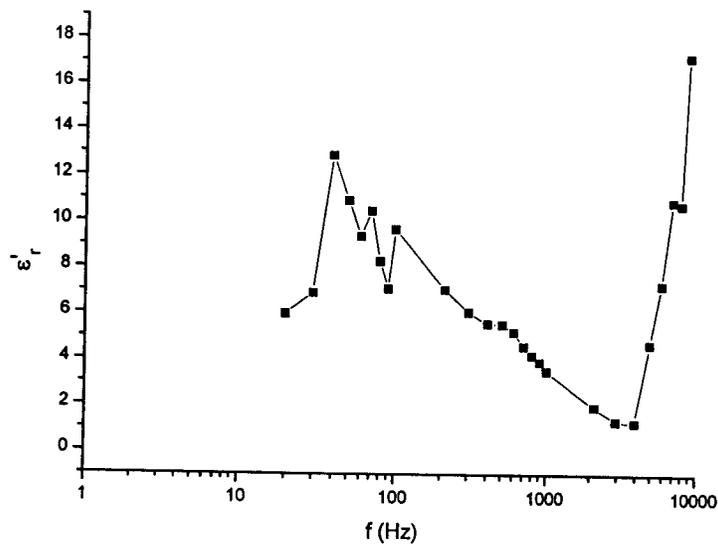


Fig.45 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r$  en fonction de la fréquence f pour céramique ayant : marne + 4.44% Fibre de Verre -mélange 6-



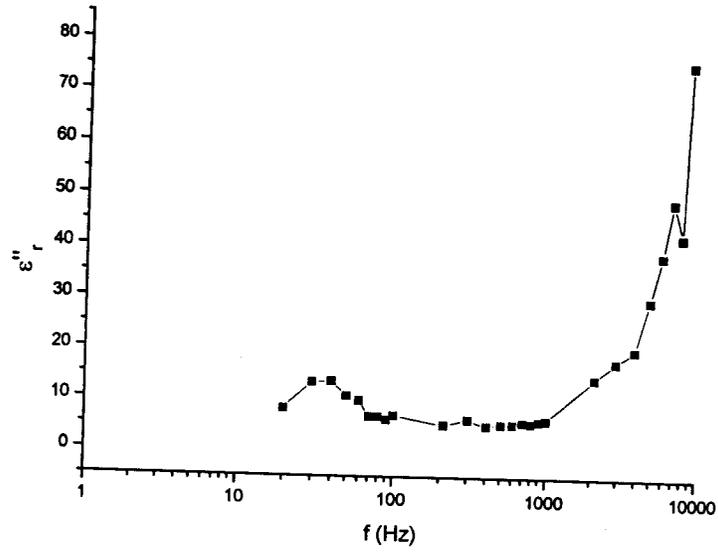


Fig.46 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon'_m(\epsilon_r)$  en fonction de la fréquence f  
céramique : marne + 4.44% Fibre de Verre -mélange 6-

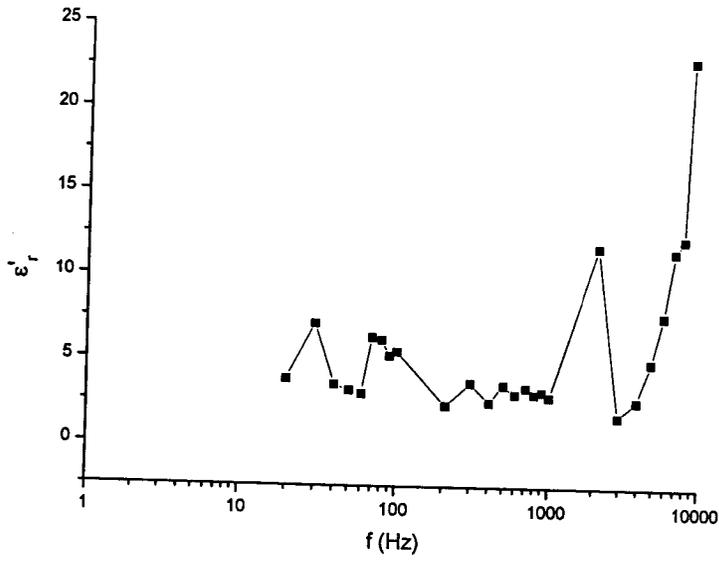


Fig.47 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon'_e(\epsilon_r)$  en fonction de la fréquence f  
pour céramique ayant : marne + 5% Fibre de Verre -mélange 7-

