



Université Mohamed Khider de Biskra
Entrez votre faculté
Entrez votre département

MÉMOIRE DE MASTER

Science de la matière
Physique
Matière condensée

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :
Aiteur Batoul

Le : 10-6-2024

Etude de l'effet des additions sur la densité d'un matériau céramique à base de verre usagé.

Jury :

Mr	Baazouzi Mourad	MCA	Université d'appartenance	président
Ms	Benyahia Nawel	MCB	Université d'appartenance	Encadreur
Ms	Agti Fatima Zohra	MCB	Université d'appartenance	Rapporteur

Année universitaire : 2024-2025

Remerciment

Aux édifices scientifiques majestueux, la Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie, Département de Physique de la Matière Condensée qui a embrassé mon ambition et fut une demeure pour la science et la connaissance.

D'un cœur empli de gratitude, je dédie ce modeste travail à tous ceux qui ont contribué à son enrichissement et à sa réalisation, en particulier ma chère famille.

Mes remerciements et ma considération à ma distinguée encadrante Benyahia Nawel, qui fut un phare pour moi sur mon chemin scientifique.

Merci au distingué jury de soutenance pour leur temps précieux et leurs judicieux conseils qui ont enrichi ce travail. Mes profonds remerciements aux laboratoires de physique et de chimie et aux laboratoires de recherche scientifique qui furent un terrain

شكر وتقدير

استراحة من فضل الله تعالى الواسع، كما قال سبحانه: ﴿لئن شكرتم لأزيدنكم﴾ (إبراهيم-07-)، فاني أشكر المولى عز وجل على نعمه التي لا تعد ولا تحصى، ومن ذلك ما انعم به علي من نعمة العلم، وأحمده سبحانه أن أوزعني شكره فاللهم لك الحمد أولا و آخرا ظاهرا و باطنا، ولك الشكر حتى ترضى، أنت كما اثبتت على نفسك، لا أحصي ثناء عليك.

وامنتالا لمعلم ومؤدب البشرية، محمد رسول الله ﷺ، خير البرية، عليه أفضل الصلاة والسلام حين قال:

﴿لا يشكر الله من لا يشكر الناس﴾

أتقدم بجزيل الشكر الى من أوصاني بهما برا واحسانا والدي الكريمين، أطال الله في عمرهما وألبسهما لباس الصحة والعافية بفضلهما ها انا اقطف ثمار جهدي هم اكثر الداعمين لي من بعد الله عز وجل.

الى من جمعنا بهم بيت واحد وكانوا خير سند في كل وقت وحين، اخوتي الأعزاء مروان، عبير، أحمد.

الى من سيشاركني رحلة الحياة الى رفيق الدرب عقبة.

الى جميع معارفي الاوفياء وأقربائي وددت ان أذكرهم الان : عمتي حياة لها فضل كبير علي ،من علمتني القران واحكامه ومن وجدت لها سند في وقت ضيقي وفرحي اشكرك جزيل الشكر.جدي احمد الذي فارقه المنية رحمة الله عليه اللهم اغسله بالماء والثلج والبرد، لم انس قط ذكرياتي معه ونصائحه وحكاياته ،من يقرأ مذكرتي أرجو أن تترحم عليه فضلا ، جدي مسعود وجدتي حدة ويمينة بارك الله فيكم واطال في عمركم.خالاتي وعماتي وبنات خالتي و أخوالي وأعمامي وبنات عمي ورفقاء دربي أميمة وأميرة لكم مني جميعا بالغ الشكر والعرفان .

الى من علمني حرفا طيلة مساري الدراسي ولم ييخل علي بعطاءه

كل الشكر الى الأستاذة المؤطرة الصبورة والمشجعة لي نوال بن يحيى ،قدمت لي كل الدعم وسعت الى نجاحي، وكذا الأستاذ بلعمري جمال وأعضاء اللجنة

الى نفسي التي راهنت على النجاح والى كل من اتسع قلبي لهم وضافت هذه الورقة عن ذكرهم ،اهدي لكم عملي المتواضع عرفانا بالجميل لكم والحمدلله على التمام وحسن الختام.

Sommaire

Introduction générale.....	1
Références	3
<u>Chapitre 01: Généralités sur la mousse vitrocéramique</u>	
1 Introduction	5
2 Types de matériaux céramiques.....	5
2.1 Céramique traditionnelle.....	5
2.2 Céramiques techniques	5
2.3 Vitrocéramique	6
3 Principales familles de matériaux poreux	8
3.1 Des solides poreux naturels	8
3.2 Les matériaux poreux industriels	8
3.2.1 Les métaux poreux	9
3.2.2 Les matériaux céramiques poreux.....	10
3.2.3 Les mousses polymères.....	10
4 Mousse vitrocéramique.....	11
4.1 Définition.....	11
4.2 Raison du nom	11
4.3 Aperçu historique de mousse vitrocéramique.....	12
5 Description microstructurale	13
6 La Porosité	14
7 Les différents types de mousse	14
7.1 Mousses vitrocéramiques à pores fermés	15
7.2 Mousses vitrocéramiques à pores ouverts.....	15
8 Les propriétés physiques et chimiques	15
8.1 Les propriétés physiques.....	15
8.2 Les propriétés chimiques	17
9 Facteurs affectant les propriétés de la mousse.....	17
10 Les agents gonflants	18
10.1 Les agents gonflants physiques.....	18
10.2 Les agents gonflants chimiques	18
10.3 Les agents gonflants volatils	18
11 Les méthodes de préparation :	19
11.1 Méthode d'imprégnation de mousse organique.....	19
11.2 Méthodes de moussage	19

11.3	La méthode de formation de pores	19
11.4	Méthode sol-gel	20
11.5	Les nouvelles méthodes	20
11.5.1	Méthode de moulage par injection de gel	20
11.5.3	Méthode de lyophilisation	21
12	Quelques exemples de céramiques poreuses et leurs propriétés :	21
12.1	Céramique poreuse à partir de déchets de verre (les vitrocéramiques) :	21
12.2	Céramiques poreuses obtenues à partir de matières premières :	22
12.3	Céramiques poreuses obtenues à partir de matériaux synthétisés	23
12.4	Céramiques poreuses obtenues à partir de matières premières et de déchets	24
13	Pays et entreprises produisant de la mousse de verre céramique	25
14	Application du mousse vitrocéramique	25
14.1	Applications traditionnelles	25
14.1.1	Matériau d'isolation thermique	25
14.1.2	Matériau d'isolation acoustique	26
14.2	Applications innovantes	26
14.2.1	Prise en charge du catalyseur	26
14.2.2	Nomination	26
14.2.3	Absorption des micro-ondes	27
	Références	29

Chapitre 02 : Matériaux, méthodes de caractérisation et procédures expérimentales

1.	Introduction	34
2.	Matériaux et instruments	34
2.1	La matière première	34
2.2	Matériaux gonflables	34
2.3	Les instruments	36
3.	Méthodes de caractérisation	38
3.1	Densimètre électronique	38
3.2	Analyse par Spectromètre infrarouge (FT-IR)	38
3.3	Analyse par spectromètre UV-VIS	40
4.	Procédures expérimentale	41
5.	Références	59

Chapitre 03: Résultats et discussion

1.	L'objectif de l'étude	48
2.	Résultats et discussion	48

2.1	Caractérisation de la matière première.....	48
2.1.1	Caractérisation par la densité	48
2.1.2	Caractérisation par spectroscopie infrarouge (FT-IR)	49
2.1.3	Caractérisation par spectroscopie UV-Visible.....	51
2.2	La densité des échantillons vitrocéramiques.....	52
2.2.1	L'effet de la granulométrie	52
2.2.2	L'effet de la pression	53
2.2.3	L'effet des additions porogène	54
3.	Références.....	59
	Annexe.....	60
	Conclusion générale	63
	Résumé	65

Liste des figure

Chapitre 01	
Figure 1.1 : l'alumine Al_2O_3 .	3
Figure 1.2 : le carbure de silicium SiC .	3
Figure 1.3 : la zircone ZrO_3 .	3
Figure 1.4 : structure d'un céramique alumineuse et céramique de zercone.	3
Figure 1.5 : microphotographie en microscopie électronique à balayage d'un échantillon de vitrocéramique.	4
Figure 1.6 : Structures poreuses normales, (a) Coupe transversale de l'os réticulaire poreux d'une baleine ; (b) Une image optique montrant la morphologie poreuse du corail ; (c) Une image montrant la morphologie poreuse de la pierre ponce ; (d) Coupe transversale montrant la morphologie poreuse de la lave ; (e) Vase Fabriqué en pierre de basalte poreuse.	4
Figure1.7 : Structures métalliques poreuses (a) Image au microscope électronique à balayage (MEB) de l'alliage(Ti Ni Fe) Porosité fabriquée par frittage de poudre ; (b) Micrographie d'un matériau poreux fabriqué par frittage de fibres métalliques ; (C, d) Images au microscope électronique à balayage (MEB) d'échantillons de mousse de nickel de plusieurs épaisseurs obtenues par la méthode de localisation des métaux ; (c) une fine couche de nickel ; (d) Couche épaisse de nickel ; (e) Mousse d'aluminium produite par moussage à l'état fondu ; (f) Métal poreux de type Lotus préparé par solidification Routeur tactique pour métal-gaz.	5
Figure 1.8 : Cliché de microscopie électronique à balayage d'une mousse céramique SiC obtenue par imprégnation d'une mousse de polyuréthane après pyrolyse à 900 °C.	6
Figure 1.9 : Mousses polymères à structure poreuse tridimensionnelle : (a) mousse de polyuréthane à cellules ouvertes, (b) mousse de polyoléfine à cellules fermées.	7
Figure 1.10 : (a) Une vue 2D de la mousse avec une caméra numérique à une résolution de 20mm. (b) Le même image avec un grossissement plus élevé, qui a été obtenue à l'aide d'un appareil ESEM à une résolution de 2mm. (c) La même image avec une résolution de 20 μm .	9
Figure 1.11 : Illustration de mousse a porosité ouverte et fermée.	10
Figure 1.12 : Définition de “pore”, and “parois cellulaires”.	11
Figure 1.12 : chlorofluorocarbure (C : chlore, F : fluorine, C : carbone).	15
Figure 1.13 : hydrocarbures (HC), les sphères noires sont des atomes de carbone, les blanches ceux d'hydrogènes.	15
Figure 1.14 : filtre en céramique.	23
Figure 1.15 : filtres en céramique pour la filtration de fonderie.	24
Figure1.16 : applications d'une mousse vitrocéramique.	24
Chapitre 02	
Figure 2.1 : béciers en verre endommagés.	31
Figure2. 2 : a)charbon actif , b)Carbonate de sodium, c)Carbonate de calcium.	32
Figure 2.3 : a) Balance électronique, b) Broyeur électrique.	33
Figure 2.4 : a). Tamis, b). Mortier avec pilon, c). Étuve.	33
Figure 2.5 : Presse hydraulique et son schéma de principe de fonctionnement , moule métallique et four de frittage.	33

Figure 2.6 : l'appareil de la densité et son schéma.	34
Figure 2.7 : spectromètre FT-IR et le schéma de ces composants.	34
Figure 2.8 : Spectromètre UV-VIS.	35
Figure 2.9 : Etapes de préparation de la matière première (poudre de verre).	35
Figure 2.10 : Etapes de préparation de poudre avec charbon actif.	35
Figure 2.11 : L'ajout d'un agent moussant (agent porogène).	36
Figure 2.12 : échantillon sous forme de pastillé après compression.	36
Figure 2.13 : Courbe thermique de frittage.	36
Figure 2.14 : exemple d'échantillons de vitrocéramique poreuse préparées.	37
Chapitre 03	
Figure 3.1 : spectre FTIR de la poudre de verre.	48
Figure 3.2 : spectre de transmission du verre massif.	49
Figure 3.3 : spectre de transmission des verres : SCHOTT DURAN et PYREX.	50
Figure 3.4 : L'effet de la taille des grains.	50
Figure 3.5 : L'effet de la pression.	51
Figure 3.6 : L'effet de charbon actif.	52
Figure 3.7 : L'effet de charbon actif et CaCO_3 .	53
Figure 3.8 : L'effet de charbon actif et Na_2CO_3 .	56
Figure 3.9.1 : L'effet de charbon actif et de mixture $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$.	59

Liste des tableaux

Chapitre 01	
Tableau 1.1 : nomenclature relative à la taille des pores.	9
Tableau 1.2 : étude antérieures sur la préparation de mousses vitrocéramiques comparées à ce travail.	18
Tableau 1.3 : Propriétés des matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matières premières.	19
Tableau 1.4 : Propriétés des matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matériaux synthétisés	20
Tableau 1.5 : Propriétés des matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matériaux argileux et des déchets	21
Chapitre 02	
Tableau 2.1 : masse molaire des matériaux utilisés.	32
Tableau 2.2 : Les pourcentages et la masse équivalant des poudres de verre et du charbon actif préparés.	41
Tableau 2.3 : les différents pourcentages de CaCO_3 dans les quatre mélanges.	42
Chapitre 03	
Tableau 3.1 : Comparaison des densités des différents types de verre.	53

Abréviation

CO₂ : dioxyde de carbone.

CaCO₃ : carbonate de calcium.

Na₂CO₃ : carbonate de sodium.

SiC : carbure de silicium.

MnO₂ : dioxyde de manganèse.

CFC : chlorofluorocarbures.

HC : hydrocarbures.

N : azote.

FTIR : spectroscopie infrarouge à transformé de fourier.

UV-VIS : spectroscopie ultraviolet et visible.

a : échantillon qui contient 50% de charbon actif.

b : échantillon qui contient 33.33% de charbon actif.

c : échantillon qui contient 20% de charbon actif.

d : échantillon qui contient 0% de charbon actif.

T : transmittance.

A : l'absorbance.

C : concentration de la substance.

L : est la longueur du trajet optique.

ρ : densité volumique.

ε : le coefficient d'absorptivité molaire.

P : porosité.

V_p : volume d'un vide d'un mousse vitrocéramique.

V_T : volume total du milieu poreux.

V_s : volume occupé par la matrice solide.

V_{op} : volume de porosité ouverte.

V_{fp} : volume de porosité fermés.

N₀ : la densité cellulaire.

n : nombre de cellule présentes dans la surface S.

S : surface.

S_{sp} : surface spécifique.

L_p : perméabilité.

J : écoulement d'un liquide.

ΔP : gradient de pression.

I_0 : Intensité initiale de la lumière.

I : est l'intensité de la lumière après le passage par l'échantillon à mesurer.

Introduction générale

Introduction générale

À l'heure actuelle, la pollution résultant de l'élimination des matériaux en fin de cycle de vie est considérée comme l'une des préoccupations majeures de notre époque. Il est donc devenu essentiel de réfléchir à des solutions et des alternatives pour relever ce défi et atténuer ses effets négatifs. Parmi les solutions proposées, le recyclage des déchets est apparu comme une option très souhaitable. En raison de la faible valeur de ces déchets sur le marché de la ferraille, une quantité énorme de résidus de verre est générée et nécessite une réutilisation. On la trouve principalement dans les déchets solides [1].

En ce qui concerne les déchets vitreux, la recherche s'est orientée vers la possibilité d'utiliser les déchets de verre comme matière première pour la fabrication de nouveaux céramiques. De nombreux avantages découlent de ce processus, tels que la réduction de la consommation d'énergie électrique, l'amélioration de la qualité des matériaux et la diminution des émissions de fluorure d'hydrogène et de dioxyde de carbone [2].

Les céramiques ont toujours fait partie intégrante de la civilisation humaine, leur utilisation remontant à des milliers d'années avec l'apparition des poteries et des briques utilisées dans la construction. De nos jours, nous trouvons ce matériau presque partout lorsque nous regardons autour de nous, car il se caractérise par un ensemble de propriétés qui l'ont rendu et le rendent toujours d'une importance capitale dans divers aspects de notre vie [3].

Avec les progrès constants de la science des matériaux et de l'ingénierie céramique, de nouveaux types aux propriétés améliorées et aux applications innovantes ont été développés. La céramique vitreuse poreuse fabriquée à partir de déchets de verre, sujet de ce mémoire, est un exemple frappant de cette évolution. Elle combine les propriétés du verre et de la céramique avec une structure poreuse unique qui ouvre de larges perspectives pour de nouvelles applications durables.

L'importance de cette étude réside dans la possibilité de fabriquer des matériaux céramiques vitreux à partir des déchets de verre récupéré du laboratoire pédagogique de chimie (département Science de la matière) de l'Université Mohamed Khider de Biskra.

L'objectif principal de « **l'Etude de l'effet des additions sur la densité d'un matériau céramique à base de verre usagé** » sera la fabrication d'un matériau vitrocéramique à partir

d'une matière abondamment disponible à savoir les verres défectueux qui sont considérées comme un déchet.

Cette étude repose sur une méthodologie scientifique comprenant la préparation d'échantillons de céramique vitreuse par la méthode **de frittage traditionnelle**, la caractérisation de la matière première à l'aide de diverses techniques d'analyse telles que la mesure de densité, la spectroscopie infrarouge et la spectroscopie ultraviolet-visible, puis l'étude de différents additifs charbon actif, CaCO_3 et NaCO_3 sur la variation de la densité de ces échantillons.

Ce travail sera présenté en trois chapitres : Un premier chapitre dédié à une étude bibliographique sur les divers types de céramiques et leurs applications. Un deuxième chapitre présente en détail les matériaux utilisés, les méthodes de caractérisation et leurs modes de fonctionnement et un troisième chapitre qui contient l'ensemble des résultats obtenus avec discussion et interprétation.

Enfin, une conclusion générale récapitulative et une Annexe.

Références

- [1] Zimmer, A., & Bragança, S. RA review of waste glass as a raw material for white wares. Journal of Environmental Management. (2019). 244, 161-171.
- [2] <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0950061818305580>.
- [3] <https://simafgroup.com/ar/post/al-ceramic>.

Chapitre :01

Généralités sur la mousse vitrocéramique

1 Introduction

Les déchets solides, tels que le verre brisé, constituent un risque environnemental et sanitaire majeur. Pour atténuer ce risque, la recherche s'oriente vers le recyclage de ces déchets et leur transformation en matériaux utiles tels que les géopolymères, le ciment, le béton et la céramique. Parmi ces matériaux, la mousse céramique vitreuse, produite à partir de déchets solides par traitement thermique, se distingue comme une option prometteuse pour une production propre. Grâce à ses propriétés, que nous aborderons plus loin, cette mousse a acquis une popularité croissante dans le contexte de la tendance au développement durable [1].

Ce chapitre a pour objectif de clarifier tous les aspects liés à la technologie de la mousse vitrocéramique, en détaillant ses caractéristiques, ses applications et ses procédés de fabrication.

Pour bien comprendre ce qu'est la mousse vitrocéramique, il est nécessaire de commencer par clarifier certains termes clés. Le terme « pore » en est un bon exemple, car il doit être défini avec précision pour éviter toute mauvaise interprétation et incertitude, où un « pore » est défini comme l'ouverture 2D [2], et le terme « mousse » qui présentent généralement des structures tridimensionnelles (3D) hautement poreuses divisées en cellules distinctes, où la cellule est un espace vide défini par des limites solides [3].

2 Types de matériaux céramiques

Les matériaux céramiques peuvent être classés en plusieurs types principaux :

2.1 Céramique traditionnelle

Il représente des produits céramiques contenant de l'argile, dont le pourcentage d'argile varie de 20 à 100 % et Silice et feldspath, et il est parfois désigné par les termes suivants :

Poterie, Porcelaine chinoise, Pots en céramique grès, Porcelaine [4].

2.2 Céramiques techniques

Il est constitué de composés chimiques purs tels que l'alumine (Al_2O_3), la zircone (ZrO_2) et le carbure de silicium (SiC)[4].

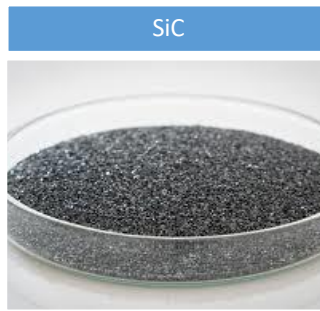
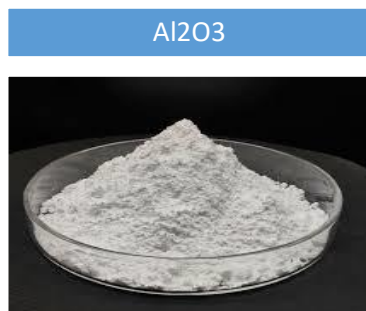


Figure 1.1 : l'alumine [5].

