

IN/530.4-06/02 7

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAÏD TLEMCEM

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDE

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur physicien

Spécialité : Physique Des Matériaux Et Caractérisation



*Thème :*

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

Présenté par :

*Mme: MEBROUK Nadja* et *Mme: MAHI Assma*

Soutenue le 01 juillet 2009 devant le jury :

*M* R. BOUFATAH

Chargé de Cours

Président

*M* Y.M. MAHDAD

Maître de Conférences

Examineur

*M* A. SARI

Chargé de Cours

Encadreur

0008 2009



## Remerciements

Inscrit Sous le N°:	.....
Date le:	29/10/2009
Code:	3786

La réalisation de ce mémoire nous a toutes les deux enrichies sur le plan du travail personnel, l'approfondissement des connaissances, l'efficacité dans l'action, mais surtout la cohérence dans le travail en groupe ; avec tous ce que cela implique comme avantages et contraintes. Nous avons pris un réel plaisir et eu l'honneur de travailler sur ce projet qui s'est déroulé, au sein du laboratoire de propriétés de la matière condensée sous la direction de Monsieur A. SARI.

On remercie en premier lieu Dieu, le tout puissant, de nous avoir accordé la puissance et la volonté pour terminer ce travail.

Nous exprimons tous nos remerciements à Monsieur A. SARI, Chargé de Cours à l'université de Tlemcen, qui nous a fait l'honneur de diriger notre travail, de nous assister en permanence et avec patience. Ses conseils judicieux et sa grande disponibilité nous ont été essentiels pour l'aboutissement de ce travail.

Nos remerciements vont également à Monsieur R. BOUFATAH, chargé de cours, d'avoir bien voulu présider notre jury, pour s'être intéressé à notre travail.

Nous adressons aussi nos plus sincères remerciements à Monsieur Y. M. MAHDADE, maître de conférence, pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nos remerciements vont également à tous nos enseignants qui ont contribué à notre formation surtout mademoiselle H. FERAOUN et Madame GHAFOUR.

Enfin nous adressons nos remerciements à tous ceux et celles qui nous ont aidé de près ou de loin à réaliser ce mémoire.



# DEDICACES

## JE DÉDIE CE TRAVAIL :

- ❖ A mes très chère parents : ABD.Kader et Houria, pour votre amour, vos sacrifices et tout que vous m'avez donnés.
- ❖ A mes très chères : ma grand-mère et mon grand père, que dieu vous protège et vous prête bonne santé et longue vie.
- ❖ A mon frère: Sidi Mohammed.
- ❖ A mes sœurs : Smahen, Hannene, Imene.
- ❖ A mon mari : Rachid.
- ❖ A mes oncles et mes tantes et leurs maris.
- ❖ A mes cousins et mes cousines.
- ❖ A tous mes amis et surtout Assma et Mariem.

# Sommaire

Introduction.....	a
-------------------	---

## CHAPITRE I

Généralités.....	1
I. Les matériaux composites.....	1
1. Définition .....	1
2. Utilisation des composites .....	1
4. Renforts .....	2
5. La matrice .....	3
6. Les matériaux composites structuraux.....	4
6.1 Monocouches .....	4
6.2 Stratifiés .....	4
6.3 Sandwichs.....	5
7. Propriétés et Avantages.....	6
8. Mise en œuvre des matériaux composites.....	6
II. LES CERAMIQUES.....	7
1- Définition.....	7
2- Structure .....	7
3- Propriétés générales des céramiques.....	8
4- Les matières premières utilisées en céramiques .....	8
1)-Matières premières naturelles utilisées directement .....	9
2) Matières premières naturelles purifiées .....	9
3)-Matières premières industrielles .....	10
6. Les types de céramiques.....	10
6.1- Céramiques traditionnelles (céramiques vitrifiées) .....	10
6.1.1 -La sigillée .....	10
6.1.2- Poterie ou terre cuite .....	10
6.1.3- Grès .....	10

6.1.4- Faïence .....	11
6.1.5- Porcelaine .....	11
6.2- Céramiques techniques .....	11
7.Fabrication d'une céramique .....	11
7.1. Le frittage .....	12
III. L'argile .....	13
1. Définition .....	13
2. Les différentes argiles .....	13
2.1 Les minéraux argileux .....	13
2.2 Domaines d'études .....	15
2.3 Propriétés et rôle des minéraux argileux .....	15
3. Le séchage au soleil .....	16
IV.Verre.....	17
1. Définition.....	17
1.1 Les microstructures des verres de silice .....	17
1.2. Propriétés générales des verres .....	18
1.3.Mise en forme du verre.....	18
2. Les fibres de verre.....	19
2.1 Définition .....	19
2.3 Propriétés.....	19
2.4 Les avantage .....	20
2.5 Procédé de fabrication.....	20
2.7 Les applications.....	21

## Chapitre II

I.Propriétés diélectriques .....	22
1. Définition .....	22
2. La permittivité diélectrique .....	23
3.Mesure de la permittivité diélectrique .....	23
3.1 Permittivité d'un milieu .....	23
3.2. Permittivité complexe .....	24
4. Le condensateur plan .....	24
4.1 Expression de la capacité.....	25
4.2 Limites du modèle .....	25

3. Les diagrammes de Cole et Cole .....	81
4. Les pertes .....	85
Mesure de la ténacité .....	86
Partie III.....	89
Interprétation des résultats.....	89
Conclusion .....	91
Références bibliographiques.....	92

## Introduction générale

---

Les matériaux font partie intégrante de notre vie de tous les jours. On peut constater leur omniprésence dans les secteurs du transport, de l'immobilier, de la communication, des textiles et même de l'alimentation. Chacun de ces domaines n'a pris un essor substantiel que depuis que l'homme a compris qu'il était capable de façonner les matériaux suivant ses besoins.

A ce moment, le développement des matériaux se basait entièrement sur une procédure de sélection : il s'agissait de choisir sur l'ensemble de compositions possibles celle qui convenait le mieux à l'application désirée en essayant tour à tour à chacune de ces compositions. La métallurgie, et le développement des matériaux en générale, ont toutefois considérablement progressé durant le dernier siècle depuis que les scientifiques ont découvert la relation entre la structure élémentaire de la matière et ses propriétés. La science des matériaux a permis de modéliser des milliers de matériaux avec des caractéristiques spécifiques qui répondent à des cahiers de charges précis qui répondent aux besoins d'une industrie en pleine expansion.

Les matériaux sont classés en fonction 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 matériaux composites.

Dans notre travail nous vus les dernières classes de matériaux (céramiques et composites), 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 métaux ont un ensemble de propriétés qui détermine son comportement. La caractérisation de ces propriétés a pour but de savoir leur réaction r rapport aux différents facteurs extérieurs (température, contrainte mécanique, champs électrique....).

Le travail qui nous présentons dans ce mémoire qui s'est déroulé, au sein du laboratoire de propriétés de la matière condensée sous la direction de monsieur SARI A., est caractérisation des propriétés mécaniques et diélectriques du matériau composite à base d'argile et fibre de verre. Il comprend trois parties :

- Le 1<sup>er</sup> chapitre présente les définitions, les propriétés, usage, mise en œuvre .... , des matériaux composites, le verre, les matériaux céramiques, et argile.

## Introduction générale

---

- Le 2<sup>ème</sup> chapitre est consacré à un rappel théorique des propriétés diélectriques et mécaniques.
- Le 3<sup>ème</sup> chapitre présente l'étude expérimentale, il contient 2 parties sont :
  - Partie 1 : détermination des propriétés diélectriques de la marne avant et après frittage et avec des taux différentes de fibres de verre.
  - Partie 2 : détermination des propriétés mécaniques de la marne avant et après frittage et avec des taux différentes de fibres de verre.

## I. Les matériaux composites : [1]

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.

### 1. Définition

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante "matériaux composites" des arrangements de fibres, les renforts qui sont noyés dans une matrice (voir figure1) dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces.

Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes.

Matériau composite associé de deux constituants :

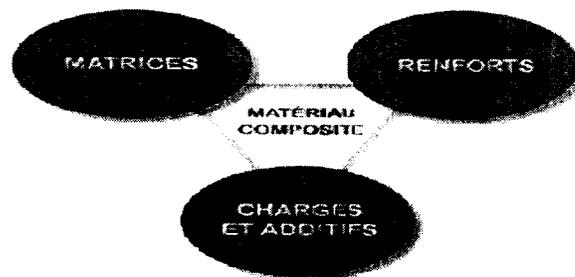


Figure 1: les constituants d'un matériau composite.

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on identifie généralement par trois familles en fonction de la nature de la matrice :

- les composites à matrices organiques (CMO)
- les composites à matrices céramiques (CMC)
- les composites à matrices métalliques (CMM).

### 2. Utilisation des composites :

- Les fibres de verre sont utilisées notamment dans la fabrication de piscines.
- Les fibres de carbone utilisées dans l'aviation.
- Le contreplaqué utilisé en menuiserie, construction, ébénisterie.
- Les cloisons de placoplâtre, très utilisé dans le bâtiment hors intempéries.
- Le béton armé en génie civil.
- La fibre d'aramide (ou Kevlar qui est une dénomination commerciale) utilisée dans les protections balistiques gilets pare-balles.

- Le GLARE composé principalement d'aluminium et de fibre de verre est utilisé en aéronautique.

#### 4. Renforts :

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques. Il peut se présenter sous de nombreuses formes : fibres courtes (mat) ou fibres continues (tissus ou textures multidirectionnels) en fonction de l'application envisagée. Les fibres possèdent généralement une bonne résistance à la traction mais une résistance à la compression faible.

Parmi les fibres minérales ou organiques les plus employées on peut citer :

- ❖ Les fibres de verre qui sont utilisées dans le bâtiment, le nautisme et diverses applications non structurantes.
- ❖ Les fibres de carbone utilisées pour des applications structurantes. Elles sont obtenues par la pyrolyse d'un précurseur organique ou non sous atmosphère contrôlée (voir figure é). Le plus utilisé de ces précurseurs est le Poly Acrylonitrile (PAN). On les retrouve dans de nombreuses applications dans l'aéronautique, le spatial ainsi que les sports et loisirs de compétitions (Formule 1, mâts de bateaux).

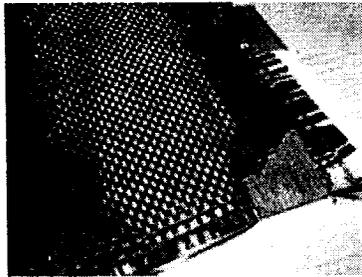


Figure 2 : la fibre de carbone tissée.

- ❖ Les fibres d'aramide (ou Kevlar qui est une dénomination commerciale) utilisées dans les protections balistiques comme les gilets pare-balles ainsi que dans les réservoirs souple de carburant.
- ❖ Les fibres de carbure de silicium sont une bonne réponse à l'oxydation du carbone dès 500°C. Elles sont utilisées dans des applications très spécifiques travaillant à haute température et sous atmosphère oxydante (spatial et nucléaire).
- ❖ les Fibres de polyéthylène de haut module :  
Elles présentent une très bonne résistance à la traction mais une mauvaise mouillabilité. Pour des structures peu sollicitées, on peut encore utiliser des fibres synthétiques courantes de polyamide ou polyester.

#### 5. La matrice :

La matrice a pour principal but de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Elle assure aussi la protection du renfort vis à vis des diverses conditions environnementales. Dans le cas des CMO (composites à matrices organiques) les principales matrices utilisées (voir figure 3) sont :

- Les résines polyester peu onéreuses qui sont généralement utilisées avec les fibres de verre et que l'on retrouve dans de nombreuses applications de la vie courante.
- Les résines vinylester sont surtout utilisées pour des applications où les résines polyester ne sont pas suffisantes. Elle est issue d'une modification d'une résine époxyde et est excellente pour des applications de résistance chimique.
- Les résines époxy qui possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques. Elles sont généralement utilisées avec les fibres de carbone pour la réalisation de pièces de structure et d'aéronautique.
- Les résines phénoliques utilisées dans les applications nécessitant des propriétés de tenue au feu et flammes imposées par les normes dans les transports civils.
- Les résines thermoplastiques comme le polypropylène ou le polyamide.

Dans le cas des CMC (composites à matrices céramiques), la matrice peut être constituée de carbone ou de carbure de silicium. Ces matrices sont déposées soit par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) par densification d'une préforme fibreuse, soit à partir de résines cokéifiables comme les résines phénoliques (dans le cas des matrices de carbone).

Dans le cas des CMM (composites à matrice métallique) le matériau composite est constitué :

- D'une matrice métallique (par ex. aluminium, magnésium, zinc, nickel,...)
- D'un renfort métallique ou céramique (par ex : fils d'acier, particules de SiC, carbone, alumine, poudre de diamant...).

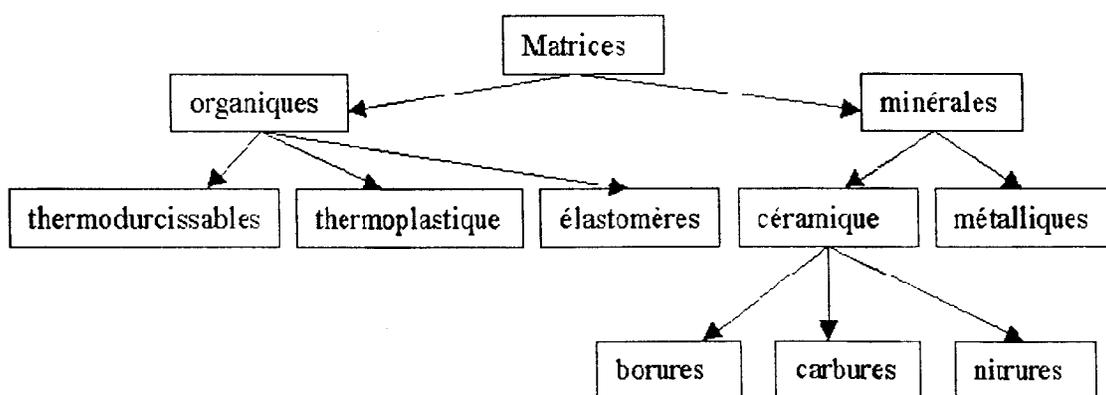


Figure 3: Les principales matrices.

## 6. Les matériaux composites structuraux:

### 6.1 Monocouches :

Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite (voir figure 4.1). Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes.

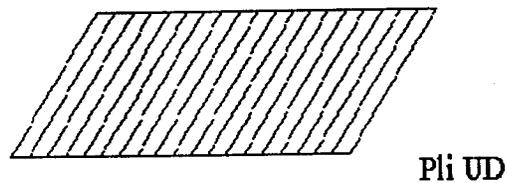


Figure 4.1: une composite monocouche.

### 6.2 Stratifiés :

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié (voir figure 4.2).

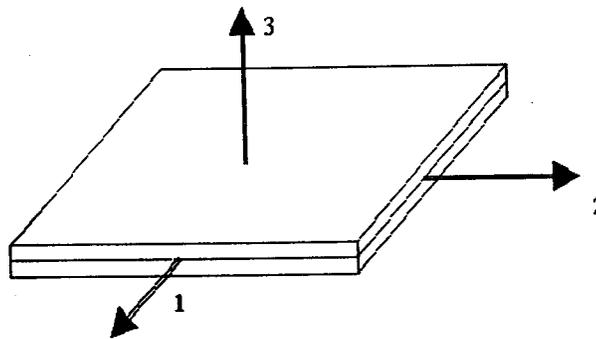


Figure 4.2: une composite stratifiés.

Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques.

Notation " composite " : Un stratifié possédant l'empilement  $(0, +45, +90, -45)_2s$  est un stratifié avec 4 couches dans les directions  $0^\circ$ ,  $-45^\circ$ ,  $90^\circ$  et  $+45^\circ$ , l'orientation  $0^\circ$  coïncidant avec la direction 1 du repère principal du composite (voir figure 4.3). Ces plans seront répartis symétriquement par rapport au plan moyen du stratifié.

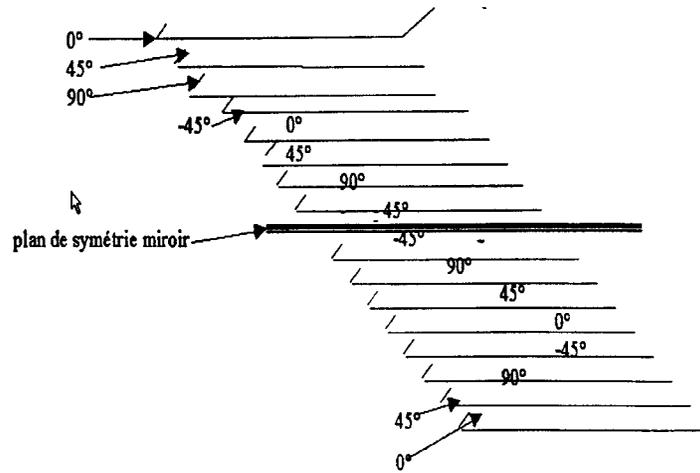


Figure 4.3: un stratifié avec 4 couches.

On pourra avoir des stratifiés de type :

1. Equilibré : stratifié comportant autant de couches orientée suivant la direction  $+\theta$  que de couches orientée suivant la direction  $-\theta$ .
2. Symétrique : stratifié comportant des couches disposées symétriquement par rapport à un plan moyen.
3. Orthogonal : stratifié comportant autant de couches à  $0^\circ$  que de couches à  $90^\circ$ .

### 6.3 Sandwichs :

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique.

$$10 \leq e_c / e_p \leq 100$$

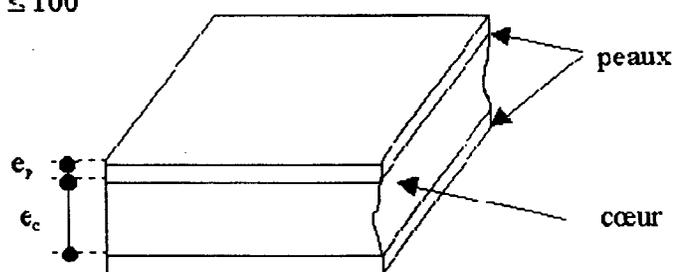


Figure 4.4 : un composite sandwich.

## 7. Propriétés et Avantages :

Les principales caractéristiques et propriétés des matériaux composites sont :

- Gain de masse,

- Résistance et rigidité spécifique élevée,
- Bonne tenue en fatigue,
- Absence de corrosion,
- Pas de zone de plastification : comportement linéaire,
- Bonne tenue aux agressions chimiques et naturelles (UV).

### 8. Mise en œuvre des matériaux composites:[2]

Les procédés de mise en œuvre des matériaux composites sont beaucoup plus nombreux que les techniques 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).

Le moulage par injection de résine (RTM) est un procédé de mise en forme des composites dans lequel une résine thermodurcissable, à viscosité relativement faible, est injectée à basse pression, à travers un renfort placé dans un moule fermé. Ses principales étapes sont : le placement du renfort fibreux dans le moule, le remplissage du moule et la polymérisation de la résine. Il présente de nombreux avantages par rapport à la technologie du pré-imprégné comme la possibilité de la mise en œuvre des pièces de géométrie complexe et à plusieurs fonctionnalités. Lors de l'injection de la résine, un paramètre important entre en jeu : la viscosité doit être assez faible pour pouvoir entièrement infiltrer la préforme. Quelques résines initialement utilisées pour les pré-imprégnés, ont des viscosités plus importantes que celles utilisées lors du procédé RTM. Pour cela le procédé d'infusion d'un film de résine (RFI) a été développé.

L'infusion de film résine (RFI) est un procédé de mise en œuvre de matériaux composites en cours de développement, il consiste à placer un film de résine en dessous d'une préforme sèche dans un moule et de comprimer l'ensemble. Il présente un important avantage par rapport au RTM celui de l'utilisation de résine à viscosité importante et permet le déroulement en même temps de l'infiltration, la consolidation et la cuisson.

Bien que le procédé d'injection (RTM) soit relativement ancien, sa mise en œuvre reste complexe et nécessite un savoir-faire technique important fondé le plus souvent sur l'expérience acquise. 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.

## II. LES CERAMIQUES

### 1- *Définition* : [3]

La racine du mot céramique est kéramos qui signifie argile. On trouvera dans le dictionnaire la définition du mot céramique : objet issu d'une terre argileuse qui peut être émaillée ou vitrifiée en surface pour donner de la porcelaine.

La définition de céramiques varie selon le contexte d'emploi. Certains incluront des matières composées de deux éléments dont un métal comme le sel (NaCl), des composées de deux éléments non métalliques (comme le verre SiO<sub>2</sub>), ou des matières pures comme le silicium (Si) ou le diamant (C).

Parmi les produits que nous considérerons à base de céramiques, on retrouve :

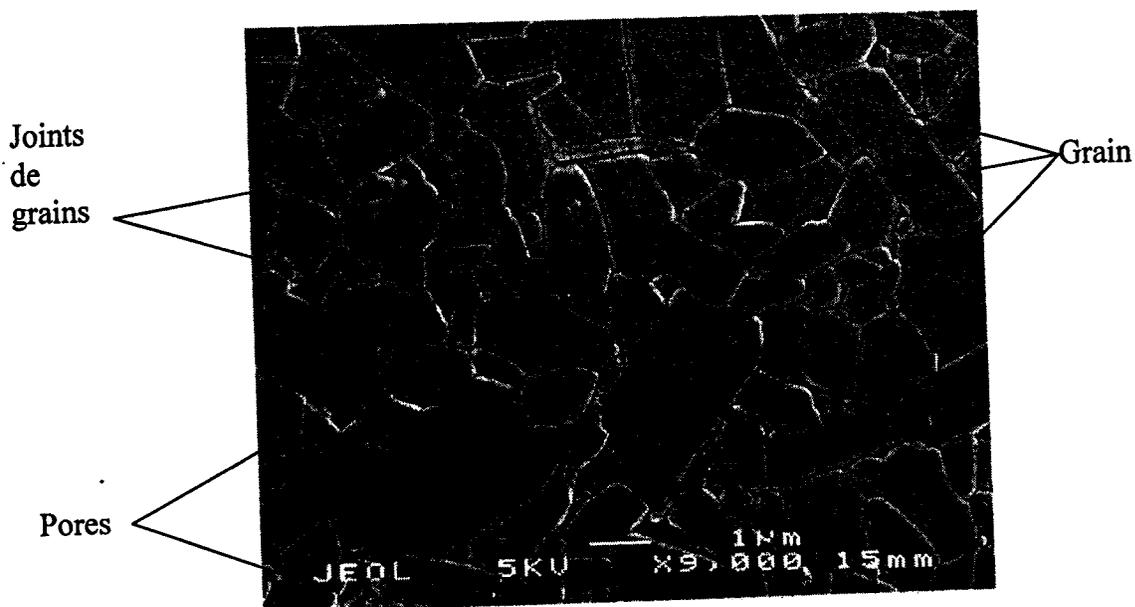
La vaisselle, Les produits sanitaires (toilettes, bidets, lavabos, etc.), Les poteries, Les isolateurs électriques.

## 2- Structure :

Les céramiques sont composées d'oxydes métalliques, comme l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), liés entre eux par frittage à partir de liens ioniques.

Le céramique est un objet formé d'un matériau inorganique poly cristallin, présentant une microstructure complexe de grains et de joints de grains, qui a été élaboré par une technologie particulière appelée technologie céramique.

La structure et la microstructure en sont définies lors du cycle d'élaboration. Ce dernier est caractérisé par une première phase de mise en forme de l'objet à température ambiante à partir de matières premières le plus souvent pulvérulentes. Dans une phase ultérieure, l'objet est transformé au cours d'un cycle thermique en un solide dense, idéalement exempt de pores, et dont les propriétés tiennent de celles de ses grains mais éventuellement aussi de son hétérogénéité. La phase technologique clé de l'élaboration d'une céramique est donc son frittage (appelé communément cycle de cuisson), qui est le cycle température-atmosphère-temps au cours duquel grains initialement mis au contact les uns avec les autres lors des opérations de mise en forme se lient suite à l'activation par la chaleur de divers mécanismes de transport pour ensuite acquérir la microstructure recherchée.



**Figure 5:** Microstructure typique d'une surface céramique polie qui illustre les grains monocristallins, joints de grains et pores [4].

#### 4. Propriétés générales des céramiques

Les céramiques sont des matériaux qui ont généralement les propriétés suivantes :

- Mauvais conducteurs de chaleur ;
- Mauvais conducteurs d'électricité ;
- Température de fusion élevée ;
- Rigidité élevée (car liaisons fortes);
- Faible résistance en tension (matériau fragile) ;
- Très résistant à la corrosion.
- Résistance aux agents chimiques (liaisons fortes), à la corrosion, à l'usure, à l'endommagement, à la dégradation thermique, à la chimique, et en compression.

#### 5. Les matières premières utilisées en céramiques :

Les matières premières peuvent varier considérablement en ce qui concerne leur composition chimique, leur composition minéralogique, leur pureté, leurs propriétés physiques et chimiques, la taille des particules et leurs prix. Les différentes catégories de matières premières comprennent :

- Des matières premières d'origine naturelle de composition souvent hétérogène.
- Des matières premières purifiées, dont la composition chimique et les propriétés physiques sont régularisées.
- Des matières premières industrielles, synthétiques, qui ont subi un processus physico-chimique de préparation. La caractéristique d'une matière première se fait à partir de la composition chimique globale, de la composition minéralogique et des propriétés physiques.

##### 1)-Matières premières naturelles utilisées directement :

Certaines industries céramiques traditionnelles sont proches géographiquement des gisements de matières premières qu'elles utilisent. Celles-ci sont employées directement dans le processus de fabrication. C'est le cas des tuileries et briqueteries et de certaines productions de produits réfractaires qui utilisent des argiles ou des roches silicatées ou aluminosilicates. Cette classification concerne l'utilisation de produits chimiques pour la transformation des matières premières en céramiques. Ces matières premières sont généralement des argiles, du kaolin, du feldspath, du sable (silice), la dolomite de la craie, du talc, etc.

##### 1. Les argiles :

L'argile, constitue la matière première fondamentale de nombreux matériaux céramiques. A l'origine, ses propriétés étaient essentiellement mises au profit de la fabrication de céramique décorative. A l'origine, ses propriétés étaient essentiellement mises au profit de la fabrication de céramiques décoratives, de carreaux, de sanitaire et de quelque réfractaires.

##### 2. Le quartz :

La silice se rencontre essentiellement sous forme de quartz dans les argiles kaolinitiques. Il modifie notamment la rhéologie des pâtes plastiques à base d'argile. Au cours du frittage, le quartz peut réagir avec d'autres minéraux associés (feldspath, carbonate, . . .) mais cette réaction ne concerne souvent que les grains les plus fins. La transformation de quartz résiduel dont les

grains sont plus gros, est favorisée par l'augmentation de la température. La transformation réversible de quartz à 573°C s'accompagne d'une variation volumétrique qui peut être à l'origine d'un abaissement de propriétés mécaniques des matériaux frittés.

De nombreux travaux ont montré que le quartz grossier réagit peu au dessous de 1250 °C. En outre, la morphologie particulière des grains de quartz reconnaissables à leur forme anguleuse, est conservée jusqu'à 1200 °C.

### 3. Les feldspaths :

Les feldspaths sont des silico-aluminates de sodium et de potassium, albite et orthose. Minéraux blancs, parfois altérés en rose, ils sont particulièrement abondants dans les roches magmatiques (granite et roches volcaniques) et dans certaines roches métamorphiques (gneiss). Dans les pyrénées, des gisements proviennent de roches, déjà naturellement riches en feldspaths, modifiées par la circulation de fluides chauds qui ont abouti localement à leur transformation quasi-totale en albite.

2)- Matières premières naturelles purifiées : elles sont très largement utilisées lors de la fabrication de nombreux produits comme la vaisselle, les réfractaires, le sanitaire, les isolants électrotechnique. Les argiles sont des matières premières possédant la propriété de plasticité. Elles proviennent de la décomposition chimique de roches telles que des importants. Elles sont composées d'un mélange de minéraux argileux qui ont une structure en feuillets de composition aluminosilicate hydraté, ayant des formes et des tailles variables. Les feldspaths sont des roches utilisées pour leurs propriétés fondantes. Elles forment spontanément un verre à haute température. Les plus utilisés sont ceux contenant les minérales albites, orthose ou microcline, néphéline, spodumène. Généralement on constate la présence d'un mélange de ces minéraux ce qui crée une grande dispersion dans les propriétés physiques. Des silicoaluminates non hydratés tels que les chamottes d'argile, la cyanite, la bauxite sont utilisés dans la réalisation de produits réfractaires.

### 3)-Matières premières industrielles :

De nombreuses productions industrielles sont réalisées à partir de matières premières préalablement synthétisées. Cela permet la production de produits possédant des propriétés physiques et chimiques particulièrement contraignantes.

L'utilisation des céramiques techniques dans un grand nombre de domaines d'application se justifie principalement par la diversité des propriétés offertes par les matériaux utilisés pour la conception de pièces. Voici quelques exemples de matériaux céramiques techniques :  
L'Alumine, la zircone, l'oxyde de magnésium, le carbure de silicium, le Nitrure d'Aluminium.

## 6. *Les types de céramiques :*

### 6.1- **Céramiques traditionnelles (céramiques vitrifiées) :**

Les céramiques traditionnelles sont obtenues par la mise en forme à l'état plastique par addition d'eau et ensuite cuisson (frittage et fusion de silice). L'argile est une des principales matières constituant les céramiques traditionnelles. Le feldspath (un fondant) est ajouté aux meilleures qualités de céramiques.

Les céramiques sont classées selon les qualités suivantes (de la plus artisanale aux plus avancés) :

### 6.1.1 -La sigillée :

Céramique fine produite à grande échelle par quelques ateliers gallo-romains. Il s'agit d'une terre cuite moulée richement décorée puis trempée dans de la barbotine (argile liquide) qui va lui conférer à la cuisson une couleur rouge-orangée d'aspect vernissé typique. Lorsqu'elles sont de bonne qualité, les sigillées sont solides et difficilement rayables.

### 6.1.2- Poterie ou terre cuite :

La poterie est constituée d'une simple argile façonnée et cuite à environ 600-900 °C. Sa cuisson à basse température en fait une matière poreuse. C'est vraisemblablement l'artisanat le plus anciennement pratiqué par l'homme. Lorsqu'elle est recouverte d'une glaçure à base d'oxyde de plomb, c'est une poterie vernissée.

### 6.1.3- Grès :

Terre argileuse comportant une forte teneur en silice, appelée argile grésante. Elle supporte une cuisson de 1250° C. La terre arrive alors au point limite de la vitrification. Le grès reste donc opaque mais la chaleur intense lui donne une texture très serrée qui le rend imperméable. Il est le plus souvent de couleur grise ou marron.

1.3.1- Le gré cérame : fait d'argile contenant naturellement des composés vitrifiables auxquelles on ajoute du feldspath et du quartz. Il subit une seule cuisson aux environs de 1300 °C. Il est dense, dur et ne présente aucune porosité. Il est revêtu à chaud, immédiatement après cuisson, d'un revêtement émaillé, le plus souvent par projection. On en fait des appareils sanitaires, des carreaux, des isolateurs électriques pour lignes aériennes, etc.

1.3.2 - le gré étiré : Ce type de grés est de même composition que les grés cérame mais il est fabriqué différemment : il est étiré. Ce type de grés peut être employé aussi bien à l'intérieur qu'à l'extérieur. Il est d'aspect plus rustique que les grés cérame. Parfois, il est émaillé.

1.3.3- le gré pressé émaillé : Ce gré est communément employé pour les sols et les murs intérieurs. Résistant, il peut être utilisé dans la cuisine pour habiller les plans de travail.

### 6.1.4- Faïence :

Terre commune comme la poterie, plongée dans un bain d'émail à base d'étain, appelé émail stannifère. Ce revêtement assure aux objets une meilleure imperméabilité. Par ailleurs l'étain, en cuisant, donne à l'émail une couleur blanche sur laquelle les artistes peuvent réaliser des décors variés.

### 6.1.5- Porcelaine :

La porcelaine est une pâte composée d'un mélange de kaolin (50%), de feldspath (25%) et de quartz (25%). Le kaolin est une espèce d'argile qui doit sa finesse à la dégénérescence du feldspath, et dont la particularité est de rester blanche après la cuisson. Supportant une température allant jusqu'à 1400 °C, cette matière arrive à l'étape de la vitrification, ce qui lui procure la translucidité qui est l'une des particularités remarquables de la porcelaine. Céramiques techniques avancées (composant semi-conducteur, outils de coupe, pièces chaudes de moteurs, etc.).

## 6.2- Céramiques techniques :

Les céramiques techniques se distinguent des céramiques traditionnelles par une température de mise en forme plus élevée, un contrôle plus précis des éléments constitutifs et des procédés de mise en forme particuliers et plus rigoureux.