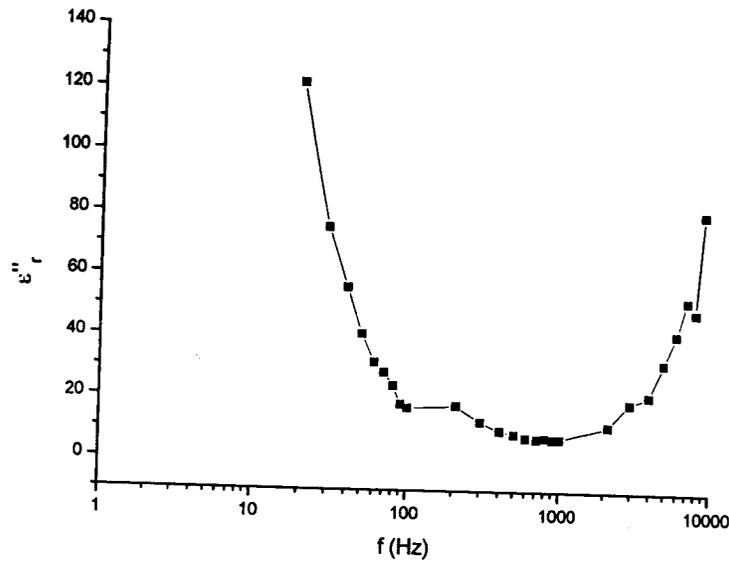


Fig.48 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon'_r$  en fonction de la fréquence f  
 céramique : marne + 5% Fibre de Verre –mélange 7-

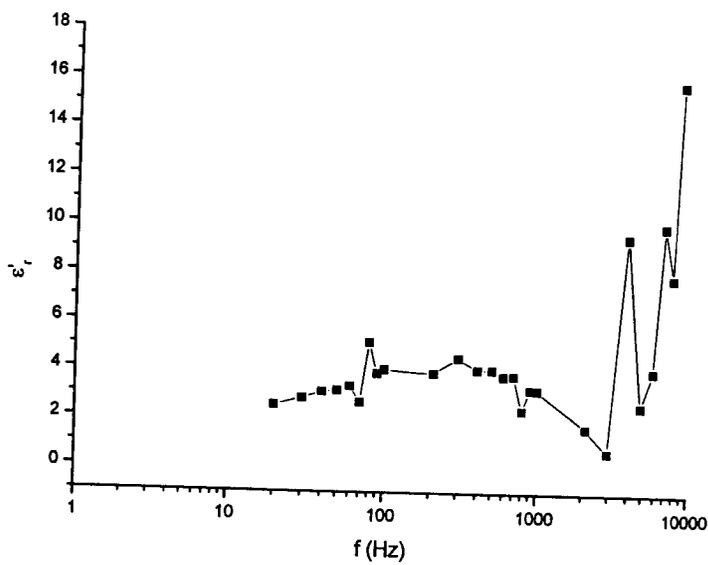


Fig.49 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon'_r$  en fonction de la fréquence f  
 pour céramique ayant : marne + 5.55% Fibre de Verre –mélange 8-



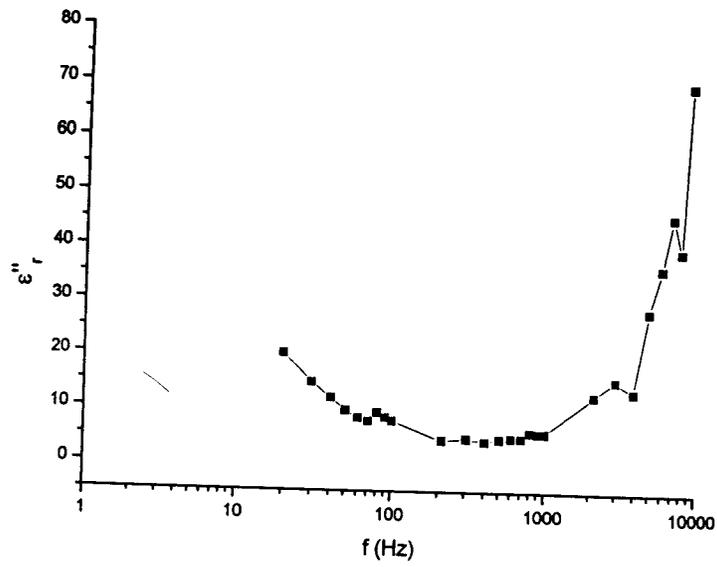


Fig.50 : Variation de la constante diélectrique relatif  $\epsilon''_r$  en fonction de la fréquence f  
 céramique : marne +5.5 5% Fibre de Verre -mélange 8-