Figure 1.2 : le carbure de silicium [6].

Figure 1.3 : la zircone [7].

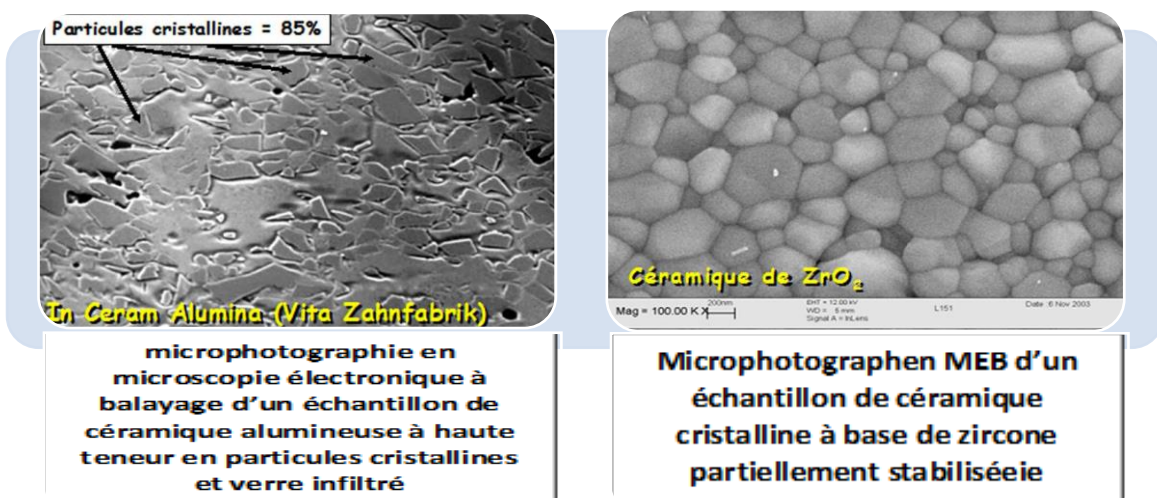


Figure 1.4 : structure d'un céramique alumineuse et céramique de zirconie [8].

2.3 Vitrocéramique

Les vitrocéramiques constituent une catégorie importante de matériaux qui ont connu un grand succès commercial. Ce sont des matériaux polycristallins produits par la cristallisation contrôlée du verre, et ils sont composés de cristaux orientés aléatoirement avec un peu de verre résiduel, généralement entre 2 et 5 %, le tout sans vides ni porosité [9].

- Facilité de traitement par rapport à la céramique traditionnelle : L'une des principales distinctions de la vitrocéramique par rapport à la céramique conventionnelle

(cristalline) est sa facilité de fabrication. Le processus de "frittage visqueux" pour la vitrocéramique est nettement plus rapide et plus simple que le "frittage à l'état solide" utilisé pour la céramique ordinaire. L'idée fondamentale derrière l'utilisation de la vitrocéramique est de tirer parti de la flexibilité du verre pour d'abord mouler des formes complexes et précises. Ensuite, ce verre est transformé en un matériau solide, plus résistant à la chaleur, dont les propriétés finales peuvent être ajustées avec précision grâce à un processus de "cristallisation contrôlée". Contrairement aux corps céramiques fabriqués par pressage et frittage conventionnels, la vitrocéramique est généralement exempte de porosité. Cela s'explique par le fait que, pendant la cristallisation, le verre peut s'écouler et s'adapter aux changements de volume, comblant ainsi les éventuels vides [9].

- Haute résistance à la chaleur : La présence d'une phase cristalline (particules cristallines) dans la vitrocéramique lui permet de supporter des températures de déformation bien plus élevées que le verre ordinaire de même composition. Par exemple, le verre ordinaire à base d'oxydes commence à ramollir et à se déformer facilement à des températures supérieures à 600 °C. Cependant, la vitrocéramique de même composition peut maintenir son intégrité mécanique et sa rigidité jusqu'à des températures allant de 1000 à 1200 °C, ce qui la rend idéale pour les applications à haute température [9].
- Résistance et ténacité supérieures : Généralement, la résistance et la ténacité de la vitrocéramique sont supérieures à celles du verre ordinaire. Par exemple, la résistance typique d'une feuille de verre peut être d'environ 100 MPa, tandis que celle de la vitrocéramique peut être plusieurs fois plus élevée. La raison en est que les cristaux présents dans la vitrocéramique ont tendance à limiter la taille des défauts microscopiques dans le matériau, augmentant ainsi sa résistance à la fracture. De plus, la présence de cette phase cristalline améliore la ténacité du matériau et sa capacité à absorber l'énergie avant la rupture [9].



Figure 1.5 : microphotographie en microscopie électronique à balayage d'un échantillon de vitrocéramique [8].

3 Principales familles de matériaux poreux

Les solides poreux comprennent deux types de corps poreux naturels et artificiels :

3.1 Des solides poreux naturels : apparaissent dans la majeure partie de l'univers, tels que les os qui soutiennent les corps et les membres des organismes vivants, les feuilles des plantes, le bois, les éponges, le corail, la pierre ponce et la lave volcanique [10].

3.2 Les matériaux poreux industriels : peuvent être divisés en trois sous-catégories : les métaux poreux, les matériaux céramiques poreux et les mousses polymères [10].

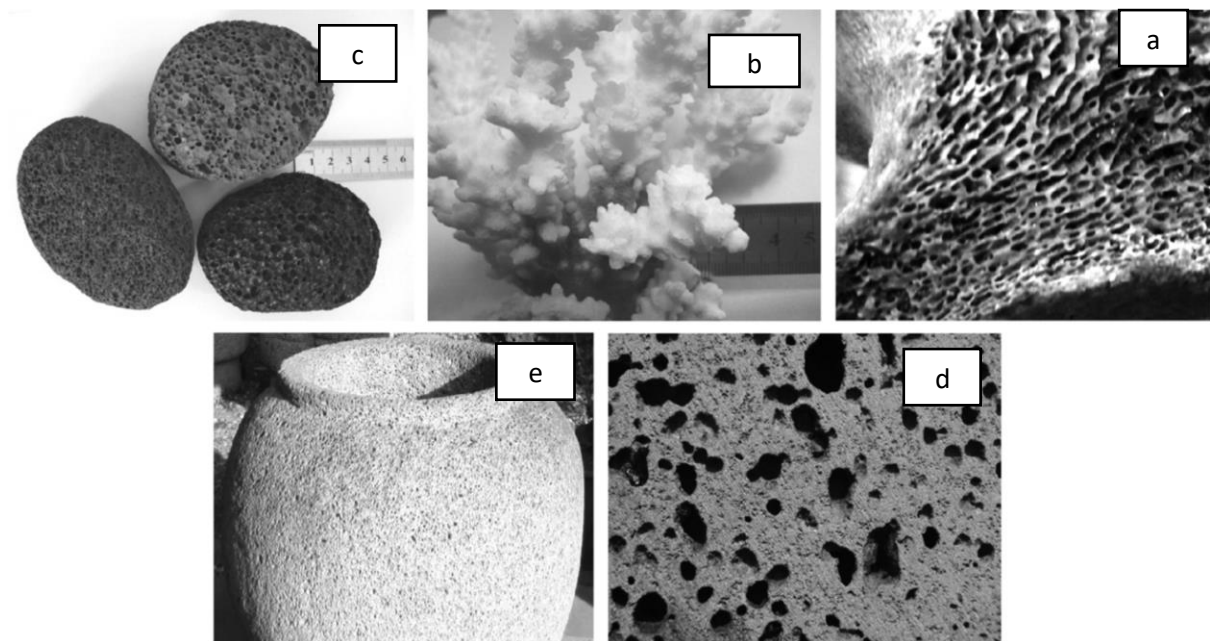


Figure 1.6 : Structures poreuses normales, (a) Coupe transversale de l'os réticulaire poreux d'une baleine ; (b) Une image optique montrant la morphologie poreuse du corail ; (c) Une

image montrant la morphologie poreuse de la pierre ponce ; (d) Coupe transversale montrant la morphologie poreuse de la lave ; (e) Vase Fabriqué en pierre de basalte poreuse [10].

3.2.1 Les métaux poreux

Les métaux poreux constituent un type relativement nouveau de matériaux techniques pouvant être utilisés dans des applications structurales et fonctionnelles. Ces matériaux ont connu des développements remarquables et rapides au cours des trois dernières décennies. Ce qui distingue ces matériaux n'est pas seulement qu'ils sont légers et qu'ils conservent les propriétés traditionnelles des métaux, telles que la soudabilité, la conductivité électrique et la malléabilité, Mais il présente également des caractéristiques supplémentaires, notamment une faible densité, une grande surface spécifique et une conductivité thermique limitée, en plus d'une perméabilité élevée, d'une gestion efficace de l'énergie et de sa capacité à amortir mécaniquement, ainsi qu'à absorber et à réduire le bruit[10].

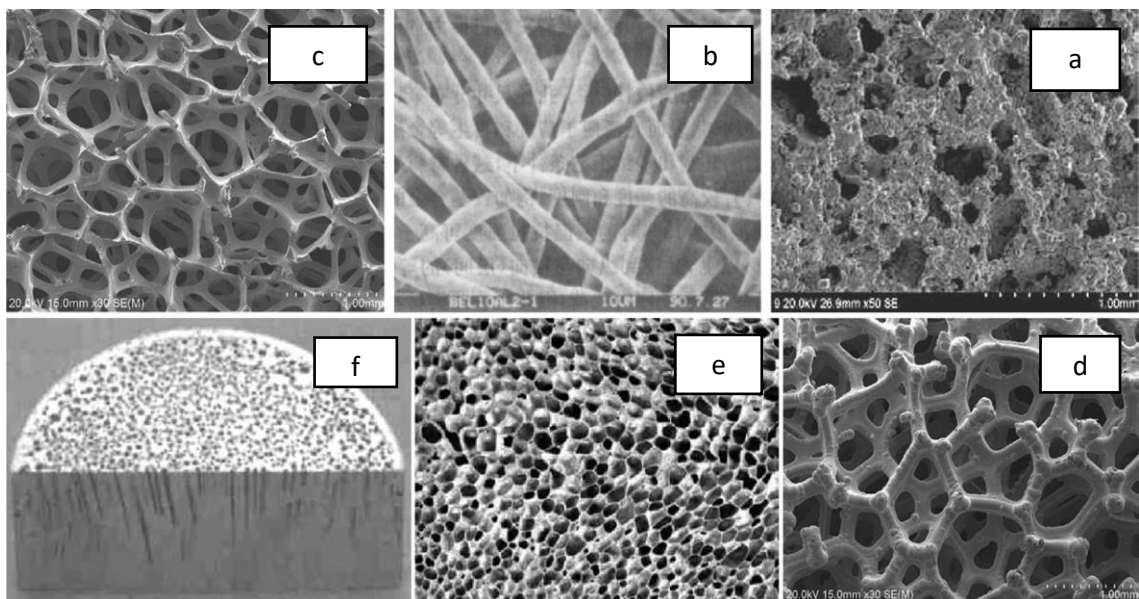


Figure1.7 : Structures métalliques poreuses (a) Image au microscope électronique à balayage (MEB) de l'alliage(Ti Ni Fe) Porosité fabriquée par frittage de poudre ; (b) Micrographie d'un matériau poreux fabriqué par frittage de fibres métalliques ; (C, d) Images au microscope électronique à balayage (MEB) d'échantillons de mousse de nickel de plusieurs épaisseurs obtenues par la méthode de localisation des métaux : (c) une fine couche de nickel ; (d) Couche épaisse de nickel ; (e) Mousse d'aluminium produite par moussage à l'état fondu ; (f) Métal poreux de type Lotus préparé par solidification Routeur tactique pour métal-gaz [10].

3.2.2 Les matériaux céramiques poreux

La céramique poreuse est un matériau céramique qui contient des pores et de la porosité dans une mesure importante. Profitez de la céramique, il possède des propriétés physiques et chimiques distinctes qui ne peuvent généralement pas être obtenues par ses homologues métalliques et polymères. (Comme la stabilité thermique et chimique, notamment à haute température) [10].

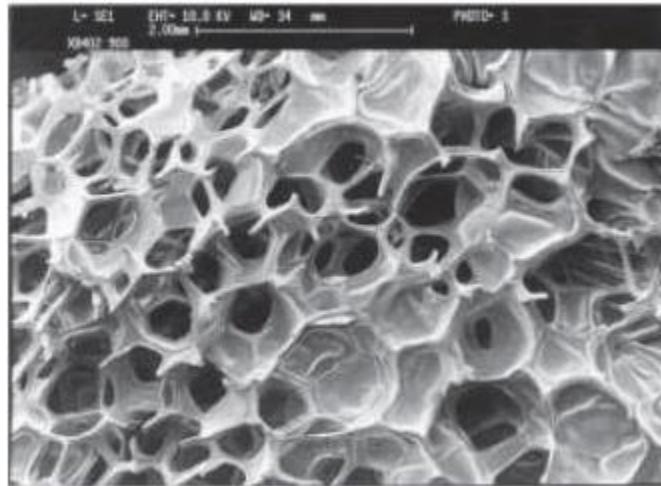


Figure 1.8 : Cliché de microscopie électronique à balayage d'une mousse céramique SiC obtenue par imprégnation d'une mousse de polyuréthane après pyrolyse à 900 °C [11].

3.2.3 Les mousses polymères

Les mousses polymères, également appelées matériaux plastiques spongieuses, sont définies comme des matériaux plastiques poreux à structure alvéolaire, avec certains produits spongieux à structure réticulée. Ce type de plastique alvéolaire ou spongieux peut être fabriqué à partir de divers types de polymères thermodurcissables et de certains polymères thermoplastiques, ainsi que de plastiques généraux, techniques et résistants à la chaleur. Ces mousses, produites en grandes quantités, occupent une place importante dans l'industrie des matières plastiques. La densité des mousses plastiques est déterminée par le rapport du volume des pores gazeux au polymère solide, qui varie de 9:1 pour les mousses de faible densité à 1,5:1 pour les mousses de haute densité [10].

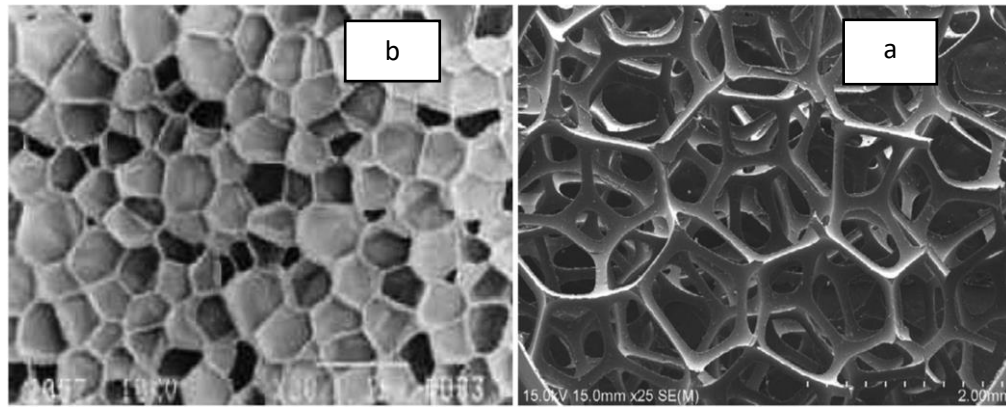


Figure 1.9: Mousses polymères à structure poreuse tridimensionnelle : (a) mousse de polyuréthane à cellules ouvertes, (b) mousse de polyoléfine à cellules fermées [10].

4 Mousse vitrocéramique

4.1 Définition

La mousse de verre céramique est une céramique poreuse légère, généralement développée à partir de déchets de verre recyclés par frittage à haute température [12]. Cette mousse se caractérise par une structure squelettique en céramique continue et un réseau tridimensionnel de pores traversant. Ce matériau inorganique non métallique de nouvelle génération offre une dureté élevée, une résistance aux températures extrêmes, à la corrosion, ainsi que d'autres propriétés typiques des matériaux céramiques. Ces caractéristiques les rendent adaptées à un large éventail d'applications. En fonction de la présence ou non d'une surface solide au niveau des parois des pores, les mousses vitrocéramiques sont généralement classées en deux catégories : les céramiques à pores ouverts et les céramiques à pores fermés. À l'heure actuelle, les principales recherches sur la céramique mousse au pays et à l'étranger est le type d'ouverture [13]. La formation de structures cellulaires, qu'elles soient ouvertes ou fermées, est influencée par le type d'agent moussant utilisé et dépend également de la quantité d'agent moussant ajoutée et de la méthode de réalisation du processus de moussage. De plus, la solubilité du composé joue un rôle dans cette formation [14].

4.2 Raison du nom

La mousse obtenue combine la composition du verre et les propriétés de la céramique en plus de la structure poreuse qui caractérise les matériaux céramiques, ce qui la rend digne d'être appelée mousse vitrocéramique.

4.3 Aperçu historique de mousse vitrocéramique

L'histoire de la mousse de céramique vitreuse fait partie de l'histoire du développement de la céramique et du verre, deux matériaux profondément enracinés dans les civilisations anciennes. La production et le développement de la céramique sont étroitement liés à la vie des gens et aux pratiques de production, Il y a environ 700 000 ans, à l'époque primitive, les gens ont découvert que l'argile pouvait être séchée et chauffée pour devenir solide et qu'elle pouvait être transformée en différentes formes pour contenir de l'eau, de la nourriture, etc. C'est le début de la poterie [15], et la plus ancienne pièce archéologique connue, la Vénus de Dolní Věstonice, datant d'environ 28 000 avant J.-C. en République tchèque. Plus tard, la poterie est apparue en Asie de l'Est, où des fragments de poterie ont été trouvés en Chine, datant de 18 000 à 17 000 avant J.-C. Avec le début du Néolithique, vers 9 000 avant J.-C., l'utilisation de la céramique en argile s'est répandue en Asie, au Moyen-Orient et en Europe, incluant les récipients, les objets d'art, les tuiles et les briques. À la même époque, l'homme utilisait le verre naturel, l'obsidienne, pour les outils tranchants. En 3 500 avant J.-C., les premiers objets en verre manufacturé, tels que des perles, sont apparus en Mésopotamie et en Égypte. À l'âge du bronze, la production de poterie émaillée s'est développée en Mésopotamie. Avec le développement des hauts fourneaux en Europe au XVe siècle, atteignant 1 500 °C, le domaine de la fusion des métaux et du verre à l'échelle industrielle s'est ouvert, en particulier avec le développement de matériaux réfractaires au XVIe siècle. Cela a conduit à la révolution industrielle et à l'expansion de l'utilisation de la céramique et du verre dans diverses applications [16].

Le recyclage des produits industriels et des déchets est devenu une priorité à l'heure actuelle et a émergé comme un sujet d'une importance capitale en raison de l'accumulation de déchets solides et de leur exploitation pour stimuler une croissance industrielle [17], Elle a été utilisée dans la fabrication de mousse céramique vitreuse avec l'ajout d'agents gonflants, dont l'histoire remonte aux années 1930 [18].

Au début des années 1980, la Chine a commencé à étudier les filtres en mousse céramique. Au cours des dernières décennies, plus d'une douzaine d'instituts de recherche et de fabricants ont activement exploré les mousses céramiques. Parmi eux, Ye Rongmao et d'autres de l'Institut de technologie de Harbin ont développé avec succès un filtre en mousse céramique pour l'alliage d'aluminium, la fonte et l'acier inoxydable en 1985. À l'heure actuelle, la Chine a développé une série de filtres tels que le nitrure de silicium, le carbure de silicium, l'alumine, la zircone, etc. [19].

5 Description microstructurale

Les nombreuses applications des matériaux poreux requièrent des tailles de pores qui peuvent varier de l'échelle atomique à l'échelle millimétrique [20]. Dans la majorité des cas, ces matériaux présentent une morphologie pouvant être analysée à trois échelles distinctes, comme le montre la figure 1.10. À l'**échelle microscopique** est relative à la microstructure propre au matériau constituant le matériau cellulaire. Ensuite, l'**échelle mésoscopique** examine la distribution des cellules, ainsi que leur taille et leur forme. Enfin, l'**échelle macroscopique** englobe les propriétés globales du matériau, telles que sa densité, son anisotropie, et la nature de sa structure cellulaire, qu'elle soit ouverte ou fermée [21].

micropores	mésopores	macropores
0	2	50
		1000
Diamètre des pores /nm		

Tableau 1.1 : nomenclature relative à la taille des pores [20].