### **7. Fabrication d'une céramique :**

Toutes les terres ne sont pas bonnes pour faire des céramiques, il faut une terre fine, qui une fois gorgée d'eau peut être aisément malléable : l'argile. L'eau va permettre également d'éliminer les polluants (petits cailloux, éléments organiques...) qui risquent de nuire à la suite du travail. La qualité et la composition de la pâte vont déterminer son utilisation. La couleur de l'argile peut varier du blanc au rouge en passant par le jaune et toutes les nuances intermédiaires. La pâte est ensuite mise à « pourrir », c'est à dire à reposer pendant un certain temps dans un bac de décantation, afin de supprimer les dernières impuretés.

Une fois épurée, la pâte est pétrie et humidifiée afin d'obtenir la consistance voulue, de la rendre uniforme et surtout d'évacuer les poches d'air qui pourraient entraîner la casse de la pièce à la cuisson. Plusieurs solutions s'offrent alors au potier pour façonner sa pièce : le modelage, le tournage ou le moulage.

Le modelage est la manière la plus ancienne. L'objet prend forme par pression de la main ou d'un outil sur la pâte. Le modelage peut être fait à partir d'une masse d'argile que l'on va creuser et étirer ou par assemblage de pièces d'argile que l'on va modeler les unes après les autres. Toutes les formes sont alors possibles.

Pour le tournage, le potier a besoin d'un tour qui va donner une force de rotation à la pâte et ainsi, par pression de la main ou à l'aide d'un outil, permettre l'élévation de la pièce et sa mise en forme. Le travail par moulage nécessite une préparation importante et favorise la production de séries. Avant toutes choses, il s'agit de réaliser un moule en bois ou en plâtre servant de matrice. Des moules simples sont imaginés depuis très longtemps afin de préparer en grande série les briques, les carreaux de pavements ou encore les tuiles. Mais ils concernent également la production d'objets plus recherchés.

Plusieurs techniques de moulage coexistent : l'estampage (le plus simple, on applique la pâte sur une forme définie par pression de la main ou d'un outil), le surmoulage (on crée un moule à partir d'un objet existant pour en faire une copie) ou le coulage (utilisation de la capillarité du plâtre du moule afin d'absorber l'humidité de la barbotine – pâte très liquide – et de créer une fine couche de pâte). Après un temps de séchage, la pièce est démoulée.

Une décoration peut être apportée à ce moment là à même la pâte par pression (molette, poinçon, main...) ou incision (motifs, traits réalisés à l'aide d'un outil plus ou moins fin...). Mais il peut également s'agir d'un décor peint par application d'une barbotine colorée (sigillée) ou par glaçuration (faïence).

La pièce est alors prête à être cuite. La cuisson diffère d'une pâte à l'autre et selon les effets souhaités. Cette opération délicate entraîne la transformation irrémédiable de l'argile en céramique, de la terre crue malléable et modelable en une terre cuite figée, dure et cassante. Véritable casse-tête, l'enfournement requiert un savoir-faire exemplaire afin d'empiler le plus de pièces possibles sans les casser ou les déformer, tout en leur assurant une cuisson optimale. Le temps de cuisson est long, il faut progressivement faire monter en température le four pour atteindre, selon la pâte et la cuisson souhaitée, entre 800 et 1400 °C. Enfin, il faut faire refroidir progressivement le four avant de pouvoir sortir les pièces. Une montée ou une

descente en température trop rapide entraînerait à coup sûr la fêlure d'un certain nombre de pièces.

Sortie du four, deux cas de figure se présentent : soit notre pièce est terminée et elle peut être utilisée, soit on va l'agréments d'un vernis appelé glaçure ou d'un décor spécifique puis la cuire de nouveau avant utilisation.

A l'origine seules cinq couleurs, issues d'oxydes métalliques, étaient utilisées : le bleu du cobalt, le jaune de l'antimoine, le rouge du fer, le violet du manganèse, le vert du cuivre. Toutes ont la caractéristique de résister à une température de cuisson élevée. Par la suite, le développement de nouveaux procédés va engendrer l'apparition de nouvelles couleurs. Une fois décorée, les pièces sont de nouveau recuites une ou deux fois selon les techniques et le type de peintures utilisées. Après refroidissement, notre pièce de céramique est prête à être vendue et utilisée.

### 7.1. Le frittage :

Le frittage est donc la seule méthode pour assembler des particules de céramique entre elles.

Le frittage est exécuté en deux étapes :

1-Premièrement, on agglutine entre elles de fines particules de céramique (par compression ou par élimination de l'eau d'un mélange de particules de céramique et d'eau).

2-Deuxièmement, on chauffe la pièce à des températures plus ou moins élevées (900° à 1300°C pour les céramiques traditionnelles et 1250° à 2600°C pour les céramiques techniques) pour créer des liens (sans fusion) entre les particules. Dans les faits, le lien qui unit les particules des céramiques traditionnelles est aussi créé par la fusion de silice incorporée dans les mélanges quand le tout est exposé à la chaleur. On parle alors de cuisson plutôt que de frittage.

## III. L'argile [5]

### 1. Définition :

Il n'existe pas de définition unique du terme "argile". Le mot "argile" englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains et l'autre à la minéralogie.

L'argile est une roche sédimentaire, produit de la décomposition de roche riche en feldspath, composée pour une large part de minéraux spécifiques, silicates en général d'aluminium plus ou moins hydratés, qui présentent une structure feuilletée qui explique leur plasticité, ou bien une structure fibreuse qui explique leurs qualités d'absorption.

L'argile héritée (ou " primaire ") se trouve là où elle s'est formée. Elle n'est pas altérée et, par conséquent, du fait qu'elle présente moins d'impuretés, elle est plus blanche. L'argile transformée (ou " secondaire ") a été déplacée par des forces géologiques, par l'action glaciaire, par le plissement de la roche, par l'eau ou par le vent de sorte que la taille des particules de l'argile est plus fine. Cette argile aura aussi amassée de nombreuses impuretés qui influent sur le taux de diminution du volume (retrait), la période de séchage, la

température de cuisson et la couleur. L'impureté la plus courante est l'oxyde de fer, que nous connaissons sous le nom de rouille, qui donne à la plupart des poteries leur couleur rouge.

## 2. Les différentes argiles

L'argile verte, l'argile blanche (ou kaolin), l'argile rouge, l'argile jaune, l'argile rose, l'argile bleue et le rhassoul.

### Remarque :

À l'état naturel, les argiles sont grises, verdâtres, rouges ou brunes à cause de l'oxyde de fer et autres comme l'oxyde de titane qu'elles contiennent.

L'argile rouge commune peut être trop plastique et trop collante pour être employée seule ; d'autre part, il arrive qu'elle ne le soit pratiquement pas à cause de la présence de sable ou d'autres débris rocheux.

### 2.1 Les minéraux argileux :

Ce sont des phyllo silicates d'aluminium dont les feuillets sont constitués de couches d'octaèdres Al (OH)<sub>6</sub> et de couches de tétraèdres SiO<sub>4</sub> 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 (voir figure 6). 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 interfoliaire (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).

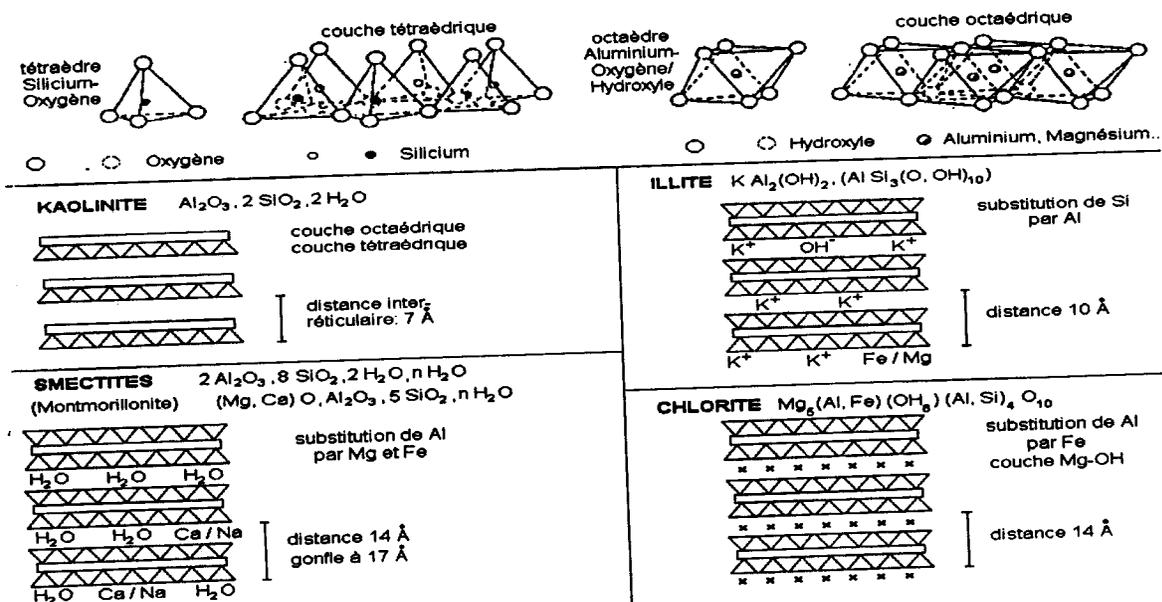


Figure 6: structure des minéraux argileux.

a) la Kaolinite :

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 (voir figure 7). Ses cristaux sont souvent grands (jusqu'à 15  $\mu\text{m}$ ).

b) les Illites :

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  $\text{K}^+$ ).

c) les Smectites :

L'empilement des feuillets est désordonné; chaque feuillet est toa) la Kaolinite :

b) les Illites :

foliaire 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  $\text{K}^+$ ).

urné 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 interfoliaire 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 interstratifiés.

d) la Glauconie :

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

e) les Chlorites :

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 diagenèse des roches sédimentaires. On les retrouve en éléments détritiques dans les sols sous climat peu agressif.

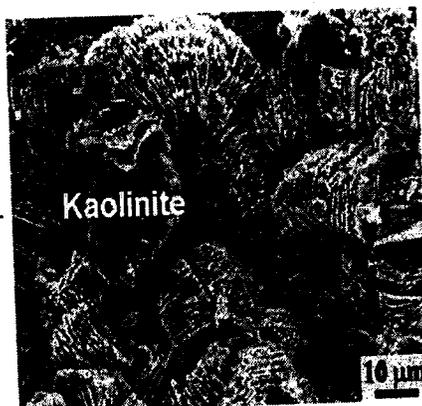


Figure 7: cristaux de chlorite et de kaolinite vus au microscope électronique à balayage.

f) la Vermiculite :

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.

## 2.2 Domaines d'études :

Les minéraux argileux et les argiles sont étudiés dans de nombreux domaines. Pour les géologues, les argiles apportent des informations sur les conditions environnementales (source, condition de formation, diagenèse...). Les ingénieurs pétroliers déduisent les conditions thermiques des gisements (degré de maturation). Les ingénieurs civils s'intéressent aux propriétés des argiles en tant que matériel industriel (réfractaires, matériaux de construction).

Les agronomes analysent les propriétés d'hydratation et d'adsorption des argiles pour concevoir les fertilisants. Quelque soit la discipline, la structure cristalline des argiles est importante car elle est responsable des propriétés spécifiques du minéral. Il existe une très vaste littérature concernant les argiles et les matériaux argileux, dispersée selon l'orientation des revues.

## 2.3 Propriétés et rôle des minéraux argileux :

Les propriétés bien particulières des minéraux argileux sont dues à :

- la petite taille.
- la structure en feuillets.
- la charge négative des particules.

Ils se caractérisent par des propriétés principales:

1)- Propriétés thérapeutiques :

Absorption : Absorption d'odeurs, de molécules, etc.

Pouvoir hémostatique : des argiles (comme la kaolinite, la bentonite, attapulgite) ont la capacité de stimuler les facteurs de la coagulation sanguine et donc diminuer les temps de coagulation.

Adsorption : elle est liée à la structure cristalline des argiles et variable selon leur type. Les argiles sont capables d'adsorber des agents pathogènes (bactéries, virus), des gaz, des toxines.

2)-Forme et surface spécifique :

Les argiles se présentent sous trois formes :

- en flocons, caractérisés par une même dimension dans les deux directions et une épaisseur équivalente à 1/20 ième de la longueur;
- en latte, avec une dimension plus longue et une épaisseur toujours équivalente à 1/20 ème de la longueur;
- en aiguilles présentant deux dimensions identiques et la 3ème beaucoup plus grande (assez rare).

3)- Leur capacité d'adsorption d'eau et de gonflement :

Les minéraux gonflants ont une structure de base à 10Å. Selon l'hydratation, une couche d'eau de 2.5 ou 5.2Å d'épaisseur se développe. Cette hydratation conduit à une augmentation de volume pouvant atteindre 95%. Notons qu'il existe des minéraux comprenant de l'eau adsorbée mais qui n'ont pas pour autant de propriétés de gonflement (i.e., groupe des argiles fibreuses).

4)-Charge des surfaces argileuses :

Les minéraux argileux se caractérisent par une surface électrique non neutre. Il existe deux types de charge:

- une charge permanente ou structurelle liée aux substitutions ioniques ( $Al^{3+}$  pour  $Si^{4+}$  dans T,  $Mg^{2+}$  ou  $Fe^{2+}$  pour  $Al^{3+}$  dans O), de signe négatif;
- une charge de surface variable selon le pH du milieu, liée aux réactions chimiques qui se produisent à la surface des minéraux ou suite à l'adsorption de surfactants, de signes positifs ou négatifs.

### 3. Le séchage au soleil :

Le séchage au soleil est préconisé pour conserver à l'argile toutes ses propriétés. Le soleil traite l'argile par ses rayons ultraviolets et la déshydrate par une évaporation effectuée de l'intérieur vers l'extérieur, naturellement et en douceur, sans déstabiliser la structure de l'argile qui doit toujours contenir une quantité de particules d'eau permettant l'hydratation rapide qui favorisera la libération des cations migrants.

Le lessivage et le séchage au four sont contraires à l'efficacité naturelle et totale d'une argile. Le lessivage fait disparaître les ions disponibles, l'argile s'en trouve modifiée et ne sera plus capable d'effectuer d'échange ionique.

En ce qui concerne la méthode de séchage au four, l'eau contenue dans l'argile s'évapore sur la partie extérieure et forme une coque dure, plus difficilement hydratante, neutralisant les échanges ioniques.

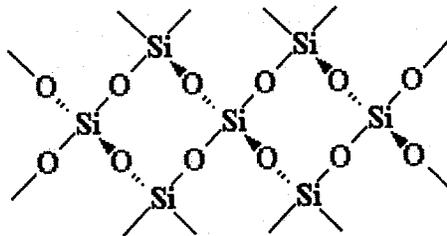
## IV. Verre :

### 1. Définition : [6]

Le verre est un solide transparent donc amorphe. Le verre est utilisé pour ses propriétés optiques ainsi que pour ses autres propriétés similaires aux céramiques. Le verre est essentiellement constitué de silicate.

**1.1 Les microstructures des verres de silice :**

Les verres commerciaux sont principalement basés sur la silice. Ils sont constitués des mêmes tétraèdres SiO<sub>4</sub> que les silicates, mais disposés selon un arrangement amorphe (voir figure 8.a). Les tétraèdres sont reliés par leurs sommets selon un arrangement aléatoire (voir figure 8.b).



SiO<sub>2</sub> in it's crystalline form, quartz.

Figure 8.a : forme cristalline de la silice

La figure suivante présente un réseau cristallin à deux dimensions de coordination=3. On peut également former un réseau vitreux en conservant la dimension 2 et la coordination 3.

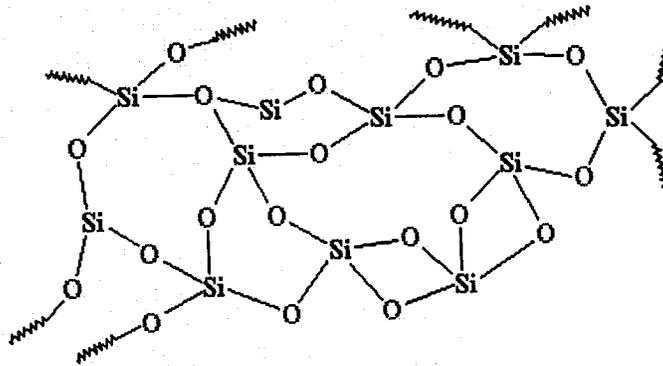


Figure 8.b : forme amorphe de la silice

**1.2. Propriétés générales des verres : [5]**

1)- Propriétés optiques des verres :

La transparence du verre constitue l'une de ses propriétés les plus importantes. Cette transparence est due à sa **structure amorphe** (pas d'ordre à grande distance) et à l'absence de défaut de taille supérieure à la fraction de micron (porosité, etc...) rencontré dans les produits frittés et conduisant à la diffusion de la lumière.

L'indice de réfraction d'un verre ordinaire est de l'ordre de 1.5.

2)- Propriétés thermiques

Les propriétés thermiques des verres sont directement liées aux changements de température.

Les 3 paramètres étudiés sont :

Chaleur spécifique (Cp)	Coefficient de dilatation (α)	Conductivité thermique (K)
-------------------------	-------------------------------	----------------------------

Mesure la quantité d'énergie thermique nécessaire pour changer la température d'un corps		Aptitude à dissiper l'énergie Thermique
--	--	---

### 3)-Propriétés mécaniques

Les verres sont réputés pour être des matériaux fragiles. Ceci se vérifie lors de la mesure du comportement en traction où l'on observe une déformation élastique jusqu'à rupture du matériau sans déformation plastique.

### 4)-Propriétés électriques :

#### ❖ Permittivité :

A la température ambiante, elle est fortement influence par la composition chimique mais pour un verre donné, elle varie peu avec la fréquence.

#### ❖ Conductibilité superficielle :

A la température ambiante, la conductibilité globale des verres est fortement affectée par la conductibilité superficielle c.-à-d. par la conductibilité de la gaine d'humidité dont ils sont enrobés, cette conductibilité superficielle est étroitement en fonction de la composition du verre; elle est grandement augmentée par les alcalis et fortement diminuée par la chaux, la baryte et l'oxyde de plomb.

### 4.3. Mise en forme du verre

Le verre (contrairement à la céramique) devient ductile au fur et à mesure qu'il est exposé à la chaleur. Le passage de l'état solide à l'état liquide est appelé transition vitreuse. Ainsi, selon le procédé utilisé, le verre n'a pas à être fondu complètement pour être mis en forme.

Le point de fusion de la silice est d'environ 1800 °C, mais il peut être abaissé en ajoutant des adjuvants. Cela permet de souffler du verre dans un moule, de le former par compression et même de le couler.

#### Verre trempé :

Le verre à une bonne résistance en tension, mais il est excessivement sensible à l'effet d'entaille. Ainsi, une résistance théorique de 100 MPa devient une résistance 10 fois moindre (10 MPa) à cause de l'effet d'entaille (aux fins de comparaison, l'acier a une résistance en tension qui se situe dans une fourchette de 400 à 1300 MPa).

Il existe un verre moins sensible à l'effet d'entaille, il s'agit du verre trempé. Dans ce cas la résistance réelle sera de 50 MPa. Ce type de verre est particulièrement pour le vitrage des édifices commerciaux.

La résistance du verre trempé provient des tensions internes provoquées par le trempage. On chauffe d'abord le verre puis on le trempe. Les parois externes refroidissent plus rapidement que le cœur. Elles « figent » donc plus rapidement. Parce qu'elles sont figées, les parois externes imposent une tension permanente au cœur devenu froid plus tard. Cette tension interne provoque à son tour une compression des parois externes. Ainsi si on entaille le verre la compression empêchera la diffusion de l'entaille.

La méthode de fabrication du verre à un impact important sur sa résistance. Ainsi, la fibre de verre, parce que ces molécules sont orientées dans la direction de la fibre au moment de la fabrication, a une résistance théorique de 4500 MPa.

## 2. Les fibres de verre : [7]

### 2.1 Définition :

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

Les fibres de verre constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elles ont une structure cristalline amorphe obtenue essentiellement à partir de silice, et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore). On distingue trois types de fibres :

- E : pour les composites de grande diffusion et les applications courantes ;
- R : pour les composites hautes performances ;
- D : pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectriques).

### 2.3 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, ...

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 :

#### Exemples de compositions verrières :

	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%

## 2.4 Les avantages :

La fibre de verre présente de nombreux avantages :

- rapport performances mécaniques.
- bonne résistance spécifique (pour verre R).
- bonne adhérence avec toutes les résines (existence d'ensimages).
- Tenue à température levée, incombustibilité.
- Dilatation et conductivité thermique faible.
- Bonne propriétés diélectriques.

## 2.5 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.

## 2.7 Les applications:

### ❖ En renforcement :

Dans 9 cas sur 10, la fibre de verre est utilisée comme armature dans des matériaux composites à résine généralement thermodurcissables, polyester, vinyles ter 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).

### ❖ 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.

### ❖ 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.

### ❖ 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.

## I. Propriétés diélectriques : [8]

1. Définition :

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, 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 électrode de surface  $S$  distantes de  $e$  sont séparées par le vide, la quantité d'électricité stockée est proportionnalité 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.

On a alors :

$$Q = \epsilon_0 SE \text{ et } E=V/e \text{ soit } C_0 = Q/V = \epsilon_0 S/e$$

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 :

$$\epsilon_r = C/C_0 = \epsilon/\epsilon_0$$

Et la capacité est égale à :

$$C = \epsilon S / e = \epsilon_r \epsilon_0 S/e$$

Avec  $C$  = capacité (F);

$\epsilon_0$  = permittivité du vide  $((36\pi)^{-1} \cdot 10^{-9} = 8.85 \times 10^{-12} \text{ F m}^{-1})$ ;

$\epsilon$  = permittivité de la couche diélectrique;

$S$  = surface des plaques du condensateur ( $\text{m}^2$ );

$e$  = épaisseur du diélectrique (m).

Où  $\epsilon$  est la permittivité de matériau diélectrique.

## 2. La permittivité diélectrique :

La permittivité  $\epsilon$  - également nommée constante diélectrique ou capacité inductive spécifique - correspond à une mesure de la polarisabilité d'une substance.

La permittivité d'un matériau est définie comme le rapport entre la norme du champ de déplacement électrique et celle du champ électrique appliqué au matériau. Pour des champs suffisamment grands, ce rapport n'est pas constant et tend vers  $\epsilon_0$ .

## 3. Mesure de la permittivité diélectrique :

En électromagnétisme, le champ d'induction électrique  $\mathbf{D}$  représente la façon dont le champ électrique  $\mathbf{E}$  influe sur l'organisation des charges électriques dans un matériau donné, notamment le déplacement des charges et la réorientation des dipôles électriques. Leur relation à la permittivité dans le très simple cas d'un matériau linéaire, homogène, isotopique avec réponse instantanée aux changements du champ électrique est :

$$\mathbf{D} = \epsilon \mathbf{E}$$

Où  $\epsilon$  est la permittivité sous forme scalaire. Si le matériau n'est pas isotrope, la permittivité est un tenseur de rang 2.

En général, la permittivité n'est pas une constante, elle varie suivant la position dans le matériau, la fréquence du champ appliqué, l'humidité, la température, et d'autres paramètres. Dans un matériau non linéaire, la permittivité peut dépendre de la force du champ électrique. La permittivité en fonction de la fréquence peut prendre des valeurs réelles ou complexes.

### 3.1 Permittivité d'un milieu :

Au niveau microscopique, la permittivité d'un matériau est liée à la polarisabilité électrique des molécules ou atomes constituant le matériau.

La permittivité d'un matériau est une grandeur tensorielle (la réponse du matériau peut dépendre de l'orientation des axes cristallographiques du matériau), qui se réduit à un scalaire dans les milieux isotropes. Elle est très généralement complexe, la partie imaginaire étant liée au phénomène d'absorption ou d'émission du champ électromagnétique par le matériau.

$$\epsilon = \epsilon_0 * \epsilon_R$$

La constante diélectrique est également notée  $k$  dans le domaine des circuits intégrés et des semi-conducteurs. Les matériaux dits low-k sont des diélectriques à faible permittivité.

### 3.2. Permittivité complexe :

Dans un milieu diélectrique réel, il existe toujours à basses fréquences une faible conductivité liée à différents mécanismes microscopiques (défauts notamment). On parle alors de *pertes diélectriques*. On peut tenir compte de ces pertes en définissant une permittivité complexe

$$\epsilon(\omega) = \epsilon'(\omega) - i\epsilon''(\omega)$$

Ces pertes sont souvent très faibles. La partie imaginaire est donc très petite devant la partie réelle. On parle alors parfois d'*angle de perte*, exprimé en pour cents et défini par :

$$\delta_e \approx \tan \delta_e = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$$

Cette appellation s'explique par le fait que cet angle  $\delta_e$  est l'angle formé par les vecteurs champs électriques et déplacement électrique dans le plan complexe.

Les parties réelles et imaginaires de la permittivité ne sont pas complètement indépendantes. Elles sont reliées par les relations de Kramers-Kronig [9].

### 4. Le condensateur plan :

On appelle ainsi un système de deux conducteurs plans  $C_1, C_2$  parallèle, dont la distance  $e$  est petite vis-à-vis des dimensions linéaires de la surface  $S$  (fig. 1), c'est-à-dire de la surface de chaque armature qui se trouve vis-à-vis de l'autre.

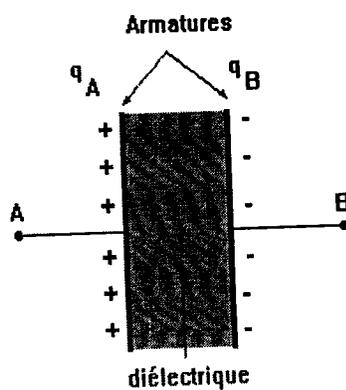


Figure 1 : condensateur plan

Le modèle du condensateur plan constitue la base de l'approche théorique des condensateurs. Il consiste en deux plaques parallèles, infinies, chargées de part et d'autre d'un diélectrique.

#### 4.1 Expression de la capacité :

On peut ainsi établir l'expression de la capacité électrique, qui est le rapport entre la charge électrique des plaques sur leur différence de potentiel:

$$C = \frac{Q}{U}$$

Si on note  $e$  la distance entre les deux plaques,  $S$  la surface de chaque plaque, et  $\epsilon$  la permittivité diélectrique du milieu entre les plaques, alors on peut établir :

$$C \approx \frac{\epsilon S}{e}$$

La plupart des condensateurs réels fonctionnent sur ce même principe, mais, puisque la capacité est proportionnelle à la surface des plaques, on a souvent recours à des enroulements - ce qui donne des condensateurs cylindriques - ou des empilements - ce qui donne des condensateurs pavés. Le modèle du condensateur plan s'applique pourtant avec une bonne précision à ces cas, car les effets de bords ont un effet négligeable sur la capacité.

#### 4.2 Limites du modèle :

En particulier, l'expression de la capacité donnée ci-dessus implique une transmission quasi-instantanée du potentiel électrique entre les deux plaques. Dans la réalité, cela n'est vérifié qu'en se plaçant dans l'ARQS.

Pour des signaux de fréquence trop élevée, ou des condensateurs de dimensions trop importantes pour vérifier l'ARQS, des phénomènes de propagation électromagnétique interviennent et modifient le comportement du condensateur.

#### 5. MECANISMES DE POLARISATION :

Trois types de polarisation des matériaux déterminent la polarisabilité d'une substance, et doivent être considérés lorsqu'on applique un champ électrique à travers un film diélectrique :

- **polarisation orientationnelle ou dipolaire** : quand le matériau est une substance polaire, il y a alignement des dipôles.
- **polarisation atomique** : déplacement relatif des noyaux atomiques les uns par rapport aux autres.

- **polarisation électronique** : déplacement relatif des électrons par rapport au noyau de chaque atome.

La polarisabilité, quantifiée à l'aide de la permittivité, est une grandeur complexe dépendant de la fréquence. La dispersion à haute fréquence mène à la perte diélectrique, ou en d'autres termes, le condensateur commencera à conduire le courant.

Cette propriété est importante pour les applications à haute fréquence des condensateurs.

Etant donné que les trois types de polarisation de l'état solide ont des temps de relaxation différents, la permittivité est une grandeur complexe dépendant de la fréquence.

En revanche, si le champ électrique appliqué alterne (CA), il existe une plage de fréquence dans laquelle se produit une dispersion diélectrique, c'est-à-dire où la permittivité chute en même temps que la fréquence augmente, parce que la polarisation dipolaire n'arrive plus à changer assez rapidement pour atteindre l'équilibre avec le champ.

### 5.1 Polarisabilité orientationnelle :

La polarisabilité orientationnelle statique est donnée par la relation suivante :

$$\alpha_o = p^2 / 3kT$$

Contrairement aux autres mécanismes de polarisation celui-ci dépend de la température selon une loi de Curie (variation en  $T^{-1}$ ). Essayons de voir ce que devient ce phénomène lorsque le champ appliqué est une fonction sinusoïdale du temps.

#### 5.1.1 Influence d'un champ variable dans le temps :

Le problème posé est celui de l'étude du phénomène de polarisation orientationnelle, encore appelée polarisation dipolaire, sous l'action d'un champ dépendant du temps, au travers de la permittivité complexe  $\epsilon$  du diélectrique. Le raisonnement qui suit permet de retrouver le modèle de Debye pour la polarisation dipolaire, bien que la démarche suivie par Debye ait été différente. Cette dernière sera présentée ultérieurement.

Lorsque le champ électrique  $E$ , appliqué à un milieu diélectrique, est fonction du temps, il apparaît un déphasage entre l'induction  $D$  et  $E$ . Les interactions entre molécules tendent à "freiner" la rotation des dipôles qui essayent de s'aligner sur le champ. De ce fait, la polarisation  $P$  est généralement en retard sur le champ. La relation  $D = \epsilon E$ , n'est plus applicable avec un  $\epsilon$  réel. Pour rendre compte du déphasage on pose alors

$$\epsilon = \epsilon' - j\epsilon'' \quad \text{et} \quad \text{tg } \delta = \epsilon'' / \epsilon'$$

$\delta$  est appelé l'angle de perte. Si le champ est une fonction harmonique du temps :

$$E(t) = E_0 e^{j\omega t}$$

L'induction électrique devient donc :

$$D(t) = \epsilon E_0 e^{j\omega t} = (\epsilon' - j\epsilon'') E_0 e^{j\omega t} \quad (1)$$

Dans un matériau conducteur de conductivité  $\sigma$  et de permittivité réelle  $\epsilon'$ , les équations de Maxwell nous dictent que :

$$\text{rot } H = \nabla \times H = J + \frac{\partial D}{\partial t}$$

En tenant compte des expressions de l'induction  $D = \epsilon' E$  et la densité de courant  $J = \sigma E$ , cette relation s'écrit :

$$\text{rot } H = (j\omega\epsilon' + \sigma) E$$

Dans un diélectrique ne contenant pas de charges de conduction ( $J = 0$ ) et, tel celui que nous étudions, possédant une permittivité complexe  $\epsilon'$ , cette même équation s'écrit :

$$\text{rot } H = j\omega (\epsilon' - j\epsilon'') E = (j\omega\epsilon' + \epsilon''\omega) E$$

De la comparaison des deux relations on déduit que, formellement, la quantité  $\epsilon''\omega$  est équivalente à une conductivité électrique :

$$\varepsilon'' \omega = \sigma$$

Dans un conducteur, nous savons qu'un courant électrique s'accompagne toujours d'un dégagement de chaleur par effet Joule, qui en régime sinusoïdal est caractérisé par une puissance :

$$P = (1/2) \sigma E^2$$

En poursuivant l'analogie, on dira qu'un diélectrique homogène dont la permittivité complexe est :

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$$

Est, lorsqu'il est soumis à un champ électrique variable d'amplitude  $E$ , le siège de *pertes diélectriques* correspondant à une puissance dissipée :

$$P = (1/2) \varepsilon'' \omega E^2$$

Remarque: Une manière équivalente d'appréhender le problème précédent est la suivante: Imaginons une structure capacitive  $C_0$ . Si nous la remplissons totalement d'un matériau diélectrique de permittivité  $\varepsilon$  la capacité obtenue est :

$$C = \varepsilon_r C_0$$

Et l'admittance correspondante :  $Y = Z^{-1} = j\omega C = j\omega \varepsilon_r C_0$

Dans le cas où la permittivité est complexe, il en est de même pour l'admittance :

$$Y = j\omega \varepsilon C_0 = j\omega \varepsilon' C_0 + \omega \varepsilon'' C_0$$

La partie imaginaire positive traduit l'aspect capacitif du composant et la partie réelle, aussi positive, son aspect résistif. Nous savons que dans un circuit électrique la résistance exprime les pertes par effet Joule et il apparaît à nouveau que les pertes dans le diélectriques son liées à  $\varepsilon''$ .