Le diagramme de Cole et Cole est représenté au vu des figures ci-dessus, en traçant les permittivités relatives réelles en fonctions des permittivités imaginaires [9]:

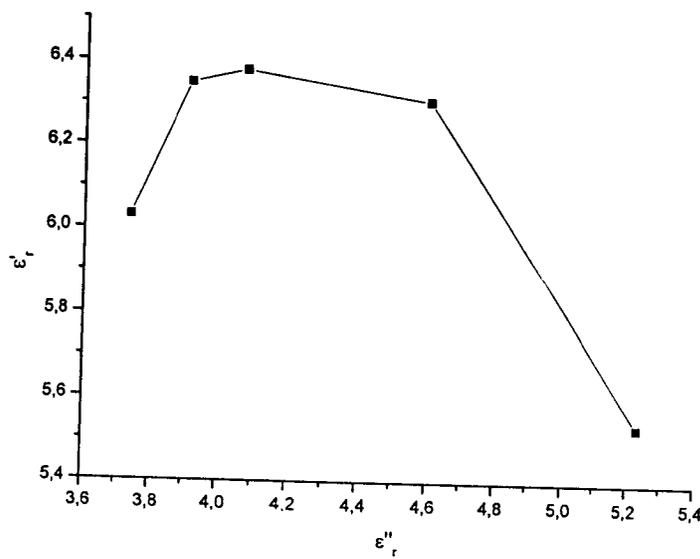


Fig.51 : Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant :  
 marne +0 % fibre de verre -mélange 1-

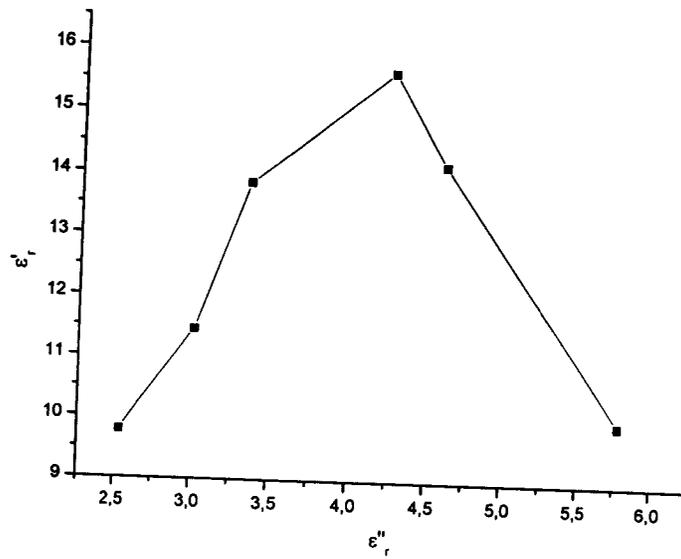


Fig.52 : Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant : marne + 2.22% fibre de verre -mélange 2-

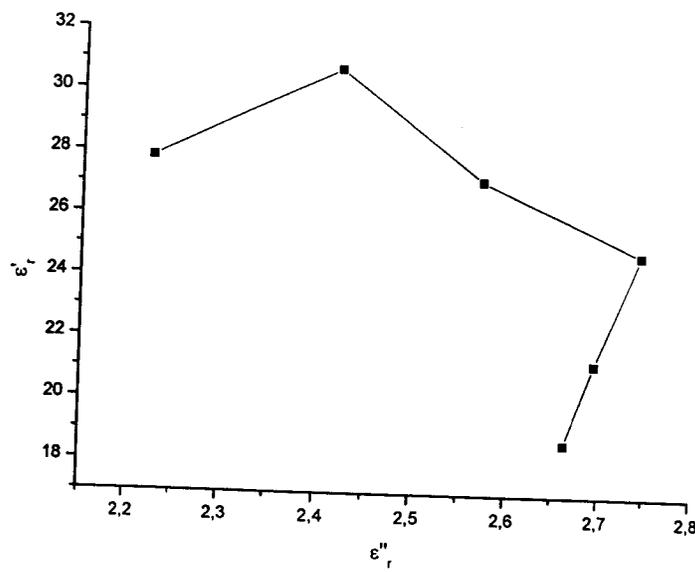


Fig. 53: Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant : marne +2.77 % fibre de verre -mélange 3-