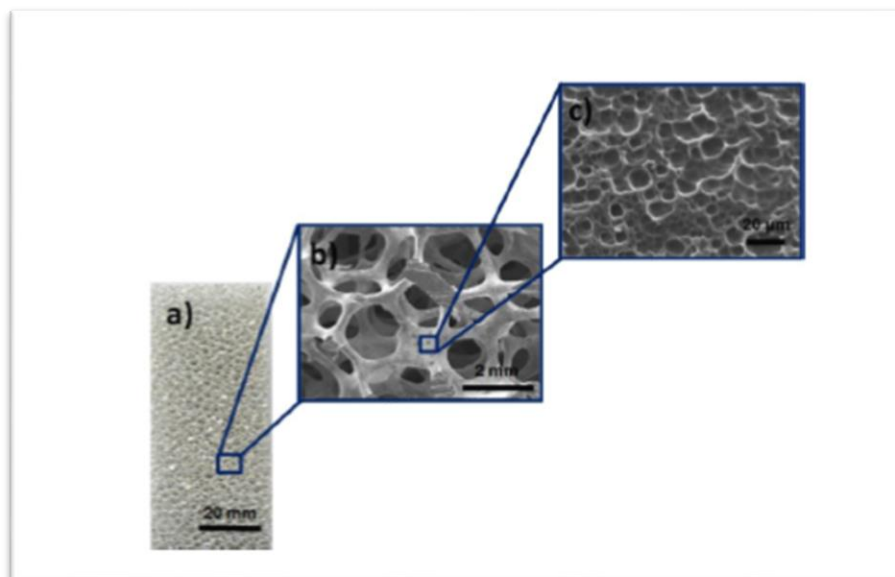


Figure 1.10 : (a) Une vue 2D de la mousse avec une caméra numérique à une résolution de 20mm. (b) Le même image avec un grossissement plus élevé, qui a été obtenue à l'aide d'un appareil ESEM à une résolution de 2mm. (c) La même image avec une résolution de 20 μm [21].

6 La Porosité

Es que la porosité est un défaut structurel ou structure fonctionnelle ?

Comme leur nom l'indique, les matériaux poreux contiennent un grand nombre de pores. Les matériaux solides poreux (comme la mousse vitrocéramique) sont constitués d'une phase solide continue qui forme la structure de base du matériau, ainsi que d'une "phase fluide" qui occupe les pores à l'intérieur du corps solide. La phase fluide peut être un gaz si les pores sont remplis d'un milieu gazeux, ou un liquide si elles sont remplies d'un milieu liquide [10].

Les matériaux solides qui contiennent des cavités, des canaux ou des vides sont considérés comme des matériaux poreux, mais tous les vides dans les matériaux ne les rendent pas nécessairement de nature poreuse. Par exemple, les trous, les fissures ou les craquelures peuvent réduire l'efficacité du matériau et sont considérés comme des défauts de conception indésirables [10].

Les matériaux poreux se caractérisent par deux propriétés principales : la première est qu'ils contiennent un grand nombre de pores, et la seconde est que ces pores sont conçus pour réaliser une fonction ou une propriété spécifique. Sur cette base, les pores des matériaux poreux peuvent être considérés comme une "phase fonctionnelle" qui confère au matériau ses caractéristiques d'application requises [10].

7 Les différents types de mousse

Les mousses vitrocéramiques sont des matériaux macroscopiquement cellulaires, caractérisés par leurs structures topologiques (cellules ouvertes, cellules fermées), la densité relative, la taille et la forme des cellules et l'anisotropie. On distingue alors 2 types de mousses [21]:

- ☐ Les mousses à pores fermées.
- ☐ Les mousses à pores ouverts.

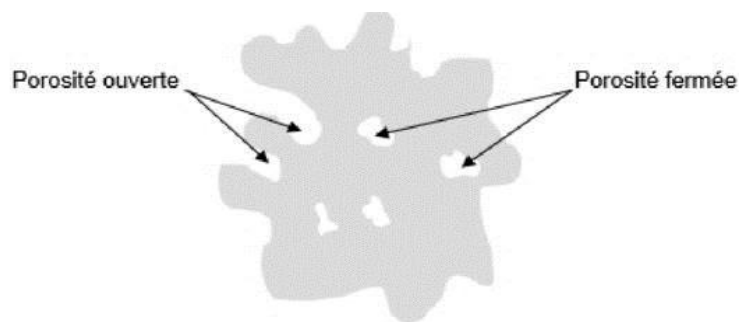
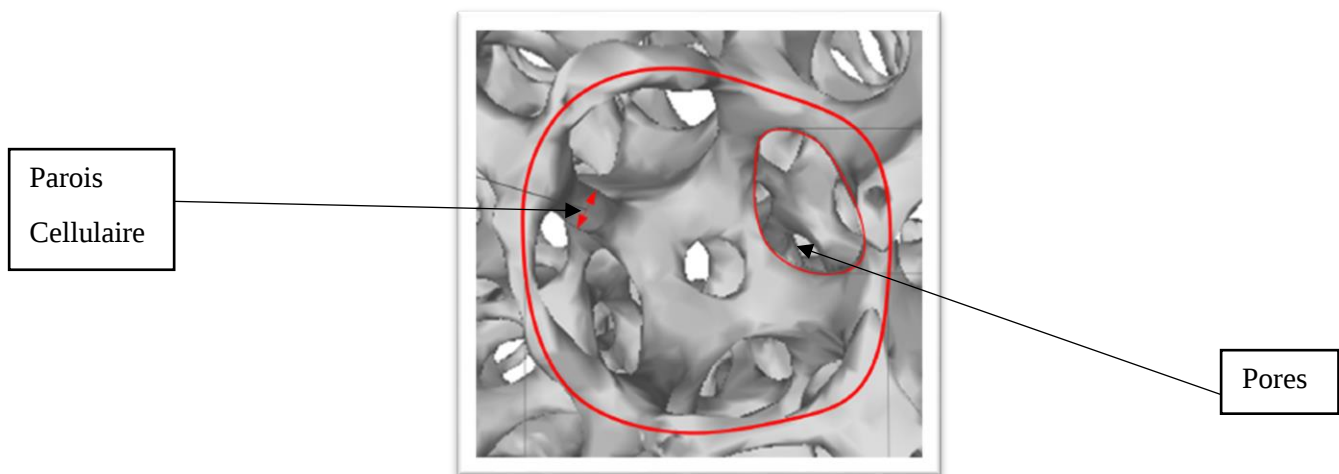


Figure 1.11 : Illustration de mousse a porosité ouverte et fermée [22].**Figure 1.12** : Définition de “pore”, and “parois cellulaires” [23].

7.1 Mousses vitrocéramiques à pores fermés

Les cellules sont entièrement entourées de parois cellulaires, ce qui empêche le passage de liquides ou de gaz à travers ce matériau [10].

7.2 Mousses vitrocéramiques à pores ouverts

Les cellules sont reliées entre elles, permettant aux fluides ou aux gaz de traverser le matériau [10].

8 Les propriétés physiques et chimiques

La mousse vitrocéramique présente une gamme de propriétés physiques et chimiques en fonction de sa composition et de sa microstructure.

8.1 Les propriétés physiques

 **Porosité** : Cette mousse se caractérise par une porosité élevée, Ce point constitue en effet un paramètre crucial dans la technologie céramique [24], La porosité représentant le taux de vide d'un milieu poreux. Cette grandeur est définie comme un rapport entre le volume des vides et le volume total du milieu poreux [25], Elle est présentée par l'équation (1.1) suivante :

$$P = V_p / V_T \quad (1.1)$$

V_p : Le volume de vide d'un mousse vitrocéramique ;

V_T : Le volume total du milieu poreux ;

Le volume total V_T est égal à la somme du volume vide par les pores et de celui occupé par la matrice solide V_s [25].

$$V_T = V_p + V_s \quad (1.2)$$

Le volume (V_p) est égale à la somme du volume de porosité fermés (V_{fp}) et porosités ouvertes (V_{op}) [10].

$$V_p = V_{op} + V_{fp} \quad (1.3)$$

✚ **Faible densité** : En raison de sa porosité élevée, la densité de la mousse vitrocéramique est très faible, ce qui la rend légère [10], La densité cellulaire volumétrique peut être calculée selon la formule suivante, où N_0 est la densité cellulaire et n est le nombre de cellules présentes dans la surface S (équation 1.4) [26]:

$$N_0 = \left(\frac{n}{S}\right)^{\frac{3}{2}} \quad (1.4)$$

✚ **Dureté** : Ce matériau se caractérise par une dureté élevée, cette propriété exprime la capacité à résister à la propagation de fissures préexistantes. La durabilité est une caractéristique clé, car la grande durabilité d'un matériau augmente la probabilité d'une durée de vie opérationnelle plus longue [8].

✚ **Haut Perméabilité** : Cela dépend de la taille des pores et de leur interconnexion, La perméabilité est définie comme un paramètre utilisé pour déterminer la capacité d'un matériau à laisser circuler un liquide à travers ses pores [43]. La perméabilité permet, selon une loi d'étude, de relier l'écoulement d'un liquide au gradient de pression appliqué par un paramètre caractéristique du milieu qu'il traverse, qui s'exprime par la relation (1.5) suivante [43] :

$$L_p = \frac{J}{\Delta P} \quad (1.5)$$

J : l'écoulement d'un liquide (m^3/s) ;

ΔP : gradient de pression (bar) ;

✚ **Grande résistance à la corrosion et biocompatibilité** [10].

✚ **Grande Résistance à la chaleur** [27].

✚ **Grande résistance mécanique [8]** : la résistance mécanique de ces matériaux est affectée par des facteurs tels que :

- Taux de porosité, cela dépend de la distribution granulométrique et de la méthode de fabrication [8].
- Température et cycle de cuisson, à mesure que la température et le temps de cuisson augmentent, la résistance augmente. Cependant, lorsqu'une certaine limite est dépassée ou en raison de la répétition continue du processus de chauffage, cette propriété commence à décliner [8].
- Contraintes internes, elle résulte d'une différence de coefficient de dilatation thermique entre les différentes phases du matériau ou entre le matériau et le support (infrastructure métallique ou céramique) [8].
- Microstructure

✚ **Faible conductivité thermique [20].**

✚ **Surface spécifique élevée** : La surface spécifique S_{sp} est le rapport entre la surface totale des vides et le volume total de la mousse, elle s'exprime en (m^2 / m^3). Elle donnée par l'équation suivant de la mousse, elle s'exprime en (m^2/m^3). Elle donnée par l'équation suivant (1.6) [25]:

$$S_{sp} = \frac{\text{surface total des vides intersticiels}}{\text{volume total du milieu}} \quad (1.6)$$

✚ **Isolation thermique et électrique [11].**

8.2 Les propriétés chimiques

- Stabilité chimique Surtout à haute température [20].
- Inactivité chimique [27].
- Résistance à l'oxydation [27].

9 Facteurs affectant les propriétés de la mousse

- Composition chimique (agent moussant, matière première fondu) [28].
- Traitement thermique : Il a été prouvé que le traitement des vitrocéramiques expansées à haute température contribue essentiellement à la formation d'une structure poreuse de haute qualité [4].
- Méthode de fabrication [28].

10 Les agents gonflants

La mousse est obtenue en mélangeant un agent gonflant (agent moussant, agent porogène), généralement sous forme gazeuse, avec le mélange de matériaux fondus. L'agent gonflant est un critère fondamental dans la fabrication de la mousse céramique. Les agents gonflants sont divisés en trois catégories : les agents gonflants physiques, chimiques et volatils [28].

10.1 Les agents gonflants physiques

Les agents gonflants sont des gaz physiques permanents et peu coûteux tels que l'azote, l'air et le dioxyde de carbone, ainsi que des gaz moins courants tels que l'hélium, l'argon et l'hydrogène [28].

10.2 Les agents gonflants chimiques

Ce sont généralement des composés chimiques très purs qui se décomposent dans les conditions de traitement du matériau à expander. Ils existe de nombreux agents gonflants chimiques, tels que le carbonate d'ammonium $[(NH_4)_2CO_3]$, les composés azol ($R_1 - N = N - R_2$) et diazo ($\pm N \equiv N$ group) les composés comprenant le groupe nitrosoamine, etc .Les agents gonflants chimiques se présentent la plupart du temps sous la forme de poudres sèches [28].

10.3 Les agents gonflants volatils

Les agents gonflants volatils sont divisés en deux catégories : les agents gonflants d'origine naturelle et les agents gonflants d'origine manufacturière [28].

L'eau est l'agent de gonflement naturel le plus courant et le plus utilisé. Il est obtenu soit à partir de sources naturelles, car c'est le liquide le plus abondant à la surface de la Terre, soit par la réaction de certains polyols avec des isocyanates lors du processus de fabrication du polyuréthane. Cette réaction exothermique produit de la vapeur d'eau, qui est utilisée comme gaz moussant. De plus, l'eau est souvent utilisée en conjonction avec d'autres agents gonflants tels que les chlorofluorocarbures (CFC), les hydrocarbures (HC) et le dioxyde de carbone [28].

Les agents gonflants synthétiques peuvent être classés en trois groupes principaux : les hydrocarbures aliphatiques à chaîne droite, les chlorocarbures et les chlorofluorocarbures [28].

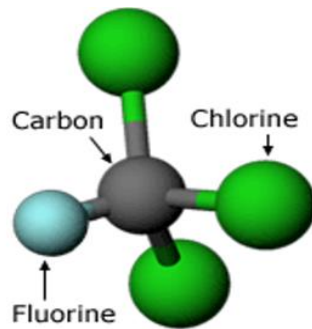


Figure 1.12 : chlorofluorocarbure (C : chlorine, F : fluorine, C : carbon) [40].

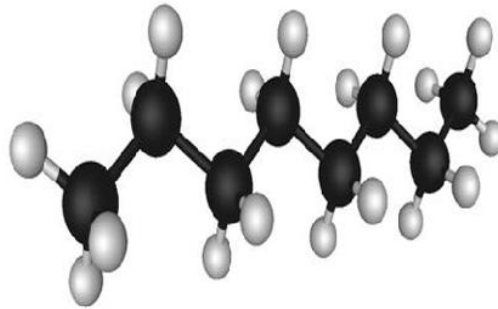


Figure 1.13 : hydrocarbures (HC), les sphères noires sont des atomes de carbon, les blanches ceux d'hydrogènes [41].

11 Les méthodes de préparation :

Il existe différentes techniques de production de verre céramique mousse, notamment :

11.1 Méthode d'imprégnation de mousse organique

La méthode d'imprégnation par mousse organique est la plus répandue dans l'industrie. Elle repose sur l'utilisation d'une structure unique de squelette en maillage tridimensionnel issue d'une mousse céramique. Ce procédé consiste à appliquer une pâte céramique sur une mousse organique en polyuréthane, puis à sécher cette dernière à température ambiante. Par la suite, la mousse organique est brûlée afin de se décomposer, permettant ainsi d'obtenir une mousse céramique. Cette technique permet de produire des mousses céramiques de haute performance. Toutefois, son principal inconvénient réside dans l'incapacité à fabriquer des produits à cellules fermées de faible diamètre. Parmi les chercheurs ayant exploité cette méthode, **Soleil Wenfei, Du Qingyang** et d'autres ont réalisé une mousse céramique exceptionnelle à base de carbure de silicium [19].

11.2 Méthodes de moussage

La méthode de moussage repose sur une réaction chimique impliquant un agent moussant, qui produit une quantité définie de gaz volatil permettant de faire mousser la suspension initiale. Par la suite, le séchage et le frittage permettent d'obtenir une mousse céramique. Cette technique offre l'avantage de faciliter le contrôle de la forme et de la densité du produit final, ce qui la rend adaptée à la fabrication de céramiques à cellules fermées avec de petits pores. Cependant, elle présente des inconvénients, notamment des conditions de processus complexes à maîtriser et des exigences élevées en termes de matières premières.

Chai Yuxin et **Li Weidong** céramique de mousse d'oxyde d'aluminium à haute porosité préparée avec différents agents moussants [19].

11.3 La méthode de formation de pores

La méthode de l'agent porogène consiste à utiliser ce dernier pour occuper temporairement une certaine partie du corps du matériau. Lors du processus de frittage, l'agent porogène est brûlé et transformé en gaz, ce qui permet de créer des pores et d'obtenir ainsi une mousse céramique. Cette méthode de fabrication est appréciée pour sa simplicité, sa facilité de mise en œuvre et sa capacité à produire des pièces céramiques aux formes complexes. Cependant, elle présente certains inconvénients, notamment une répartition souvent irrégulière des pores et des limitations dans la réalisation de produits à très forte porosité. Par ailleurs, **Lu Anxian** et ses collaborateurs ont réussi à exploiter des cendres volantes pour concevoir des mousses céramiques alliant haute porosité et grande résistance [19].

11.4 Méthode sol-gel

La méthode sol-gel repose sur l'hydrolyse et la condensation de composés métalliques, permettant de gélifier progressivement le sol, qui est ensuite séché et soumis à un traitement thermique pour obtenir une mousse céramique. Cette technique présente l'avantage d'un processus simple et d'une porosité ajustable. Toutefois, elle comporte l'inconvénient de limiter facilement la forme du produit final. À titre d'exemple, **Guo Xinshuang** a utilisé de la bauxite calcinée et de l'alumine pour élaborer des mousses céramiques [13].

11.5 Les nouvelles méthodes

11.5.1 Méthode de moulage par injection de gel

En 1991, le professeur **Mark A. Janney** du Oak Ridge National Laboratory aux États-Unis a introduit une technique innovante de moulage par injection de gel. Ce procédé repose sur la polymérisation de monomères organiques à l'aide d'un catalyseur et d'un initiateur, permettant ainsi de produire directement, par durcissement et séchage in situ, des mousses céramiques. Grâce à cette méthode, il est possible de fabriquer des céramiques de formes complexes tout en contrôlant leur porosité. Par exemple, **Yi Zhong Zhou** a utilisé l'acrylamide, un monomère organique, pour concevoir des céramiques en mousse de zircone caractérisées par une porosité élevée, une grande résistance mécanique et une excellente ténacité [13].

11.5.2 Méthode de synthèse par auto-propagation à haute température

La synthèse par auto-propagation à haute température est une méthode reposant sur une réaction chimique inorganique fortement exothermique. Ce procédé exploite l'énergie issue de l'allumage, combinée à d'autres actions, pour initier une réaction au sein des réactifs. Cela engendre ensuite une combustion progressive dans l'ensemble du système, permettant ainsi la formation de la mousse céramique désirée.

Ce procédé présente l'avantage de ne pas nécessiter d'apport énergétique externe, ce qui réduit la consommation d'énergie tout en offrant une efficacité de production élevée. Par exemple, **Lin Hongsheng** a réussi à obtenir une mousse céramique d'alumine à haute porosité par décomposition thermique de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ [13].

11.5.3 Méthode de lyophilisation

La lyophilisation constitue une méthode écologique pour la préparation de mousses céramiques. Ce procédé consiste à congeler directement la pâte céramique, puis à procéder à un séchage sous vide avant de chauffer la pâte pour sublimer la glace. Cette étape laisse des pores dans le matériau, permettant d'obtenir la structure souhaitée. En fin de processus, une calcination permet d'obtenir la mousse céramique finale. Cette technique est particulièrement avantageuse, car elle permet de fabriquer des produits en mousse céramique dotés d'une porosité élevée et d'une structure de pores complexe. Parmi les recherches notables, le chercheur chinois **Li Huamin** a appliqué cette méthode pour produire des céramiques mousseuses à base de $(\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2)$, en obtenant différents niveaux de porosité et de résistance. À ce jour, plusieurs méthodes avancées de préparation des mousses céramiques ont été développées, notamment : le procédé d'agitation mécanique, l'échange d'ions, le pressage à chaud, la séparation de phases, le dépôt en phase gazeuse et la méthode de durcissement du ciment. Lors de la production industrielle, le choix de la méthode de préparation est déterminé en fonction des exigences du procédé et des conditions spécifiques [13].