Pour décrire la relation entre l'induction et le champ en tenant compte de leur déphasage, on peut introduire la *fonction de relaxation*  $f(x)$ , telle que,

$$D(t) = \varepsilon_e E(t) + \int_0^t f(x) E(t-x) dx$$

Le terme  $f(x)E(t-x)$  est la contribution liée au champ qui existait aux instants antérieurs, et le terme  $\varepsilon_e E(t)$  représente la contribution, des autres mécanismes de polarisation, en phase avec le champ (polarisations électronique et ionique).  $f(x)$  est une fonction décroissante, qui physiquement, tend nécessairement vers zéro lorsque  $t$  tend vers l'infini. En conséquence, lorsque  $t$  devient suffisamment grand, de telle sorte que la fonction de relaxation devienne négligeable, on peut étendre l'intégrale jusqu'à l'infini sans modifier notablement le résultat.

Dans ces conditions, pour un champ ayant la forme définie précédemment, on obtient :

$$D(t) = \varepsilon_e E_0 e^{j\omega t} + E_0 e^{j\omega t} \int_0^{\infty} f(x) e^{-j\omega x} dx \quad (2)$$

La comparaison des équations (1) et (2) conduit alors à

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_e + \int_0^{\infty} f(x) e^{-j\omega x} dx$$

Il apparaît dans cette relation, que la contribution dipolaire à la permittivité complexe, représentée par l'intégrale, est fonction de la fréquence. La contribution  $\varepsilon_e$  des autres mécanismes semble quant à elle indépendante de la fréquence. Ce n'est pas le cas dans l'absolu, mais dans la gamme de fréquences dans laquelle existe le phénomène de polarisation dipolaire, les contributions électronique et ionique à la permittivité complexe sont sensiblement constantes. De plus, nous voyons que la grandeur  $\{\varepsilon(\omega) - \varepsilon_e\}$  est la transformée de Fourier de la fonction de relaxation  $f(x)$ . Il en découle que  $\varepsilon'(\omega)$  et  $\varepsilon''(\omega)$  ne sont pas indépendantes. On peut montrer en particulier que :

$$\varepsilon'(\omega) - \varepsilon_e = \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \varepsilon''(x) \frac{x}{x^2 - \omega^2} dx \quad \varepsilon''(\omega) = \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} [\varepsilon'(x) - \varepsilon_e] \frac{\omega}{x^2 - \omega^2} dx$$

Ces relations sont connues sous le nom de relations de *Kramers-Kronig*.

## 5.1.2 Théorie de Debye :

Supposons que la fonction de relaxation précédente soit de forme exponentielle:

$$f(t) = A e^{-t/\tau}$$

Où  $\tau$  est le temps de relaxation on a donc :

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_e + A \int_0^{\infty} e^{-(j\omega + 1/\tau)x} dx$$

Soit :

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_e + A\tau / (1 + j\omega\tau)$$

Notons  $\varepsilon_s$  la permittivité statique ( $\omega = 0$ ),  $\varepsilon_s = \varepsilon_e + A\tau$

Et par suite :

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_e + (\varepsilon_s - \varepsilon_e) / (1 + j\omega\tau)$$

Ou encore, en séparant parties réelle et imaginaire

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_e + (\varepsilon_s - \varepsilon_e) / [1 + (\omega\tau)^2]$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_e) \omega\tau / [1 + (\omega\tau)^2]$$

$$\tan \delta = \varepsilon''(\omega) / \varepsilon'(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_e) \omega\tau / [\varepsilon_s + \varepsilon_e (\omega\tau)^2]$$

Ci dessous sont tracées les courbes "normalisées" de  $\varepsilon'(\omega) - 1$  et  $\varepsilon''(\omega)$  en fonction de  $\omega\tau$  :

$$f_1(\omega\tau) = [\varepsilon'(\omega) - \varepsilon_e] / (\varepsilon_s - \varepsilon_e) = [1 / (1 + (\omega\tau)^2)]$$

et

$$f_2(\omega\tau) = \varepsilon''(\omega) / (\varepsilon_s - \varepsilon_e) = \omega\tau / [1 + (\omega\tau)^2]$$

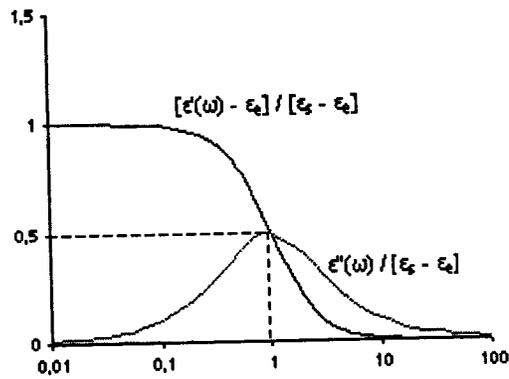


Figure 2 : la courbe "normalisée" de  $\varepsilon'(\omega) - 1$  et  $\varepsilon''(\omega)$  en fonction de  $\omega\tau$ .

Il est facile de vérifier que la dérivée de la fonction  $\varepsilon''(\omega)$  s'annule pour  $\omega\tau = 1$ .  $\varepsilon''(\omega)$  passe donc par un maximum (figure.2) pour  $\omega_m = 1/\tau$ . Les parties réelle et imaginaire de la permittivité complexe sont dans ce cas:

$$\varepsilon'(\omega_m) = (\varepsilon_s + \varepsilon_e) / 2 \quad \varepsilon''(\omega_m) = (\varepsilon_s - \varepsilon_e) / 2$$

Le comportement de la polarisation caractérisé par une telle variation de la permittivité diélectrique complexe (décroissance de la partie réelle et simultanément passage par un maximum de la partie imaginaire), est appelé la relaxation dipolaire. Sa pulsation centrale  $\omega_m$  est située, pour les liquides, dans le domaine des ondes hertziennes. Les phénomènes de relaxations ionique et électronique se situant respectivement dans l'infra rouge et l'ultraviolet, on peut donc, comme nous l'avons fait dans la démonstration, considérer que leurs contributions à la permittivité est constante dans la gamme de pulsations dans laquelle nous menons l'étude présente.

La courbe représentative de la variation de  $\varepsilon''(\omega)$  en fonction de  $\varepsilon'(\omega)$  décrit donc un demi cercle de centre  $[(\varepsilon_s + \varepsilon_e) / 2, 0]$  et de rayon  $(\varepsilon_s - \varepsilon_e) / 2$ . Ce diagramme, obtenu dans le cas d'un diélectrique dont la fonction de relaxation est de forme exponentielle ( $f(t) = A e^{-t/\tau}$ ), est appelé diagramme d'Argand ou diagramme *Cole-Cole*.

5.2. Influence d'un champ sinusoïdal :

Si  $E$  est une fonction sinusoïdale du temps,  $E = E_0 e^{j\omega t} \mathbf{i}$ , l'équation différentielle à résoudre devient:

$$dy(t)/dt + Ay(t) = Ce^{j\omega t}$$

peut s'écrire sous la forme de la solution générale de l'équation sans second membre et d'une solution particulière, soit:

$$y(t) = y_0 e^{-t/\tau} + Ke^{j\omega t}$$

En remplaçant  $y(t)$  par son expression dans l'équation différentielle on obtient:

$$K = C\tau / (1 + j\omega\tau) = NpE_0 / kT (1 + j\omega\tau)$$

Et comme précédemment en posant  $y(t) = 0$  à  $t = 0$ ,  $y_0 = -K$

D'où :

$$y(t) = \frac{NpE_0}{kT(1 + j\omega\tau)} (e^{j\omega t} - e^{-t/\tau})$$

On en déduit la polarisation :  $\mathbf{P} = (n_1 - n_2) \mathbf{p}$

$$\mathbf{P} = \frac{Np^2 E_0}{kT(1 + j\omega\tau)} (e^{j\omega t} - e^{-t/\tau}) \mathbf{i} = \frac{\mathbf{P}_0}{1 + j\omega\tau} (e^{j\omega t} - e^{-t/\tau})$$

Lorsque  $t$  devient grand, le terme en  $e^{-t/\tau}$  devient négligeable et l'expression de la polarisation

$$\mathbf{P} = \frac{\mathbf{P}_0}{1 + j\omega\tau} e^{j\omega t}$$

se réduit à :

Puisqu'on a  $\mathbf{P} = \epsilon_0 (\epsilon_r - 1) \mathbf{E}$

La permittivité relative s'exprime

par :

$$\epsilon_r - 1 = \frac{Np^2}{\epsilon_0 kT(1 + j\omega\tau)}$$

Soit en séparant les parties réelle et imaginaire :

$$\epsilon_r = 1 + \frac{Np^2}{\epsilon_0 kT(1 + \omega^2 \tau^2)} - j \frac{\omega \tau Np^2}{\epsilon_0 kT(1 + \omega^2 \tau^2)}$$

On obtient, pour la permittivité, une forme similaire à celle obtenue dans le cadre de la Théorie de Debye. Lorsque le matériau est soumis à un champ électrique sinusoïdal, la permittivité s'écrit sous la forme

$$P = \epsilon_0 (\epsilon_r - 1) E$$

La partie imaginaire  $\epsilon''$  traduisant les pertes diélectriques dans le matériau.

Suivante : 
$$\epsilon_r' = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} \quad \text{Eq.2}$$

où  $\tau$  caractérise la constante de temps du phénomène de relaxation considéré.

Cette équation peut être séparée en ses parties réelles et imaginaires pouvant être tracées en fonction de la fréquence ou l'une par rapport à l'autre dans le plan complexe (figure. 3 diagrammes d'Argand).

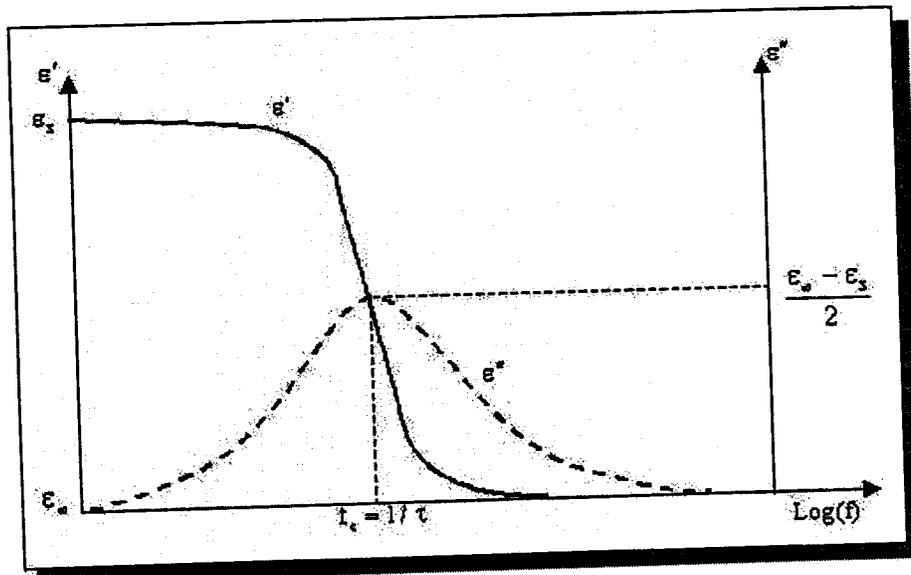


Figure 3: Parties réelle et imaginaire de la permittivité [d'après RIG 96].

Le modèle de Debye a subi cependant quelques améliorations. En effet, l'équation 2 ne prend pas en compte la conductivité statique du milieu. Cette dernière peut donc être ajoutée au modèle précédent qui devient :

$$\epsilon_r^* = \epsilon_{r\infty} + \frac{\epsilon_{rs} - \epsilon_{r\infty}}{1 + j\omega\tau} - j \frac{\sigma_s}{\omega\epsilon_0} \quad \text{Eq.3}$$

L'axe des fréquences est divisé en intervalles centrés sur leur fréquence caractéristique  $1/\tau$  respective et  $\Delta\epsilon$  donne la différence entre la permittivité mesurée au début de l'intervalle et la permittivité mesurée à la fin de l'intervalle de fréquence.

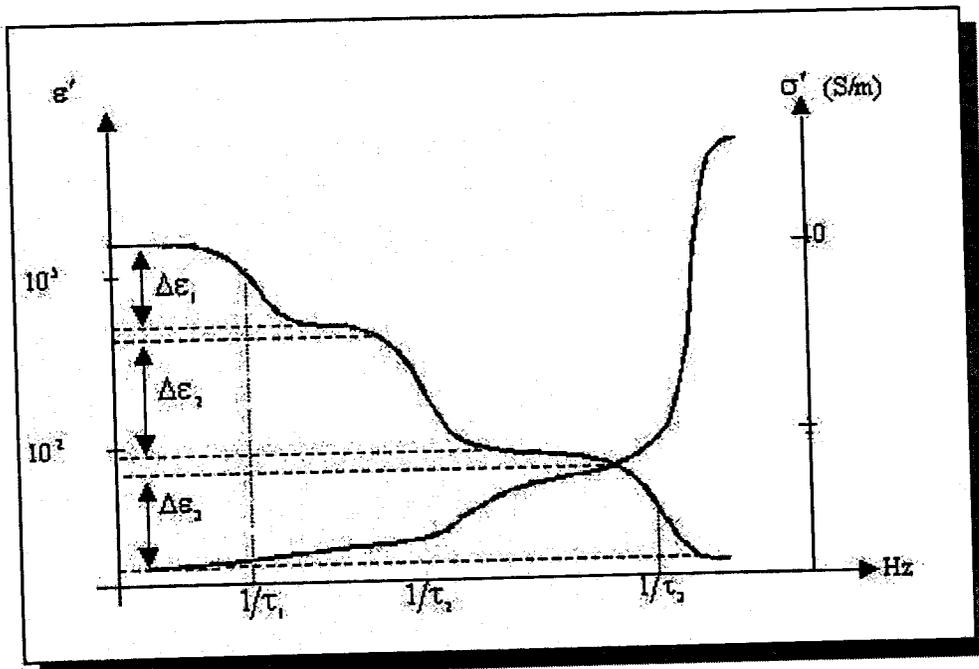


Figure 4 : Paramètres de l'équation de Debye modifiée (d'après [RIG 96]).

### 5.3 Le modèle de Cole-Cole:

Le modèle de Cole-Cole (d'après *Cole et Cole* [COL 41]) introduit la notion de dispersion, au sens où les constantes de temps sont réparties suivant une distribution gaussienne autour d'une constante de temps moyenne  $\tau_c$ . Lorsque la conductivité statique est prise en compte, l'équation de Cole-Cole est donnée par :

$$\epsilon_r^* = \epsilon_{r\infty} + \frac{\epsilon_{rs} - \epsilon_{r\infty}}{1 + j\omega\tau_c^{(1-\alpha)}} - j \frac{\sigma_s}{\omega\epsilon_0}$$

Le paramètre  $\alpha$  permet d'ajuster la largeur de la dispersion. Lorsque  $\alpha = 0$ , il n'y a pas de dispersion et on retrouve l'équation de Debye (figure.4) . Le tracé de la partie imaginaire de

cette équation en fonction de sa partie réelle dans le plan complexe montre que cette nouvelle formulation permet de rendre compte de faits expérimentaux non retrouvés avec le modèle de Debye. En particulier, la hauteur maximale du cercle (maximum de  $\epsilon''$ ) observée expérimentalement (figure.3) est inférieure à la valeur  $\frac{\epsilon_\infty - \epsilon_\infty}{2}$  prévue par le modèle de Debye. Le modèle de *Cole-Cole* permet de rendre compte de ce phénomène.

## II. Les propriétés mécaniques : [5]

### 1. Introduction :

Les objets en céramique possèdent généralement une grande résistance mécanique, une faible densité, une forte dureté et une résistance élevée à l'usure. Cependant, de petites imperfections dans la céramique peuvent rendre ces matériaux fragiles.

Les céramiques gardent leur solidité même à des températures très élevées, résistent aux chocs thermique et ont une forte résistance au vieillissement et aux agressions climatiques ou chimiques. Elles ont généralement une conductivité thermique faible. Elles sont opaques (céramiques cristallines) ou translucides (verres amorphes).

Les propriétés mécanique des céramiques dépendent de :

- Des matières premières employées (argile, fibres de verre).
- Des méthodes de fabrications (frittage).

### 2. La densité :

Une des caractéristiques principales des céramiques, comme classe de matériaux, est qu'elles sont moins denses que les métaux et donc très attractives quand les propriétés spécifiques ou ramenées à l'unité de masse sont décisives, comme par les propriétés spécifiques ou ramenées à l'unité de masse sont décisives, comme par exemple pour les pièces céramiques en mouvement (billes de roulement en nitrure de silicium). Le facteur principal déterminant la densité ou la masse volumique est d'abord la masse des atomes dont est constitué le solide. Il est évident que plus la masse atomique est élevée, plus dense est le solide. Le second facteur est la nature des liaisons et leur caractère plus ou moins directionnel. Les céramiques covalentes ont des structures plus ouvertes et ont tendance à être moins denses que les

céramiques ioniques dont les empilements compacts d'anions conduisent à des densités plus élevées.

### 3. La dureté :

La dureté d'un matériau céramique caractérise sa résistance à la

Les céramiques ont des ténacités égales à environ 1/50<sup>ème</sup> de la ténacité des bons métaux ductiles :

▪ Résistance à la traction :

$K_{Ic}$  : ténacité

$2a_m$  : longueur de la microfissure

$$R_{mt} = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{\pi \times a_m}}$$

▪ résistance aux chocs thermiques :

La température maximale supportable  $\Delta T$  est donnée par :

$$E \cdot \alpha \cdot \Delta T = R_{mt}$$

$\alpha$  : Coefficient ;

E : module d'Young ;

$R_{mt}$  : résistance à la traction

### 4. Rupture par propagation brutale de fissure :

#### 4.1 Concentrations de contrainte :

Considérons un échantillon initialement soumis à une contrainte de traction uniforme  $\sigma$ . Si un défaut elliptique dont la plus grande dimension est perpendiculaire à la contrainte de traction est introduit dans l'échantillon, la contrainte va changer spécialement au voisinage de l'extrémité du défaut. La figure 5 montre une vue en 2 dimensions d'un tel défaut avec une longueur  $2c$  dans la direction  $x$  et une longueur  $2b$  dans la direction de la contrainte  $y$ .

L'équation d'une telle ellipse s'écrit:

$$\frac{x^2}{c^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1 \quad (1)$$

Le rayon de courbure,  $p$ , à l'extrémité du plus grand axe de l'ellipse est donné par  $p = b^2/c$ .

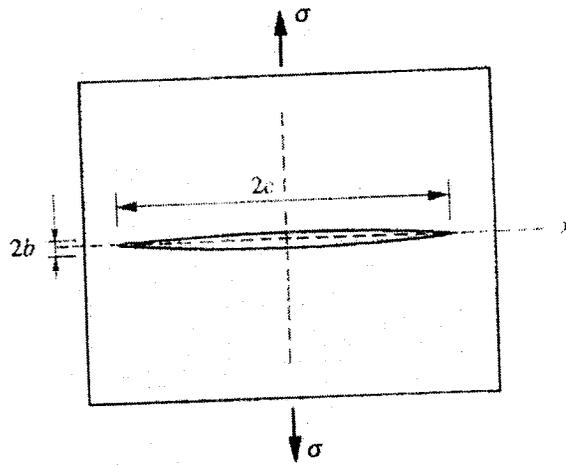


Fig. 5 : Fissure elliptique de grand axe  $2c$  perpendiculaire à la contrainte.

La répartition des contraintes autour du défaut est compliquée à calculer mais le résultat le plus important peut s'exprimer simplement. La contrainte  $\sigma'_{yy}$  parallèle à la contrainte initiale de traction est donnée à l'extrémité de la fissure par:

$$\sigma_{yy} = \sigma \left( 1 + \frac{2c}{b} \right) = \sigma \left[ 1 + 2 \sqrt{\frac{c}{\rho}} \right] \quad (2)$$

Il est intéressant à constater que cette contrainte s'exprime en fonction uniquement de la longueur totale du défaut  $2c$  et du rayon de courbure  $\rho$  à l'extrémité de la fissure perpendiculaire à la contrainte de traction initiale. Avec une bonne approximation, la dimension perpendiculaire à la contrainte appliquée et le rayon de courbure déterminent la contrainte maximale. Il est évident que pour une fissure très longue et très mince, la concentration de contrainte peut être très élevée et que les contraintes à rupture peuvent être beaucoup plus basses que les contraintes théoriques de clivage. Pour une fissure dont le rayon de courbure avoisinerait la distance interatomique, l'hypothèse du milieu continu et élastique de cette approche ne serait plus valable.

- Modes de rupture :

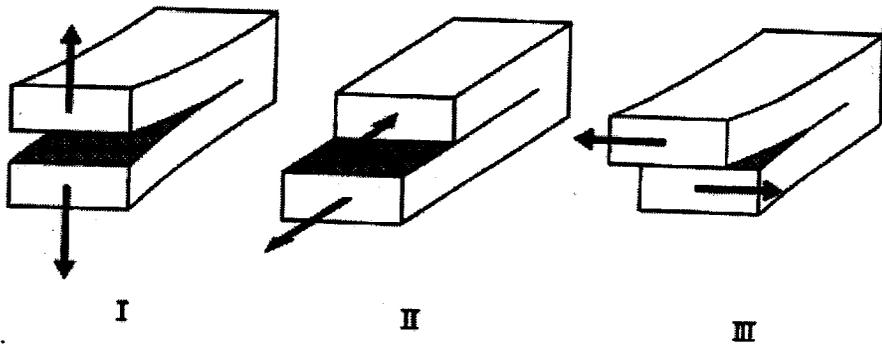


Figure 6 : modes de chargement d'une fissure plane.

#### 4.2 Equilibre énergétique :

- Critère de Griffith :

Griffith, dans les années 1920, a contourné cette difficulté en développant le premier une théorie de la rupture fragile basée sur un bilan énergétique. Ce type d'approche reste encore à l'heure actuelle la base de la mécanique de la rupture.

Pour une plaque d'épaisseur unité contenant une fissure traversant de longueur  $2c$  et soumise à une contrainte de traction perpendiculaire à la fissure, la variation de l'énergie du système correspondant à un allongement de la demi-fissure de  $c$  à  $c + dc$  s'écrit:

$$dU = dU_e + dW + dU_s \quad (3)$$

Avec 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  $dU/dc < 0$ ; 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:

$$\frac{d(U_e + W + U_s)}{dc} = 0 \quad (4)$$

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 7 montre comment arriver à cette relation.

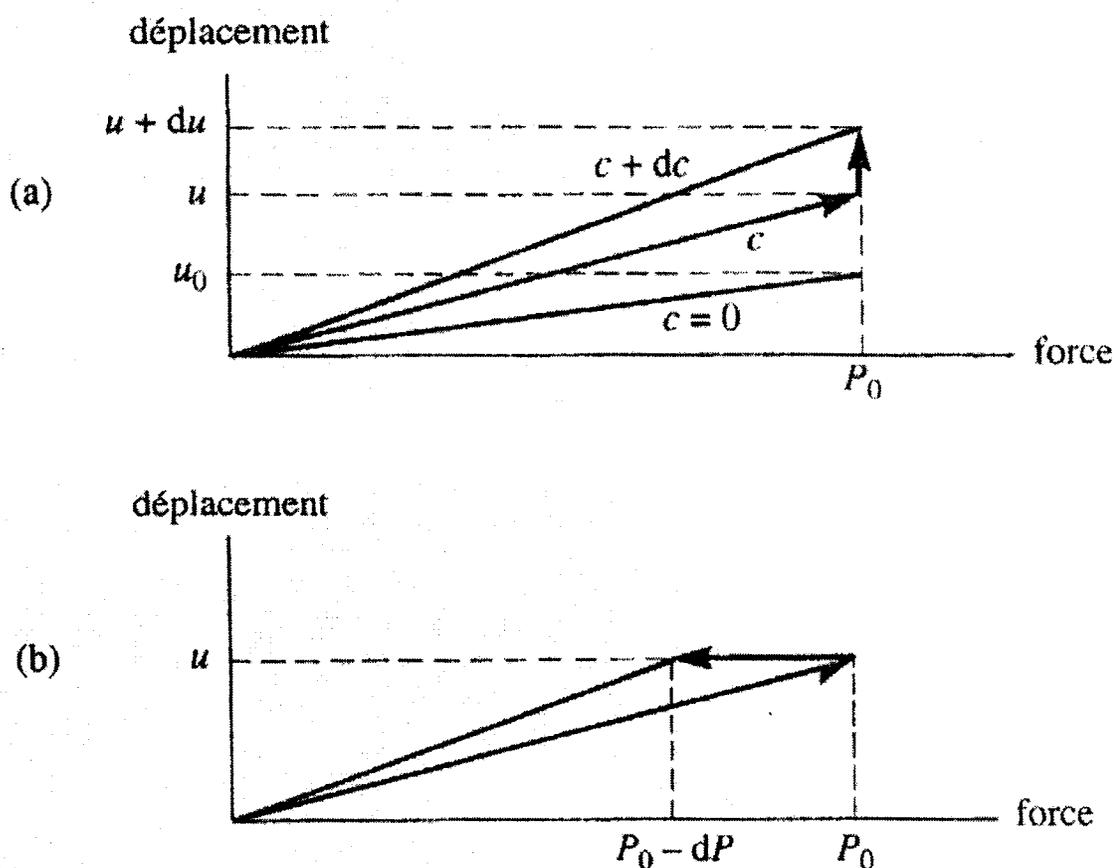


Figure 7 : Force et déplacement pendant la croissance d'une fissure: (a) condition de force constante; (b) condition de déplacement constant.

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:

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

Lors de la propagation de la fissure sous la force constante,  $P_0$ , le déplacement élastique augmente de  $du$  et l'énergie élastique devient:

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

#### 4.3 Méthodes de mesure et ténacité des matériaux céramiques :

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 à rupture de l'éprouvette fissurée. Comme le facteur géométrique  $Y$  ne dépend pas du matériau, mais de la forme de l'éprouvette entaillée, la mesure de la résistance à rupture permet d'accéder à la ténacité. Les caractéristiques du défaut introduit dans le matériau doivent être aussi proches que possible de celles d'un défaut naturel, et, en particulier, le rayon de courbure en fond d'entaille doit être très faible, typiquement de l'ordre de quelques distances interatomiques.

- **Méthode d'éprouvettes de flexion entaillées :**

Une éprouvette de flexion est entaillée très finement à la meule diamantée puis est soumise à un essai de flexion trois points (fig.8).

La charge maximale  $P$  à rupture permet de déterminer la ténacité par une formule du type:

$$K_{Ic} = Y \frac{3Pl}{2h^2b} \sqrt{a} \quad (5)$$

Brutale d'une fissure. Sa valeur témoigne de la fragilité du matériau. Pour la majorité des céramiques elle se situe entre 2 et 5 MPa alors que pour les verres elle est inférieure à 1 MPa. 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.

Par exemple, une céramique avec une ténacité de 4 MPa pourra supporter une contrainte de 1 GPa sans se rompre si aucune fissure de Griffith ne dépasse 5 microns.

$$c = K_{Ic}^2 / \sigma^2 \pi = 5 \mu\text{m}$$

**4.4 Relation entre les différentes approches: critère de rupture et ténacité :**

La liaison entre les deux approches de la rupture décrites dans les paragraphes précédents se fait par une relation entre le facteur de concentration de contrainte  $K_m$  et la force d'extension de la fissure, le paramètre  $G$ . Irwin en 1958 a établi ces relations pour l'état de contrainte plane (plaque mince) et pour l'état de déformation plane (plaque épaisse). Pour le cas général de sollicitation de la fissure, ces relations s'écrivent:

$$G = \frac{K_I^2}{E} + \frac{K_{II}^2}{E} + \frac{K_{III}^2(1+\nu)}{E}$$

$$G = \frac{K_I^2(1-\nu^2)}{E} + \frac{K_{II}^2(1-\nu^2)}{E} + \frac{K_{III}^2(1+\nu)}{E}$$

Ces relations montrent que, si des modes de chargement d'une fissure différents sont superposés dans un même essai, les termes de taux de restitution d'énergie élastique s'additionnent.

Pour le cas d'une sollicitation en mode I, ces relations deviennent:

$$G = \frac{K_I^2}{E} \quad (6.1)$$

$$G = \frac{K_I^2(1-\nu^2)}{E} \quad (6.2)$$

Selon l'approche énergétique, la condition de rupture pour une fissure de Griffith de longueur  $2c$  s'écrit:

$$G_{Ic} = \frac{2\pi\sigma_R^2 c}{E} \quad \text{en contrainte plane} \quad (7.1)$$

$$G_{Ic} = \frac{2\pi(1-\nu^2)\sigma_R^2 c}{E} = R \quad \text{en déformation plane} \quad (7.2)$$

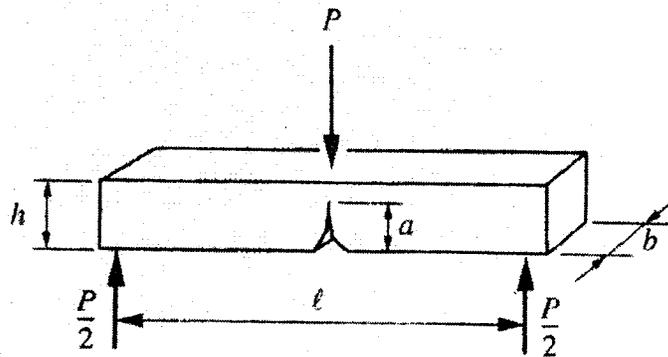


Figure 8 : Epruvette de flexion entaillée sollicitée en flexion 3 points.

Où  $a$  est la profondeur de l'entaille droite et  $Y$  un facteur géométrique lié à  $a$ ,  $h$  l'épaisseur de l'épruvette et  $l$  la distance entre points d'appui extrêmes (figure.8).

Pour  $\ell/h = 4$ , le facteur  $Y$  s'écrit:

$$Y = 1,93 - 3,07\left(\frac{a}{h}\right) + 13,66\left(\frac{a}{h}\right)^2 - 23,98\left(\frac{a}{h}\right)^3 + 25,22\left(\frac{a}{h}\right)^4 \quad (8)$$

On suppose généralement que l'usinage d'une telle entaille conduit à une microfissuration en fond d'entaille et qu'ainsi les défauts artificiellement introduits simulent convenablement les défauts réels; ceci est d'autant mieux vérifié que l'entaille est plus fine.

Une variante de cette méthode consiste à introduire non pas une entaille droite, mais une entaille de forme en V (chevron). Lors de la mise en charge, une fissure se développe à partir de la pointe du V et la charge passe par un maximum correspondant à une valeur particulière de «profondeur» d'une entaille idéale. La ténacité s'obtient à partir de la charge maximale et de la géométrie de l'entaille (angle du V) et des dimensions de l'éprouvette.

**• Partie I:****Introduction :**

L'altération et la transformation hydrothermale de cendres des tufs volcaniques riches en verre entraînent la néoformation des minéraux argileux, qui font partie principalement du groupe des smectites. Les roches argileuses ainsi formées portent le nom de bentonite, d'après le gisement situé près de Fort Benton (Wyoming, Etats-Unis). Elle contient plus de 75 % de Montmorillonite ; cette dernière fut découverte pour la première fois en 1847 près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France).

Les bentonites se caractérisent par une capacité élevée d'adsorption, d'échange ionique et de gonflement, ainsi que par des propriétés rhéologiques particulières (thixotropie).

**A) Préparation des échantillons argileux :****1-Concassage :**

Les pierres argileux subissent un travail d'écrasement grâce à des mortiers sont généralement en bois ou en céramique pour diminuer la taille des grains du matériau le plus petite possible.



Figure1-1

**2-Tamisage :**

Le tamisage est une opération destinée à séparer les fractions granulométriques différentes.

Alors on fait passer l'argile à travers deux tamis avec des ouvertures de mailles décroissantes

Varient de 800micron jusqu'à 10 micron afin d'obtenir une fine poudre.



Figure1-2

### 3-Réalisation des mélanges :

Après chauffé la poudre résultante sur une plaque chauffante marque RC Heating plate Velp scientifica et nous avons élevés la température de l'argile jusqu'à 100°C pendant 15 minutes, afin d'éliminé l'humidité et avoir une poudre légère.



Figure1-3

Par ailleurs on prépare les fibres de verre, on les râpe et les faire passer par le tamis.

On mélange Les éléments précédents dans un récipient en verre (duraluxe) avec un changement du taux de fibre représentés dans le tableau ci-dessus, et il faut mettre seulement de l'eau nécessaire pour obtenir une pâte homogène.