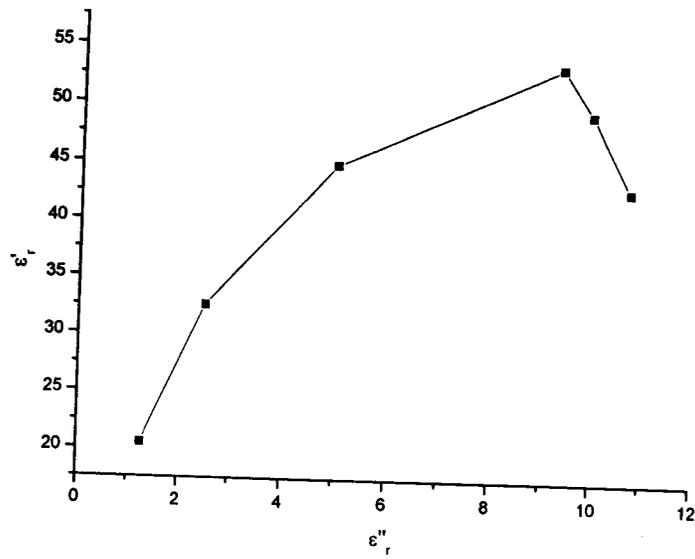


Fig. 54: Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant : marne +3.33 % fibre de verre -mélange 4-

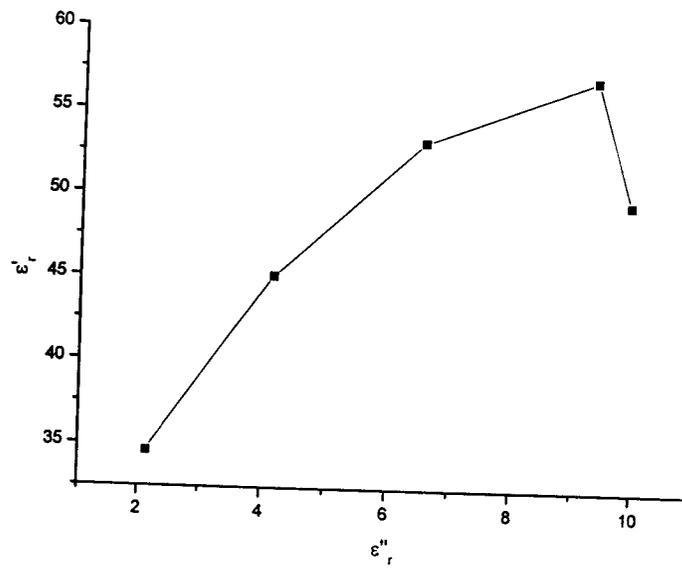


Fig. 55: Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant : marne +3.88 % fibre de verre -mélange 5-



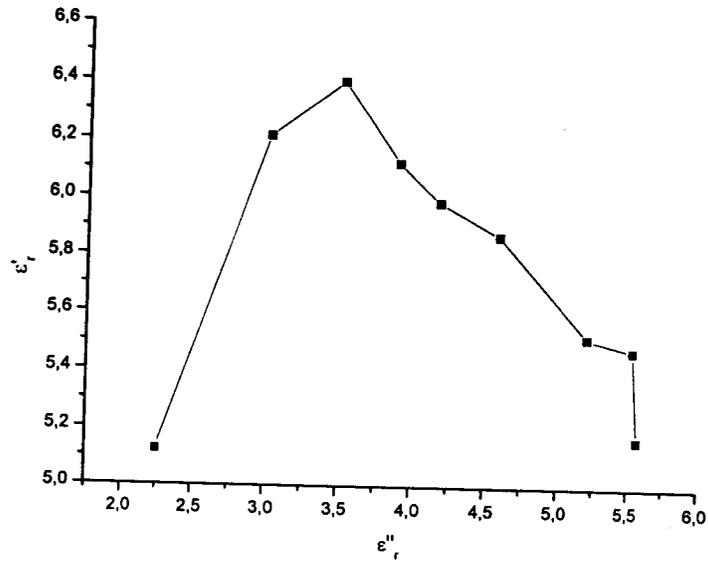


Fig. 56: Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant : marne +4.44 % fibre de verre -mélange 6-