12 Quelques exemples de céramiques poreuses et leurs propriétés :

12.1 Céramique poreuse à partir de déchets de verre (les vitrocéramiques) :

Tableau 1.2: étude antérieures sur la préparation des mousses vitrocéramiques [29].

Principales matières premières	Déchets de verre	Panneau de verre	Cendres volantes de charbon+déchets de verre	Déchets de verre+déchets de laine minérale	Déchets de verre +queue de titane	Déchets de porcelaine	Poudre de verre
Agent moussant	SiC	MnO_2	CaCO_3	CaCO_3	Na_2CO_3	Déchets de cendres de carbone	Coquilles d'huîtres
Conditions de frittage	900,1000, 1100,1175, 1200, 1230	800, 820, 840	600, 650, 700, 750, 800, 850	700, 800, 1000	760,770,780,790	1030–1080	800, 850, 900, 950

12.2 Céramiques poreuses obtenues à partir de matières premières :

Le tableau 1.3 résume les propriétés de certains matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matières premières. Les données révèlent que des matériaux céramiques poreux avec une porosité (44–88 %) et une résistance à la compression satisfaisante peuvent être obtenus à partir d'une variété de matières premières lorsqu'ils sont frittés dans la plage de 1 200 à 1 650 °C. **Bai 2010**, [19] ont préparé des céramiques mullite poreuses à partir d'argile kaolinique carbonée, de poudre d'alumine et de graphite comme aporogène en utilisant la méthode de frittage. Les céramiques poreuses frittées à 1 500 °C ont conduit à une porosité ouverte de 36,4 % et à une taille de pore de 0,3 à 5 µm (dans une plage étroite). Cette température de frittage plus élevée a conduit à une porosité moindre et la mullitisation était presque terminée. **Li et al.** [39] ont préparé des céramiques à matrice de mullite poreuse à partir de poudre de quartz, de poudre d'alumine, de poudre de verre, d'une solution aqueuse de polyacrylate d'ammonium (dispersant) et de gallate de propyle (agent moussant), qui ont été frittées de 1200 à 1650 °C pendant 1 h. Une fois frittées à 1550 °C, la porosité ouverte était de 29,38 % (porosité de 81,37 %), tandis que la résistance à la compression et la taille moyenne des pores étaient respectivement de $6,25 \pm 0,91$ MPa et 850 µm. **Lui et al.** [32] ont préparé des céramiques poreuses à partir de résine photodurcissable et de boue de zircon pour réaliser des expériences d'impression multi-matériaux frittées à 1500 °C. Ils ont développé un appareil d'impression 3D multi-matériaux en céramique (CMM) dans le but de fabriquer directement des céramiques poreuses avec une taille de pores < 100µm et une distribution de pores concevable. Ils ont obtenu une taille de pores de 60µm × 20 µm. Cette taille de pores est la plus petite taille de pores en céramique connue pouvant être imprimée directement, en particulier la taille de pores de 20µm dans le sens longitudinal, qui ne peut pas être atteinte par d'autres technologies de fabrication additive céramique. Il en résulte des céramiques hautement poreuses avec de bonnes propriétés (porosité élevée, résistance à la compression, etc.) qui peuvent être obtenues à des températures de frittage < 1200 °C, bien que cela dépende des matériaux utilisés. De plus, la fabrication additive est une technique difficile car elle présente des avantages tels qu'une grande liberté de conception, un cycle de fabrication court et un faible coût de fabrication [43].

Tableau 1.3 : Propriétés des matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matières premières [43].

Composition	Produit final	Conditions de frittage	Porosité apparente (%)	Taille des pores (μm)	Résistance à la compression (MPa)
Poudre de $\text{ZrO}_2 + \text{SiO}_2$ + carbure de bore + noir de carbone	Céramique poreuse $\text{ZrB}_2\text{-SiC}$	1500 °C/2 h	67-78		0,2-9,8
Poudre de quartz + poudre d'alumine + poudre de verre + solution de polyacrylates d'ammonium + gallate de propyle	Céramique à matrice mullite poreuse	1200 °C/1 h	~45		88,3 ± 13,61
		1300 °C/1 h	~80		-
		1400 °C/	~82		-
		1 h 1500 °C/1 h	~83	~750	-
		1550 °C/1 h	81,37		6,25 ± 0,91
		1600 °C/1 h	~81,4		-
		1650 °C/1 h	~88		-
Résidu de minerai de tungstène (75 % en poids) + CaO + Kaolin + polyméthacrylate de méthyle (18 % en poids)	Céramiques poreuses	1200 °C/60 min	44,85	180	14.10
Poudre d'alumine + charbon de bois broyé + stéarine	Céramique poreuse	1530 °C/2 h	-	60 × 20	-
Argile kaolinique carbonée + poudre d'alumine	Céramique poreuse	1400 °C/4 h	~43-46	-	-
		1450 °C/4 h	~44-48	-	-
		1500 °C/4 h	~36-38	-	42,1
		1550 °C/4 h	~17-32	-	75,9
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$ PHM (0-40 % en poids) + résine époxy	Céramique poreuse à base de microsphères creuses Al_2O_3 Ploy (PHM)	1550 °C/4 h	~77	51,95	~0,2
			~76	45,51	~0,1
			~71	38,25	~1
			65,0	38,25	4
			~66	30,14	~1,8

12.3 Céramiques poreuses obtenues à partir de matériaux synthétisés

Les céramiques poreuses peuvent être produites en utilisant des matériaux de synthèse. **Le tableau 1.4** : résume les propriétés de certains matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matériaux de synthèse. De nos jours, la tendance est de réduire l'impact environnemental en limitant l'utilisation de matériaux de synthèse dans la fabrication de céramiques poreuses et d'optimiser l'utilisation de matières premières naturelles (réutilisation et recyclage), telles que la plupart des argiles. **Xu et al**, [30] ont préparé des céramiques poreuses à partir d'une variété de matériaux et ont conclu qu'il est possible de contrôler le volume des pores, la taille des pores et d'autres propriétés des corps crus en ajustant le rapport des matières de départ utilisées ou en modifiant le cycle de frittage. Malgré la résistance mécanique élevée, la consolidation de tels mélanges nécessite des températures très élevées (> 1300 °C), ce qui entraîne une augmentation de l'empreinte carbone [43].

Tableau 1.4 : Propriétés des matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matériaux synthétisés [43].

Composition	Produit final	Conditions de frittage	Porosité apparente (%)	Taille des pores (µm)	Résistance à la compression (MPa)
$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O + Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Urée + Amidon soluble$	Céramiques poreuses	1400 °C/2 h	35,2–51,6	~0,2–20	~36,1–454,7
$Si_3N_4 + Y_2O_3 + SrCO_3 + Al_2O_3 +$ solution de prémélange + polyacrylamide + méthyléthylènediamine + persulfate d'ammonium	Céramiques poreuses	1750 °C/1 h	~47–57	-	52,67–106,33

12.4 Céramiques poreuses obtenues à partir de matières premières et de déchets

Le développement de nouveaux matériaux en céramique, en verre et en vitrocéramique fabriqués à partir de déchets recyclés acquiert une importance particulière, **Le tableau 1.5** résume les propriétés de certains matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des déchets combinés à des matières premières. L'incorporation de cendres de balle de riz favorise la formation d'une porosité élevée. Selon **Görhan et al.** [31], une augmentation de la balle de riz conduit à une augmentation de la porosité apparente et tend à diminuer le poids unitaire. Dong et al. [36] ont fabriqué des membranes céramiques poreuses à l'aide de cendres volantes de déchets, et **Zhu et al.** [37] ont fabriqué des membranes céramiques poreuses à l'aide de cendres volantes de charbon. Selon leurs études, des membranes céramiques poreuses à porosités élevées ont été obtenues à des températures de frittage inférieures à 1200 °C. Ainsi, l'inclusion de certains déchets dans la formulation de corps crus peut aider à fabriquer des céramiques poreuses à des températures < 1200 °C avec de bonnes propriétés (porosité, résistance à la compression, etc..) [43].

Composition	Produit final	Conditions de frittage	Porosité apparente (%)	Résistance à la compression (MPa)
Balle de riz moulue (5–15% vol.) + matière première en brique	Brique d'argile poreuse	800 °C/1 h	~39–44,5	~9,5
		900 °C/1 h	~38–44	~5,75–9,25
		1 000 °C/1 h	~37–43,5	~6–9
Déchets de café (10–30 % en poids) + argile rouge	Céramique rouge poreuse	1150 °C	~30,2–63,8	~1,8–19,5
Paille de blé (4–8 % en poids) + argile	Brique d'argile poreuse	950 °C	~40–50	-
Déchets céramiques (80%) + fondant + ciment + argile	Mousse céramique	1000 °C/3 h	~40–83	~0–9,3
Résidu de pierre polie (90%) + verre sodocalcique	Vitrocéramique hautement poreuse	900 °C/1 h	75.1	2.5

Tableau 1.5 : Propriétés des matériaux céramiques poreux obtenus en utilisant des matériaux argileux et des déchets [43].

13 Pays et entreprises produisant de la mousse de verre céramique

La vitrocéramique expansée est un matériau polyvalent produit dans de nombreux pays à travers le monde, et certains des principaux pays qui couvrent le marché de la mousse de verre céramique sont :

- **Allemagne** : Elle est considérée comme un pionnier dans le domaine de l'industrie de la vitrocéramique, car de nombreuses entreprises sont spécialisées dans la production de ce matériau notamment : Ceram Tech Co., Ltd, Rauchert Co., Ltd [38].
- **La Chine** : La Chine connaît une croissance rapide dans l'industrie de ce matériau et est considérée comme l'un des plus grands pays exportateurs. Parmi ses entreprises figurent : Céramiques Mingrui [38].
- **Les états-unis d'Amérique** : Elle dispose d'une industrie de pointe dans le domaine de la céramique de verre expansé et produit une variété de produits, notamment : Association de céramique avancée, Société Materion, Société Albemarle, Céramiques appliqués, Honeywell International [38].
- **Japon** : Elle est réputée pour produire des matériaux de haute qualité et parmi ses entreprises qui fabriquent ce matériau distinctif se trouvent : Shin-Etsu Chimie Co., Ltd, Société Kyocera [38].

14 Application du mousse vitrocéramique

Les utilisations des mousses vitrocéramiques sont divisées en types traditionnels et innovants. Les matériaux d'isolation thermique et phonique sont des utilisations traditionnelles largement citées par les chercheurs. Cependant, de nouvelles innovations ont émergé qui mettent en évidence la valeur pratique des mousses vitrocéramiques, notamment dans des domaines tels que le dessalement de l'eau, le support de catalyseur, l'absorption des micro-ondes et de nombreuses autres applications potentielles [1].

14.1 Applications traditionnelles

14.1.1 Matériau d'isolation thermique

L'isolation en mousse céramique se caractérise par sa structure poreuse, qui tire parti d'un réseau de cellules de mousse céramique pour entraver le transfert de chaleur. Ce type d'isolation est extrêmement efficace en raison de sa faible conductivité thermique, de sa composition légère et de sa forte résistance mécanique. La nature poreuse des matériaux en mousse céramique emprisonne l'air à l'intérieur des cellules, créant ainsi une barrière supplémentaire contre la chaleur. Couramment utilisée dans les

applications où l'isolation et l'intégrité structurelle sont primordiales, l'isolation en mousse céramique est employée dans les fours, les étuves et autres environnements à haute température [42].

14.1.2 Matériau d'isolation acoustique

Les matériaux d'isolation acoustique sont essentiels pour offrir un plus grand confort aux résidents et réduire l'impact de la pollution sonore croissante. Lorsqu'une onde sonore pénètre à grande vitesse dans un matériau en mousse à structure poreuse ouverte, elle se propage à travers un grand nombre de pores interconnectés, réduisant progressivement et constamment [1].

14.2 Applications innovantes

14.2.1 Prise en charge du catalyseur

Par rapport aux isolants thermiques et acoustiques, la valeur ajoutée des produits peut être améliorée en utilisant des mousses vitrocéramiques dans le domaine du support de catalyseur. Ces mousses se distinguent par leur surface spécifique élevée et leur excellente capacité de transfert de chaleur et de masse. Après le chargement du catalyseur, il présente une capacité d'adsorption et une activité élevées, augmentant considérablement l'efficacité de conversion et les taux de réaction, en particulier par rapport aux réacteurs à lit fixe conventionnels. Les mousses céramiques sont principalement utilisées comme supports de catalyseurs dans des domaines tels que la catalyse des gaz d'échappement automobiles et la photocatalyse. Dans les applications automobiles, l'effet de ces mousses sur le débit des gaz d'échappement doit être pris en compte, notamment la perte de charge et l'uniformité de la distribution du débit. Dans le domaine de la photocatalyse, il s'agit d'une technologie qui s'inscrit dans le cadre de la protection de l'environnement, car elle décompose efficacement les polluants. De nombreux matériaux de support photocatalytiques sont disponibles, notamment des mousses métalliques et des matériaux en carbone poreux. Par exemple, Leiboldinger et d'autres ont transformé des déchets de verre industriels et du nitrure d'aluminium en une mousse de vitrocéramique adaptée à une utilisation comme support pour les photocatalyseurs [1].

14.2.2 Nomination

Cette efficacité de filtration élevée est due à la structure unique du matériau céramique expansé, qui offre une grande surface de circulation du métal en fusion et élimine un pourcentage élevé d'impuretés et d'impuretés.

Il est également capable de maintenir un débit constant même lorsqu'il y a un pourcentage élevé d'impuretés dans le métal en fusion, ce qui le rend idéal pour une utilisation dans les opérations de coulée à grand volume [33].

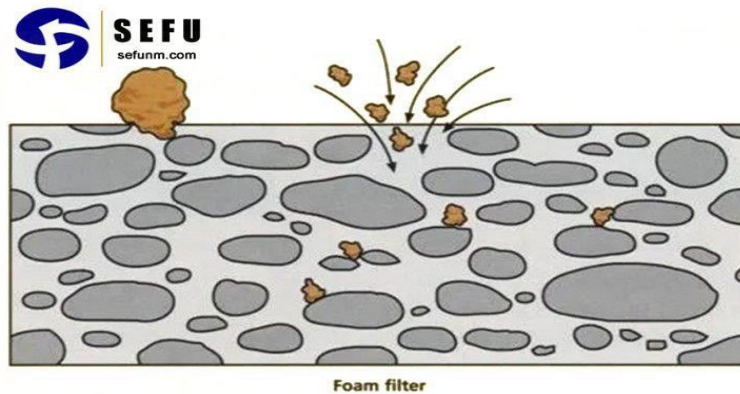


Figure 1.14 : filtre en céramique [33].

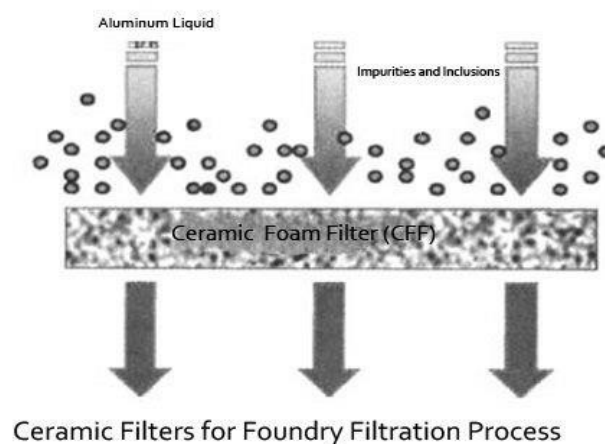


Figure 1.15 : filtres en céramique pour la filtration de fonderie [34].

14.2.3 Absorption des micro-ondes

La popularité des appareils électroniques et des moyens de communication modernes expose de plus en plus les gens à la pollution omniprésente des ondes électromagnétiques. La structure poreuse joue un rôle important en influençant la permittivité relative des matériaux, ce qui peut contribuer à améliorer l'efficacité d'absorption de ces ondes. Dans ce contexte, certains chercheurs ont indiqué que les mousses vitrocéramiques pourraient présenter un grand potentiel d'utilisation dans le domaine de l'absorption électromagnétique. Cependant, les mousses vitrocéramiques seules manquent de fortes capacités d'absorption et nécessitent généralement une

combinaison avec des matériaux tels que la fibre de carbone ou le graphite pour améliorer les propriétés isolantes et augmenter l'efficacité du matériau composite [1].

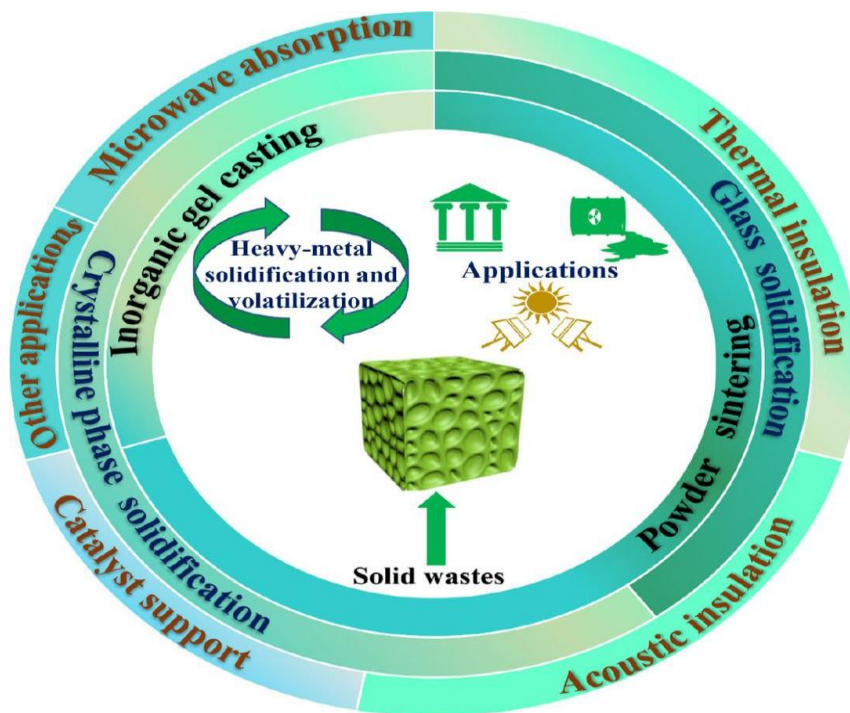


Figure1.16 : applications d'une mousse vitrocéramique [1].

Références

- [1] Zhang, J., et al. A review of glass ceramic foams prepared from solid wastes: Processing, heavy-metal solidification and volatilization, applications. Science of the Total Environment, (2021). 781, 146727.
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0048969721017952>
- [2] Samoilenko. M. Design of porous medium burners by means of additive manufacturing. Mémoire de maîtrise électronique, Montréal, École de technologie supérieure, (2018) p 27.
<https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/2195>.
- [3] Salvo., L. et al. processing and structures of solids foams page 663, C.R. physique 15(2014) 662-673 .
https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1631070514001431?ref=cra_js_challenge&fr=RR-1
- [4] Siddika., A. et al. Early age structural build-up and pore stability in raw foam at ambient conditions: Implications for the final properties of glass-ceramic foam. Construction and Building Materials 428 (2024): 136369.
https://www.researchgate.net/publication/380100010_Early_age_structural_build-up_and_pore_stability_in_raw_foam_at_ambient_conditions_Implications_for_the_final_properties_of_glass-ceramic_foam.
https://uotechnology.edu.iq/appsciences/material/Lecture_material/thrid_class/3-ceramic.pdf
- [5] <https://ar.tabularalumina.net/product/%D9%85%D8%AC%D8%AF%D9%88%D9%84%D9%85%D8%B3%D8%AD%D9%88%D9%82%D8%A7%D9%84%D8%A3%D9%84%D9%88%D9%85%D9%8A%D9%86%D8%A7/>
- [6] <https://richconn.com/ar/wafer-handling-ceramic-components/>
- [7] <https://m.indiamart.com/proddetail/zirconium-oxide-powder-2853475338133.html>
- [8] Dejou, J. Les céramiques. Société Francophone de Biomatériaux Dentaires. (2009-2010).
- [9] Barsoum, M. W. Fundamentals of ceramics. Institute of Physics Publishing. 2003. 293_294.