Figure1-4

### 4-Mise en œuvre des échantillons :

Après une agitation à la main on pose une quantité de la pâte obtenu pour chaque taux de fibre de verre dans un cylindre gradué de dimension : diamètre extérieur =  $(30,46 \pm 0,01)$  mm ; diamètre intérieur =  $(29,36 \pm 0,01)$  mm ; hauteur =  $(60,19 \pm 0,01)$  mm et un piston qui glisse à l'intérieur du cylindre. L'épaisseur est prise suivant les graduations du cylindre.

À la fin de la préparation on doit avoir 5 pastilles de même épaisseur avec les différentes concentrations de la fibre.



Figure1-5

et en parallèle des éprouvettes moulées suivant un protocole de façonnage pareil au premier quoique le moule sou forme d'un parallélépipédique.

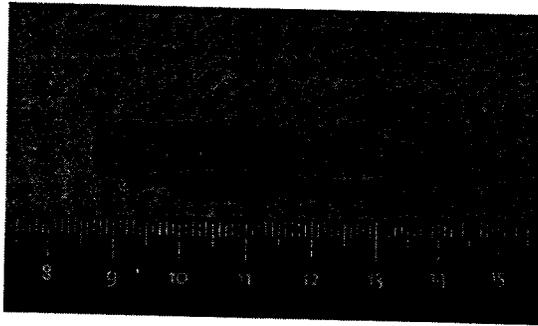


Figure1-6

Entre chaque couche, il faudra gratter énergiquement la surface de la pâte déjà tassée pour créer un accrochage avec la couche suivante ; sinon on risque de voir se dissocier les différentes couches au moment du séchage ou de la cuisson.

Après 24 heures ou plus de séchage, à température ambiante, nous obtenons des minces échantillons d'argile.

#### 5-Fritage :

Le frittage est l'opération finale de la fabrication des échantillons, cette opération consiste à cuire le produit finale dans un four de marque NÜVE qui peut aller jusqu'à 2000°C, pendant 4 heures avec une augmentation de la température jusqu'à 1000°C.



Figure1-7 : frittage des échantillons.

Pendant ce processus se développe une mobilité atomique suffisante et il permet de transformer le comprimé de poudre (corps crus) en une masse solide et cohérente par l'effet de la température. Des liaisons chimiques sont formées entre les particules, et les vides ou pores entre les particules sont plus ou moins comblés. Les températures appliquées sont normalement inférieures à la température de fusion du constituant principal.

Les propriétés d'une céramique frittée sont fortement liées aux défauts microscopiques tels que les pores (frittage incomplet), agglomérats (dus à la matière première ou au procédé de mise en forme) ou impuretés chimiques (des matières premières ou dues aux procédés d'élaboration).

Les échantillons obtenus sont de couleur rouge orangé comme nous pouvons le voir dans la figure suivante qui est une image prise en utilisant une appareil photo numérique de marque Sony qui a un zoom (4×) et un microscope électrique.

### B) Mesure de la densité d'argile :

#### a) D'eau :

Afin de pouvoir évaluer la quantité d'eau qu'on mélange à nos pastilles, on a procédé à la mesure de la densité de l'eau courante utilisée. Pour cela on a utilisé une fiole jaugée de volume  $V_f = (25 \pm 0,04)$  ml et d'une masse  $M_f = (16,779 \pm 0,0003)$  g prise par une balance électrique de marque KERN 770 qui peut aller jusqu'à une masse maximale de 210g, à température ambiante 23°C, on a pu mesurer la masse de la fiole avec l'eau 10 fois et à chaque fois on a fait le calcul suivant :

$$M_{eau} = M_{eau+fiole} - M_f.$$

Puis, on a fait une étude statistique et on a calculé la valeur moyenne des masses d'eaux :  $M_{e moy} = (24,9024 \pm 0,0045)$  g.

$$\rho_e = \frac{M_{e moy}}{V_f} = 0,9961 \text{ g/cm}^3$$

#### ❖ Calcul d'erreurs :

$$\ln \rho_e = \ln \left( \frac{M_{e moy}}{V_f} \right) = (\ln M_{e moy} - \ln V_f) \Rightarrow d\rho_e = \rho_e \left( \frac{dM}{M} + \frac{dV}{V} \right) = 0,0018$$

Donc :

$$\rho_e = (0,9961 \pm 0,0018) \text{ g/cm}^3$$

#### b) la argile déshydratée:

Dans cette partie on a mesuré la densité d'argile et pour cela on a opéré d'abord à mesurer le volume de creuset rempli d'eau utilisé pour mesurer la masse d'argile. Ce dernier est de masse  $M_c = (16,2667 \pm 0,0004)$ g plus une pastille afin d'éviter de dispatcher l'eau à l'intérieur du balance ce qui fait une masse totale  $M_t = (20,6328 \pm 0,0004)$ g. On a pris la

masse moyenne d'eau calculée à partir des 10 pesées de la masse  $M_t$ , plus l'eau en faisant la soustraction suivante :

$$M_e = M_t - M_c$$

$$V_c = \frac{M_{e\text{ moy}}}{\rho_e} = 8,38 \text{ ml}$$

❖ *Calcul d'erreurs :*

$$\ln V_c = \ln \left( \frac{M_{e\text{ moy}}}{\rho_e} \right) = (\ln M_{e\text{ moy}} - \ln \rho_e) \Rightarrow dV_c = V_c \left( \frac{dM}{M} + \frac{d\rho}{\rho} \right) = 0,049$$

Donc :

$$V_c = (8,38 \pm 0,049) \text{ ml}$$

○ Densité d'argile déshydratée :

On a remplis le creuset avec l'argile qu'on a pesé sa masse  $M_t$ , 10 fois et en faisant la soustraction suivante :  $M_a = M_t - M_c$  à chaque fois on trouve la valeur de la masse d'argile  $M_a$  que nous avons utilisé sa valeur moyenne dans nos calculs.

Densité bentonite mosta brute:

$$M_{a\text{ moy}} = (5,4293 \pm 0,2571) \text{ g}; V_c = (8,38 \pm 0,049) \text{ ml}$$

$$\rho_a = \frac{M_{a\text{ moy}}}{V_c} = 0,6479 \text{ g/cm}^3$$

❖ *Calcul d'erreurs :*

$$\ln \rho_a = \ln \left( \frac{M_{a\text{ moy}}}{V_c} \right) = (\ln M_{a\text{ moy}} - \ln V_c) \Rightarrow d\rho_a = \rho_a \left( \frac{dM}{M} + \frac{dV}{V} \right) = 0,0345$$

Donc :

$$\rho_a = (0,6479 \pm 0,0345) \text{ g/cm}^3$$

## Partie II :

### A) Mesure de la constante diélectrique :

Dans cette partie nous décrire l'étude de la bentonite avec rajout de taux de fibres de verre relatifs à la masse initial :

1- Préparation des échantillons :

- Les dimensions de l'échantillon:
  - L'épaisseur ( $e=2.5\text{mm}$ ),
  - Le diamètre ( $D= 32.3\text{mm}$ ).

	Argile sec (non humide)	Masse des fibres de verre	Taux de fibres de verre relatif à la masse d'argile
Mélange 1	46 g	0 g	0%
Mélange 2	44.97g	1.02g	2.22%
Mélange 3	44.74g	1.27g	2.77%
Mélange 4	44.47g	1.53g	3.33%
Mélange 5	44.22g	1.78g	3.88%
Mélange 6	43.96g	2,04g	4.44%
Mélange 7	43.70 g	2.30g	5%
Mélange 8	43,45g	2,22g	5.55%

Le dispositif :

- Un générateur de fréquence FG-202C de marque C et 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  $e=2,5\text{mm}$  constituée de 2 électrodes de chaque côté avec un anneau de garde ayant un diamètre de 19,10 mm, dans laquelle nous pouvons mettre les échantillons.

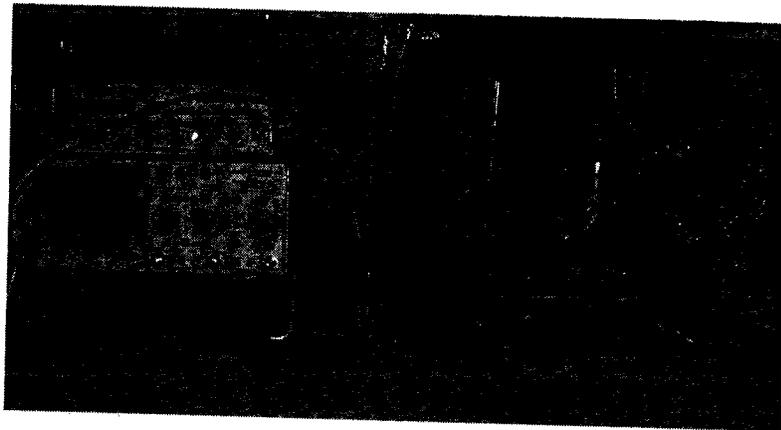
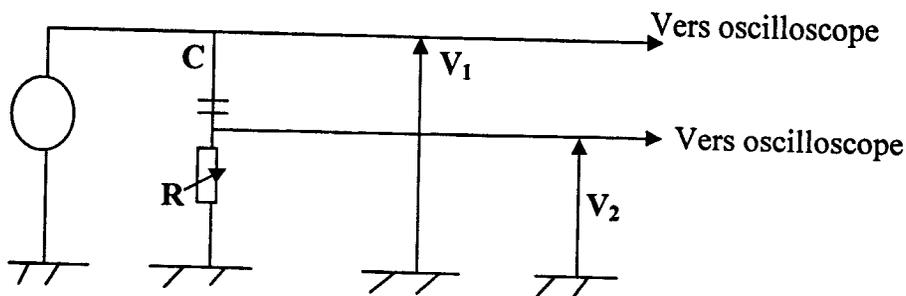


Figure1-8: montage électrique permettant de mesurer la constante diélectrique.

Les différents résultats obtenus tracés sous forme de courbes pour l'ensemble des essais :

1. La capacité électrique:

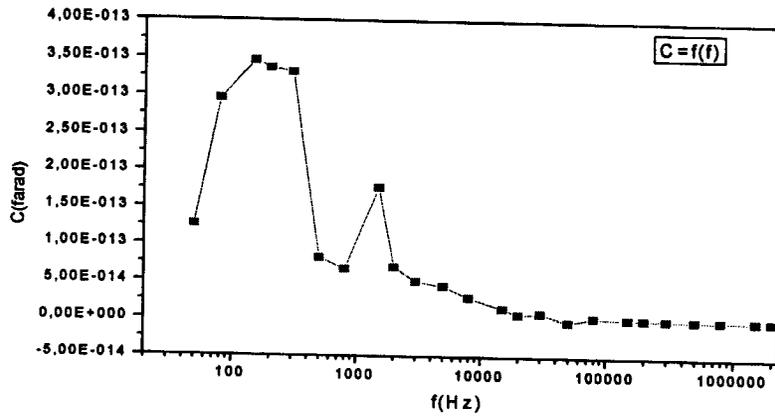


Figure 2 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour argile+0% fibre de verre et San frittage.

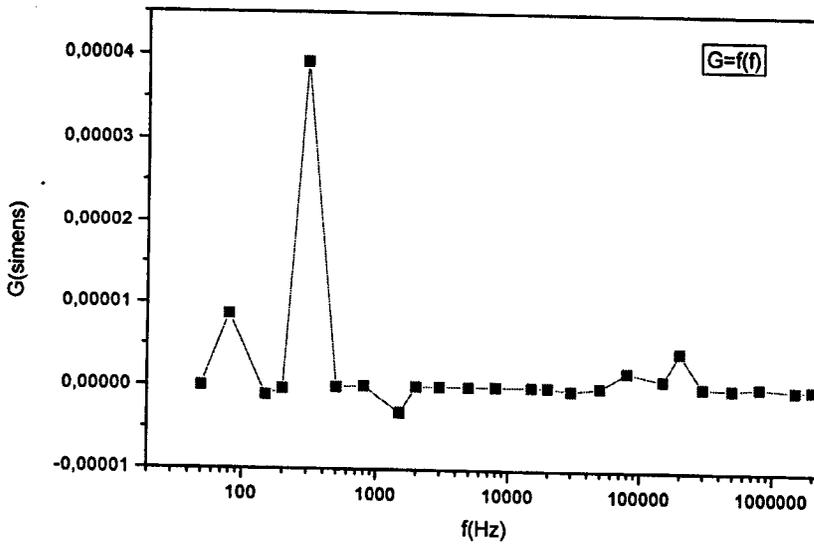


Figure 3 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour argile+0% fibre de verre et San frittage.

✦ Avec frittage :

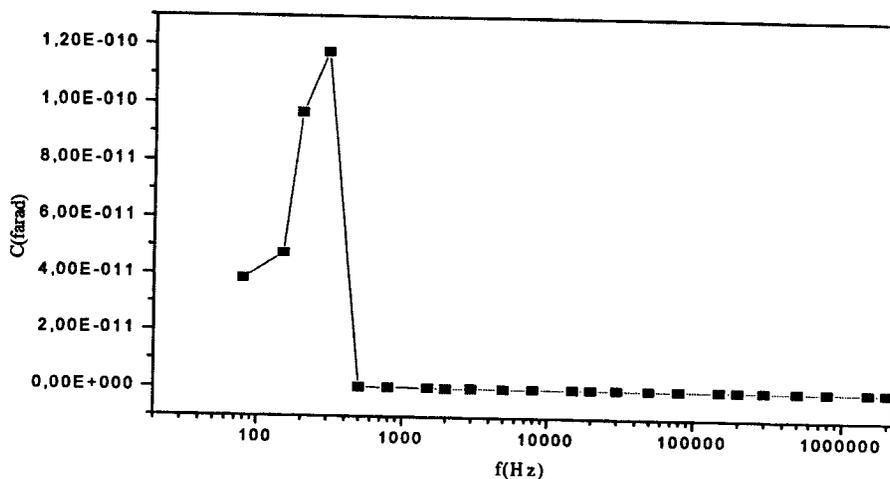


Figure 4 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour argile+0% fibre de verre avec frittage.

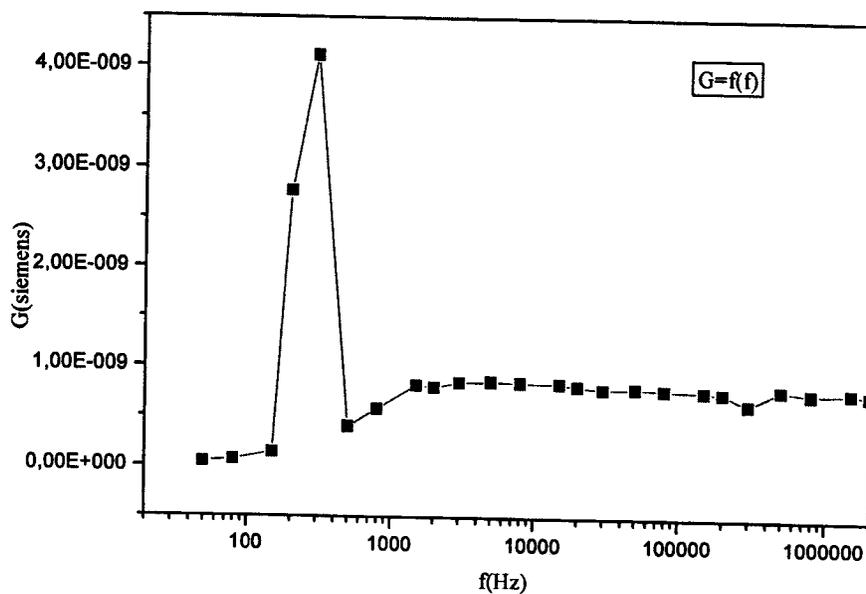


Figure 5 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour argile+0% fibre de verre avec frittage.

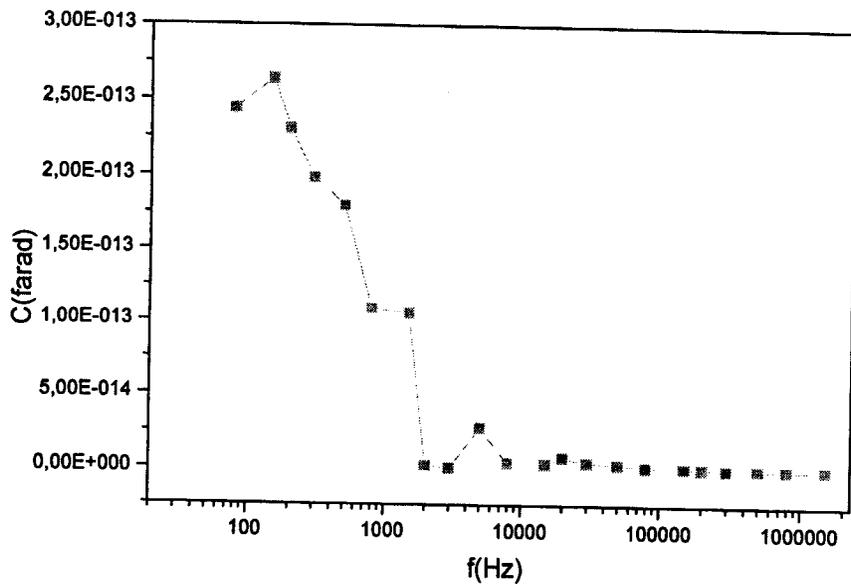


Figure 6 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour argile+2.22% fibre de verre.

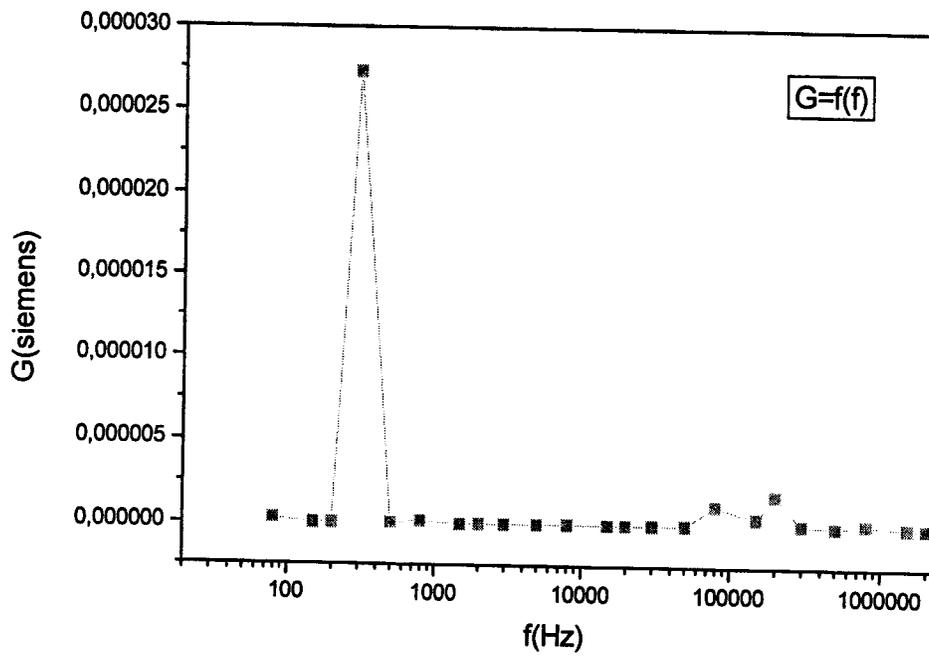


Figure 7 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour argile+2.22% fibre de verre.

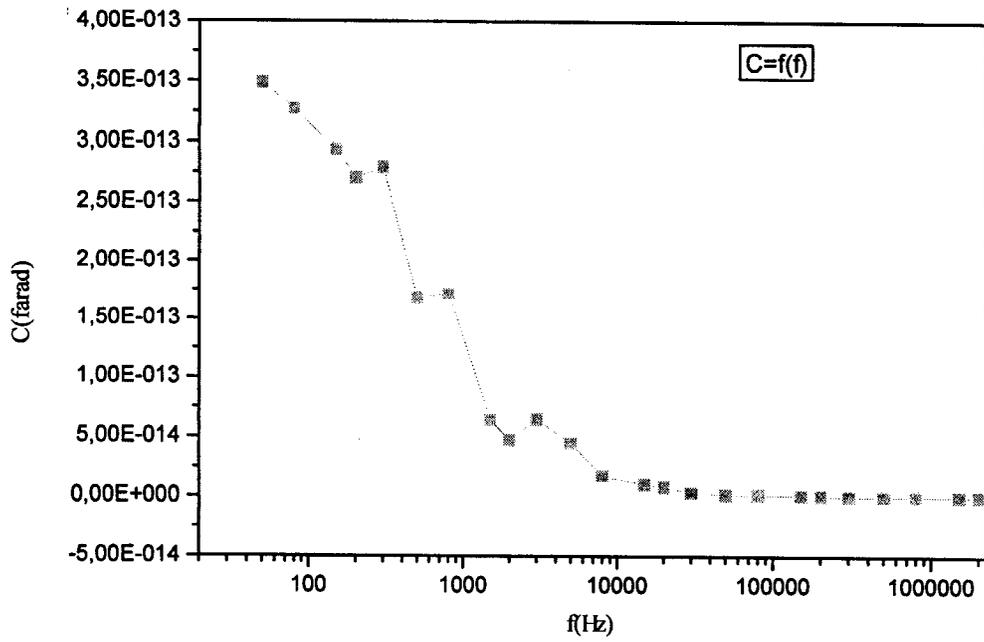


Figure 8 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.77% fibre de verre.

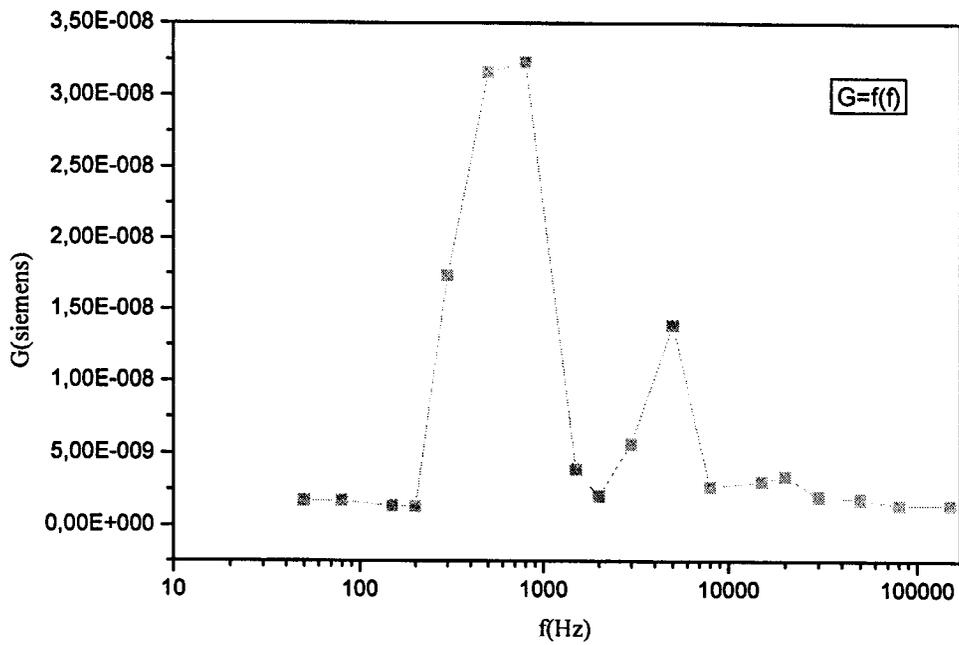


Figure 9 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour l' argile+2.77% fibre de verre.

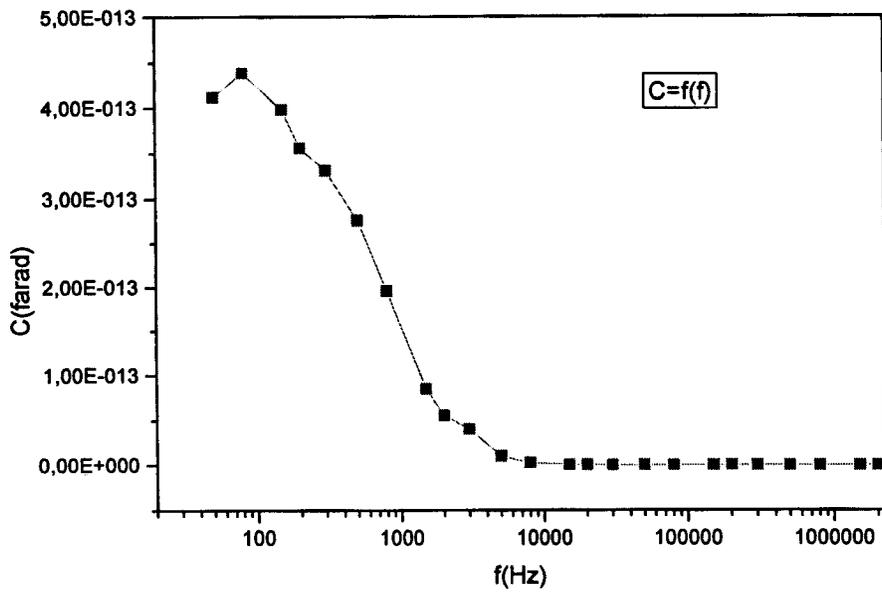


Figure 10 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.33% fibre de verre.

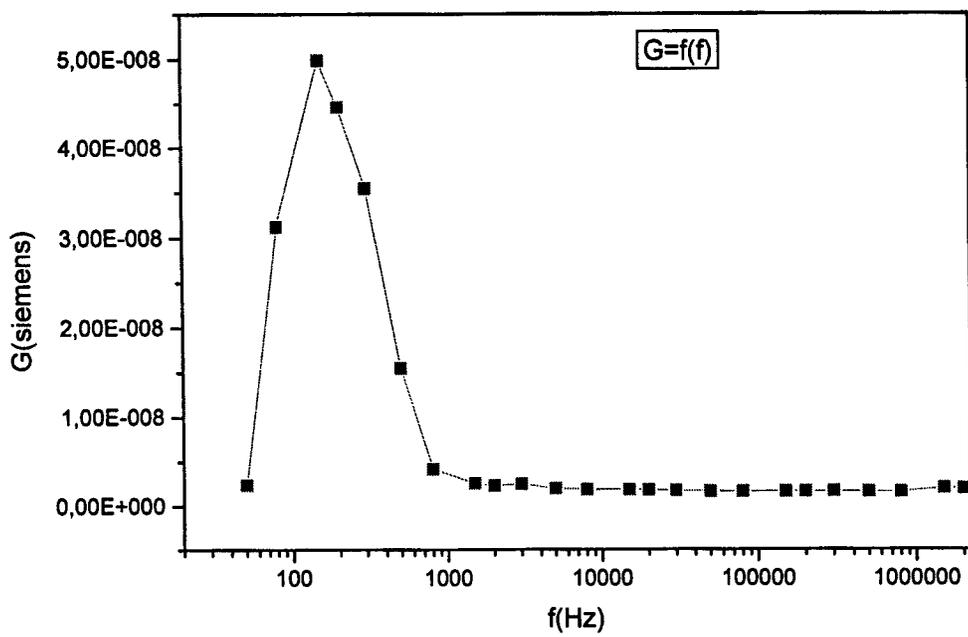


Figure 11: la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.33% fibre de verre.

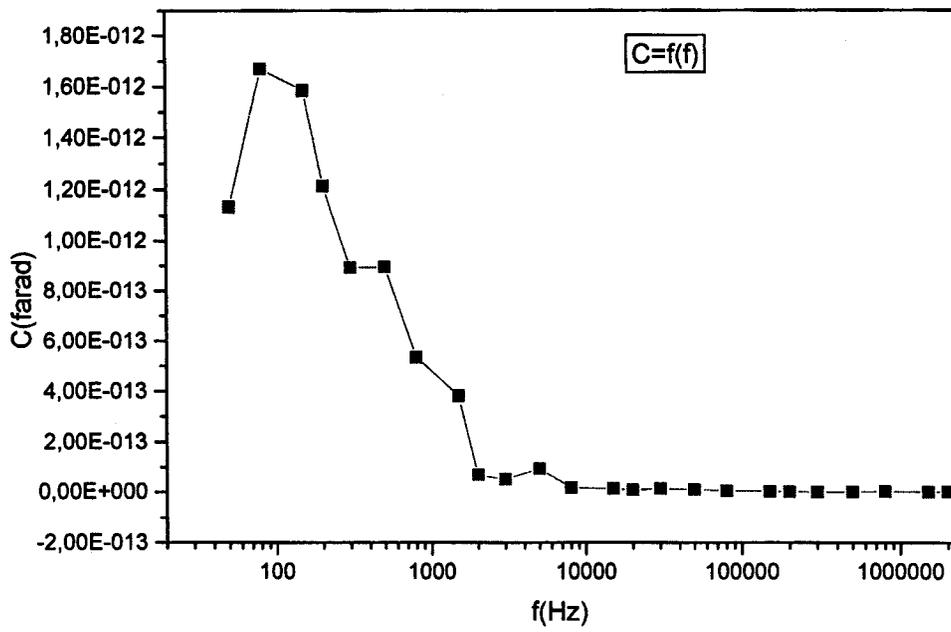


Figure 12 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.88% fibre de verre.

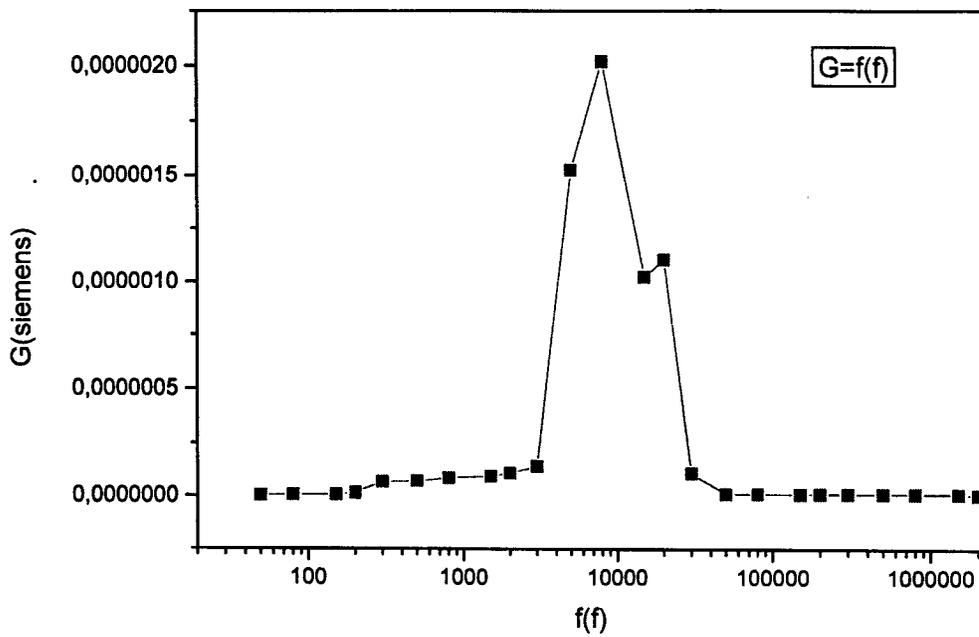


Figure 13 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+ 3.88% fibre de verre.

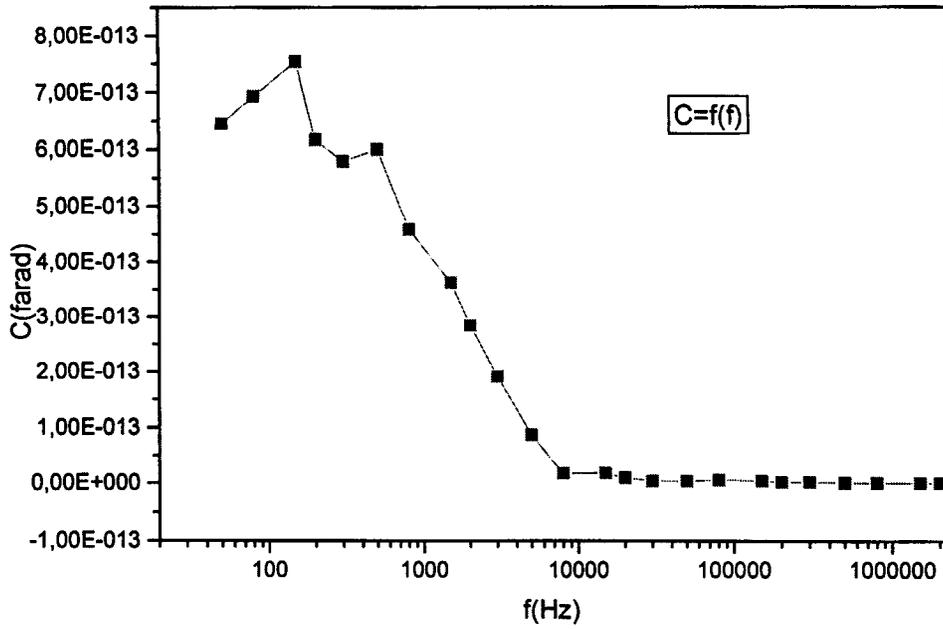


Figure 14: la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+4.44% fibre de verre.