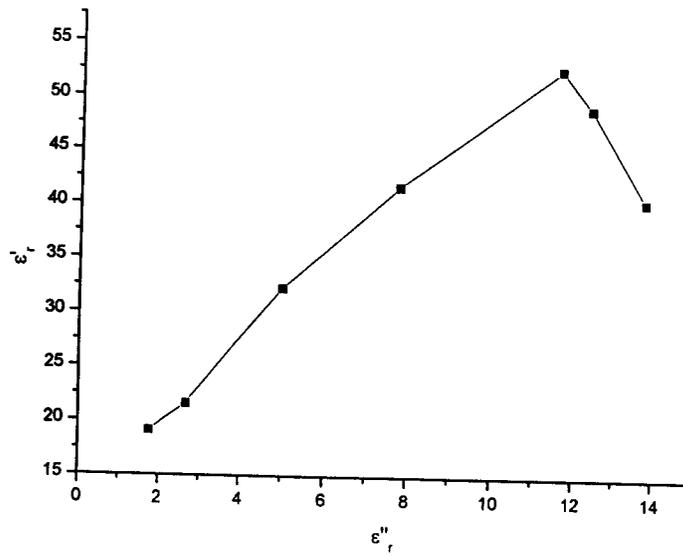


Fig. 57: Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant : marne +5 % fibre de verre -mélange 7-

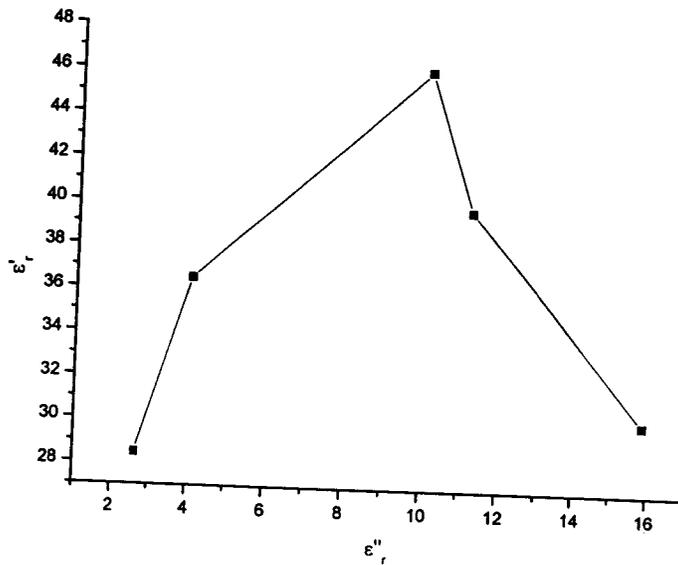


Fig. 58: Diagramme de Cole et Cole pour céramique ayant :  
marne + 5.55% fibre de verre -mélange 8-

3.B.3 Mesure de la ténacité :

Pour mesurer la ténacité de nos échantillons, nous les avons découpés en éprouvettes ayant, les dimensions suivantes :

$$a = \frac{1}{10} \text{ mm}$$

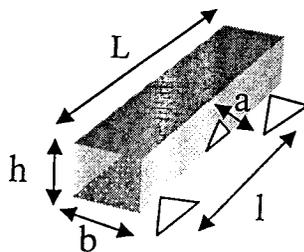
$$b = 4 \pm 0.1 \text{ mm}$$

$$h = 6 \pm 0.9 \text{ mm}$$

$$L = 26.1 \pm 0.9 \text{ mm}$$

$$l = 31 \pm 0.1 \text{ mm}$$

Où a, b, et h sont représentés dans la figure ci-dessous :



Le dispositif, que nous avons monté, et qui nous permet de mesurer la contrainte de rupture de nos éprouvettes est représenté ci-dessus :