- [10] Alzukaimi, J. Préparation et caractérisation de la céramique poreuse d'oxyde d'aluminium. Institut supérieur des sciences appliquées et de technologie [Thèse de doctorat, Institut supérieur des sciences appliquées et de technologie Département de physique, Damas]. (2020).
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884206000964>
- [11] Majoulet, O. Elaboration de céramiques poreuses ordonnées à base de carbure de silicium. Université Claude Bernard - Lyon I, France. (2012).
- [12] Siddika., A. et al. Early age structural build-up and pore stability in raw foam at ambient conditions: Implications for the final properties of glass-ceramic foam. Construction and Building Materials 428 (2024): 136369.
https://www.researchgate.net/publication/380100010_Early_age_structural_build-up_and_pore_stability_in_raw_foam_at_ambient_conditions_Implications_for_the_final_properties_of_glass-ceramic_foam.
- [13] Wang, M, Xu, S. preparation and applications of foam ceramics. Iop conference series :Earth and Environmental science.(2018),186(1),012006, page1.
- [14] metal foam web.(n.d).difference between open cell aluminium foam and closed cell aluminium foam. <https://www.metalfoamweb.com/difference-between-open-cell-aluminum-foam-and-closed-cell-aluminum-foam/>
- [15] Bernardo, R. Cedro, M. Florean, S. Hreglich, Reutilization and stabilization of wastes by the production of glass foams, Ceramics International, Volume 33, Issue 6, 2007, 963-968, ISSN 0272-8842.
- [16] the american ceramic society, oH 43082, cite web : <https://ceramics.org/about/what-are-ceramics/a-brief-history-of-ceramics-and-glass/#:~:text=The%20oldest%20known%20ceramic%20artifact,Brno%2C%20in%20the%20Czech%20Republic>
- [17] Fernandes, H. R., Tulyaganov, D. U., & Ferreira, J. M. F. Production and characterisation of glass ceramic foams from recycled raw materials. Advances in Applied Ceramics, (2009).108(1), 9-13.
- [18] تاريخ السيراميك —مدونة فاخرة <https://luxuryblog.ae/trykh-lsyrmyk/>
- [19] Bai, J. Fabrication and Properties of Porous Mulite Ceramics from Calcined Carbonaceous Kaolin and α -Al₂O₃. Ceram. Int. 2010, 673–678. [[Google Scholar](#)] [[CrossRef](#)]

- [20] Naitali, B. Elaboration, caractérisation et modélisation de matériaux poreux. Influence de la structure poreuse sur la conductivité thermique effective [Thèse de doctorat, Université de Limoges]. (2005). 53-54.
- [21] FITES, D. Elaboration et caractérisation d'une mousse métallique [thèse de doctorat, Université Mohammed Khider Biskra]. (2023).
- [22] https://www.researchgate.net/figure/schema-explicative-de-la-porosite-ouverte-et-fermee_fig2_363395554
- [23] Mykhailo Samoilenko. Design of Porous Medium Burners by Means of Additive Manufacturing. MONTREAL, 22 OCTOBER (2018). ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE UNIVERSITÉ DU QUÉBEC. 28.
- [24] BENZIDA, K., & BENKAHLA, I. mémoire de master. Effet de Dopage par Le Lanthane sur Les Propriétés Morphologique d'Une Solution Solide de Type PZT. Université Mohamed Khider de BISKRA. (2020). 34.
- [25] Drissi, W. Elaboration et caractérisation d'un capteur chimique pour des substances organiques [Thèse de doctorat, Université 8 Mai 1945 Guelma], (2023). 44.
- [26] Combe, M. Caractérisation de mousses solides obtenues par expansion de billes de celluloid [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. (2020). PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/5367/>
- [27] Dong, Y.; Liu, X.; Ma, Q.; Meng, G. Preparation of Cordierite-Based Porous Ceramic Micro-Filtration Membranes Using Waste Fly Ash as the Main Raw Materials. *J. Membr. Sci.* **2006**, 285, 173–181. [[Google Scholar](#)] [[CrossRef](#)].
- [28] Woelfle, C. Effet de la taille de particule et de la surface spécifique des agents de nucléation sur la morphologie et la densité des mousses de poly (méthyl-méthacrylate). Université Laval, Canada. (2001).
- [29] Ibrahim, Jamaluddin F.M., Tehtieh, Mehmet, Qurovic, Emesi, Gómzi, László A., Kušerha, István. Mousses vitrocéramiques innovantes préparées par activation alcaline et frittage réactif d'argile contenant de la zéolite (roche pauvre en zéolite) et de sciure de bois pour l'isolation thermique. *Génie de la construction*, (2022). 59, 105160.
- [30] Xu, X.; Fu, R.; Chen, K.; Ferreira, J.M.F. Cost-Effective Fabrication of Porous α -SiAlON Bonded β -SiAlON Ceramics. *Mater. Lett.* **2005**, 59, 2601–2604. [[Google Scholar](#)] [[CrossRef](#)].
- [31] Görhan, G.; Şimşek, O. Porous Clay Bricks Manufactured with Rice Husks. *Constr. Build. Mater.* 2013, 40, 390–396. [[Google Scholar](#)] [[CrossRef](#)].
- [32] Liu, X.; Lv, C.; Liu, B.; Wang, G.; Duan, W.; Gu, Y. Digital Light Processing 3D Printing of Porous Ceramics Based on Multi-Materials Additive Manufacturing. *Chin. J. Struct. Chem.* **2023**, 42, 100106. [[Google Scholar](#)] [[CrossRef](#)].

- [33] cite web sefu : <https://cz.sffoundrymaterial.com/info/benefits-of-a-high-quality-ceramic-foam-filter-85086411.html>
- [34] cite web : <https://www.aluminiumceramicfiber.com/filtration-with-ceramic-foam-filters/>
- [35] <https://ar.sffoundrymaterial.com/info/what-are-foam-ceramics-used-for-75338008.html>
- [36] Fedosov, S. V., Bakanov, M. O., & Nikishov, S. N. Parametric optimization of the thermal processing of foam glass on basis of heat transfer models. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, (2020).709(4), 044047. Combe, M. Caractérisation de mousses solides obtenues par expansion de billes de cellulöid [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. (2020). PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/5367/>
- [37] Zhu, L.; Dong, Y.; Hampshire, S.; Cerneaux, S.; Winnubst, L. Waste-to-Resource Preparation of a Porous Ceramic Membrane Support Featuring Elongated Mullite Whiskers with Enhanced Porosity and Permeance. *J. Eur. Ceram. Soc.* **2015**, 35, 711–721. [[Google Scholar](#)] [[CrossRef](#)]
- [38] https://www.databridgemarketresearch.com/ar/reports/%D8%A7%D9%84%D8%B3%D9%88%D9%82%D8%A7%D9%84%D8%B9%D8%A7%D9%84%D9%85%D9%8A%D8%A9-%D9%84%D8%B1%D8%BA%D9%88%D8%A9-%D8%A7%D9%84%D8%B3%D9%8A%D8%B1%D8%A7%D9%85%D9%8A%D9%83?srltid=AfmBOorz-uw_pm9Z-e5wiggbqEZaKwv6xMXD12Jzut6RZx3ItKtt87Qn
- [39] Li, N.; Zhang, X.-Y.; Qu, Y.-N.; Xu, J.; Ma, N.; Gan, K.; Huo, W.-L.; Yang, J.-L. A Simple and Efficient Way to Prepare Porous Mullite Matrix Ceramics via Directly Sintering SiO₂-Al₂O₃ Microspheres. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2016, 36, 2807–2812. [[Google Scholar](#)] [[CrossRef](#)]
- [40] <https://www.shutterstock.com/image-vector/symbol-cfc-chloro-fluoro-carbon-vector-2346093781>
- [41] <https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Hydrocarbure>
- [42]: <https://ar.unipretec-ceramics.com/info/ceramic-thermal-insulation-materials-89798789.html>
- [43] _An overview on the manufacture and properties of clay-based porous ceramics for water filtration. <https://www.mdpi.com/2571-6131/8/1/3>

Chapitre 02

**Matériaux, méthodes de
caractérisation et procédures
expérimentales**

1. Introduction

Les vitrocéramiques sont l'un des matériaux innovants à base de verre permettant de recycler les déchets de verre. Peu d'études ont été menées sur la faisabilité de la production de vitrocéramiques à partir de déchets de silicate. Cependant, la facilité de fabrication de ces types de matériaux a été prouvée par le frittage de divers types de déchets de silicate [1]. Lorsque des facteurs de porosité sont ajoutés à ce type de céramique, celle-ci acquiert une structure poreuse ou mousseuse, lui conférant des propriétés distinctives telles qu'une faible densité et poids léger.

De ce fait L'objectif de ce travail est l'**Etude de l'effet des additions sur la densité d'un matériau céramique poreux à base de verre usagé.**

Dans ce chapitre nous abordons en détail les matériaux utilisés, les méthodes de caractérisations et les procédures expérimentales employées pour la réalisation de cette étude.

2. Matériaux et instruments

2.1 La matière première

Dans ce travail la matière première a été issu des verreries de laboratoire endommagés plus particulièrement les béchers Figures 2.1.



Figure 2.1 : béchers en verre endommagés.

2.2 Matériaux gonflables

- **Charbon actif**

Le charbon actif est un charbon ayant subi une préparation particulière, ce qui lui confère une nature largement poreuse à l'échelle microscopique [2], avec un haut pouvoir de fixation et de

retenue de certaines molécules amenées à son contact. Ce composé présente une bonne stabilité chimique et thermique dans différentes conditions [3]. Ces caractéristiques ont permis de l'utiliser comme composant dans la création de matériaux poreux [4].

- **Carbonate de calcium**

Le carbonate de calcium est un composé chimique de formule CaCO_3 , qui se présente sous la forme d'une poudre blanche. C'est une substance courante que l'on trouve dans les roches sous forme de minéraux tels que la calcite et l'aragonite, notamment dans la craie, le calcaire, les coquilles d'œufs, les coquilles de gastéropodes, les coquilles d'huîtres et les perles [5]. Lorsque le carbonate de calcium est chauffé à des températures suffisamment élevées (au-dessus de son point de décomposition de $850\text{ }^{\circ}\text{C}$), il se décompose thermiquement (calcination). Cette réaction produit du dioxyde de carbone (CO_2). Dans la matrice vitrocéramique, le CO_2 libéré peut être piégé, créant des pores à l'intérieur du matériau. Il peut également favoriser la cristallisation de certaines phases de la vitrocéramique par l'intermédiaire des produits de décomposition (CaO) [6].

- **Carbonate de sodium**

Le carbonate de sodium est un composé chimique de formule chimique (Na_2CO_3), qui se présente sous la forme d'une poudre blanche. Il se décompose également sous l'effet de la chaleur à environ 851°C pour former du silicate de sodium et libérer du CO_2 pour contribuer à la formation de pores dans la matrice vitrocéramique [7].

Tableau 2.1 : masse molaire des matériaux utilisés.

Produits chimiques	Charbon actif	CaCO_3	Na_2CO_3
Masse molaire (g/mol)	12	100.09	106.01



Figure 2.2 : a) charbon actif, b) Carbonate de sodium, c) Carbonate de calcium.

2.3 Les instruments

- **Balance électronique et Broyeur électrique**

La Figure 2. 3 (a) présente une balance d'analyse électronique de précision (quatre chiffres) de type KERN PLS360-3 de précision 10^{-4} g, avec une plage de poids standard de [0.1 à 320] (g). Et une machine de broyage de type (RRH-3000A) a permis de broyer facilement les béchers de laboratoire en verre concassés grossièrement en une poudre fine à différentes tailles de grains en peu de temps présentée sur la Figure 2. 3 (b).



Figure 2.3: a) Balance électronique, b) Broyeur électrique.

- **Instruments supplémentaires**

La Figure 2.4 (a, b, c) présente un Tamis un mortier avec pilon en agate et une étuve de type FN 400 respectivement. Ces instruments entre dans la préparation des poudres avant le façonnage des pastilles.



Figure 2.4 : a). Tamis, b). Mortier avec pilon, c). Étuve.

- **Presse hydraulique et four**

La presse hydraulique manuelle ou presse à granulés de laboratoire de type Specac Evacuable Pellet Dies. La presse manuelle est conçue pour répondre à une grande variété d'applications de pressage hydraulique uni- axiale. Particulièrement adaptées à la préparation d'échantillons solides pour l'analyse XRF. Ainsi elles sont parfaites pour la fabrication de disques KBr pour l'analyse FTIR et autre grâce à un moule en acier inoxydable de la Figure 2.5 (a, a' et b)

La presse est constitué d'une Protections de sécurité en polycarbonate, Traverse supérieure réglable, Valve de contrôle de la pression réglable, Orifices de vide, Soupape de décompression, Manomètres de conversion basse pression (0-1tonnes).

Un four de type (Nabertherm) qui dispose de boutons permettant de régler la vitesse de chauffage et maintenir la température à une valeur fixe pendant un temps de maintien bien déterminer pour réaliser les traitements de frittage. la Figure 2.5 (c)

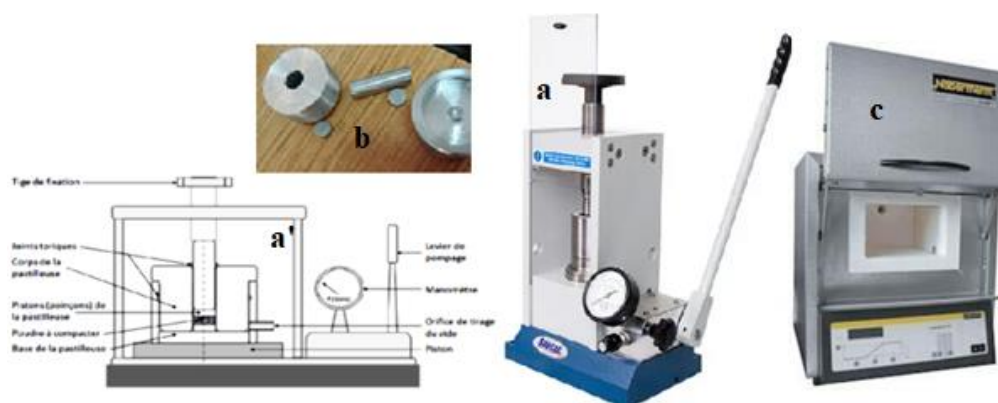


Figure 2.5 : Presse hydraulique et son schéma de principe de fonctionnement [8], moule métallique et four de frittage.

3. Méthodes de caractérisation

3.1 Densimètre électronique

Cet outil électronique Figure 2.6, est une Balance équipée d'un appareil de pesée hydrostatique de type (OHAUS), permet de calculer la densité de divers matériaux.

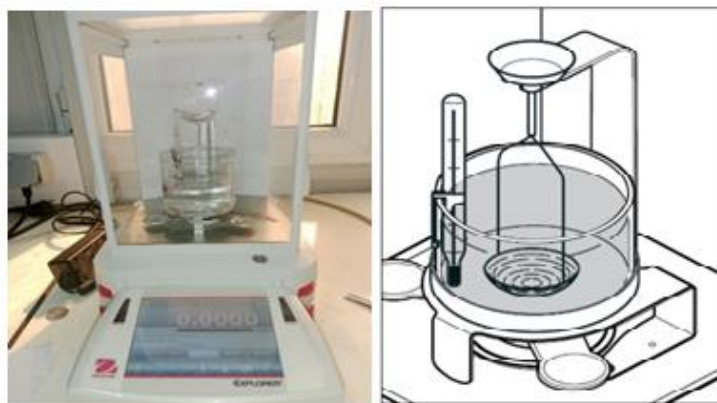


Figure 2.6 : l'appareil de la densité et son schéma [9].

La masse volumique ρ des échantillons ont été mesurés en utilisant la méthode de la poussée d'Archimède dans un solvant, ici, de l'eau distillée. Cette méthode consiste à peser l'échantillon dans l'air (m_{air}) puis dans le solvant (m_{eau}) de masse volumique connue (ρ_{eau}). La masse volumique du matériau est alors calculée comme suit :

$$\rho = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} * \rho_{eau}$$

La balance utilisée pour ces mesures est une Metler Toledo XS64, permettant de mesurer les masses volumiques à $\pm 0,002 \text{ g/cm}^3$. La masse volumique d'un matériau quelconque est définie par sa masse par unité de volume. La dimension de cette grandeur est exprimée en g/cm^3 .

3.2 Analyse par Spectromètre infrarouge (FT-IR)

La spectroscopie infrarouge est une technique spectrale qui utilise la région infrarouge du spectre électromagnétique. Cette technique est employée pour analyser les spectres et interpréter les données obtenues, en identifiant les groupes fonctionnels présents dans les composés étudiés. La spectroscopie infrarouge est considérée comme un outil important pour l'étude des matériaux, car elle permet d'identifier leur structure sans altérer leurs propriétés [10]. Les liaisons chimiques dans les molécules vibrent de deux manières principales : l'élongation et la déformation angulaire. Toutes les liaisons absorbent l'énergie infrarouge en quantités spécifiques qui provoquent ces vibrations. L'absorption se produit uniquement si elle entraîne une modification du moment dipolaire électrique de la molécule. Ces vibrations sont

quantifiées, ce qui signifie que l'absorption d'énergie infrarouge se produit à des parties spécifiques du spectre [5].

Le domaine de l'infrarouge se situe entre (20 et 14000 cm^{-1}), et ce domaine est divisé en trois régions principales :

- * Infrarouge proche : ($4000\text{-}14000\text{ cm}^{-1}$).
- * Infrarouge moyen : ($650\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$).
- * Infrarouge lointain : ($20\text{-}650\text{ cm}^{-1}$).

La région centrale est considérée comme la région la plus utilisée par le chimiste car celui-ci y trouve sa suffisance. Informations sur la structure de la plupart des composés.

L'appareil FTIR, Figure 2.7 est considéré comme l'un des appareils d'analyse spectroscopique les plus importants en raison de l'importance de ses composants. Les éléments de base qu'il contient sont les suivants [5] :

- Source de lumière infrarouge.
- Monochromateur.
- Porte-échantillon.
- Détecteur.
- Unité d'enregistrement.

Il dispose d'une mémoire informatique qui analyse les ondes collectées sur le détecteur et les convertit. Informatisé et dessiné le spectre résultant de l'absorption [5]. Dans cette étude, l'échantillon était composé de $0,3\%$ de KBr et $0,01\%$ de poudre de verre primaire, qui ont été bien mélangés dans un mortier et placés dans un moule spécial avec un dispositif de pression hydraulique, puis pressés avec le bras et attendus un peu jusqu'à ce que l'échantillon quelque peu transparent soit formé, pour être emmené au four et extraire le spectre d'absorption.

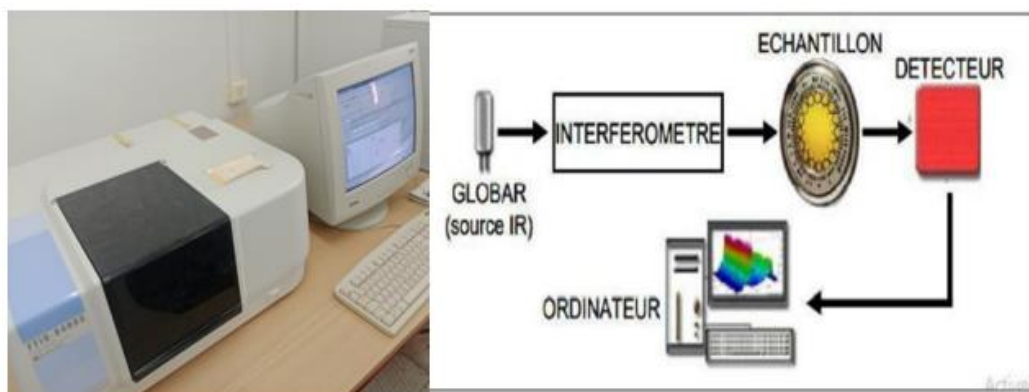


Figure 2.7 : spectromètre FT-IR et le schéma de ces composants [5].