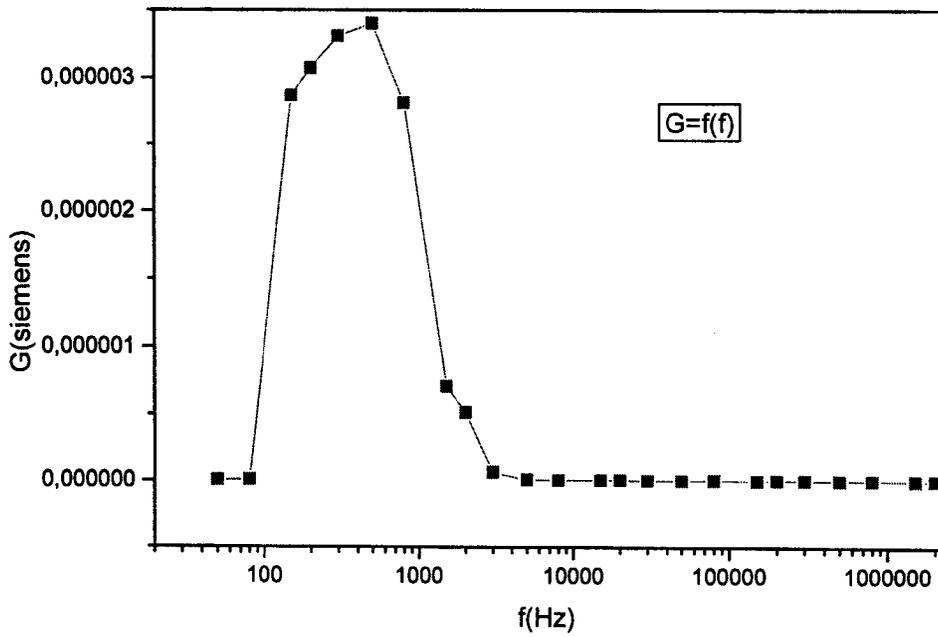


Figure 15 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+4.44% fibre de verre.

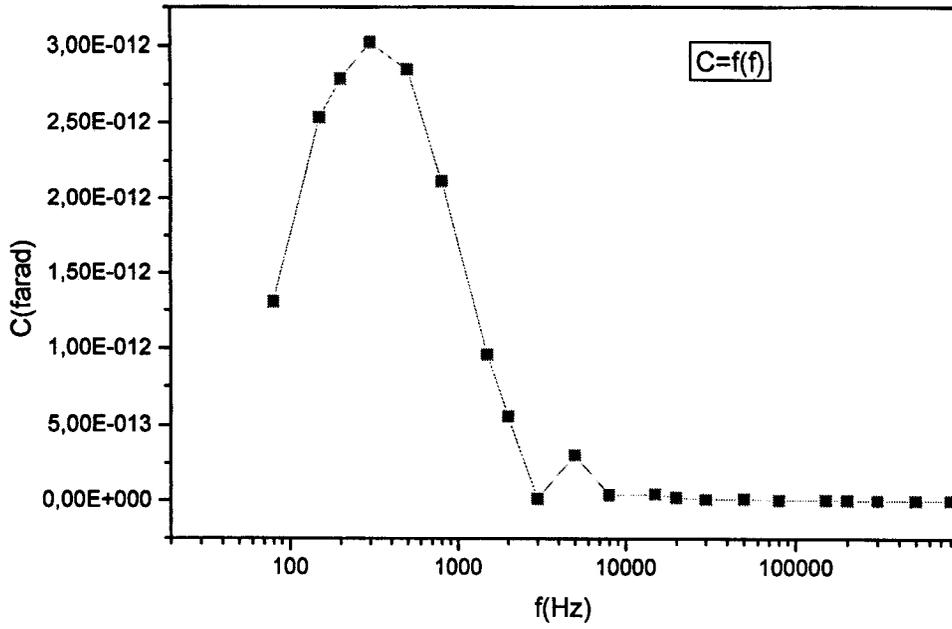


Figure 16: la capacité  $C$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+5% fibre de verre.

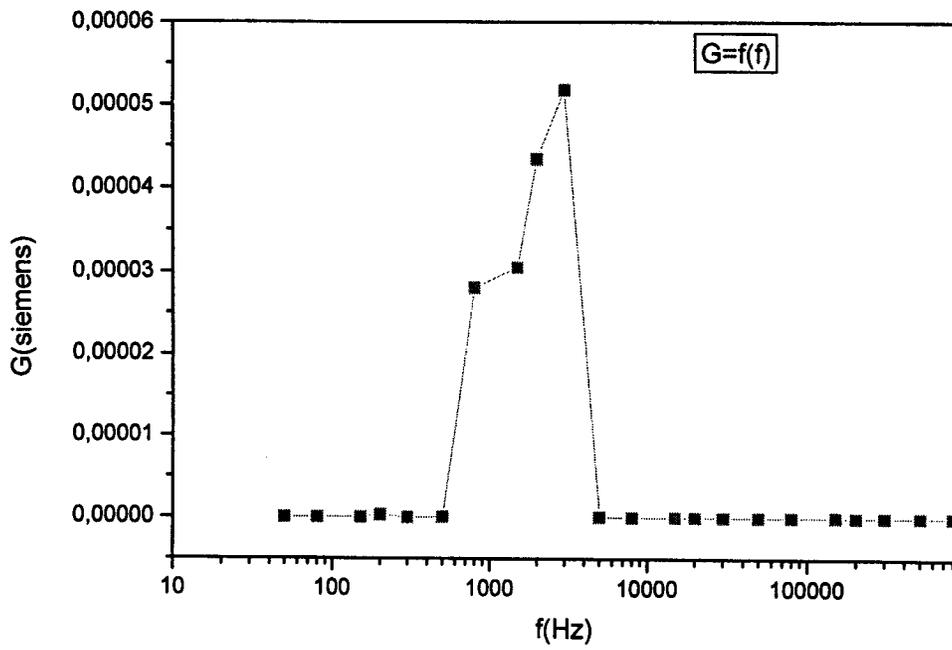


Figure 17 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+5% fibre de verre.

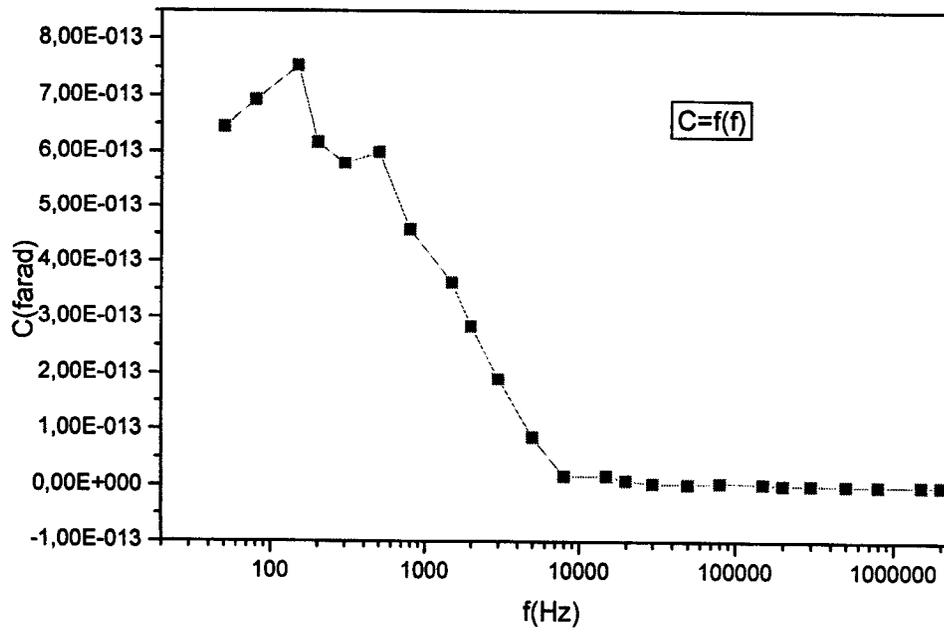


Figure 18 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+5.55% fibre de verre.

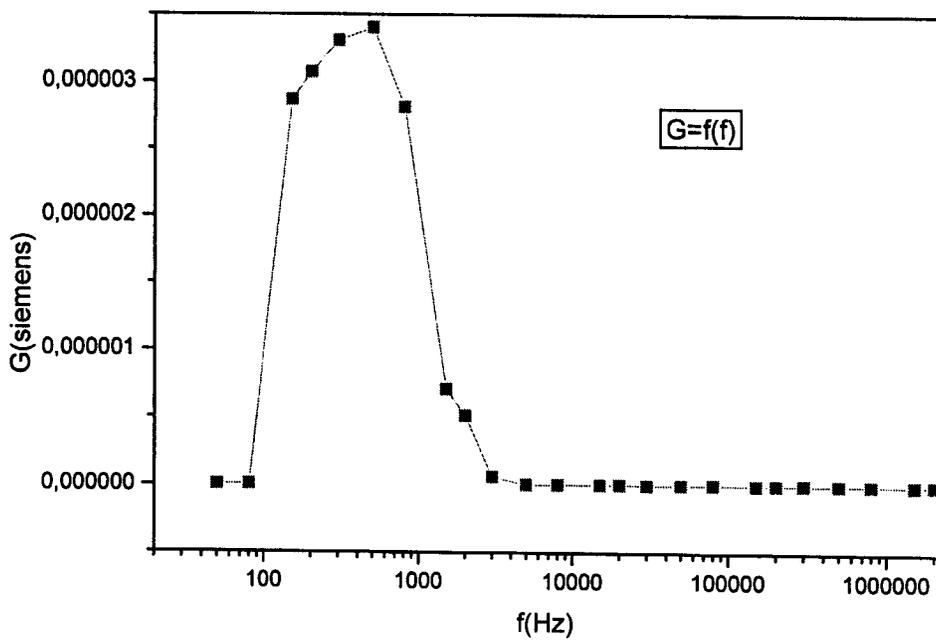


Figure 19: la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+5.55% fibre de verre.

San frittage :

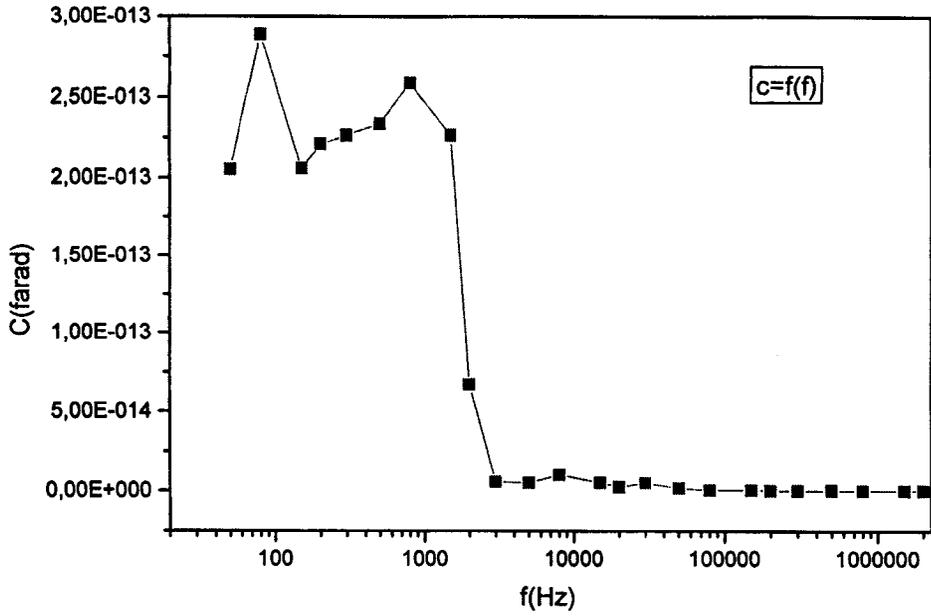


Figure 20 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.22% fibre de verre.

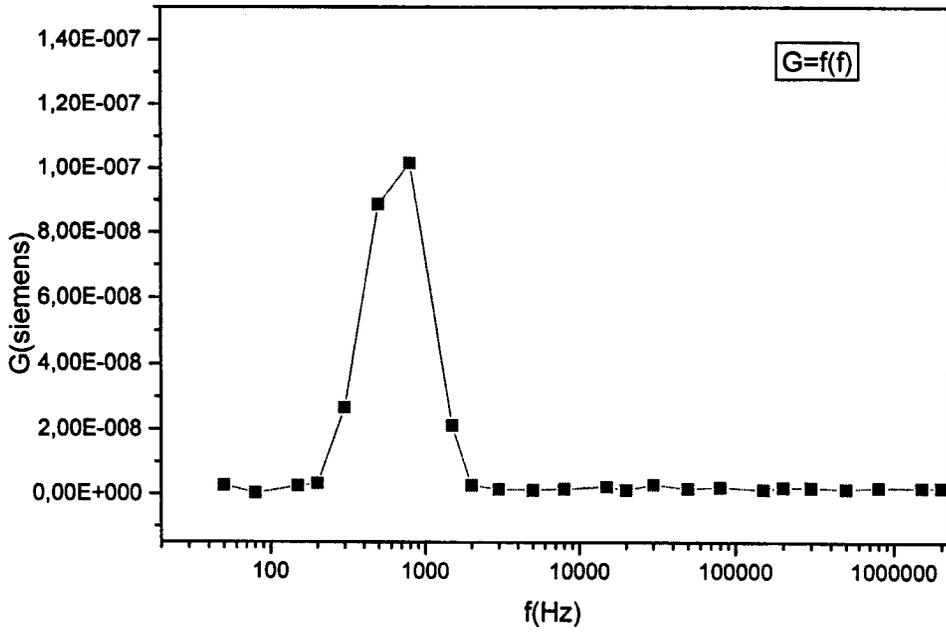


Figure 21: la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.22% fibre de verre.

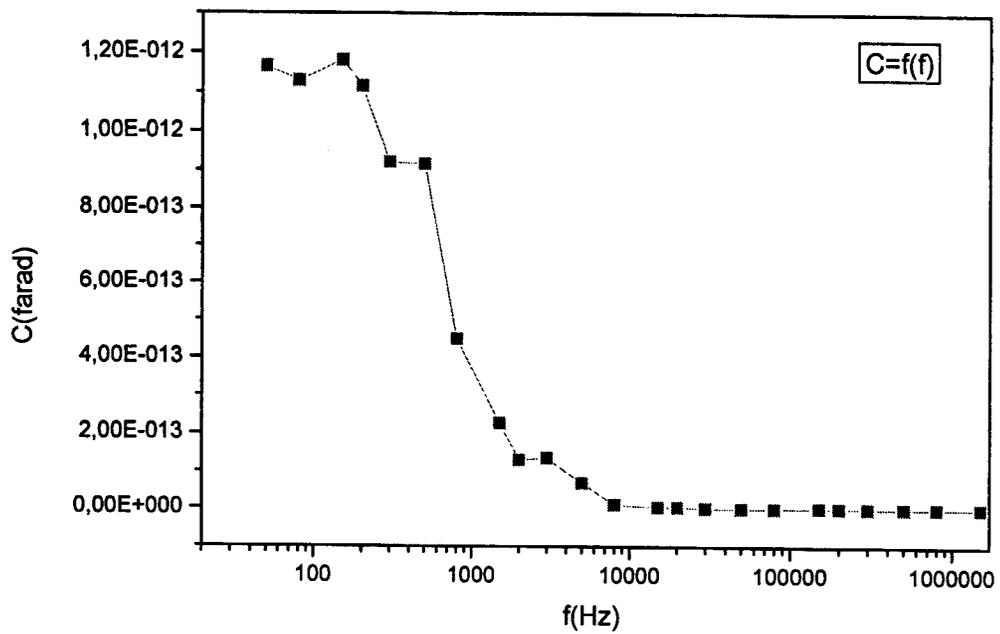


Figure 22 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.77% fibre de verre.

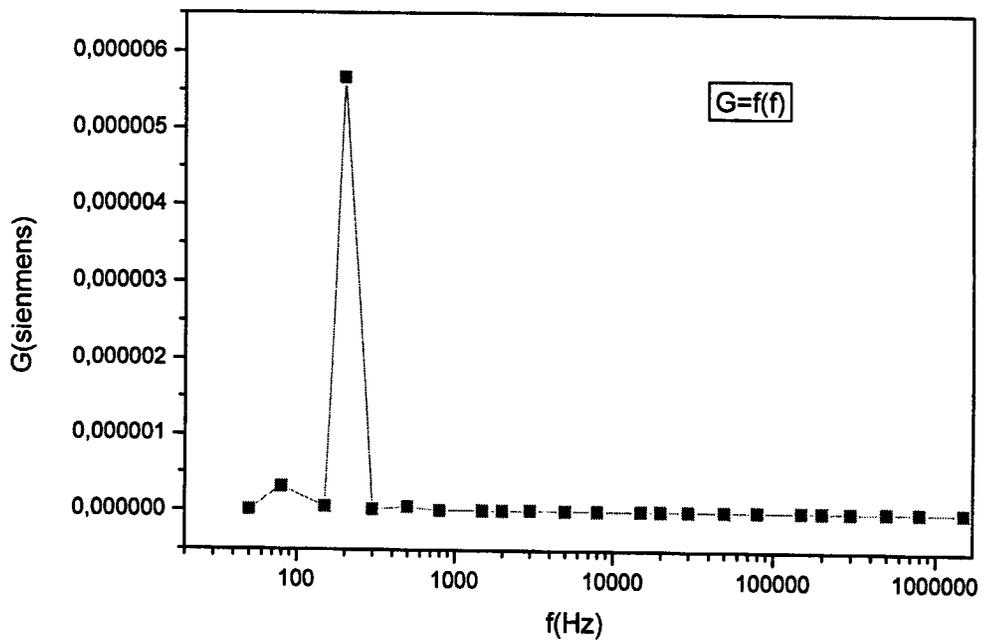
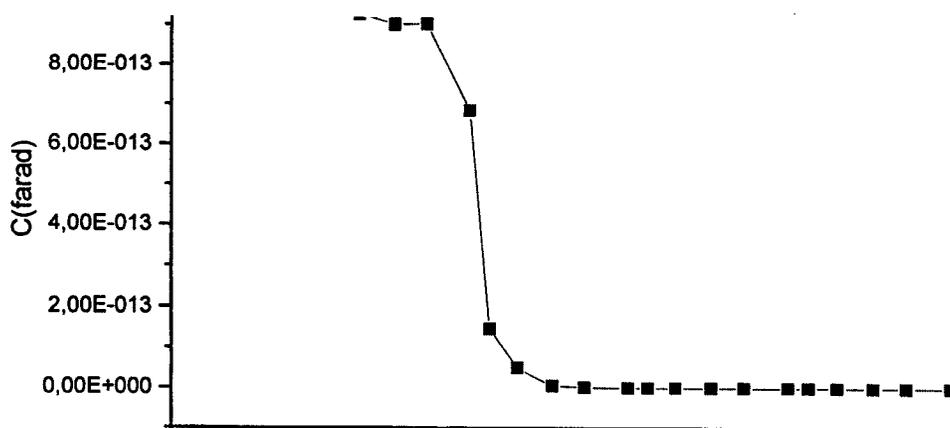


Figure 23 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.77% fibre de verre.



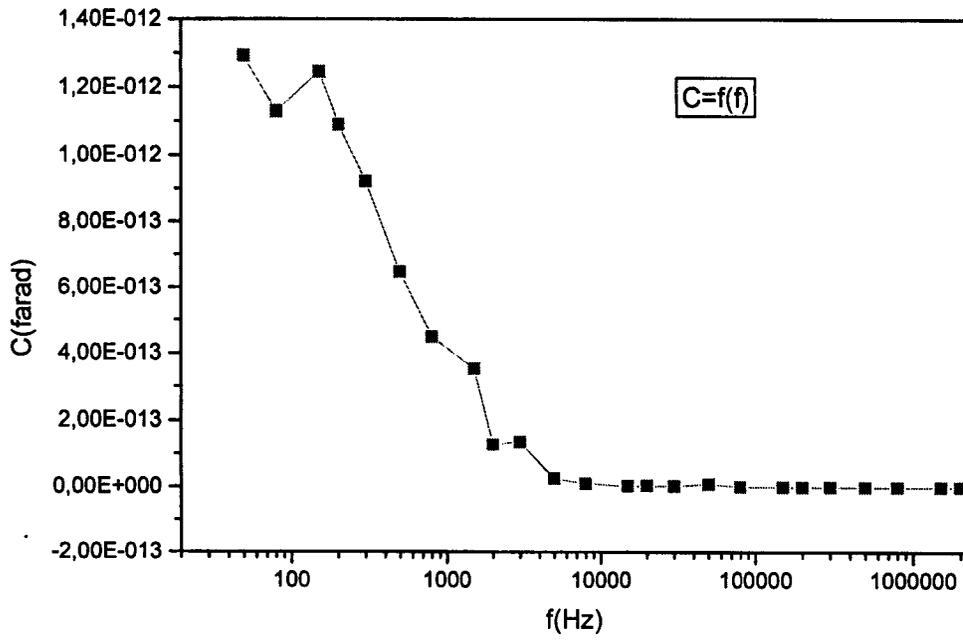


Figure 26 : la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+ 3.88% fibre de verre.

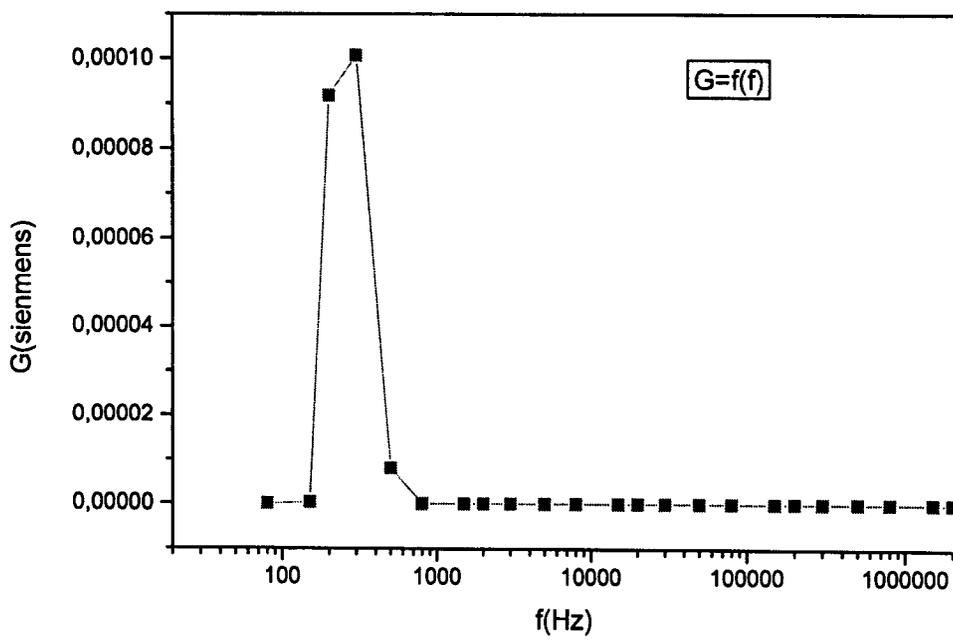


Figure 27: la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.88% fibre de verre.

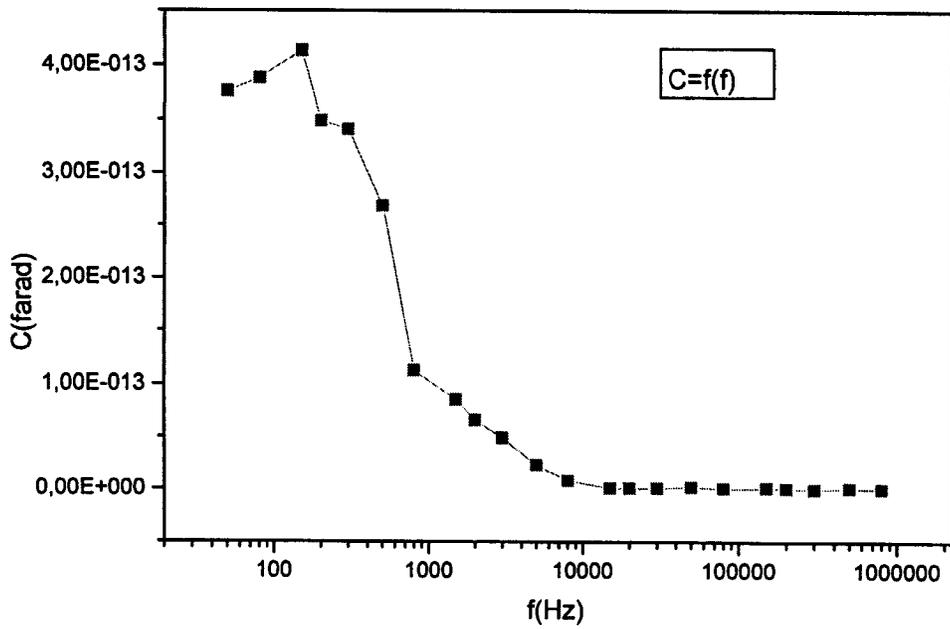


Figure 28: la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+4.44% fibre de verre.

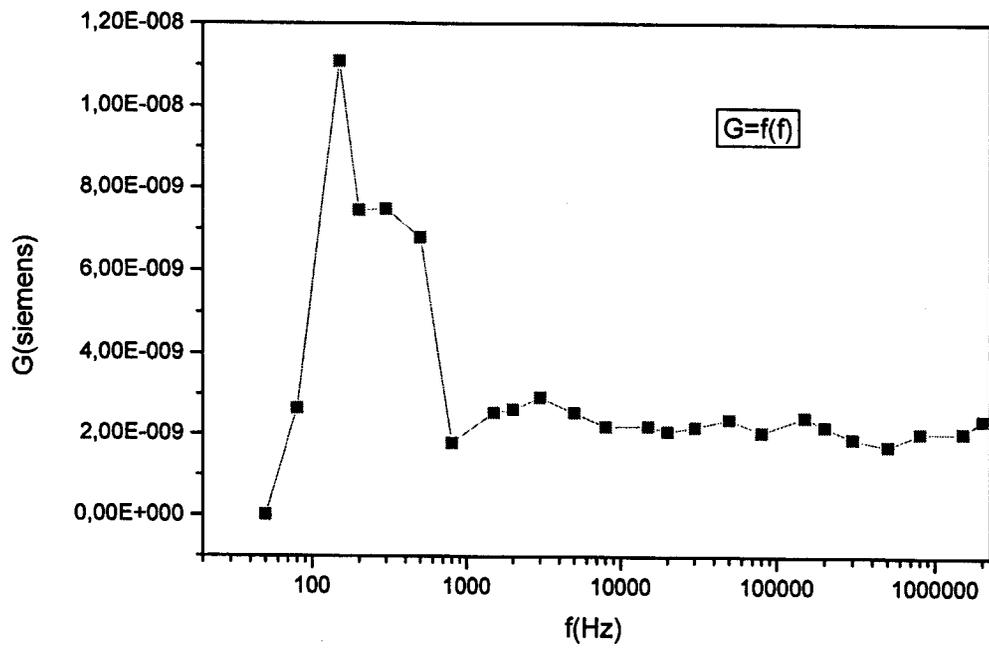


Figure 29 : la conductance G en fonction de la fréquence f pour l'argile+4.44% fibre de verre.

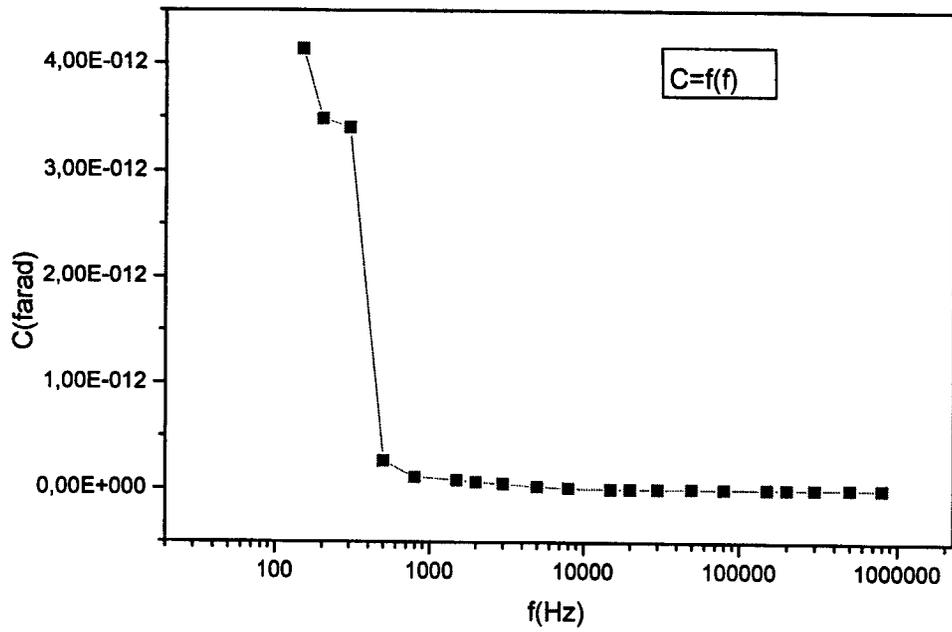


Figure 30: la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+5% fibre de verre.

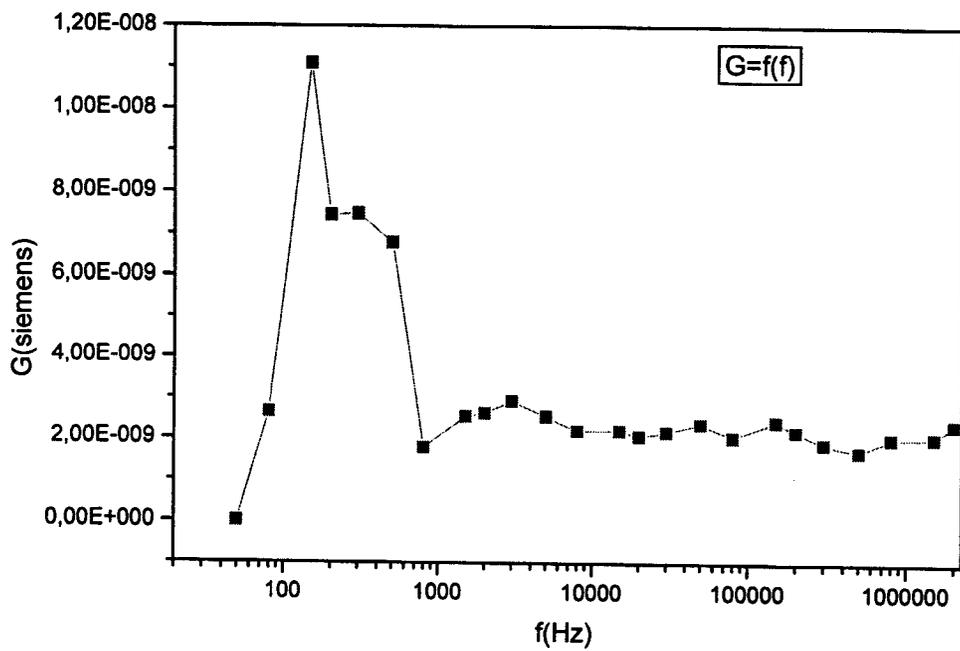


Figure 31: la capacité G en fonction de la fréquence f pour l'argile+5% fibre de verre.