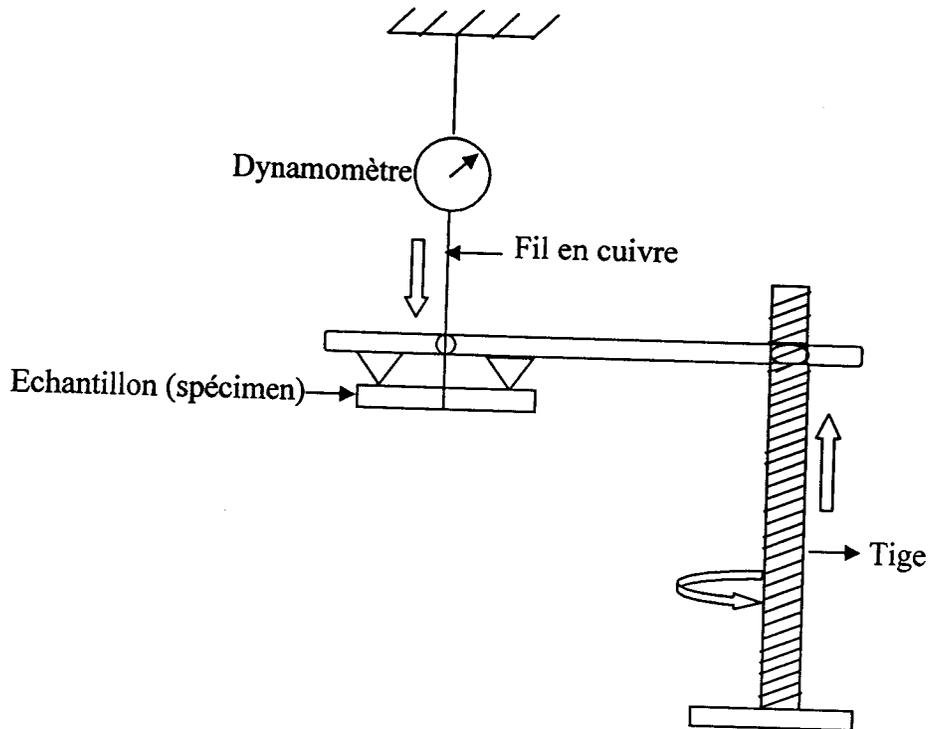


Fig.59 : dispositif pour calculer la ténacité.

La résistance à la propagation des fissures est calculée par la relation suivante :

$$K = y \frac{3Pl}{2h^2b} \sqrt{a}$$

où  $y$  est le facteur de forme géométrique et calculé par la relation suivante :

$$y = 1.9b + 3.07 \left(\frac{a}{h}\right) + 13.66 \left(\frac{a}{h}\right)^2 + 23.98 \left(\frac{a}{h}\right)^3 + 15.22 \left(\frac{a}{h}\right)^4$$

et  $P$ , le poids :

$$P = m g,$$

$m$  est la masse,

et  $g = 9.81 \text{ N}$  est la pesanteur.

La variation de la ténacité en fonction du taux de fibre de verre est présentée dans le graphe ci-dessous :

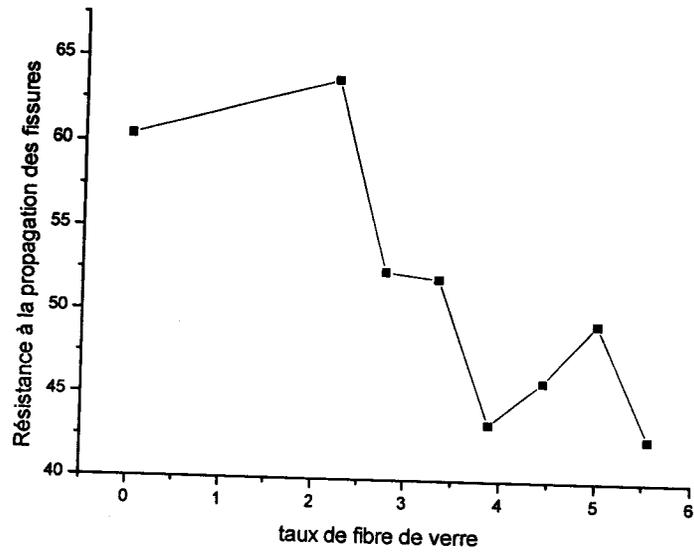


Fig.60 : La résistance à la propagation des fissures en fonction du taux de fibre de verre.