3.3 Analyse par spectromètre UV-VIS

La spectroscopie UV-VIS est une technique précieuse et multi-usage, elle est considérée comme l'une des méthodes spectroscopiques les plus simples pour étudier les réactions analytiques. Cette technique est basée sur la mesure de la variation d'absorption en fonction de la longueur d'onde, On l'appelle ainsi parce que l'absorption du rayonnement dans ces deux régions provoque l'excitation des électrons dans la molécule qui absorbe ce rayonnement [12]. A l'aide d'un spectromètre UV-VIS Figure 2.8, la lumière dans la gamme ultraviolette (200 - 400) nanomètres est utilisée pour mesurer la quantité de lumière absorbée ou réfléchie par l'échantillon et pour déterminer les concentrations d'éléments dans l'échantillon, et la lumière dans la gamme visible (400-700) nanomètres est utilisée pour identifier les composés qui ne réagissent pas avec la lumière ultraviolette [11]. L'absorption UV-Visible est directement proportionnelle à la concentration selon la loi de Beer-lambert [12] :

$$A = -\log(T) = -\log(I/I_0) = \epsilon CL$$

où **A** : est l'absorbance, Il s'agit d'une mesure de la quantité de lumière absorbée par un échantillon.

T : est la transmittance

I₀ : Intensité initiale de la lumière

I : est l'intensité de la lumière après le passage par l'échantillon à mesurer

ε : est le coefficient d'absorptivité molaire, Il s'agit d'une constante qui dépend de la nature du matériau et de la longueur d'onde et qui reflète la mesure dans laquelle le matériau absorbe la lumière à une longueur d'onde spécifique.

C : est concentration de la substance.

L : est la longueur du trajet optique.



Figure 2.8 : Spectromètre UV-VIS.

4. Procédures expérimentale

Comme expliqué dans la partie théorique, il existe plusieurs techniques de fabrication de matériaux céramiques poreux. Dans ce travail, **la méthode de frittage traditionnelle** a été sélectionnée et testée pour produire des échantillons de céramique de verre expansée. L'agent moussant est combiné à l'étape de traitement thermique pour former des pores pendant le processus de frittage [1]. En guise de définition brève et simple de cette méthode, on la connaît comme le processus de chauffage, ce qui conduit à la fusion des molécules et à la formation d'un matériau solide, en règle générale, le processus de moussage (décomposition ou réaction de l'agent moussant) doit se produire à proximité de la température de ramollissement du verre pour maintenir les bulles de gaz, et donc les pores, pendant le frittage [1]. Cette étude s'est limitée à décrire la structure poreuse et microscopique ainsi que les propriétés mécaniques, qui sont la densité et porosité, des vitrocéramiques préparées. Voici les étapes de préparation des échantillons de vitrocéramique poreuse.

Cette étude a été réalisée en suivant les étapes ci-dessous.

Etape 01 : La préparation de la matière première (poudre de verre)

Afin de préparer la poudre de verre utiliser dans ce travail on a procéder comme suit :

- Récupérer des béchers en verre defectueux de laboratoire de chimie.
- Nettoyer le verre brisé avec l'eau distillée.
- Écraser avec un pilon les béchers en petits morceaux après avoir sécher.
- Broyer à sec pendant 15 minutes les morceaux de verre à l'aide de broyeur pour avoir une poudre de verre. Figure 2.9 (a, b)



Figure 2.9 : Etapes de préparation de la matière première (poudre de verre).

- Tamiser la poudre de verre obtenu, trois tamis ont été utilisés pour avoir trois poudres de verres primaires, la première avec une granulométrie de 80 μm et la seconde avec une granulométrie de 25 μm et la troisième avec une granulométrie de 100 μm . Figure 2.9 (c, d)

Etape 02 : La préparation des poudres de verre avec du charbon actif de différents pourcentages.

A ce stade, plusieurs poudres ont été préparée, constituée d'un mélange de la poudre initiale préparée à la première étape et de différents pourcentages de charbon actif à savoir (20%, 33.33% et 50 %), en suivant les étapes ci-dessous :

- Tout d'abord, à l'aide d'une balance électronique sensible, la poudre de verre et la poudre de charbon actif noir ont été pesées et mélanger suivant le **Tableau 2.2**.
- Les poudres pesées ont été mélangés manuellement avec un mortier et un pilon pendant 15 minutes jusqu'à ce qu'ils soient bien homogènes.
- L'ajout d'un pourcentage d'eau distillée (2.57g) et bien mélanger à nouveau jusqu'à homogénéité pendant 15 minutes.
- Placer les poudres dans une étuve à 80 °C pendant 24 heures. Figure 2.10 (a)
- Une fois la période requise écoulée, les mélanges sous forme de pâte sèche ont été retirés de l'étuve, broyés à nouveau, puis conservés dans des sachets ou des boîtes bien scellés jusqu'à leur utilisation ultérieure. Figure 2.10 (b)

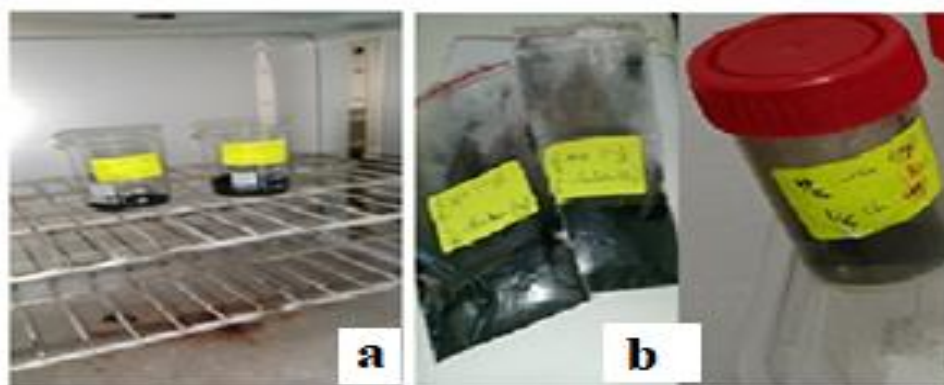


Figure 2.10 : Etapes de préparation de poudre avec charbon actif.

Tableau 2.2 : Les pourcentages et la masse équivalent des poudres de verre et du charbon actif préparés.

Le pourcentage en charbon actif (%)	Le poids du Poudre de verre (g)	Le poids du Charbon actif (g)
0	6	0
20	4,8	1,2
33,33	4	2
50	3	3

Remarque : Le présent tableau indique les valeurs à respecter lors de la préparation d'une quantité de 6 g de chaque pourcentage.

Etape 03 : L'ajout d'un agent moussant (agent porogène)

À partir des poudres élaborées dans l'étape précédente, des poudres de verre contenant différents pourcentages d'agent porogène (5 %, 10 % et 15 %) ont été préparées selon les étapes citées ci-dessous :

- À l'aide d'une balance électronique sensible, les poudres élaborées dans l'étape précédente et l'agent porogène ont été pesées et mélanger suivant le **Tableau 2.3**. En tous quarrent-cinq échantillons ont été préparés.
- Après que les composants ont été bien broyées, pendant 15 minute, de l'eau distillée (5 gouttes) a été ajoutée comme liant entre les éléments constitutifs (poudre de verre, charbon actif, carbonate de calcium, carbonate de sodium ou un mélange des deux), et le tout a été bien mélangé jusqu'à ce que les composants du mélange soient complètement imprégnés. Figure 2.11



Figure 2.11 : L'ajout d'un agent moussant (agent porogène).

Tableau 2.3 : les différents pourcentages de CaCO_3 dans les quatre mélanges.

Pourcentage de l'agent moussant (%)	CaCO_3 (g)	Na_2CO_3 (g)	Poudre de verre avec (0,20,33.33 et 50) % du charbon actif
5% Na_2CO_3	0	0.025	0.475
10% Na_2CO_3	0	0.050	0.45
15% Na_2CO_3	0	0.075	0.425
5% CaCO_3	0.0125	0	0.475
10% CaCO_3	0.0250	0	0.45
15% CaCO_3	0.0375	0	0.425
5% ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{CaCO}_3$)	0.0125	0.0125	0.475
10% ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{CaCO}_3$)	0.0250	0.0250	0.45
15% ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{CaCO}_3$)	0.0375	0.0375	0.425

Remarque : Le présent tableau indique les valeurs à respecter lors de la préparation d'une quantité de 0,5 g de chaque pourcentage l'équivalence de la masse nécessaire pour préparer une pastille.

Etape 04 : façonnage des pastilles et frittage

Au cours de cette étape, des pastilles de 0,5 g ont été préparées à l'aide de la presse hydraulique uni-axiale avec une pression de compression de 1.5 tonne/cm² Figure 2.12. Ces échantillons ont été frittés dans un four à moufle suivant la courbe thermique de la Figure 2.13 ou la température a été montée de l'ambiante à 900 °C avec une vitesse de chauffage de 5°C/min puis un maintien d'une heure à cette température. Une fois que le four a atteint la température ambiante, les échantillons ont été retirés Figure 2.14.

**Figure 2.12:** échantillon sous forme de pastillé après compression.

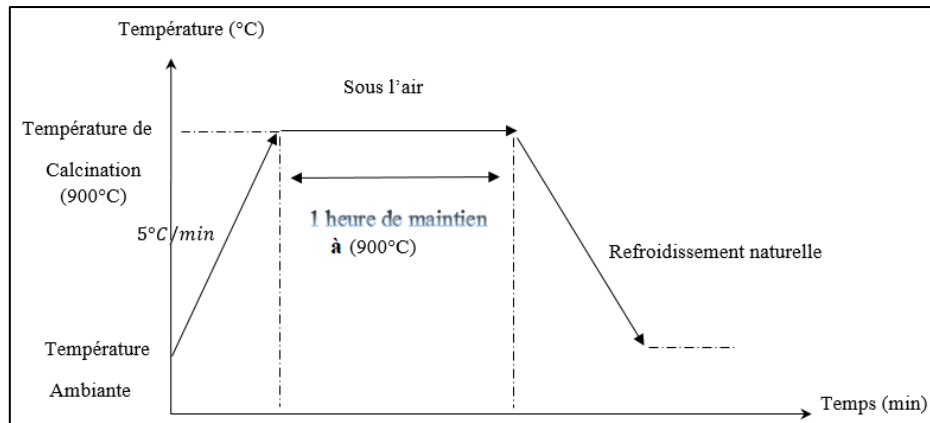


Figure 2.13 : Courbe thermique de frittage.

Enfin, quelques échantillons ont été polis à l'aide d'une polisseuse sur deux types de papier abrasif (220 et 800) afin d'éliminer les impuretés adsorbées sur la surface inférieure de certains échantillons à la suite du traitement de frittage, et afin d'obtenir une surface lisse pour la mesure de la densité.



Figure 2.14 : exemple d'échantillons de vitrocéramique poreuse préparées.

Références

- [1] Rawlings, R. D. Wu, J. P. & Boccaccini, A. R. Glass-ceramics: Their production from wastes-A Review. J. Mater Sci, 41, (2006). 733-761.
- [2] https://en.m.wikipedia.org/wiki/Activated_carbon?hl=fr-FR
- [3] Cite web carbontech <https://carbontech.net.tr/en/haberler/what-are-the-properties-of-activated-carbon/?hl=fr-FR>
- [4] Lee, J., & Choi, Y. C. Pore Structure Characteristics of Foam Composite with Active Carbon. Materials, (2020). 13(18), 4038.<https://www.mdpi.com/1996-1944/13/18/4038?hl=fr-FR>
- [5] https://en.m.wikipedia.org/wiki/calcium_carbonate?variant=zh-cn#:~:text=Calcium%20carbonate%20is%20a%20chemical,shells%2C%20shellfish%20skeletons%20and%20pearls
- [6] Sadji, A., Boudchicha, M. R., Ziouche, A., Filali, A., & Achour, S. Glass-ceramic foams from waste glass and natural red soil. Journal of the Australian Ceramic Society. (2023). https://www.researchgate.net/publication/368691993_Glassceramic_foams_from_waste_glass_and_natural_red_soil
- [7] Niu, Yong-Hong & Fan, Xiao-Yang & Ren, Da & Wang, Wencai & Li, Yike & Yang, Zhanfeng & Cui, Lingxiao. Effect of Na₂CO₃ content on thermal properties of foam-glass ceramics prepared from smelting slag. Materials Chemistry and Physics. 256. 123610. 10.1016/j.matchemphys.2020.123610. [https://www.researchgate.net/publication/343589886_Effect_of_Na₂CO₃ content on thermal properties of foam-glass ceramics prepared from smelting slag?hl=fr-FR](https://www.researchgate.net/publication/343589886_Effect_of_Na2CO3_content_on_thermal_properties_of_foam-glass_ceramics_prepared_from_smelting_slag?hl=fr-FR)
- [8] BENZIDA, K., & BENKAHLA, Mémoire de master. Effet de Dopage par Le Lanthane sur Les Propriétés Morphologique d'Une Solution Solide de Type PZT. Université Mohamed Khider de BISKRA. (2020).34
- [9] Ohaus Corporation. Density Determination Kit Instruction Manual. (2010). page 4.
- [10] Ben Tadj, M. & Zaighmi, M. Une étude théorique sur les applications de la spectroscopie infrarouge FTIR dans le diagnostic des non-métaux Adhésion ?[Mémoire de Master, (2022). Université Kasdi Merbah Ouargla, Algérie]. [google scholar] <https://dspace.univ-ouargla.dz/jspui/handle/123456789/30125>
- [11] <https://wavelength-oe.com/ar/what-is-a-spectrometer/>
- [12] Ben Chaham, S. & Ragagda, L. Applications de la spectroscopie UV-Vis dans l'estimation des composés actifs et de leur efficacité.[Mémoire de master, (2022). Université Kasdi Merbah Ouargla, Algérie. [Google scholar]. <https://dspace.univ-ouargla.dz/jspui/handle/123456789/30733>

Chapitre :03

Résultats et discussion

1. L'objectif de l'étude

L'objectif de ce travail est l'**Etude de l'effet des additions sur la densité d'un matériau céramique à base de verre usagé.**

En effet, la compréhension de la relation entre les conditions de préparation et les propriétés finales de ce type de matériau distinct ouvre de vastes perspectives pour ses applications variées dans les domaines de l'ingénierie, l'énergie et de l'environnement.

Dans ce chapitre les résultats obtenus seront présentés clairement à l'aide de tableaux et des figures graphiques pour faciliter la compréhension et la comparaison. Cependant, nous ne nous contenterons pas de présenter des graphes et des tableaux, mais nous les analyserons et les interpréterons à la lumière des connaissances préliminaire et des études scientifiques relative.

Pour ce faire nous avons procédées de la manière suivante :

- Premièrement, nous avons tenté de caractériser la nature de la matière première par la densité, la spectrométrie infrarouge et la spectrométrie UV-visible.
- Nous avons ensuite examiné l'influence de plusieurs facteurs sur la variation de la densité du nouveau matériau vitrocéramique, comme la taille des grains, la pression et l'addition d'agents porogènes (le charbon actif, le carbonate de calcium et le carbonate de sodium).

2. Résultats et discussion

2.1 Caractérisation de la matière première

2.1.1 Caractérisation par la densité

Le même morceau de verre (avant broyage) a été utilisé pour la mesure de densité par la méthode d'Archimède la valeur enregistré été de **2,2226**.

Les densités du verre varient en fonction du rapport et du type de ses principaux composants. Les densités des différents types de verre se situent entre 2,2 et 3,2. Certains types de verre spéciaux atteignent une densité de 8. Les densités de quelques types de verre sont indiquées dans le **Tableau 3.1** [5]

Tableau 3.1 : Comparaison des densités des différents types de verre.

Type de verre	Densité
Verre silicaté	2,20
verre de silice sodocalcique	2,49
Verre borosilicaté	2,23
silicate alcalin	3,02
verre aluminosilicaté	2,64

Par comparaison entre la valeur de densité mesurée dans ce travail et celles présentées dans le **Tableau 3.1**, on constate que le verre borosilicaté est le plus proche, mais cela ne suffit pas pour confirmer, donc les analyses réalisées par la suite seront déterminantes.

2.1.2 Caractérisation par spectroscopie infrarouge (FT-IR)

Cette technique fournit des informations précieuses sur les liaisons chimiques et les groupes fonctionnelles existante. Pour confirmer la nature de la matière première utilisé dans ce travail, la poudre de verre broyée a été analysée par spectrométrie infrarouge (FTIR), le spectre obtenu est présenté dans la **Figure 3.1**.

Nous distinguons plusieurs bandes, pour lesquelles nous avons divisé le spectre en intervalles afin de faciliter leur identification. Nous nous basons sur les études scientifiques [1][2][3] pour noter que :

- $[3700-3000] \text{ cm}^{-1}$: La présence d'une bande d'absorption large à environ 3400 cm^{-1} et variée qui se réfère principalement aux vibrations de liaison **O-H**.
- $[3000-1800] \text{ cm}^{-1}$: Il n'y a pas d'absorption significative en raison de l'absence de grandes quantités de liaisons aliphatiques **C-H** dans l'échantillon.
- $[1800-1500] \text{ cm}^{-1}$: Une faible bande vers 1630 cm^{-1} peut être due à la présence de molécules d'eau représentées par la liaison **H-O-H**, en raison de la présence éventuelle d'humidité lors de la préparation de l'échantillon pour la mesure. [4]

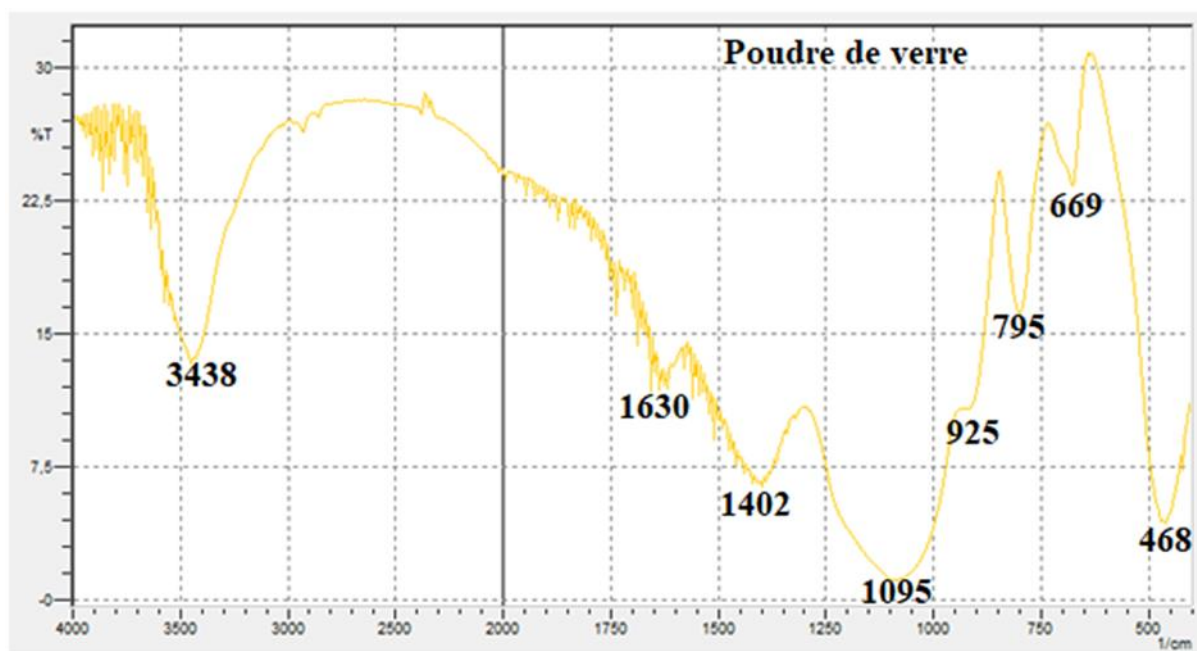


Figure 3.1 : spectre FTIR de la poudre de verre.

- $[1500-1300]\text{cm}^{-1}$: Le pic à environ 1402 cm^{-1} est attribué à la relaxation de l'étirement symétrique de la bande **B-O** des molécules trigonales **BO₃**.
- $[1300-750]\text{cm}^{-1}$: Ici, dans cette région, il y a une absorption forte et large, autour de 1095 cm^{-1} , et cela est dû à des liaisons **Si-O-Si**, qui représentent réseau de silicate de verre.
- $[750-350]\text{cm}^{-1}$: La bande située à 669 cm^{-1} est attribuée à la vibration de flexion de l'oxygène de la liaison (B-O) entre les groupes trigonaux **BO₃**, une empreinte digitale distinctive des verres borosilicatés.
- Les bandes situées à environ 795 cm^{-1} et 469 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation symétrique et de flexion respectivement de liaison **O-Si-O**.