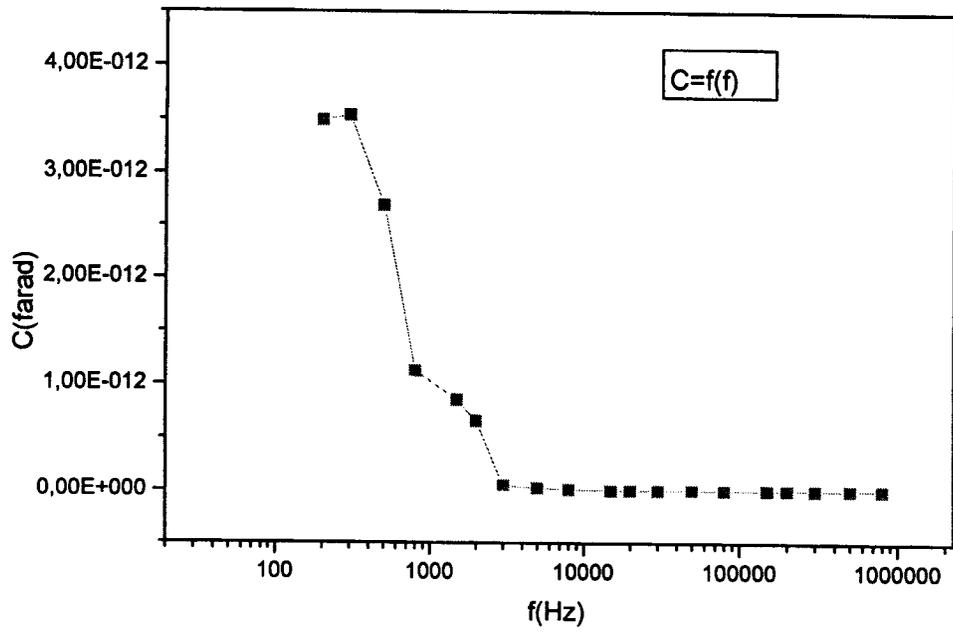


Figure 32: la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+5.55% fibre de verre.

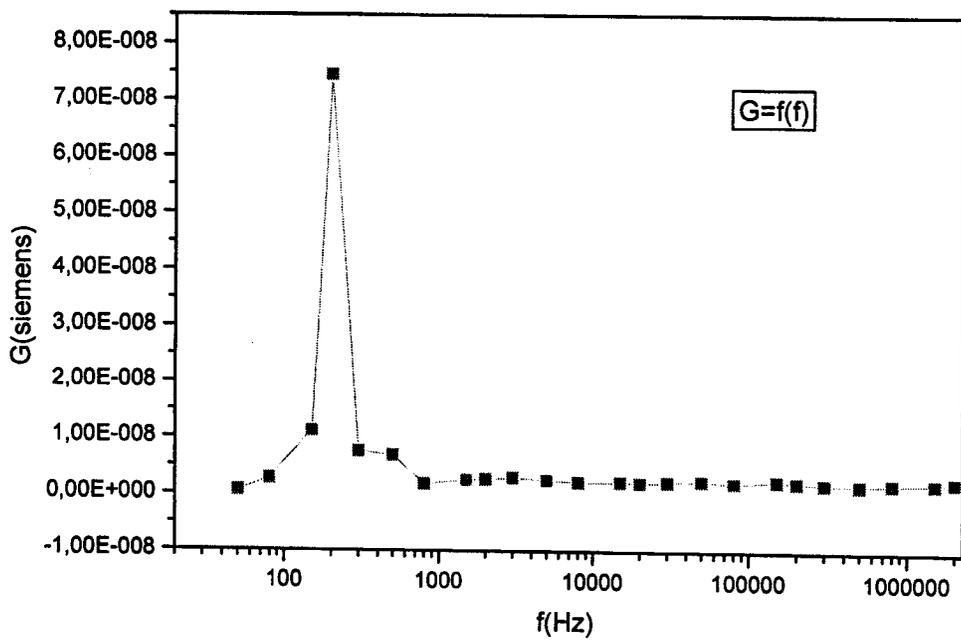


Figure 33: la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+5.55% fibre de verre.

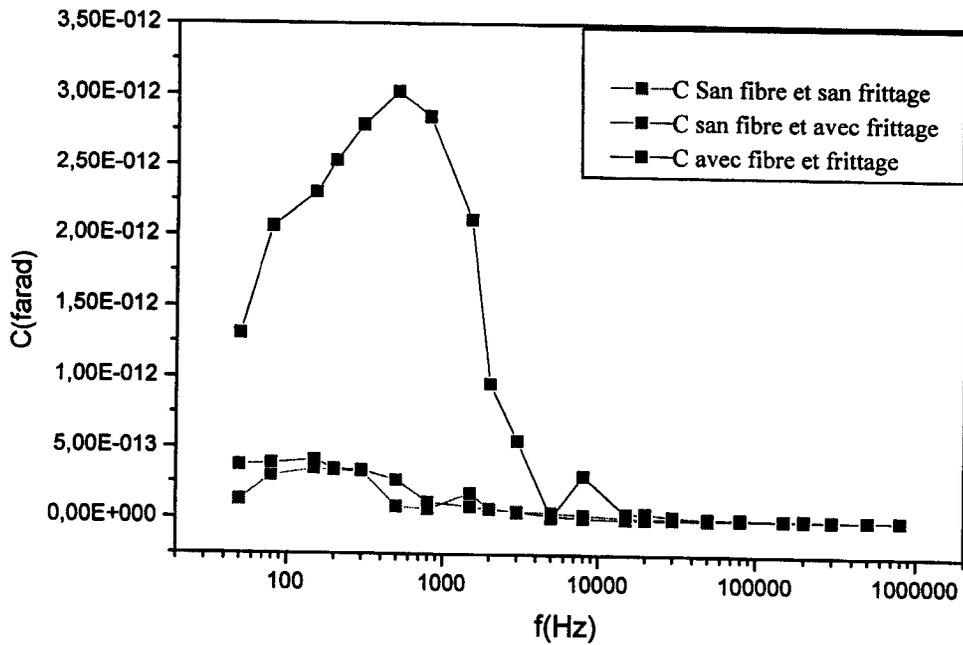


Figure 34: la capacité C en fonction de la fréquence f pour l'argile+5.55% fibre de verre, et autre ayant 0% avec et San frittage.

2. La constante diélectrique :

■ San frittage :

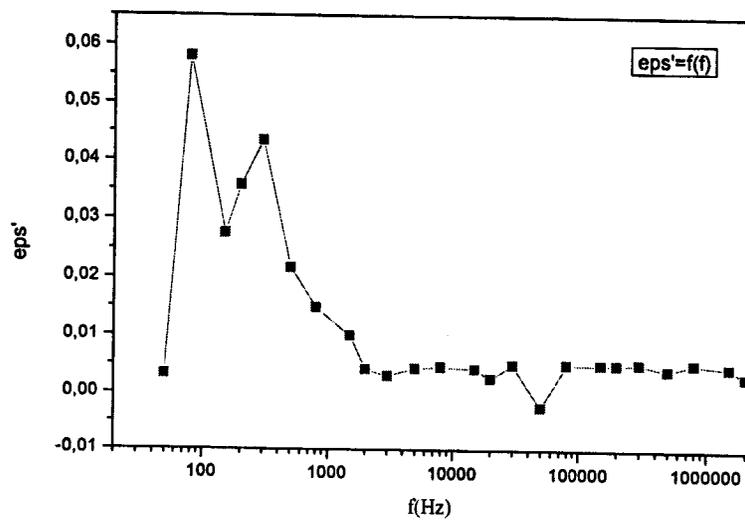


Figure 35 : La constante diélectrique relatif  $\epsilon'$ , en fonction de la fréquence f pour l'argile+0% fibre de verre.

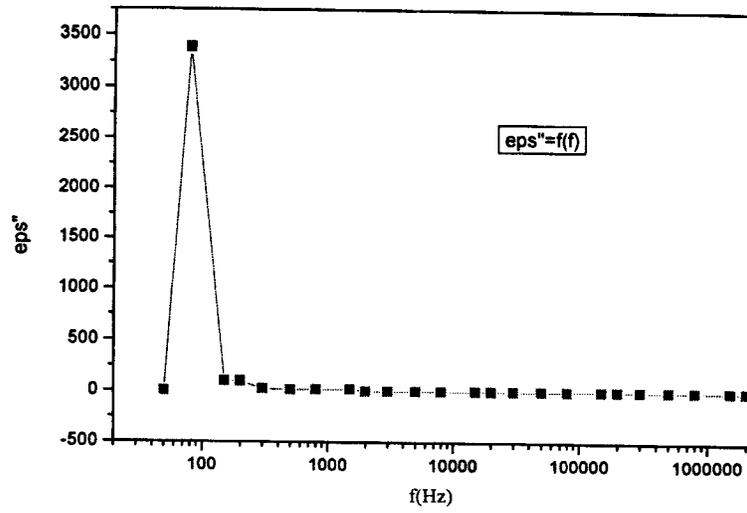


Figure 36: La constante diélectrique relatif  $\epsilon'_r$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+0% fibre de verre.

✦ Avec frittage :

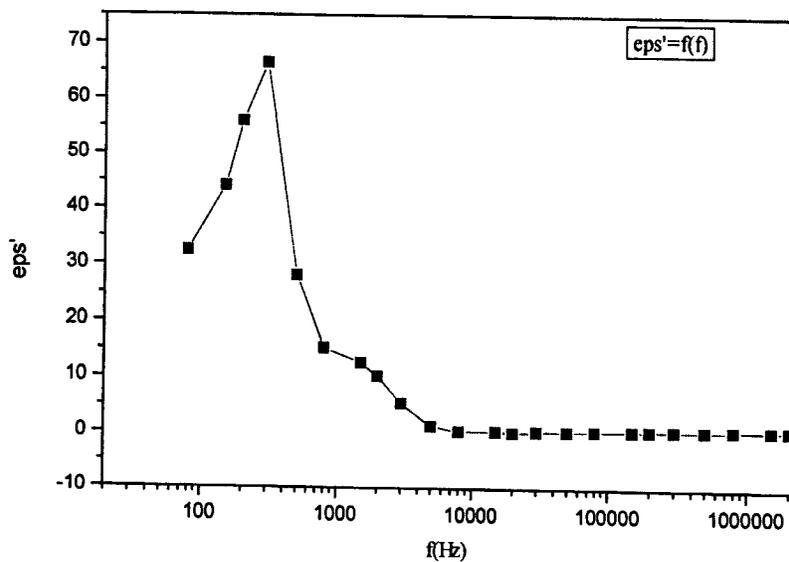


Figure 37: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'_r$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+0 % fibre de verre.

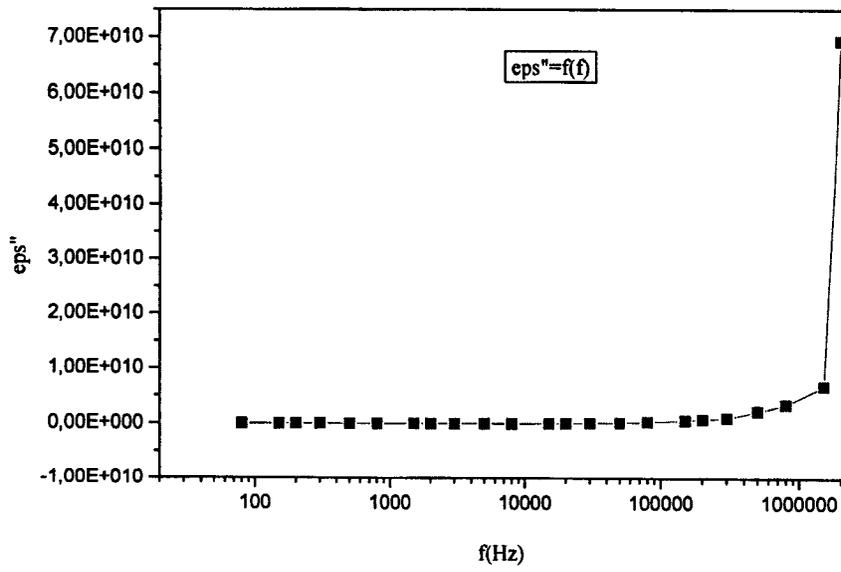


Figure 38 : la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+0% fibre de verre.

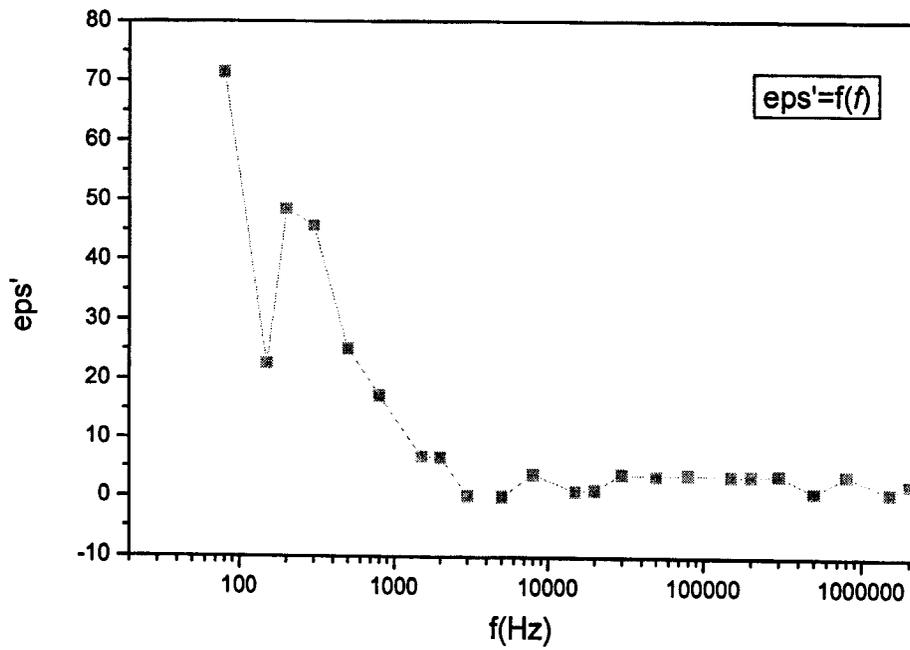


Figure 39 : la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.22% fibre de verre.

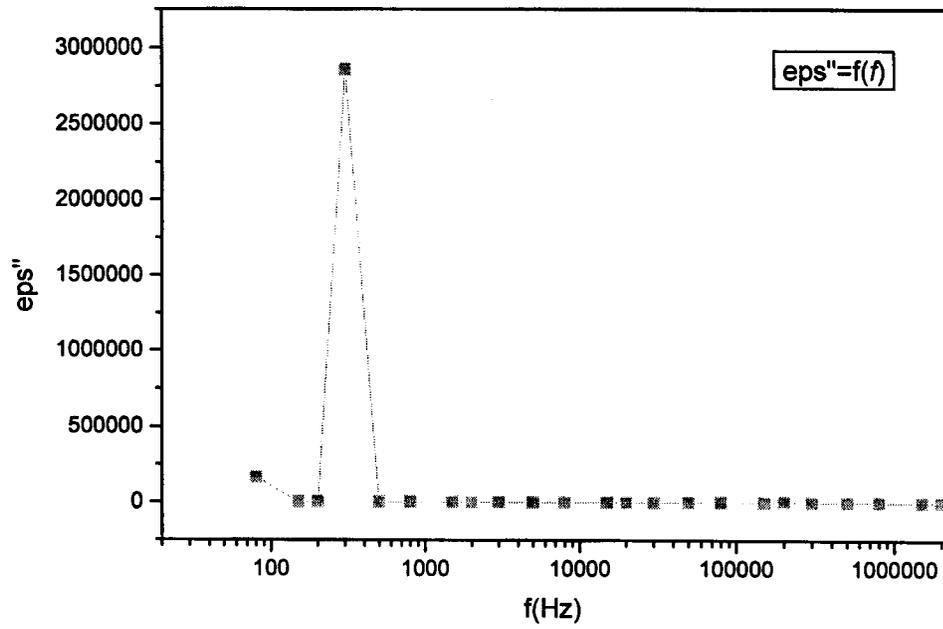


Figure 40 : la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+2.22% fibre de verre.

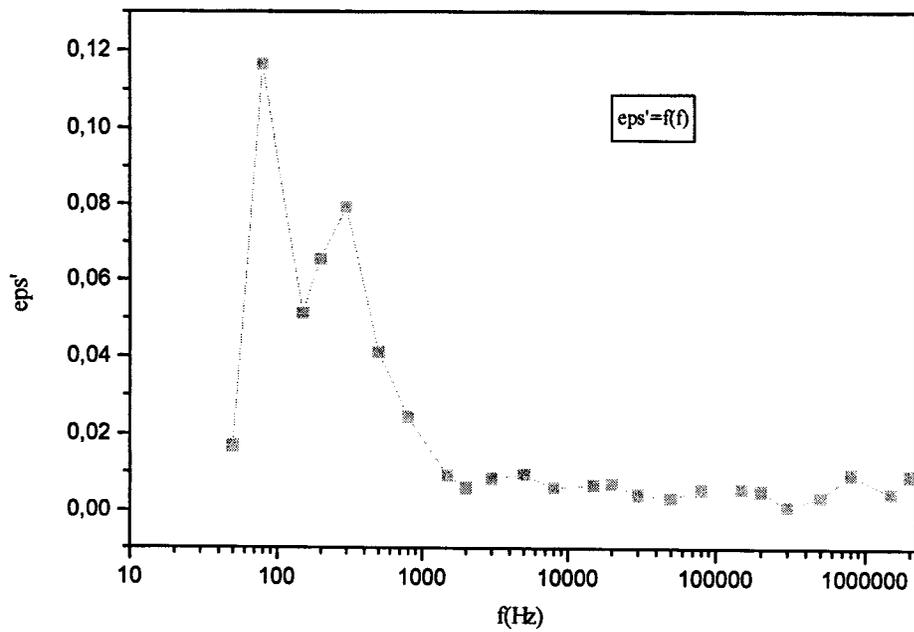


Figure 41: la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+2.77 % fibre de verre.

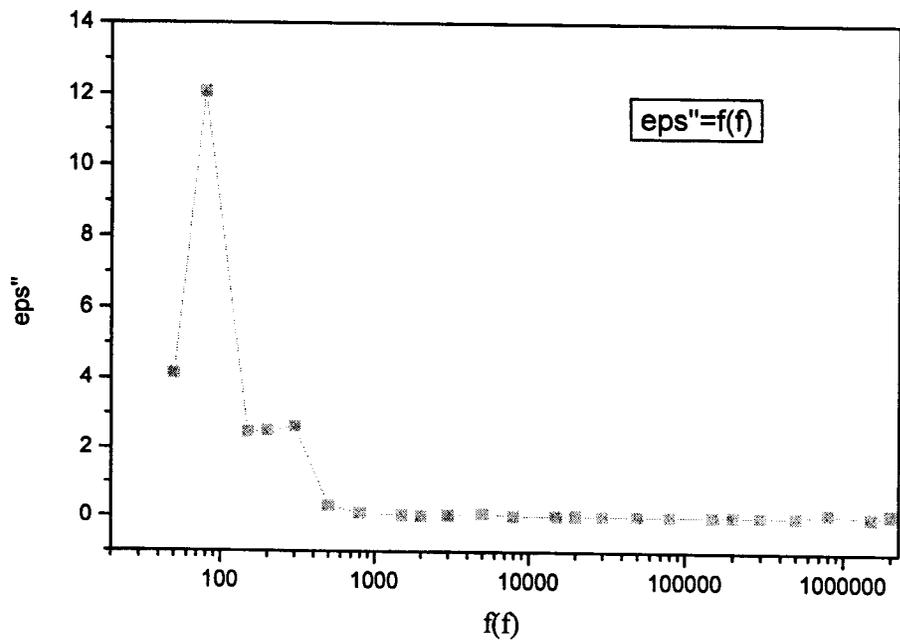


Figure 42: la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r''$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.77 % fibre de verre.

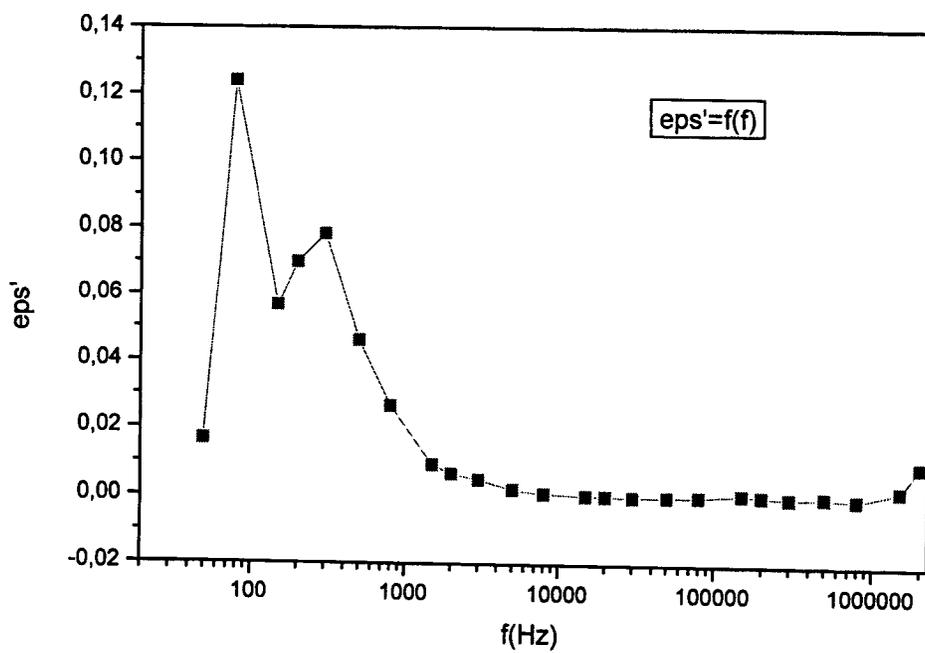


Figure 43: la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r'$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.33% fibre de verre.

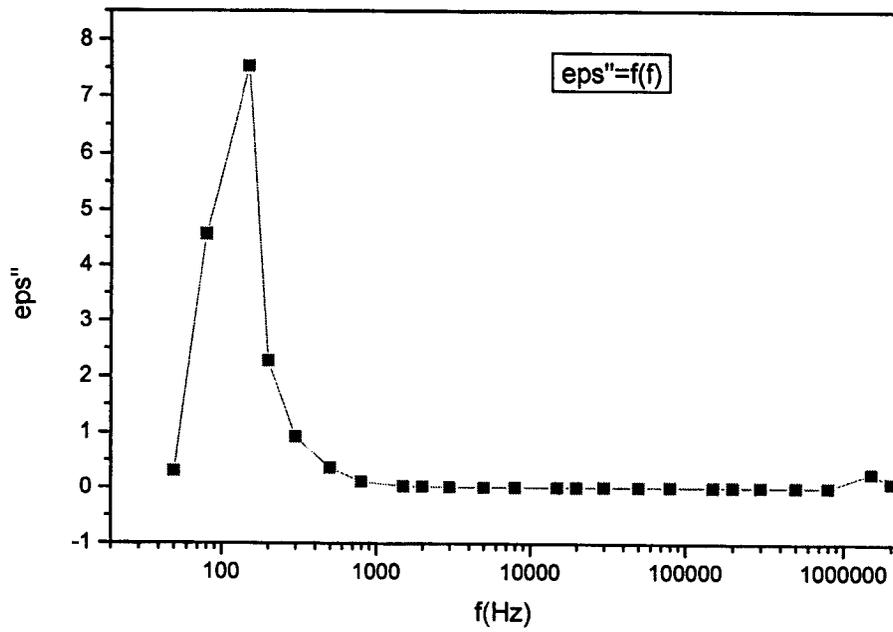


Figure 44: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.33% fibre de verre.

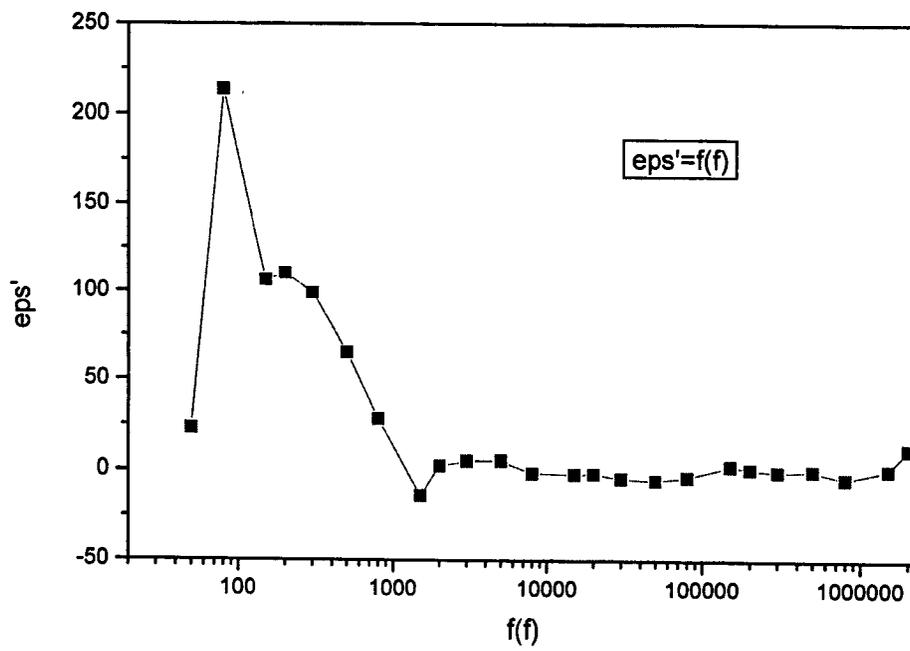


Figure 45: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.88% fibre de verre.

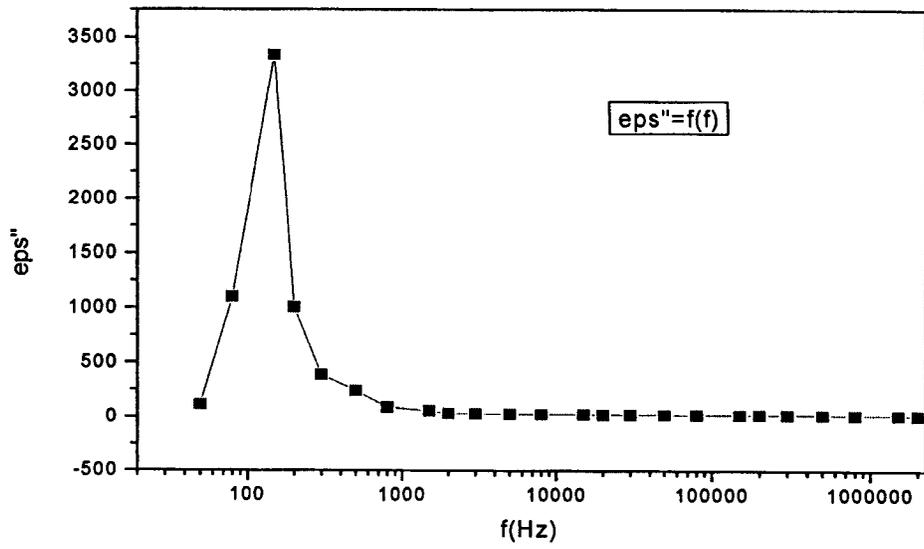


Figure 46: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+3.88% fibre de verre.

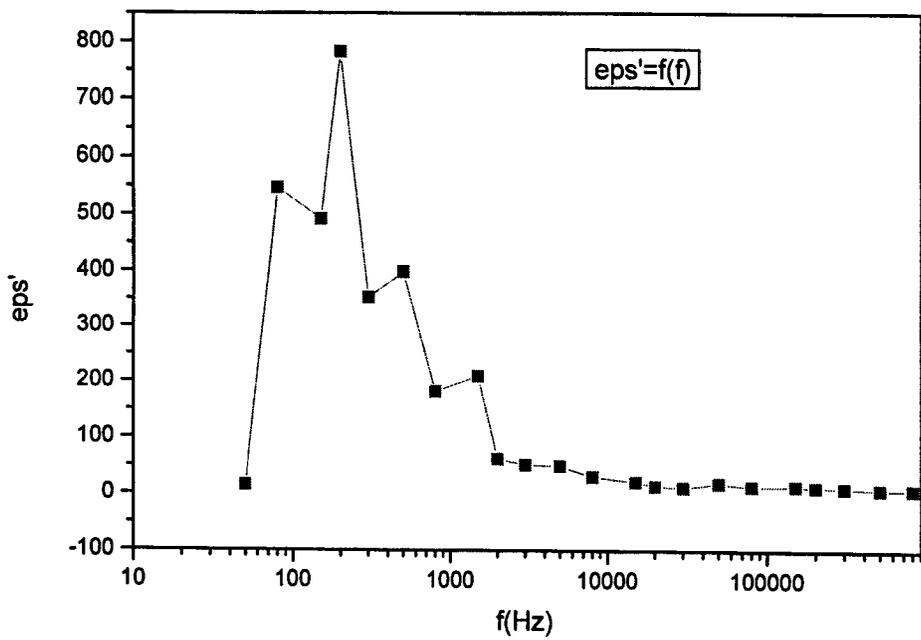


Figure 47: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$ , en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+4.44% fibre de verre.

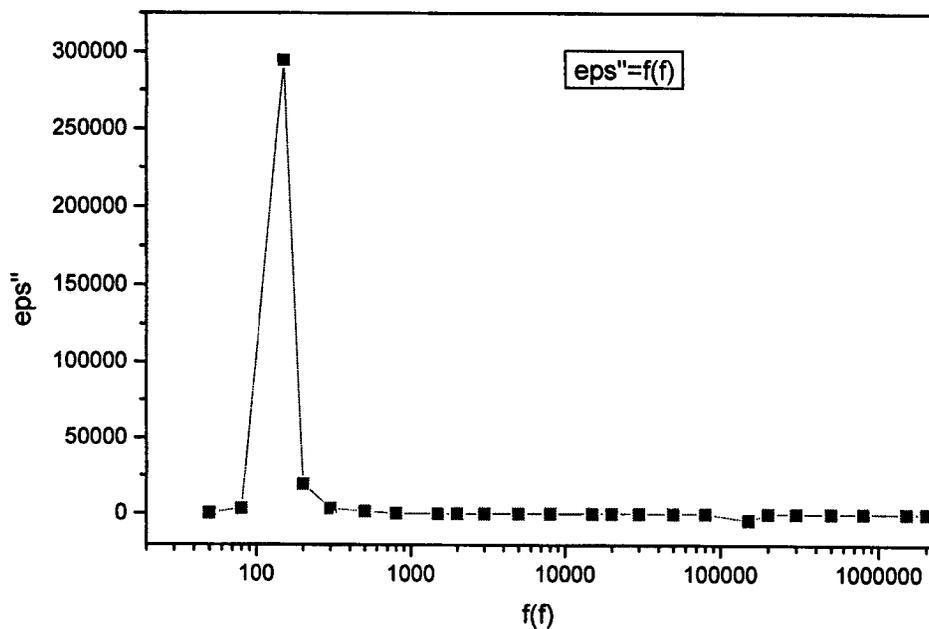


Figure 48: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+4.44% fibre de verre.

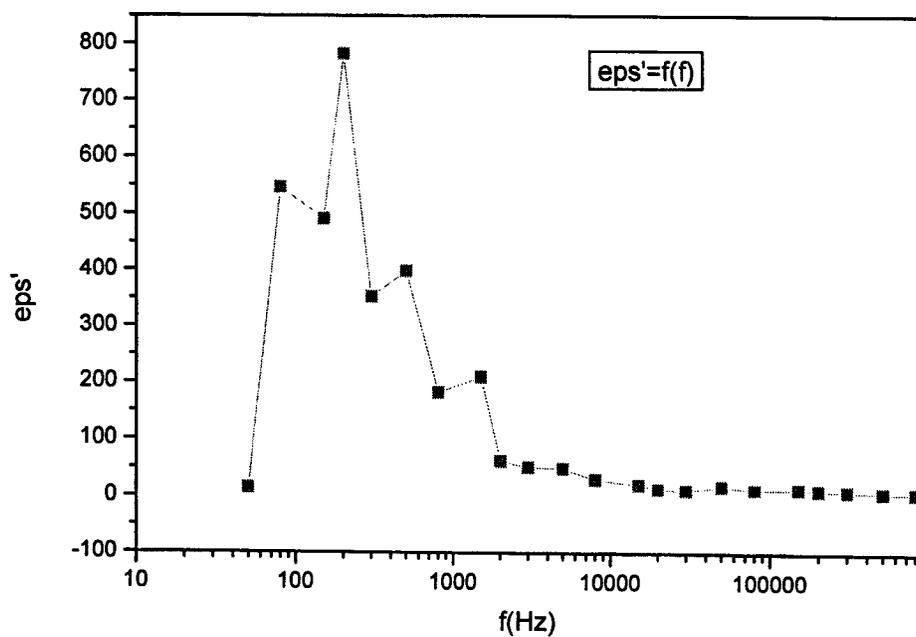


Figure 49: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+5% fibre de verre.