**Partie C :****3.C.1 Discussion et interprétation :**

Dans cette partie nous allons discuter nos résultats représentés par des graphes, en commençant tout d'abord par le rétrécissement des échantillons :

- ✚ Ce dernier est mesuré, dans la partie A, après le séchage des échantillons, les résultats obtenus, sont traduits dans la figure (Fig.1 Partie A), montrent bien que le rétrécissement est proportionnel à l'augmentation du taux d'humidité, et il n'est valable qu'entre les deux limites ; l'une où le mélange est inhomogène et l'autre où il y'a un excès d'eau.
- ✚ Lorsque la marme est frittée, la variation de ce dernier est inversement proportionnelle à l'ajout de fibre de verre, comme indique la figure (Fig. 15 Partie B). On peut supposer que la fibre de verre au sein de mélange est en train de sécher le mélange et réduit le taux d'humidité.
- ✚ La mesure de la constante diélectrique permet de voir le comportement du matériau lorsque ce dernier est soumis à un champ électrique. Sur la figure (Fig.14) nous pouvons observer deux choses :
  - La variation de la capacité est inversement proportionnelle à la fréquence telle qu'à basse fréquence le matériau devient capacitif et à haute fréquence il est résistif. Et le dispositif se comporte comme un filtre passe bas.
  - Pour les taux (45%, 50%, 55%) la capacité augmente avec l'augmentation du taux d'eau, ainsi dans les deux limites, où le matériau est inhomogène, on remarque un pic à la valeur 55% puis la capacité diminue et prend sa valeur minimale à 60%.
- ✚ La conductance électrique est une représentation du dispositif à laisser passer le courant, pour les basses fréquences elle prend ces valeurs minimales et vice versa. Ainsi pour les deux taux extrêmes d'humidité, elle prend des valeurs arbitraires et indépendantes car le matériau est inhomogène et les moments dipolaires sont en train de s'aligner au sein du matériau suivant différentes configurations.

Nous passons au comportement du matériau avec l'ajout de différents taux de fibre de verre :

- ✚ Ce qui apparaît sur la figure (Fig.32) est que la capacité diminue avec l'augmentation du taux de fibre de verre si on la compare avec les différents échantillons ayant différents taux.
- ✚ Et la conductance, elle, varie d'une manière différente, elle prend un pic pour la fréquence 2000Hz, pour les différents échantillons, puis elle diminue.
- ✚ Les permittivités électriques complexes sont présentées dans les graphes en traçant les parties réels et les parties imaginaires en fonctions de la fréquence.

La partie réelle, représentant les mécanismes de polarisation et de relaxation des porteurs, figure (Fig. 35, 37, 39, 41, 43, 45, 47, 49), elle est faible à basse fréquence puis augmente par l'augmentation de fréquence.

Tandis que la partie imaginaire, figure (Fig. 36, 38, 40, 42, 44, 46, 48, 50), traduit les pertes diélectriques et donne une mesure de la faculté de se mouvoir qu'ont ces porteurs, elle varie de la même façon que les parties réelles.

- ✦ Le diagramme de Cole et Cole, permet de voir les différents mécanismes de relaxation.

L'étude la rupture mécanique nos échantillons a montré :

- ✦ En fonction des différents taux de fibre de verre la figure (Fig. 60), montre une diminution de cette résistance avec l'augmentation du taux de fibre, là où nous avons supposé au préalable que la fibre de verre va durcir le matériau. Ainsi ce rajout augmente la fragilité du matériau.

# **CONCLUSION GENERALE**



L'objectif de ce travail était l'étude d'un matériau composite à base d'argile / fibre de verre. Nous avons utilisé la méthode de la transformation du boulanger pour l'obtention des mélanges ayant la même homogénéité de fibre de verre au sein de la matrice de marne.