L'analyse par spectrométrie FTIR permet de confirmer qu'il s'agit bien du verre borosilicaté de classe 3.3 DIN ISO 3585, de type internationalement déterminé. Sa composition varie peu d'une marque à l'autre. Il est composé d'environ 80 % de silice, 13 % d'oxyde de bore et 4 % de soude.

En revanche, le verre borosilicaté est commercialisé sous divers noms, tels que Pyrex, Duran, Borosil, Symax, Schott, Suprax, etc. Ces noms commerciaux peuvent désigner

différents types de verre borosilicaté, mais ils partagent généralement la même base chimique et les mêmes propriétés générales. C'est la raison pour laquelle une analyse par spectrométrie UV-visible est nécessaire pour les départager.

2.1.3 Caractérisation par spectroscopie UV-Visible

Nous avons utilisé la spectroscopie UV-visible pour analyser un échantillon de verre avant broyage, utilisé dans ce travail. Le spectre résultant est présenté dans la figure 3.2.

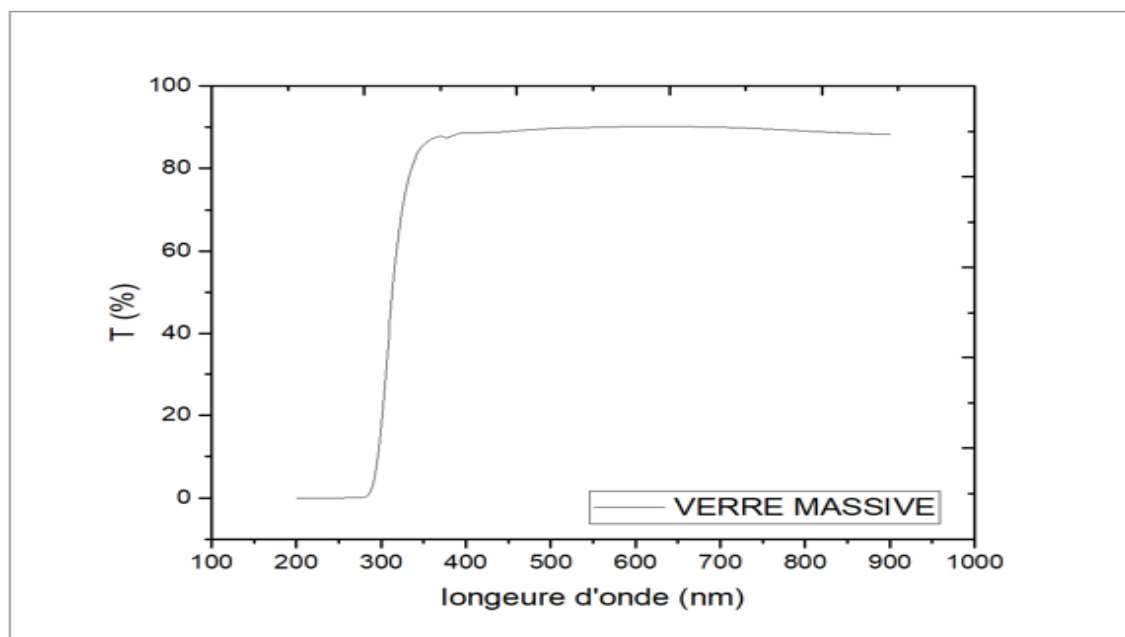


Figure 3.2 : spectre de transmission du verre massif.

Nous distinguons 3 régions principales dans ce spectre :

- [200-300] nm : Dans cette région, la transmittance semble être presque nulle, ce qui indique que le verre utilisé dans notre étude a absorbé le rayonnement de manière significative dans la région UV.
- [300-400] nm : Dans cette région, le verre semble être en transition relative d'un état absorbant à un état transmetteur.
- [400-900] nm : Ici, dans cette gamme, il est clair que la transmittance est élevée, atteignant environ 90%, indiquant que le verre est transparent à la lumière visible.

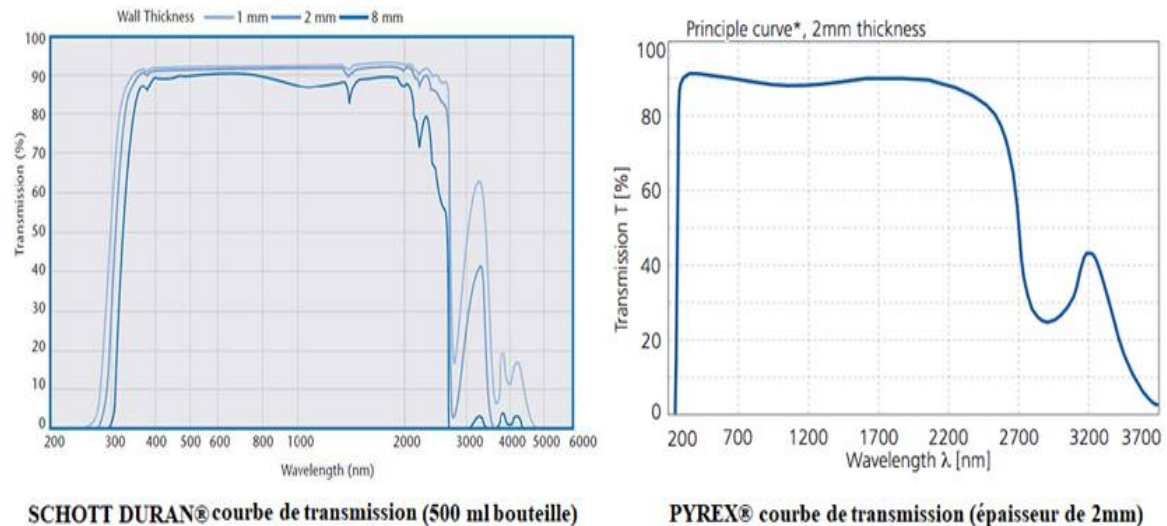


Figure 3.3 : spectre de transmission des verres : SCHOTT DURAN et PYREX. [6][7]

Par comparaison entre le spectre de transmission de la Figure 3.2 et les spectres présentés dans la Figure 3.3, on confirme que le verre utilisé est bel et bien un verre borosilicaté 3.3 de type SCHOTT DURAN. Annexe I

2.2 La densité des échantillons vitrocéramiques

La densité d'un matériau lors d'une préparation expérimentale dépend de plusieurs paramètres. Dans le cadre de ce travail, nous n'avons pris en compte que les facteurs suivants : la taille des grains, la pression et l'addition d'agents porogènes (le charbon actif, le carbonate de calcium et le carbonate de sodium).

2.2.1 L'effet de la granulométrie

La Figure 3.4 représente l'effet de la taille de grains sur la densité des échantillons vitrocéramiques sans additif après frittage. On note que la densité a diminué de 15 % pour la petite granulométrie de 25 μm , par rapport à la densité de verre massive, de 12 % pour 100 μm et de 3 % seulement pour 80 μm .

Dans la suite de notre travail, nous avons opté pour une poudre dont la densité est la plus proche de celle de notre verre massif, avec une taille de grain de 80 μm .

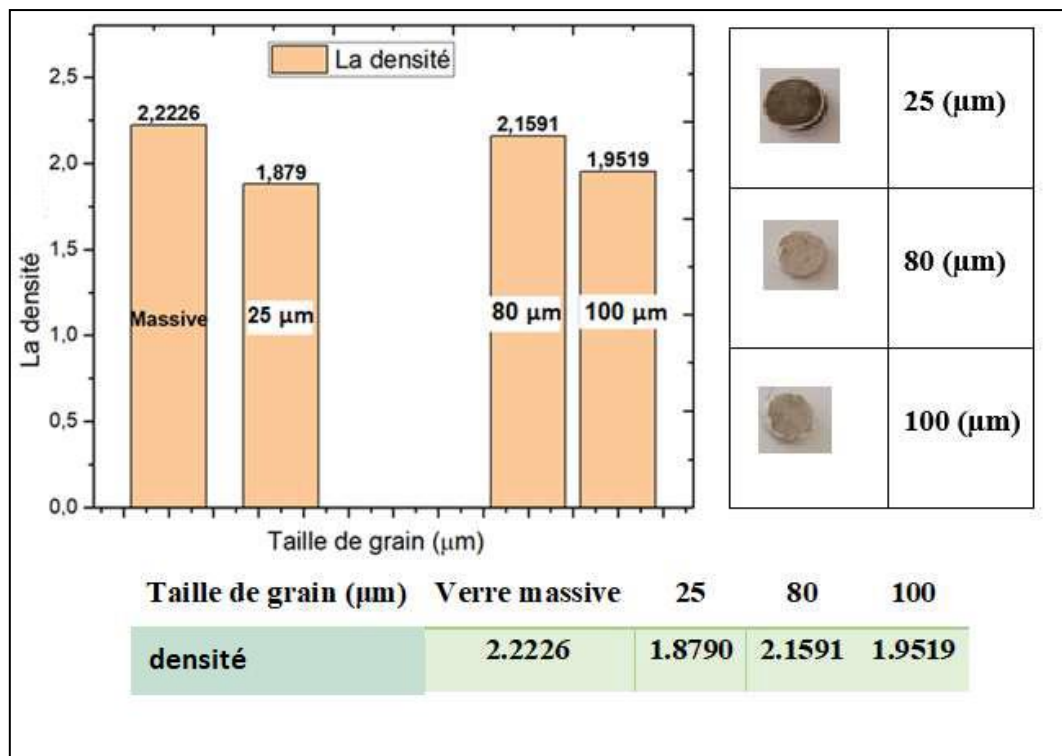


Figure 3.4 : L'effet de la taille des grains.

2.2.2 L'effet de la pression

Pour avoir des pastilles de bon tenue et non cassante le choix de la pression hydraulique est très important de ce fait nous avons testé trois valeurs de pression 1, 1.5 et 2 (ton/cm²).

La Figure 3.5 représente l'effet de la pression sur la densité et la tenue des échantillons vitrocéramiques de la poudre à 80 μm sans addition.

On remarque que la densité de ces trois pressions est presque du même ordre de grandeur. En revanche, la pastille obtenue à la pression de 1 (ton/cm²) s'est avérée plus fragile et celle pressée à 2 (ton/cm²) présente un aspect concave. C'est la raison pour laquelle la pression de 1,5 (ton/cm²) a été choisie pour la suite de notre travail.

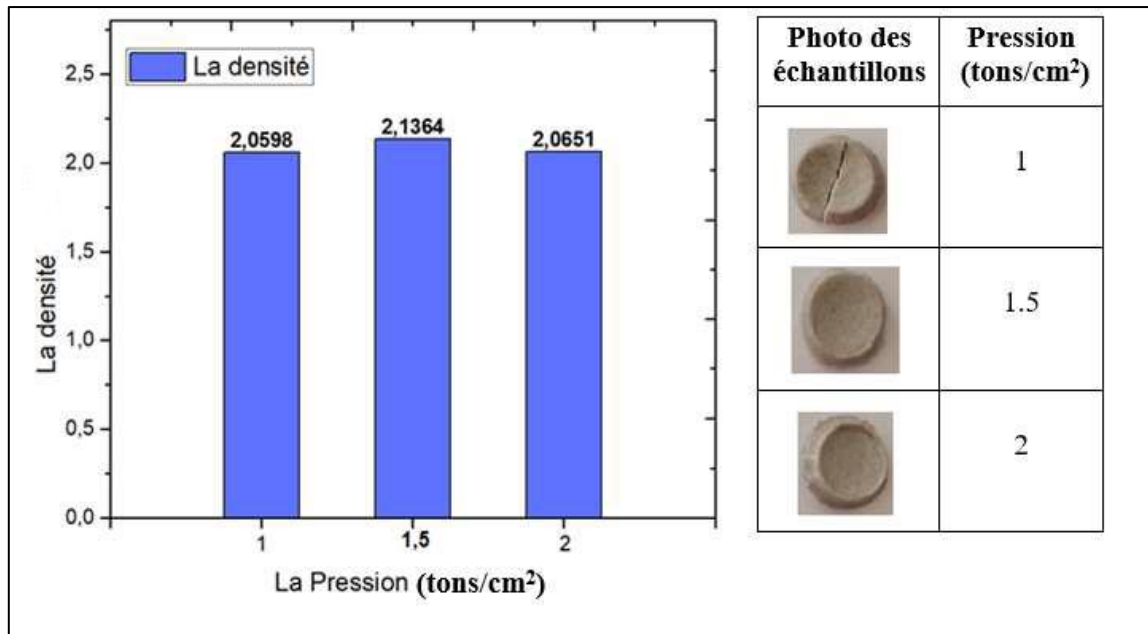


Figure 3.5 : L'effet de la pression.

2.2.3 L'effet des additions porogène

Les additifs sont des agents qui stimulent la création de pores car ils contiennent un pourcentage de carbone qui est piégé sous forme de gaz à l'intérieur de la céramique pendant le processus de frittage, lui donnant une structure poreuse.

- **Le charbon actif**

La **Figure 3.6** représente l'influence de l'addition de charbon actif sur la densité et l'aspect visuelle des échantillons vitrocéramiques résultants.

Ces résultats montrent clairement que la densité diminue lorsque le pourcentage de charbon actif augmente. On note ainsi une diminution de 25 % de la densité pour l'échantillon contenant 50 % de charbon actif par rapport à l'échantillon d (sans addition). Cette diminution peut s'expliquer de la manière suivante : Lors du frittage, une partie du charbon actif ajouté s'échappe, laissant alors la place à d'éventuels pores.

L'autre partie de charbon actif emprisonnée dans l'échantillon explique bien l'aspect visuel des pastilles qui changent de couleur avec l'augmentation de la concentration de charbon, passant d'une couleur taupe claire à une couleur plus foncée.

En effet, à 900 °C (température de frittage) et en présence d'oxygène, le charbon actif subit une réaction d'oxydation. Cette réaction, à haute température, conduit à une perte de masse et à une modification de la structure du charbon actif, une partie des atomes de carbone se combinant avec l'oxygène pour former des gaz (CO et CO₂) qui sont libérés.

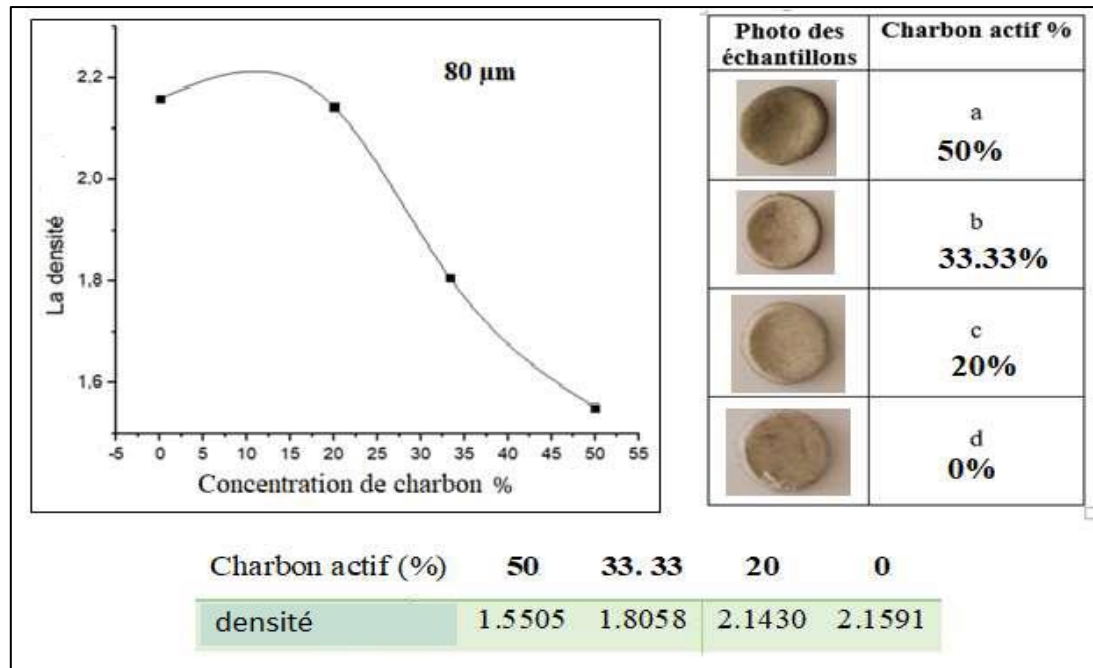
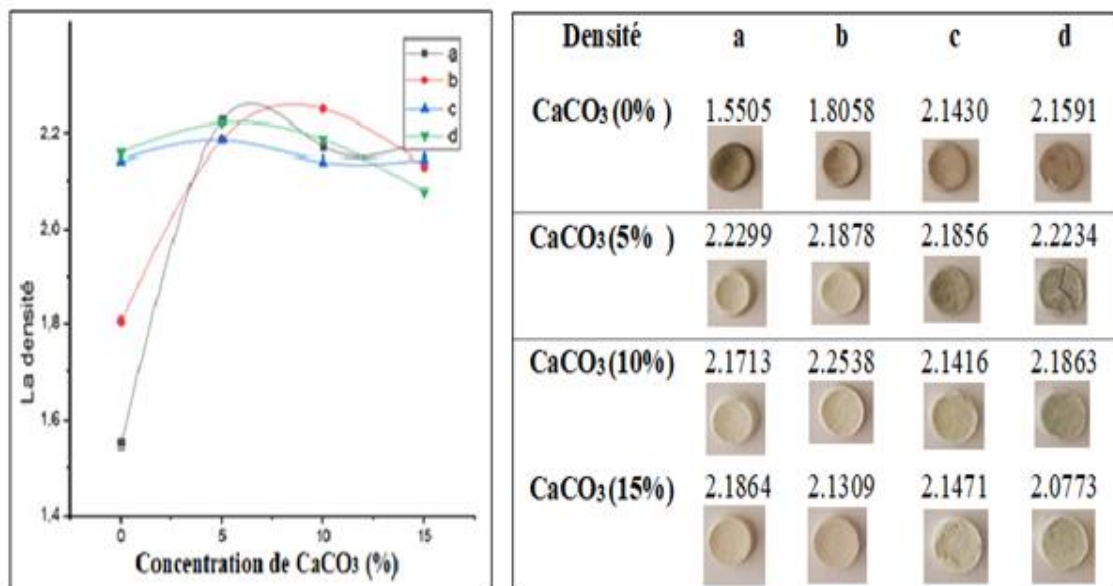


Figure 3.6 : L'effet de charbon actif.

- **Le charbon actif avec le carbonate de calcium**

L'étude de l'influence de l'agent moussant CaCO_3 sur l'évolution de la densité et l'aspect visuel des échantillons (a, b, c et d) a donné les résultats présentés dans la Figure 3.7.

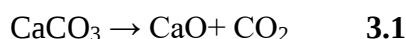
Figure 3.7 : L'effet de charbon actif et CaCO_3 .

La densité des échantillons **a** et **b** augmente respectivement d'un facteur de (1,44 et 1,21) avec l'addition de 5 % de carbonate de calcium (CaCO_3), puis elle devient presque insensible à l'addition de ce dernier.

En revanche, l'addition de carbonate de calcium (CaCO_3) n'a pas d'effet significatif sur les échantillons **c** et **d**, où la densité reste presque inchangée.

À l'inverse, d'un point de vue visuel, on note une coloration qui tend vers le blanc avec l'augmentation de la quantité de carbonate de calcium (CaCO_3) pour tous les échantillons, mais ce phénomène est plus accentué pour les échantillons **a** et **b**. cette coloration est due peut-être au monoxyde de calcium (CaO)

En effet, à 900°C , le carbonate de calcium CaCO_3 subit une décomposition thermique, ce qui veut dire qu'il se transforme en oxyde de calcium (CaO) et en dioxyde de carbone (CO_2). Suivant la réaction 3.1.



L'oxyde de calcium (CaO), est un composé chimique qui se présente sous forme d'un solide blanc, alcalin et cristallin.

Généralement, le CaCO_3 est utilisé comme stabilisant dans la fabrication des verres, en particulier au niveau de la fusion et de la formation des silicates. Il augmente la résistance chimique du verre, son éclat et diminue sa solubilité, mais en excès il provoque une **dévittrification**.

- **Le charbon actif avec le carbonate de sodium**

La **Figure 3.8** présente les résultats de l'effet de l'agent moussant (Na_2CO_3) sur la densité et l'aspect visuel des échantillons (a, b, c, d).