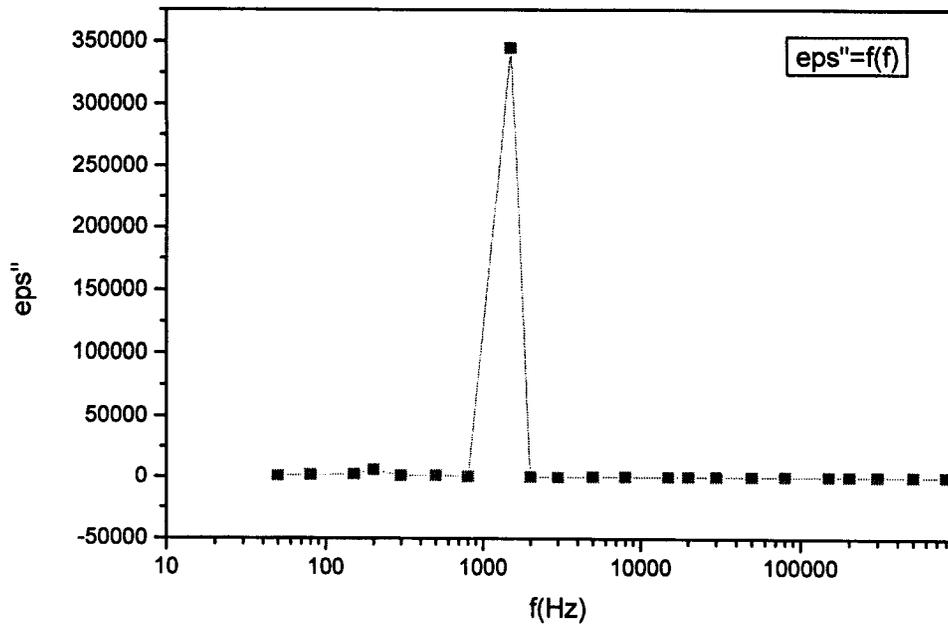


Figure 50: la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r''$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+5% fibre de verre.

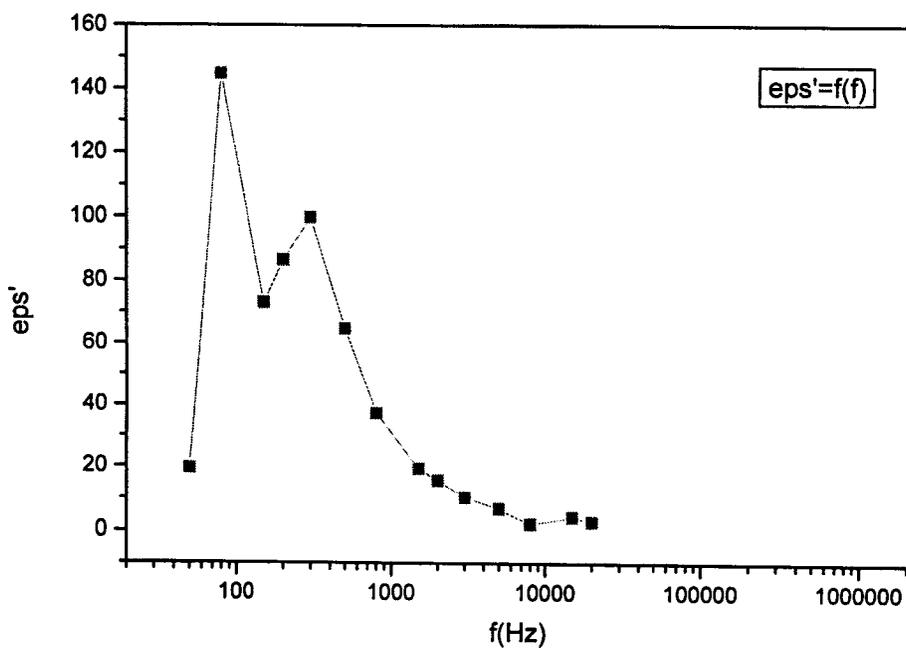


Figure 51: la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r'$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+5.55% fibre de verre.

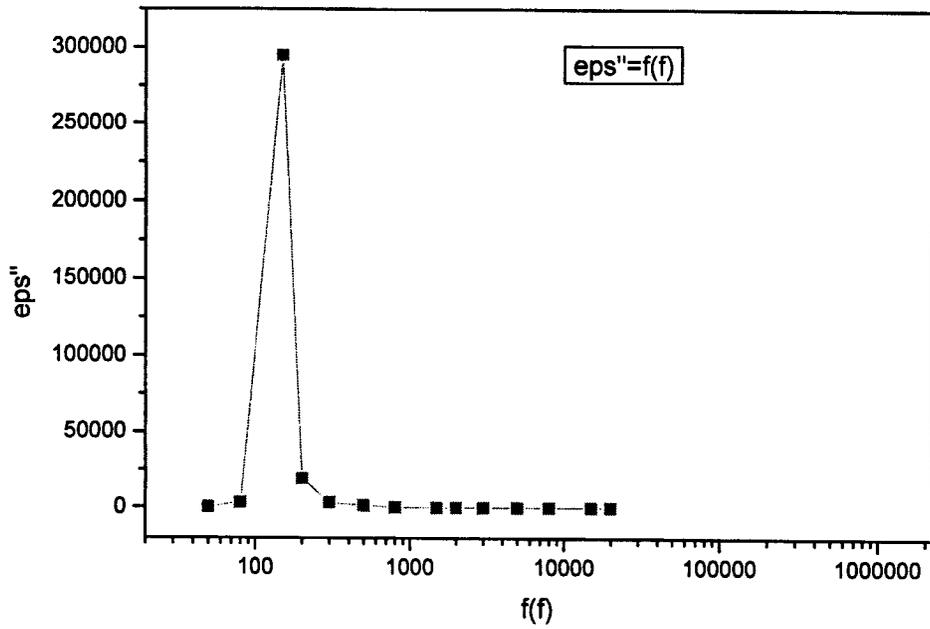


Figure 52: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+5.55% fibre de verre.

✚ San frittage :

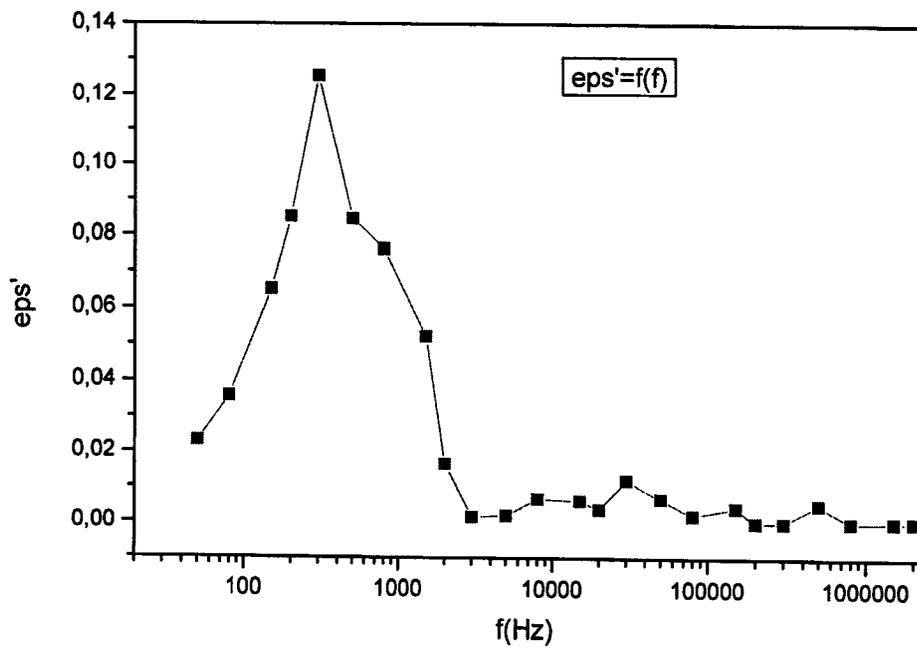


Figure 53: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+2.22% fibre de verre.

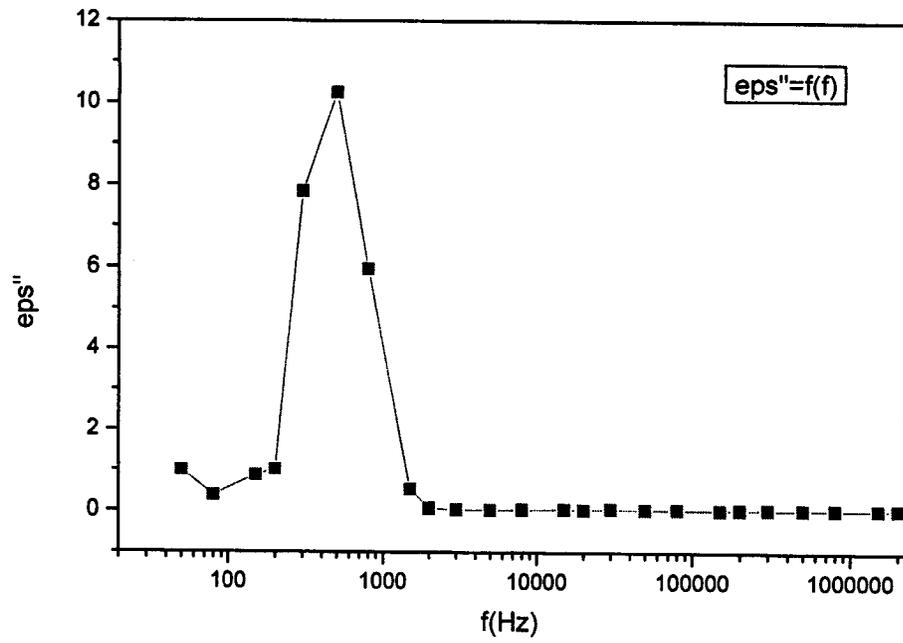


Figure 54: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+2.22% fibre de verre.

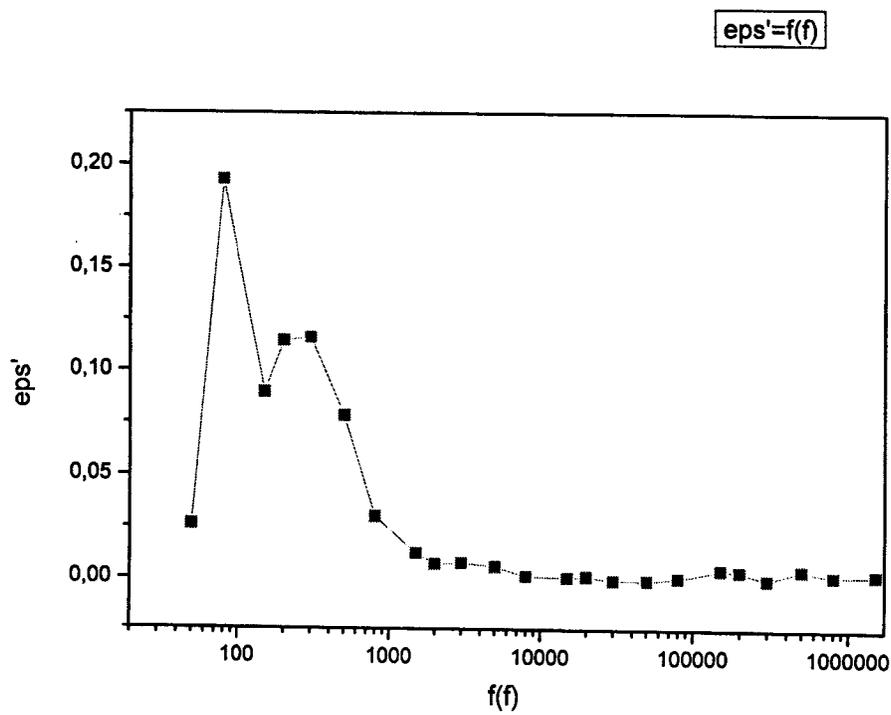


Figure 55: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+2.77% fibre de verre.

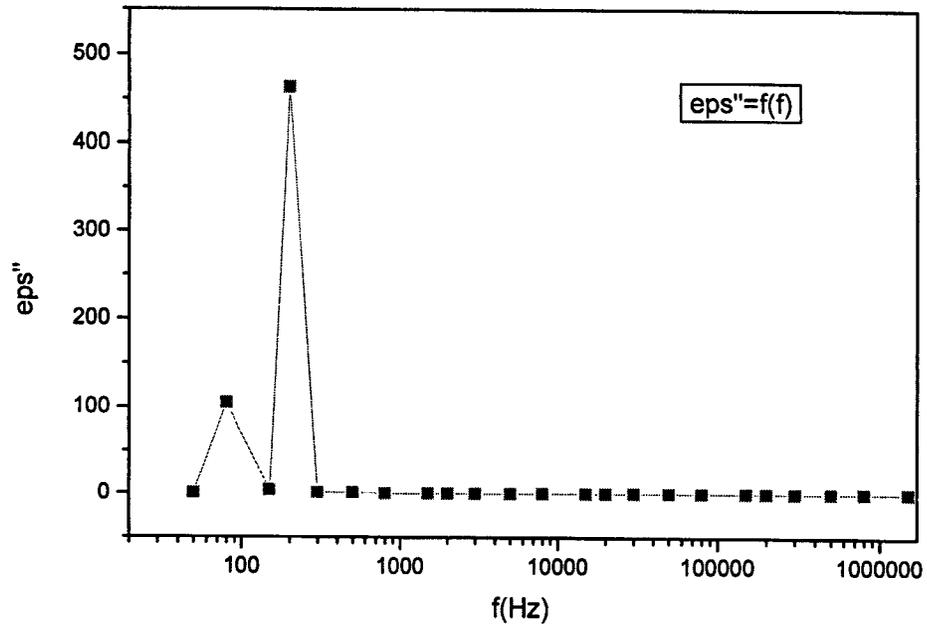


Figure 56: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+2.77% fibre de verre.

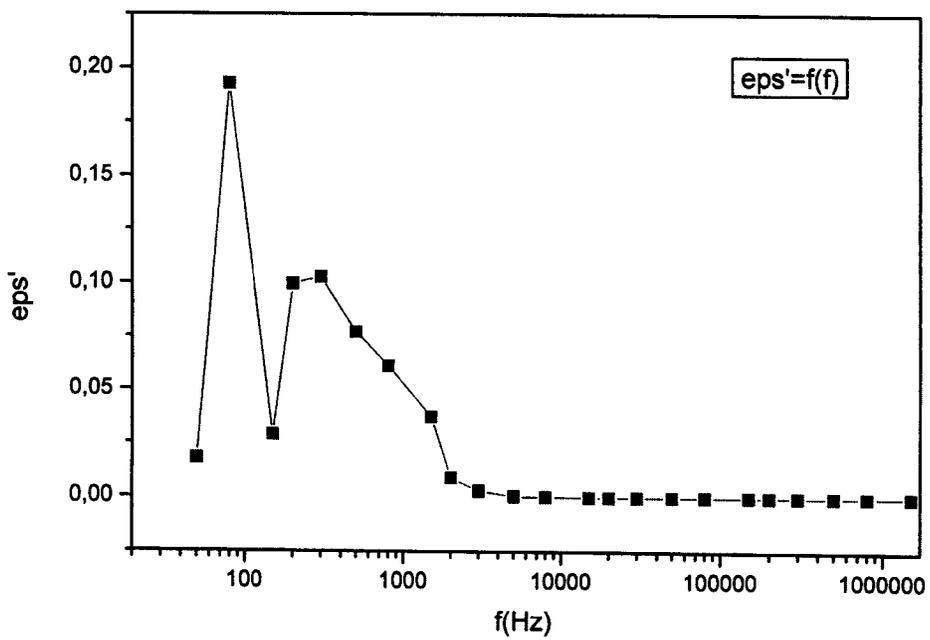


Figure 57: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+3.33% fibre de verre.

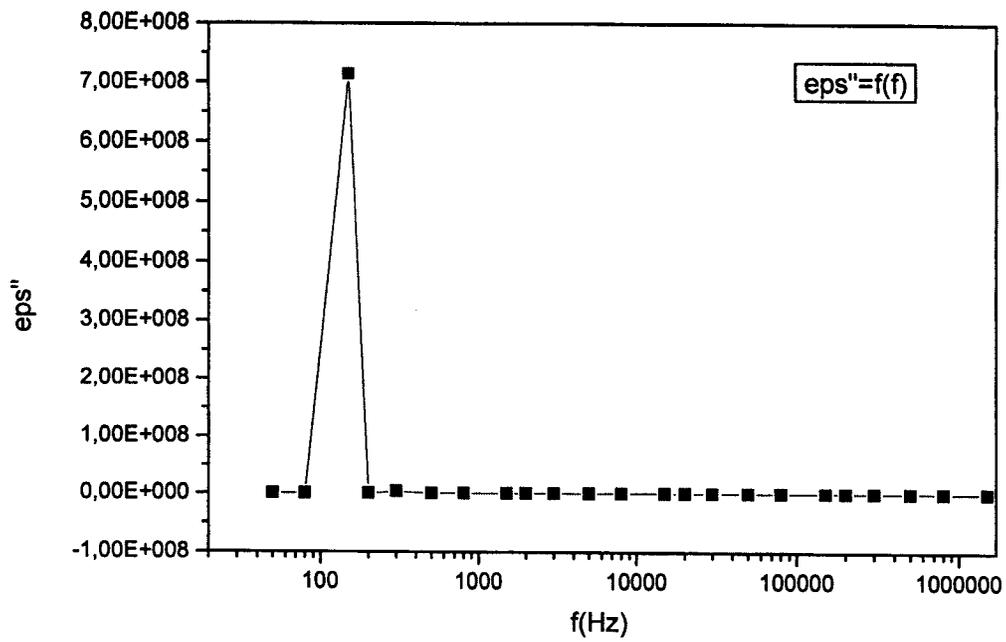


Figure 58: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+3.33% fibre de verre.

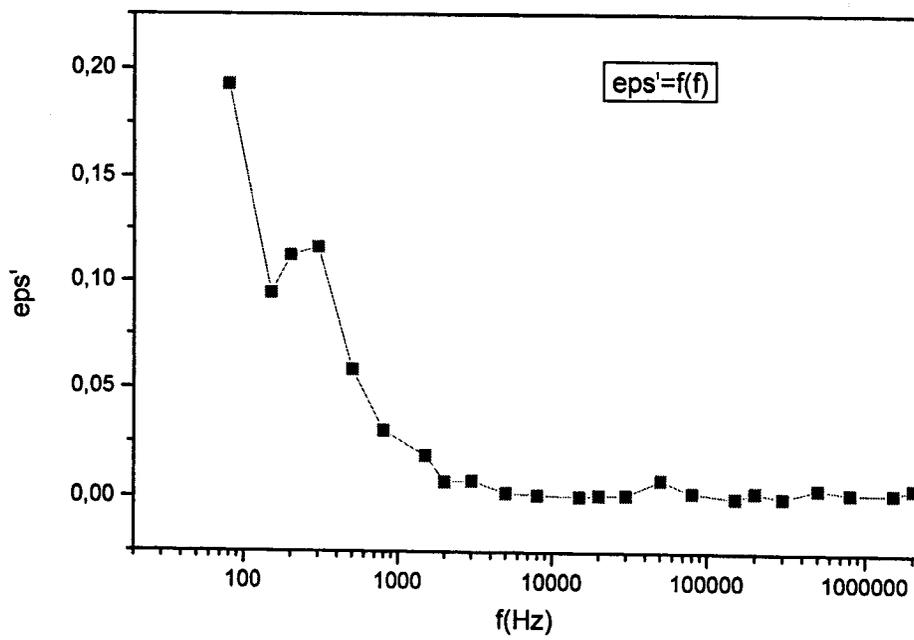


Figure 59: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+3.88% fibre de verre.

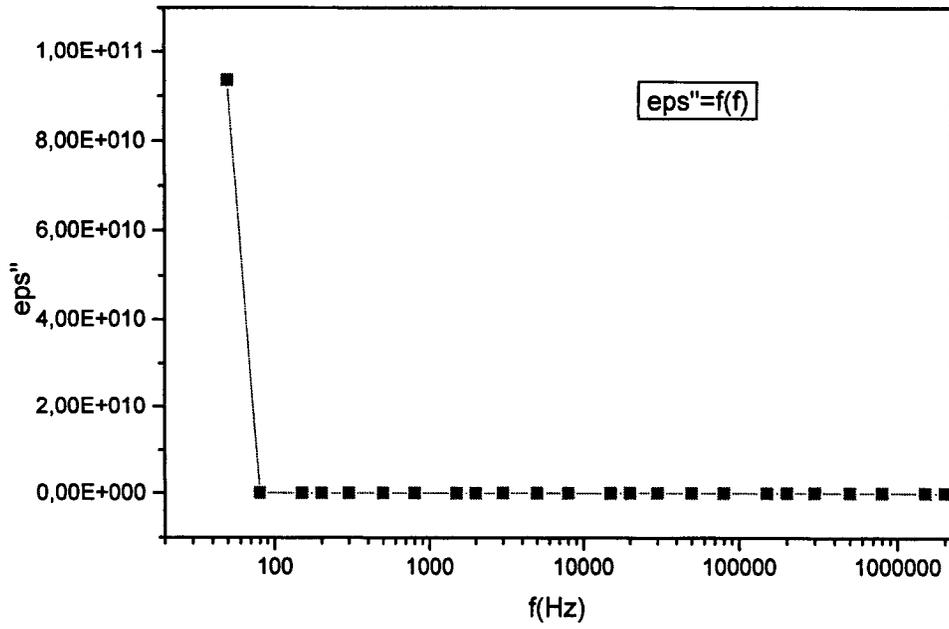


Figure 60: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.88% fibre de verre.

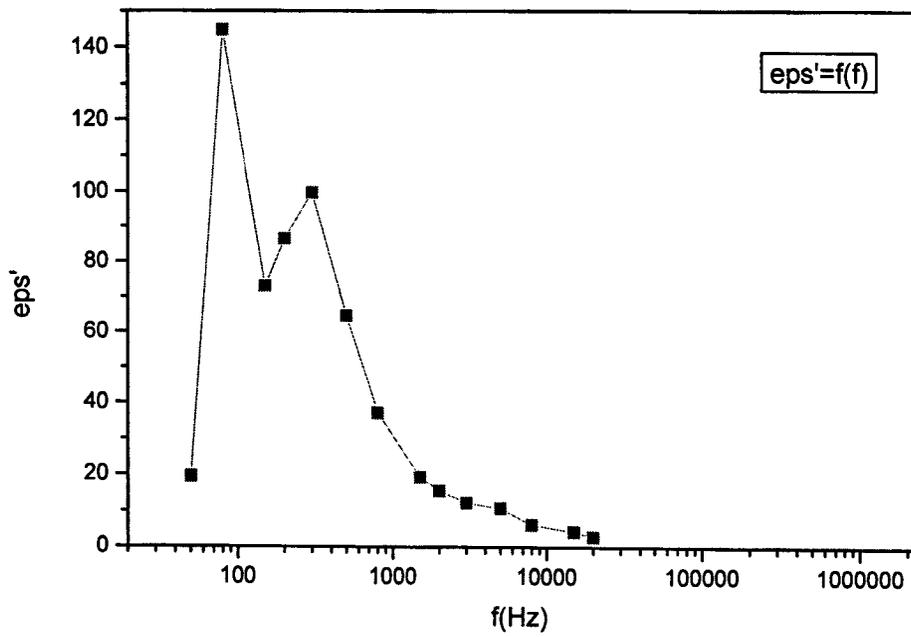


Figure 61: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence f pour l'argile+4.44% fibre de verre.

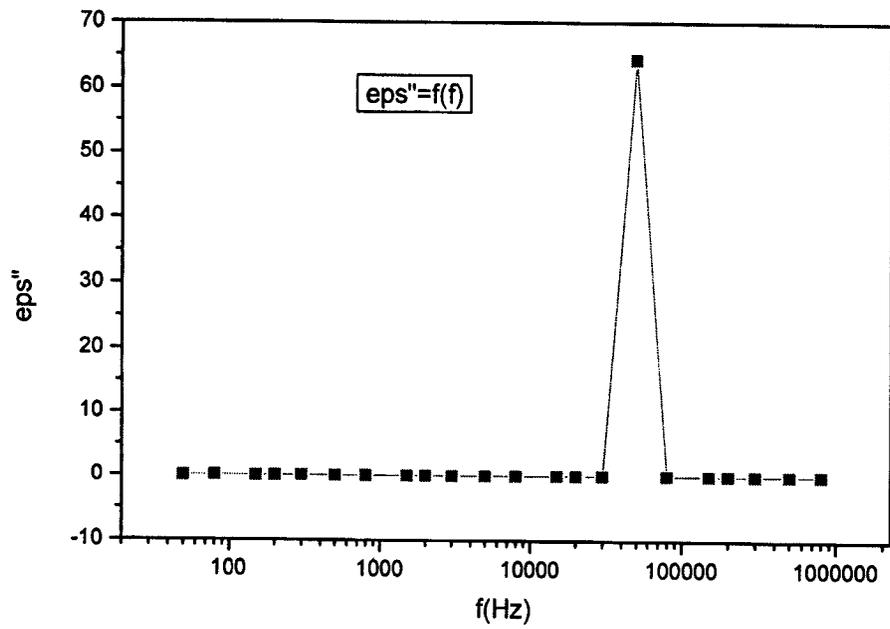


Figure 62: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+4.44% fibre de verre.

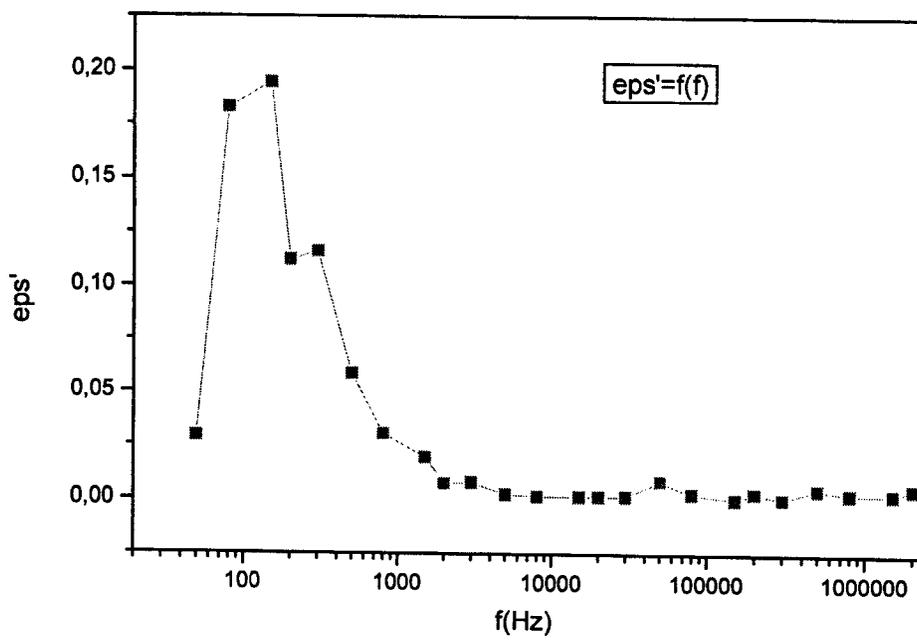


Figure 63: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+5% fibre de verre.

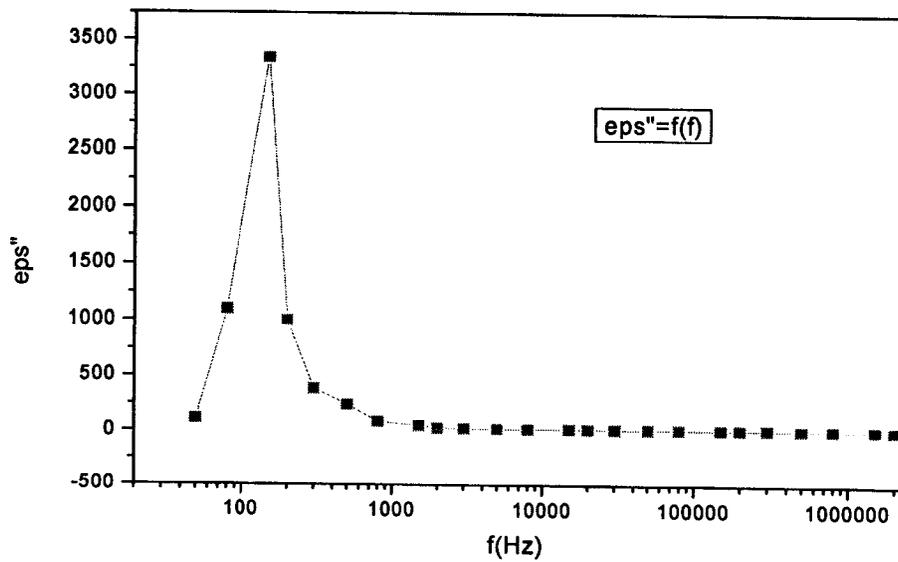


Figure 64: la constante diélectrique relatif  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+5% fibre de verre.

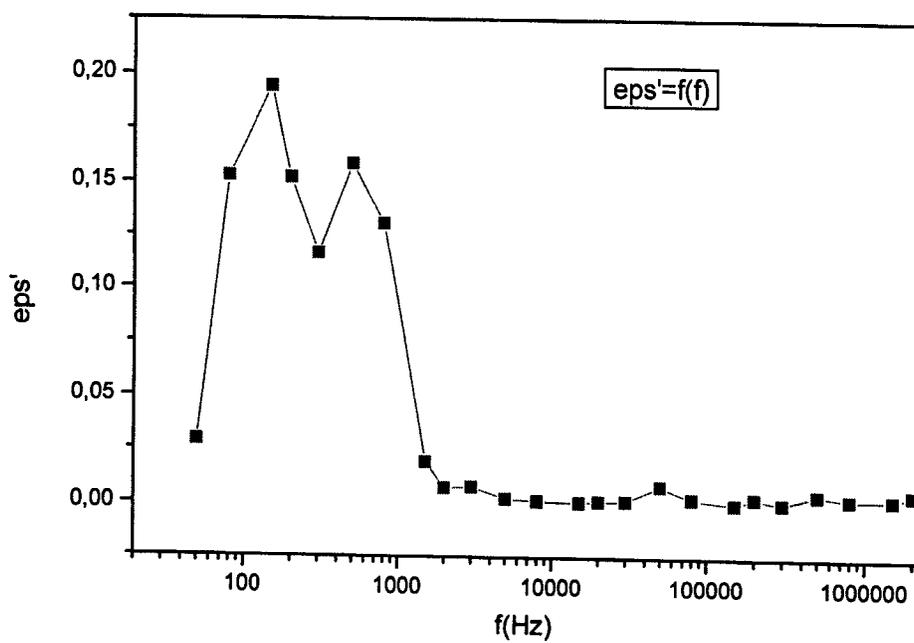


Figure 65: la constante diélectrique relatif  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+5.55% fibre de verre.

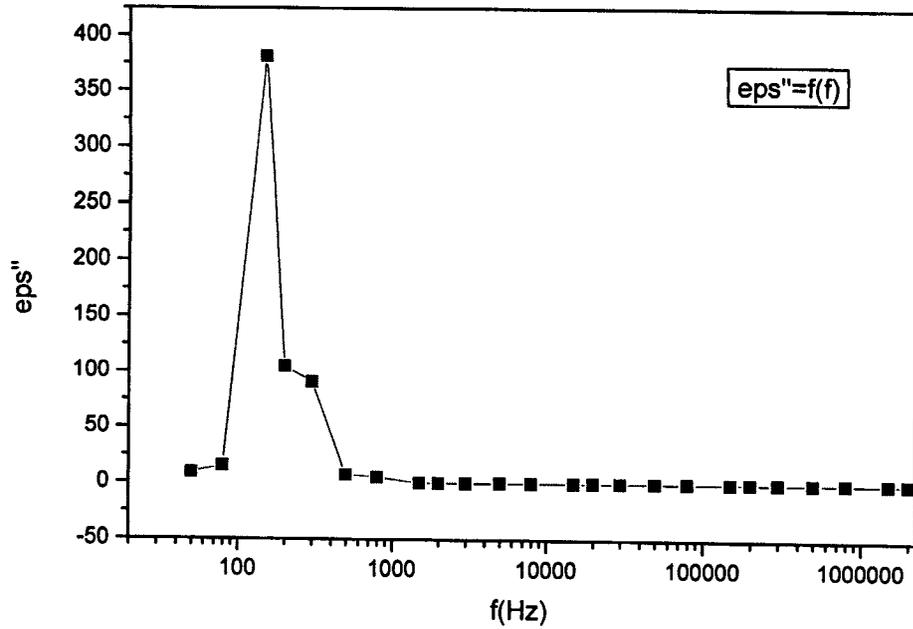


Figure 66: la constante diélectrique relatif  $\epsilon_r''$  en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+5.55% fibre de verre.