Les études réalisées concernent les propriétés diélectrique et mécanique de notre composite. Les diverses observations tout au long des expériences effectuées, nous ont permis de mettre en évidence les principaux points :

- La préparation et la caractérisation de la marne crue et l'étude de ses propriétés diélectriques nous a donné des résultats conformes à nos attentes :
  - ✦ La mesure du retrait en fonction de différents taux d'eau après séchage des échantillons a montré que le rétrécissement est proportionnel à l'augmentation du taux d'eau, et il n'est valable que dans un certain intervalle. A l'extérieur de celui-ci le mélange est inhomogène.
  - ✦ Pour le matériau fritté avec différents taux de fibre de verre, les résultats ont un autre comportement, le rétrécissement varie inversement avec l'ajout de la fibre. Nous pensons que la fibre est en train de sécher le mélange et réduit ainsi le taux d'humidité.
  - ✦ L'étude de la constante diélectrique en fonction de différents taux de fibre de verre, a montré que la capacité est inversement proportionnelle à la fréquence et qu'elle augmente avec l'augmentation du taux d'eau.
  - ✦ L'étude de la conductance électrique a montré qu'elle varie proportionnellement avec la fréquence, et que pour les deux taux extrêmes d'humidité sa variation est arbitraire et ces valeurs sont indépendantes. En effet les moments dipolaires sont en train de s'aligner suivant différents configurations.

- Lorsque le matériau est fritté avec l'ajout de différent taux de fibre de verre, l'étude a montré :
  - ✦ La capacité diminue avec l'ajout de la fibre, si on la compare avec celle de d'une marne sans fibre.
  - ✦ La conductance montre une valeur maximale à la fréquence 2 kHz et ceci quelque soit le taux de fibre de verre introduit.
  - ✦ Les permittivités diélectriques complexes, traduisent la polarisation et la relaxation des porteurs d'une part, et d'autre part elles permettent de mesurer la dissipation d'énergie de ces mêmes porteurs.
  - ✦ Le diagramme de Cole et Cole, permet de voir les différents mécanismes de relaxation.
  - ✦ Les études mécaniques montrent que la fibre de verre au sein du matériau fragilise ce dernier et par conséquent ne le renforce nullement.



## Références bibliographiques

---

- [1] MOREL R. (1996) - Les sols cultivés. Lavoisier, Paris.
- TUCKER M.E. (1981) - Sedimentary petrology. An introduction. Blackwell.  
[http:// www.u-picardie.fr/beauchamp/mst/argiles.htm](http://www.u-picardie.fr/beauchamp/mst/argiles.htm)
- [2] Ouahbi T., L'univers des matériaux composites, généralités  
[http:// www.composite.free.fr/generalite.htm](http://www.composite.free.fr/generalite.htm)
- [3] T. Allen, Particle Size Measurement, Fifth edition, Chapman and Hall, New York, 1997.
- [4] Jean-Marie Haussone, Claude Carry, Paul Bowen et James Barton, Céramiques et verres Principes et techniques d'élaboration, Vol. 16 in traité des matériaux, éd. Presses polytechniques et universitaires Romandes, (2005).
- [5] W.B. Russel, D.A. Saville et W. Showalter, Colloidal dispersion, Cambridge University Press, Cambridge, 1989.
- [6] Gupta, V.B. and V.K. Kothari; Manufactured Fibre Technology. Chapman and Hall. London. 1997.
- Loewenstein, K.L.; The Manufacturing Technology of Continuous Glass Fibers. Elsevier Scientific. New York. 1973.
- Lubin, George; Handbook of Fiberglass and Advanced Plastic Composites. Robert E. Krieger. Huntington NY. 1975.
- Mohr, J. G. and W. P. Rowe; Fiberglass. Van Nostrand Reinhold. Atlanta. 1978.
- Volf, Milos B.; Technical Approach to Glass. Elsevier. New York. 1990.
- [7] P. Fleury et J.P. Mathieu, Electrostatique Courants Continus Magnétisme, éd. Eyrolles 1967, pp. 93-129.
- [8] M. H. Mathieu, Propriétés optiques des semi-conducteurs, cours de DEA d'Electronique des solides, Université des sciences et techniques de Languedoc, Montpellier 1973/1974.
- [9] BENAÏSSA F. et MAHMOUDI A. mémoire de fin d'étude, Etude des caractéristiques structurelles macroscopiques et diélectriques des composites : marne/carbone, Application à la filtration, Université de Tlemcen faculté des sciences.