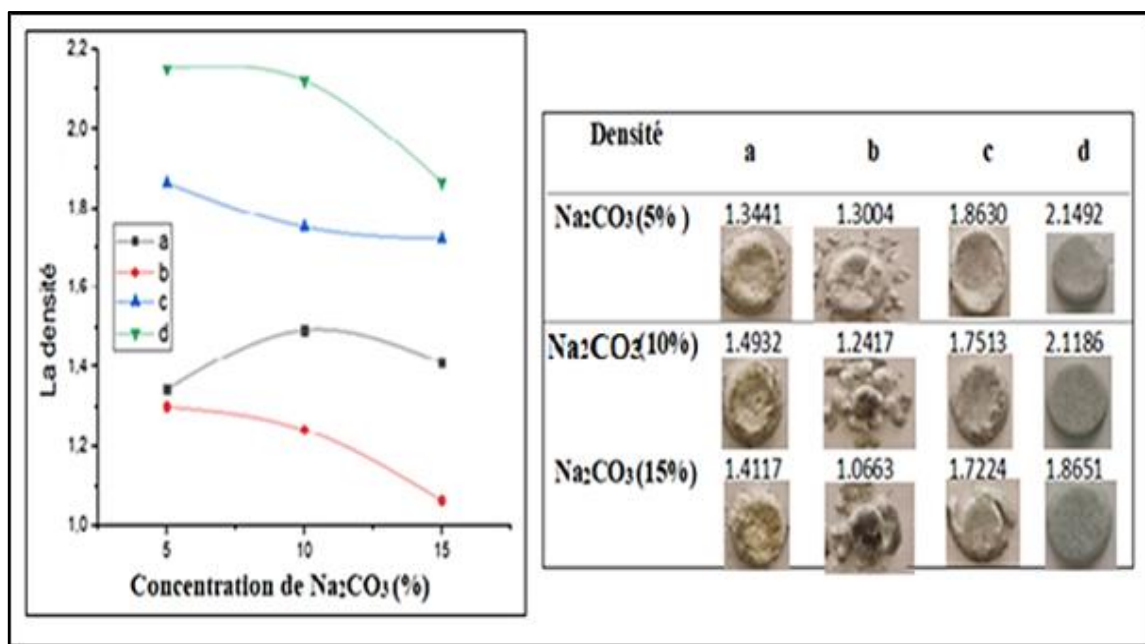


Figure 3.8 : L'effet de charbon actif et Na_2CO_3 .

Ces résultats indiquent une légère diminution de la densité avec l'augmentation de pourcentage de Na_2CO_3 pour tous les échantillons sauf pour les échantillons (a) qui augmente puis diminue légèrement.

En ce qui concerne l'aspect visuel les échantillons contenant le charbon actif semble affaissé, irrégulier, fragile et des fois dispersées comme (b à 10% et 15% Na_2CO_3). A l'encontre des échantillons sans charbon qui ont été lisse, régulier et de couleur grisâtre.

Dans la fabrication des verres le carbonate de sodium agit comme un fondant, a pour but d'abaisser le point de fusion de l'oxyde de silicium à un niveau plus accessible.

L'apparence de ces résultats s'explique par le fait que le carbonate de sodium, en excès, rend le verre plus sensible aux fissures et diminue sa transparence.

- **Le charbon actif avec le mixte (CaCO_3 et NaCO_3)**

La **Figure 3.9** présente les résultats de l'effet des deux additions (CaCO_3 et Na_2CO_3) sur la densité et l'aspect visuel des échantillons (a, b, c, d).

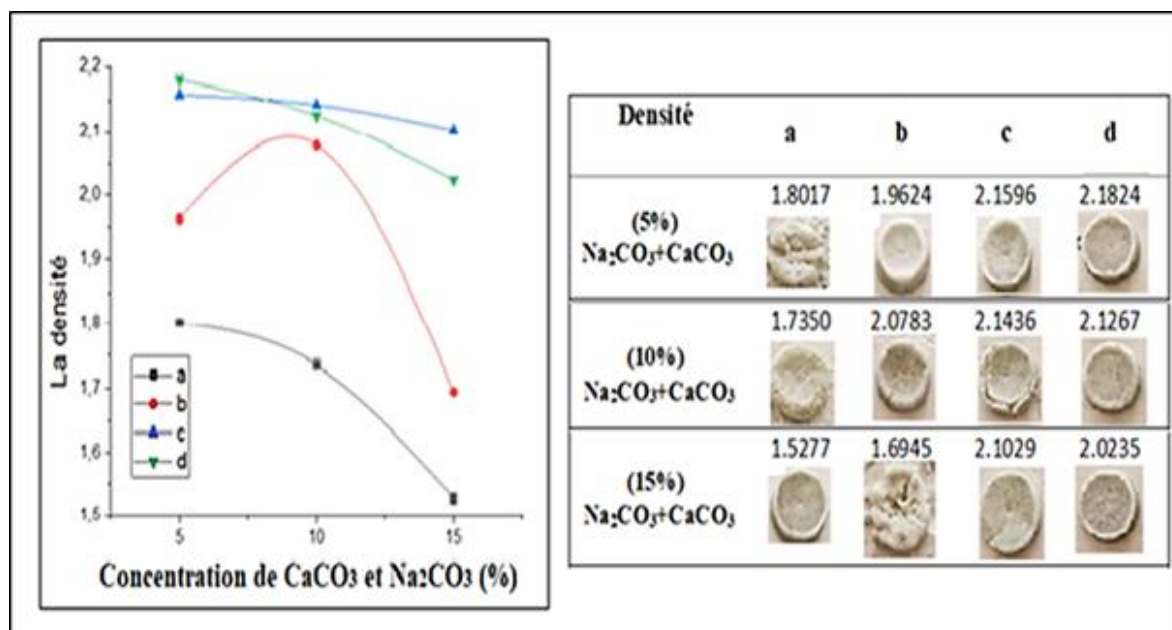


Figure 3.9 : L'effet de charbon actif et de mixture $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$.

Ces résultats indiquent une légère diminution de la densité avec l'augmentation de pourcentage de mixture $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ pour les échantillons **c** et **d**, une variation irrégulière pour **b** (augmentation puis diminution) et une diminution significative de la densité pour les échantillons **a**.

En ce qui concerne l'aspect visuel les échantillons sans charbon il semble régulier et de couleur grisâtre

Le restes des échantillons sont fissurés dispersé et irrégulier à l'exception de **b** et **c** à (5% $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$) et la pastille qui a enregistré la basse valeur de densité **a** à (15% $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$)

Références

- [1] G. Shao et al., Thermal shock behavior and infrared radiation property of integrative insulations consisting of MoSi₂/borosilicate glass coating and fibrous ZrO₂ ceramic substrate, Surface & Coatings Technology. (2015), <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.03.008>.
- [2] J. Zhong et al. Preparation and optical properties of sodium borosilicate glasses containing Sb nanoparticles. Journal of Alloys and Compounds 607 (2014) 177–182.
- [3] T.G.V.M. Rao et al. Optical and structural investigation of Eu³⁺ ions in Nd³⁺ co-doped magnesium lead borosilicate glasses. Journal of Alloys and Compounds 557 (2013) 209–217.
- [4] M., Torres-Carrasco et al. Sodium silicate solutions from dissolution of glass wastes. Statistical analysis. Materiales de Construcción · April 2014.
- [5] Z. Y., ILERISOY et al. DISCOVERY OF INNOVATIVE MATERIALS IN STRUCTURAL SYSTEM DESIGN: GLASS STRUCTURES. THE MOST RECENT STUDIES IN SCIENCE AND ART. Chapter 95, October 2018
- [6] <https://abrisatechnologies.com/glass-materials/schott-duran/>.
- [7] https://www.pgo-online.com/intl/curves/pyrex_kurve.html.



Continental Trade Sp. z o.o.
Krasnobrodzka 5; 03-214 Warszawa
POLAND
tel. : +48 22 6701181, +48 22
6190733
fax : +48 22 6185938

www.continentaltrade.com.pl

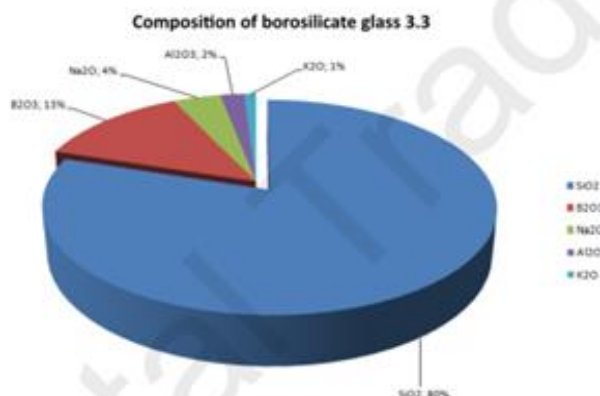
INFORMATION SHEET

office@continentaltrade.com.pl

Borosilicate Glass 3.3 – DIN 7080

Main ingredients of this glass are sodium oxide Na_2O , boron oxide B_2O_3 , silicon dioxide SiO_2 . In those ingredients, boron and silicon have high content: boron 12,5 – 13,5 %, silicon 78 – 80 %.

SiO_2	80 %
B_2O_3	13 %
Na_2O	4 %
Al_2O_3	2 %
K_2O	1 %



The feature of borosilicate glass 3.3 is that it has **low thermal expansion coefficient**, **good thermal stability**, **chemical durability** and electric property. Therefore, it's chemical resistant, heat resistant and mechanical property is excellent. So borosilicate glass is also called **heat resistance glass**.

Borosilicate glass 3.3 can be milled, drilled, ground and toughened. Its low coefficient of thermal expansion, **high thermal shock resistance** and ability to work at temperatures **up to 450 °C** for a long period of time, make this type of glass particularly suitable for use in stable temperature conditions. Is suitable **for operation at low temperatures**.

This glass can withstand the temperature to about -196 °C (is suitable for use in contact with liquid nitrogen). During thawing ensure that the temperature difference does not exceed 100 K. In general is recommended for use down to -70 °C.

This glass is extremely resistant to water, alkalis, acids and organic substances.

Properties

Mechanical Performance

Density	$2.23 \pm 0.02 \text{ g/cm}^3$
Bending strength	160 N/mm^2
Surface compressive stress	100 N/mm^2
Young's modulus	64 GPa
Poisson's ratio	0,2
Hardness	5.5 Mohs, (470 Knopp, 580 Vickers)

Thermodynamic Performance

Thermal expansion coefficient (0 – 300 °C)	$3.3 \pm 0.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (@ 0 – 300 °C)
Softening point	$815 \pm 10 \text{ °C}$
Strain point	$560 \pm 10 \text{ °C}$
Caloricity (20 – 100 °C)	$0.83 \text{ KJ} \times (\text{kg} \times \text{K})^{-1}$ (@ 20 – 100 °C)
Thermal coefficient	$1.2 \text{ W} \times \text{m} \times \text{K}^{-1}$
Thermal shock resistance	180K

While every attempt has been made to verify the source of the information, no responsibility is accepted for accuracy of data.

Page 1



Continental Trade Sp. z o.o.
Krasnobrodzka 5, 03-214 Warszawa
POLAND
tel. : +48 22 6701181, +48 22 6190733
fax : +48 22 6185938

www.continentaltrade.com.pl

INFORMATION SHEET

office@continentaltrade.com.pl

<http://www.continentaltrade.com.pl/>

Maximum working temperature

Non-tempered glass

Short time (< 10h)

-196 up to 500 °C

Long time (> 10h)

-196 up to 450 °C

Tempered glass

Short time (< 10h)

-70 up to 500 °C

Long time (> 10h)

-70 up to 280 °C

Chemical Performance

Water resistance

ISO 719 / DIN 12111 HGB1 / ISO 720 HGA1

Acid resistance

ISO 1776 / DIN 12116 1

Alkali resistance

ISO 695 / DIN 52322 A2

Optical Property

Refractive index

$\lambda = 587.6 \text{ nm}$ $n_D = 1.4724$

$\lambda = 480.0 \text{ nm}$ $n_F = 1.4782$

$\lambda = 546.0 \text{ nm}$ $n_E = 1.4740$

$\lambda = 644.0 \text{ nm}$ $n_C = 1.4701$

Electric Property

Electric Volume Resistivity

$8.6 \times 10^{13} \Omega \times \text{cm}$ (at 25 °C)

$1.4 \times 10^8 \Omega \times \text{cm}$ (at 300 °C)

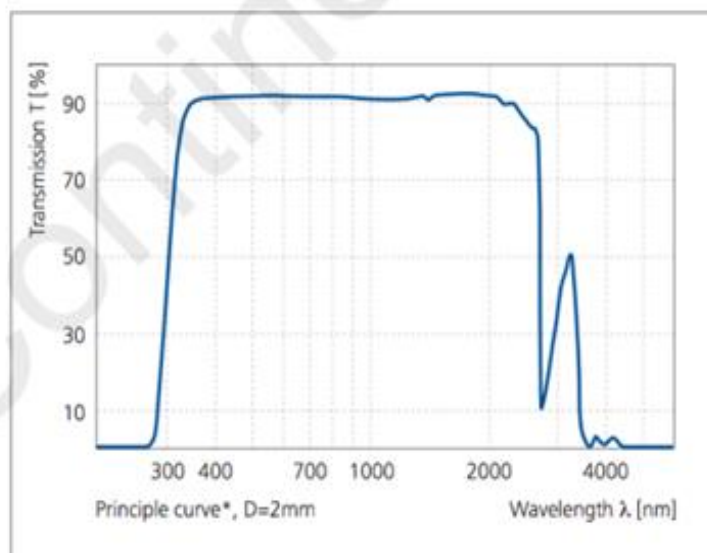
Dielectric dissipation fraction

38×10^{-4} (at 1 MHz, 20 °C)

Dielectric constant ϵ_r

4.6 (at 1 MHz, 20 °C)

Light transmission



While every attempt has been made to verify the source of the information, no responsibility is accepted for accuracy of data.

Page 2

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce mémoire nous avons abordé le sujet intitulé **l'étude de l'effet des additions sur la densité d'un matériau céramique à base de verre usagé**.

L'importance de cette étude réside dans la possibilité de fabriquer des matériaux céramiques vitreux à partir des déchets de verre récupéré du laboratoire pédagogique de chimie (département Science de la matière) de l'Université Mohamed Khider de Biskra.

En effet, la compréhension de la relation entre les conditions de préparation et les propriétés finales de ce type de matériau distinct ouvre de vastes perspectives pour ses applications variées dans les domaines de l'ingénierie, l'énergie et de l'environnement.

Cette étude repose sur une méthodologie scientifique comprenant la préparation d'échantillons de céramique vitreuse par la méthode **de frittage traditionnelle**, la caractérisation de la matière première a été effectuée par la mesure de densité, la spectroscopie infrarouge et la spectroscopie ultraviolet-visible, puis l'étude de différentes additions **charbon actif**, **CaCO₃**, **NaCO₃** sur la variation de la densité la première fois chaque composé d'une manière séparée, ensuite un mixte des trois additifs de ces échantillons.

Nous mentionnons les principales conclusions auxquelles nous sommes parvenus :

- La densité d'un morceau de verre (avant broyage) mesure **2,2226**.
- Le verre utilisé est un verre borosilicaté 3.3 de type SCHOTT DURAN.
- La densité a diminué de 15 % pour la taille de grain 25 μm , de 12 % pour 100 μm et de 3 % seulement pour 80 μm par rapport à la densité de verre massive.
- La pression n'a pas d'effet significatif sur la densité
- Pour la suite de l'étude le choix a été porté sur la taille de grain 80 μm et la pression de 1.5 (ton/ cm^2)
- La densité diminue lorsque le pourcentage de charbon actif augmente. Cette diminution peut s'expliquer de la manière suivante : Lors du frittage, une partie du charbon actif ajouté s'échappe, laissant alors la place à d'éventuels pores.
- L'augmentation de la concentration de charbon, influence la couleur des pastilles qui passe d'une couleur taupe claire à une couleur plus foncée.

- La densité des échantillons **a** et **b** augmente avec l'addition de 5 % de carbonate de calcium (CaCO_3), puis elle devient presque insensible à l'addition de ce dernier.
- En revanche, l'addition de carbonate de calcium (CaCO_3) n'a pas d'effet significatif sur la densité pour les échantillons **c** et **d**.
- À l'inverse, visuellement, la coloration tend vers le blanc avec l'augmentation de la quantité de carbonate de calcium (CaCO_3) pour tous les échantillons, mais ce phénomène est plus accentué pour les échantillons **a** et **b**. cette coloration est due peut-être au monoxyde de calcium (CaO).
- L'addition de Na_2CO_3 donne des basses valeurs de densité avec un aspect visuel affaissé, irrégulier et fragile.
- Une légère diminution de la densité avec l'augmentation de pourcentage de mixture $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ pour les échantillons **c** et **d**, une variation irrégulière pour **b** et une diminution significative de la densité pour les échantillons **a**.
- L'aspect visuel des échantillons avec Na_2CO_3 et le mixte des deux carbonates mais sans charbon semble régulier et de couleur grisâtre.
- Le restes des échantillons sont fissurés dispersé et irrégulier à l'exception de **b** et **c** à (5% $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$) et la pastille qui a enregistré la basse valeur de densité **a** à (15% $\text{CaCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$).

Cette étude ouvre la voie à d'autres recherches, telles que l'étude de l'effet du changement de température ou de la modification de la composition chimique pour une autre expérience, ainsi que l'orientation de l'exploitation des déchets de verre par les usines de céramique, qui constitue l'une des applications importantes contribuant à la protection de l'environnement et de la santé humaine.

Résumé

L'objectif de ce travail a été d'étudier l'effet des additions sur la densité d'un matériau céramique à base de verre usagé. La matière première, fournie par le laboratoire pédagogique de chimie du département des sciences de la matière de l'université Mohamed Khider de Biskra, a été caractérisée par la mesure de sa densité et par deux méthodes d'analyse : la spectroscopie infrarouge (FTIR) et la spectroscopie ultraviolet-visible. Les échantillons vitrocéramiques préparés par l'addition de poudres porogènes ont été caractérisés par la mesure de la densité. Les résultats obtenus montrent que l'addition de charbon actif diminue la densité, que ce soit seul ou en présence de Na_2CO_3 . L'addition de carbonate de calcium augmente la densité, alors que l'addition de carbonate de sodium la diminue et fragilise les pastilles.

Mots-clés : déchets de verre, vitrocéramique, densité, charbon actif, CaCO_3 , Na_2CO_3 , frittage.

Abstract

This study examined the impact of additives on the density of a ceramic material made from recycled glass. The raw material was supplied by the Chemistry Laboratory of the Department of Materials Sciences at Mohamed Khider University in Biskra. It was characterized using density measurements and two analytical methods: infrared spectroscopy (FTIR) and ultraviolet-visible spectroscopy. Glass-ceramic samples prepared by adding pore-forming powders were characterized by measuring their density. The results show that adding activated carbon decreases density, whether alone or in the presence of Na_2CO_3 . Adding calcium carbonate increases density, while adding sodium carbonate decreases it and makes the pellets brittle.

Keywords: glass waste, glass ceramic, density, activated carbon, CaCO_3 , Na_2CO_3 , sintering.

المخلص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير الإضافات على كثافة مادة خزفية تعتمد على الزجاج المستعمل. تم توصيف المادة الخام، التي وفرها مخبر تدريس الكيمياء بقسم علوم المواد بجامعة محمد خيضر بسكرة، عن طريق قياس كثافتها وباستخدام طريقتين تحليليتين: التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) والتحليل الطيفي فوق البنفسجي المرئي (UV-Visile). تم توصيف عينات السيراميك والزجاج المحضرة بإضافة المساحيق المكونة للمسام عن طريق قياس كثافتها. أظهرت النتائج المحصل عليها أن إضافة الكربون المنشط يقلل من الكثافة، سواء بمفرده أو في وجود Na_2CO_3 و CaCO_3 . وتؤدي إضافة كربونات الكالسيوم إلى زيادة الكثافة، بينما تؤدي إضافة كربونات الصوديوم إلى تقليلها وإضعاف العينات.

الكلمات المفتاحية: نفايات الزجاج، السيراميك الزجاجي، الكثافة، الكربون المنشط، CaCO_3 ، Na_2CO_3 ، التلييد.