3. Les diagrammes de Cole et Cole : la permittivité relative réelle en fonction de la permittivité relative imaginaire :

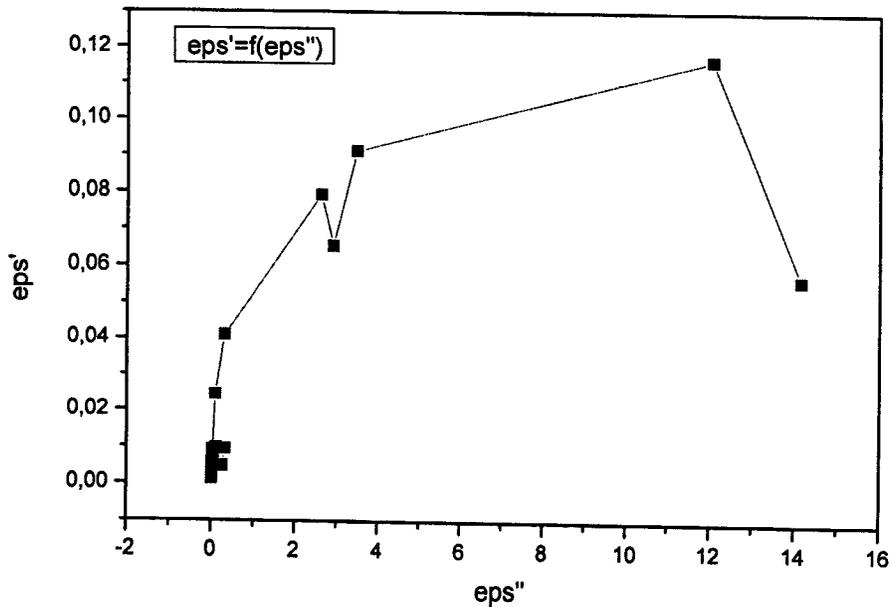


Figure 67: Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence  $f$  pour l'argile+0% fibre de verre et San frittage.

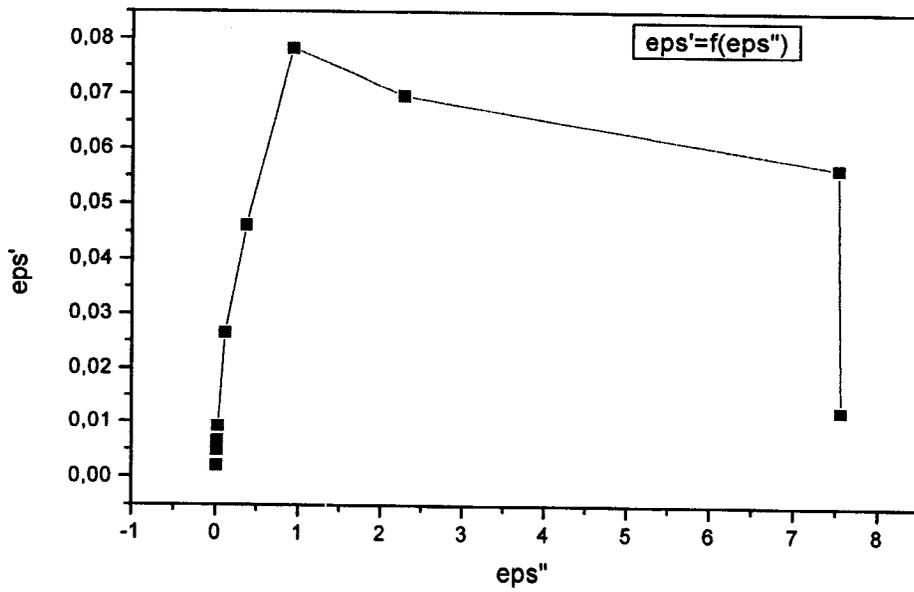


Figure 68: Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.22% fibre de verre et San frittage.

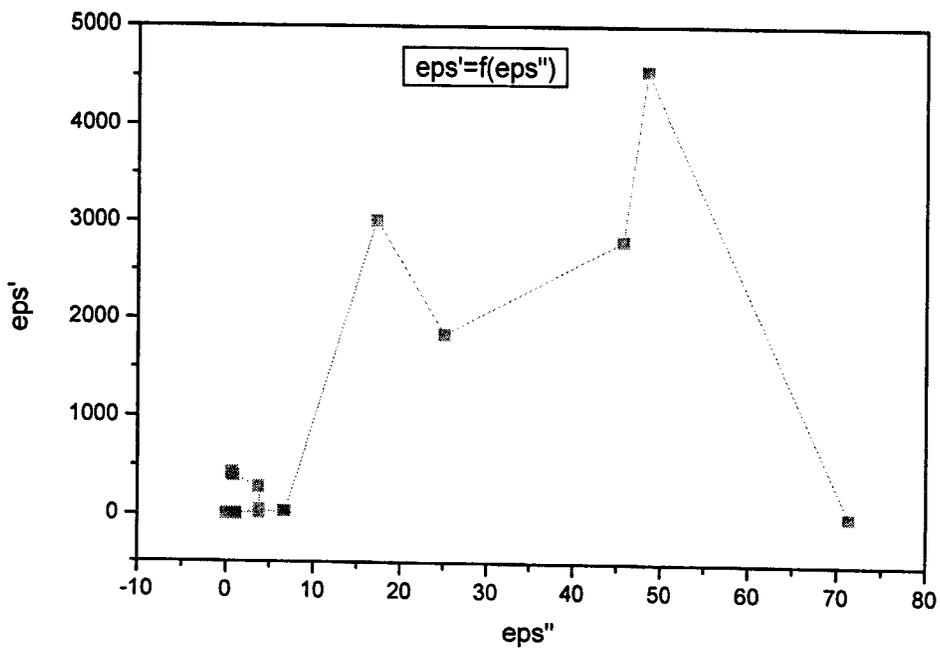


Figure 69: Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence f pour l'argile+2.77% fibre de verre et San frittage.

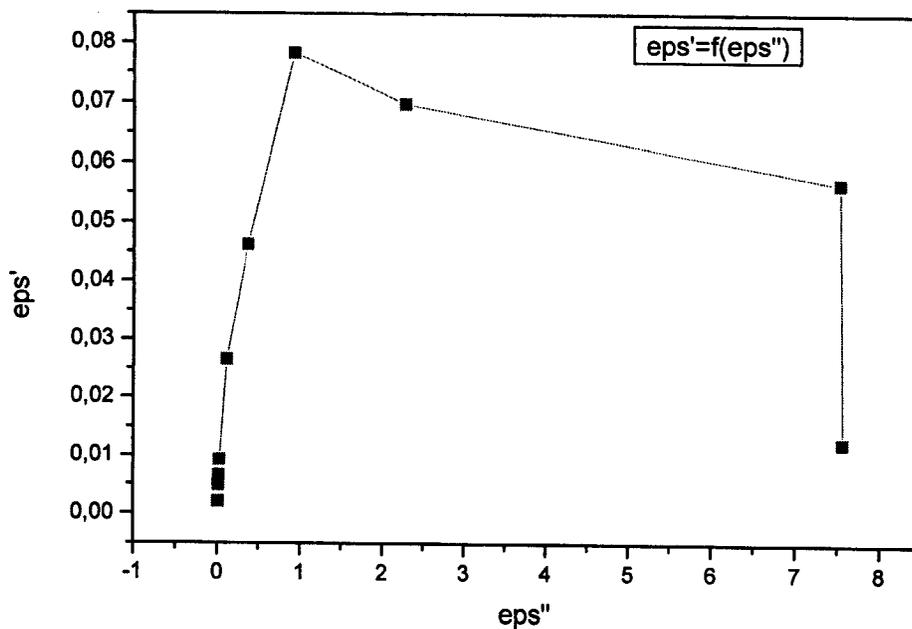


Figure 70: Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.33% fibre de verre et San frittage.

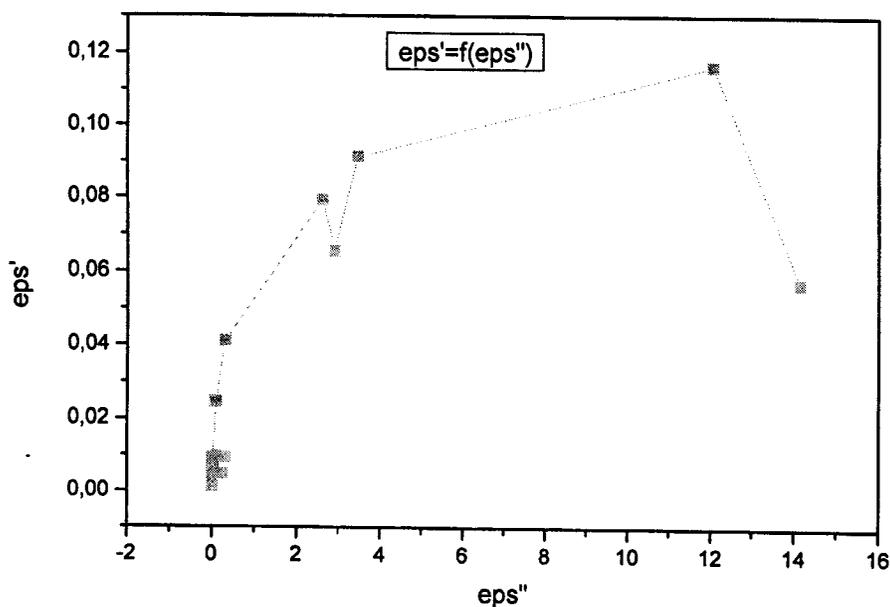


Figure 71: Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence f pour l'argile+3.88 % fibre de verre.

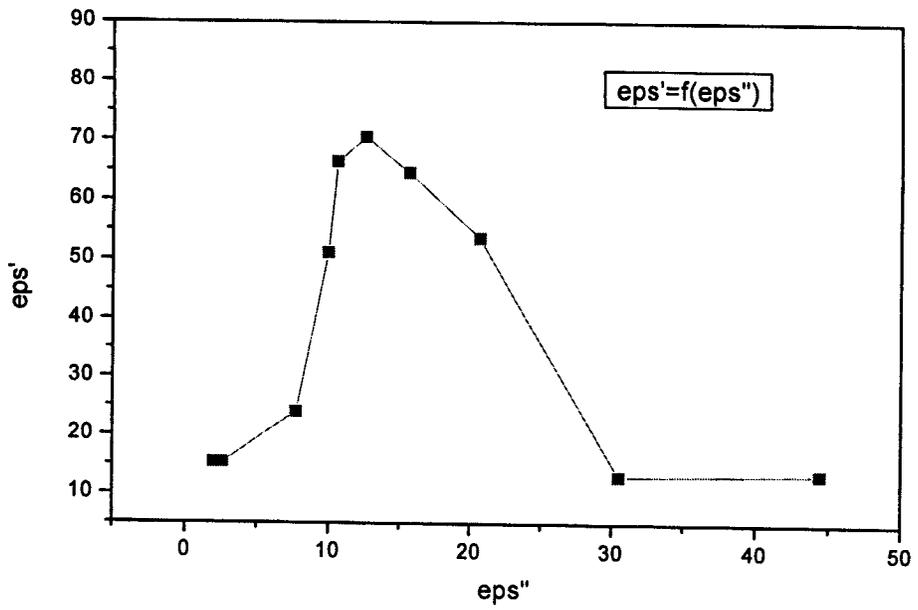


Figure 72: Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence f pour l'argile+4.44 % fibre de verre.

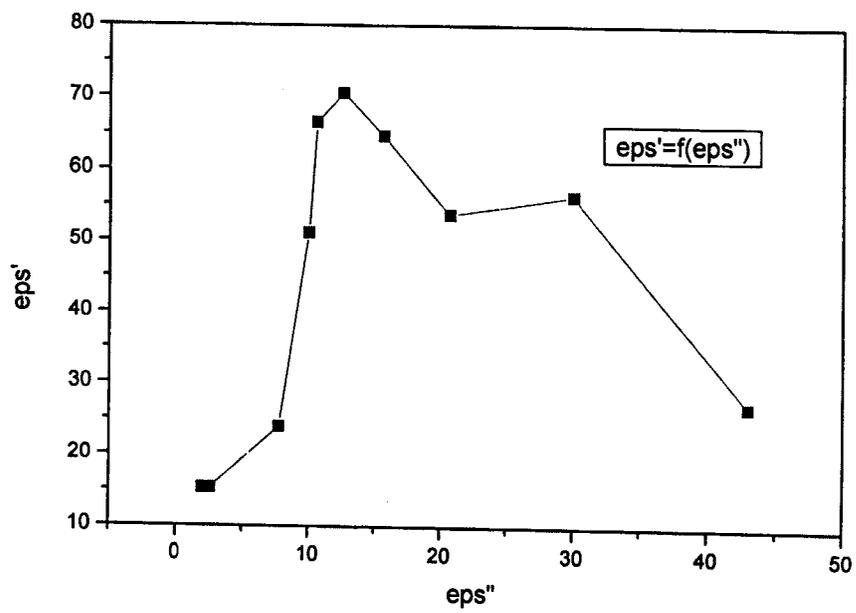


Figure 73: Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence f pour l'argile+5% fibre de verre.

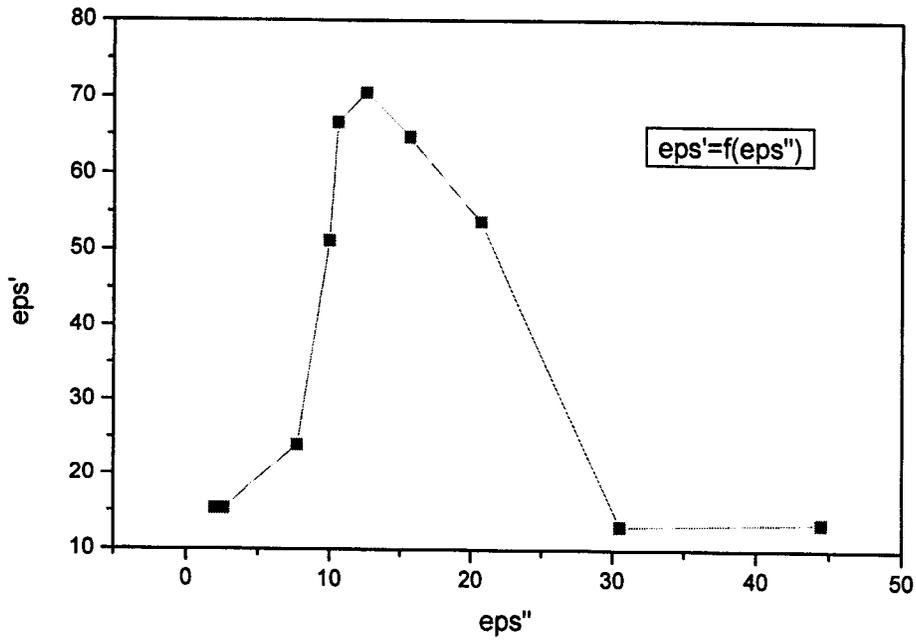


Figure74 : Diagramme de Cole et Cole en fonction de la fréquence f pour l'argile+5.55% fibre de verre.

4. Les pertes : toute les courbes de les pertes en fonction de la fréquence sont les même voici un exemple :

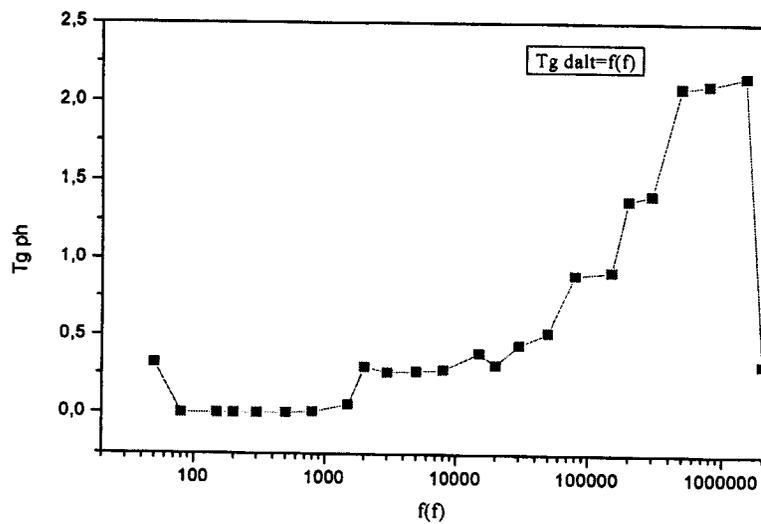


Figure 75 : les pertes tg  $\delta$  en fonction de la fréquence f.

5. Le diagramme de la tension en fonction de la fréquence :

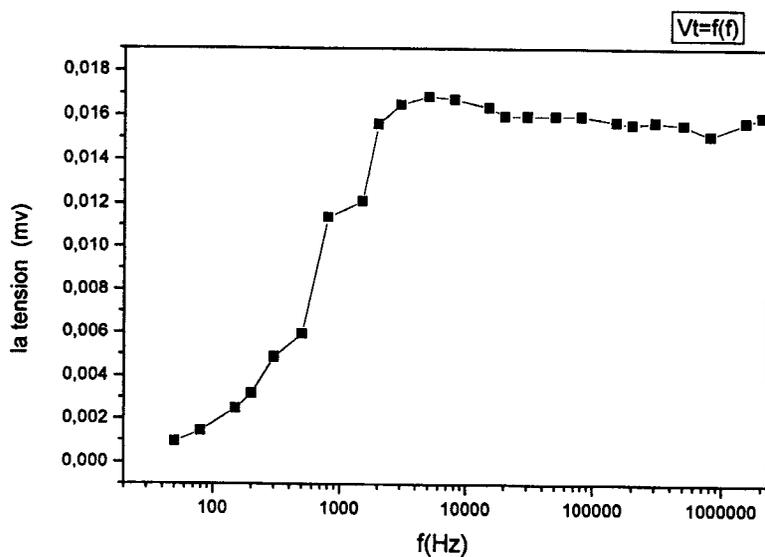


Figure 76 : La tension  $V_t$  en fonction de la fréquence.

Mesure de la ténacité

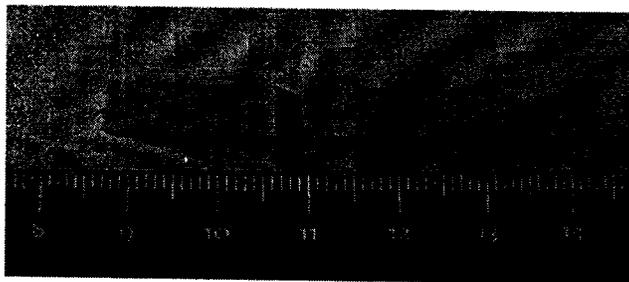
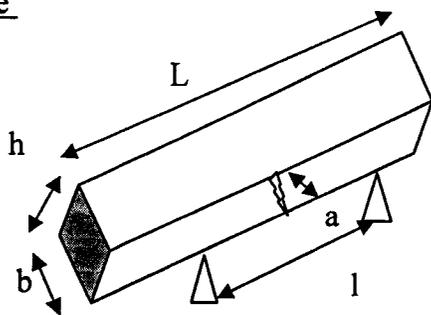


Figure 1-9 : L'échantillon réalisé pour les essais mécaniques.

$a = 1/10$  mm,

$b$  : La largeur de nos échantillons ( $b=h=3$ mm),

$h$  : l'hauteur de nos échantillons,

$L$  : la longueur de nos échantillons ( $L=40.2\text{mm}$ )

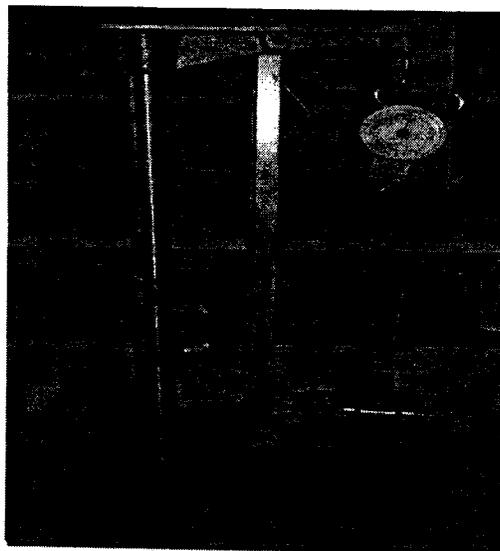
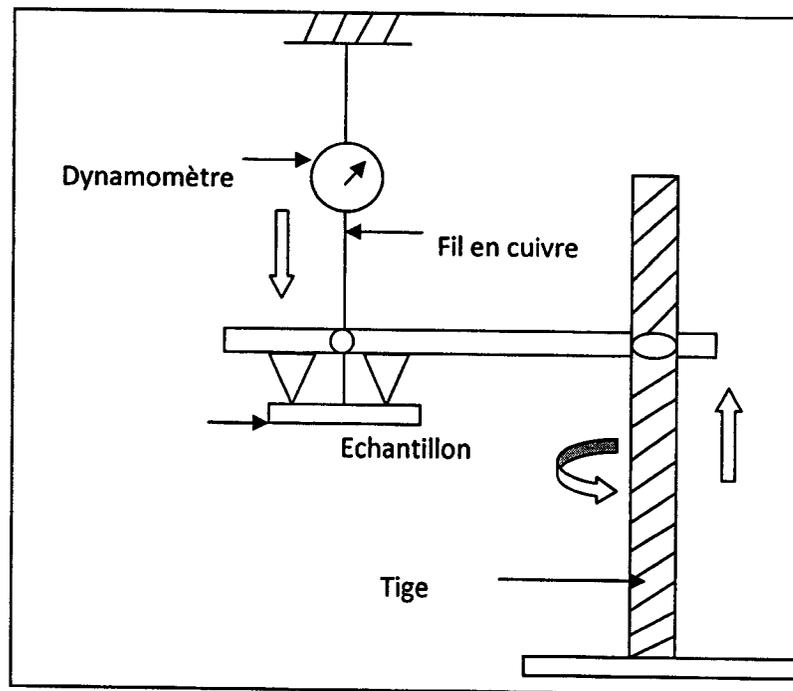


Figure1-10 : dispositif pour calcul la ténacité.

On fait notre calcul de la résistance à la propagation des fissures par la relation suivante :

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

Où y est la facture de forme géométrique et calculé par la relation suivante :

$$y = 1.9b + 3.0\left(\frac{a}{h}\right) + 13.66\left(\frac{a}{h}\right)^2 + 23.98\left(\frac{a}{h}\right)^3 + 15.22\left(\frac{a}{h}\right)^4$$

Et P : le poids.

$$p = mg$$

m : la masse,

g= 9.81N est la pesanteur.

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

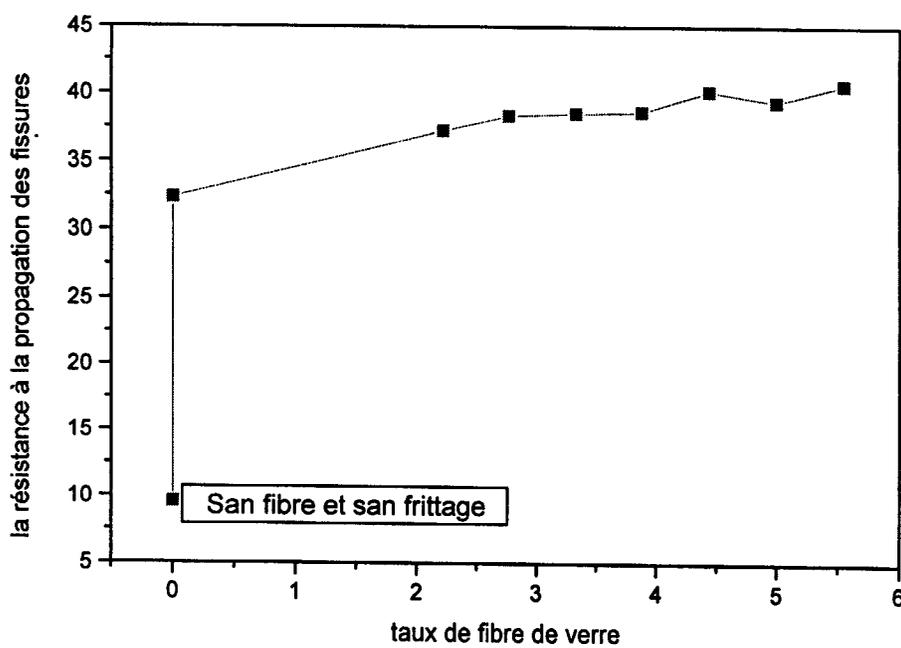


Figure 77: la résistance à la propagation des fissures en fonction du taux de fibre de verre.

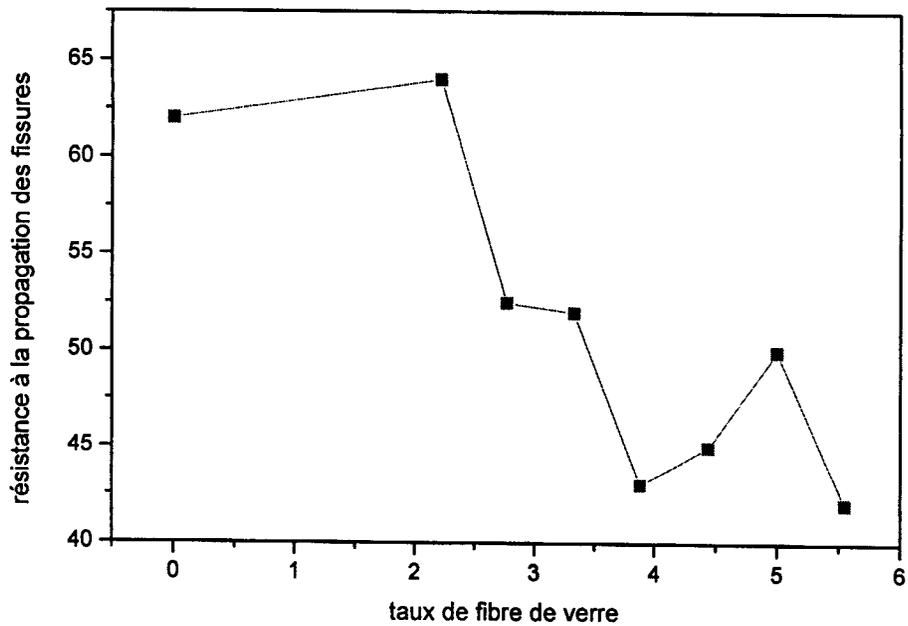


Figure78 : les résultats de l'année passée [6].

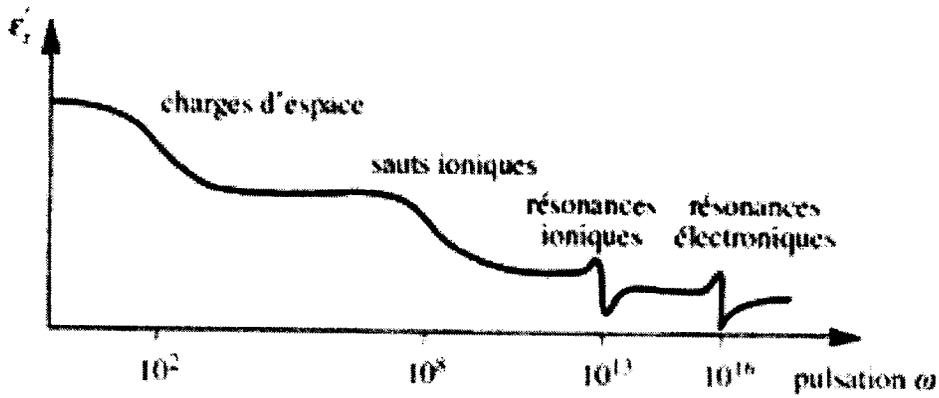


Fig.79 : Variation du constant diélectrique d'un matériau linéaire en fonction de la fréquence

**Partie III :**

**Interprétation des résultats :**

- Après la réalisation des mesures électriques (mesure de permittivité et pertes diélectriques) sur tous les échantillons préparés, nous avons cherché à comparer l'influence de l'ajout de fibre de verre et du frittage sur les propriétés diélectriques. Les résultats des mesures diélectriques se présentent comme suit :



- Lorsque le condensateur est rempli par le matériau, la capacité doit normalement augmentée. Mais nos mesures montrent au contraire une diminution, ceci semble provenir, d'une part du fait que notre dispositif se comporte comme un filtre passe haut ; d'où une forte atténuation du signal mesuré et augmentation des incertitudes de mesure. D'autre part nous pouvons soupçonner l'existence d'effets inductifs variables avec la fréquence et qu'il faudrait évaluer (fig.2). Le frittage ainsi que l'ajout de fibre de verre ont pour effet de modifier la capacité dans le sens d'une augmentation.
- D'après les courbes, nous constatons que les permittivités diminuent avec la fréquence pour les différents types de composites. La permittivité reste pratiquement constante sur plusieurs décades de fréquences.
- Les pertes diélectriques sont presque constantes vers les basses et moyennes fréquences, alors qu'elles subissent une croissance importante vers les hautes fréquences.
- D'après nos résultats, nous observons que l'influence de l'ajout de fibre de verre est minime sur la variation de la conductance avec la fréquence. La conductance présente un « pic » de variation dans une plage étroite de fréquence et durant laquelle la permittivité est en train de décroître. Cette dernière observation est en accord avec les théories générales que nous trouvons dans la littérature [ 4] (voir fig.79 ).
  - Rappelons que nous avons fritté nos échantillons pendant 4 heures et à une température de 1000 °C. Ces conditions opératoires ont eu pour conséquences une augmentation de la force de cisaillement par rapport au matériau non fritté. Aussi le coefficient de ténacité atteint rapidement un comportement asymptotique avec le taux de fibre de verre. Nous observons aussi une augmentation de la ténacité avec l'ajout de fibre de verre.
  - Signalons que ces résultats sont en contradiction avec ceux obtenus par Medjaoui Imène [ 6]. Ceci s'explique certainement par la température basse de frittage qu'elle a utilisé ainsi que le temps de frittage plus court. En effet sous ces conditions la fibre de verre jouera le rôle d'inclusion qui concentre les contraintes et à partir de laquelle les fissures pourront se propager très rapidement. Par contre dans notre cas la phase vitreuse s'est beaucoup fluidifiée, a rempli les pores et contribue ainsi à répartir les efforts d'où une plus grande ténacité.

### Conclusion :

Le travail que nous venons de présenter nous a permis de maîtriser et de prendre connaissance avec un certain nombre de protocoles expérimentaux et de techniques de fabrication des matériaux céramiques.

- La fabrication et le façonnage de forme céramique est un art qui contient énormément de « ficelles » qui permettent de bien réussir ces échantillons (taux d'humidité, conditions de séchage, mise en forme, inclusion de rajout, ...)
- Les propriétés mécaniques des matériaux élaborés sont totalement différentes de ceux obtenus par d'autres chercheurs. Ceci dénote de l'importance des conditions de frittage.
- Nous nous sommes initiés aux techniques de mesure des paramètres diélectriques d'un matériau, bien que notre banc d'essai doit être amélioré – qualité des instruments de mesure – qualité du générateur – qualité du câblage – amélioration de la cellule de mesure.
- L'étude comparative sur le matériau fritté possédant différents taux de fibres de verre, montre que les propriétés mécaniques s'améliorent comparativement au matériau non fritté. Par contre l'ajout de fibres de verre influence peu ces mêmes propriétés.

$$P_e = M_e \text{ moy} / V_f = 0.9961 \text{ g/cm}^3$$

## Références bibliographiques

---

- [1] Jean-Marie Berthelot – Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures, LAVOISIER (2005).
- [2] L'univers des Matériaux composites sur : [www.composite.free.fr/generalite.htm](http://www.composite.free.fr/generalite.htm)
- [3] W. Kurz, J.P.Mercier, G. Zambelli, Introduction à la science des matériaux, Presse polytechnique et universitaire, (1991).
- [4] Jean Marie Haussonne, Céramiques pour l'électronique et l'électrotechnique. Les presses polytechniques et universitaires romandes (2002).
- [5] Jean Marie Haussonne, Paul Bowen, Claude Carry et James Barton, Céramiques Et Verres : principes et techniques d'élaboration, vol 16, traité des matériaux. Presses polytechniques et universitaires romandes (2005).
- [6] MEDJAOUI I . mémoire de fin d'étude des propriétés mécaniques et diélectriques d'un matériau composite à basse d'argile et fibre de verre, Universités de Tlemcen faculté des sciences, (2008) .
- [7] Mahmoudi Ammaria et Benaissa Fatima, mémoire de fin d'étude des caractéristiques structurelles macroscopiques et diélectriques des composites : marne /carbone application à la filtration, Universités de Tlemcen faculté des sciences, (2008).
- [8] Soliman Abdallah, contribution a l'étude des propriétés électriques et diélectriques et du  $B_{14}Si$ , Universités de Tlemcen faculté des sciences, (1978).
- [9] 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.