

REPUBLIQUE DU CAMEROUN  
Paix- Travail – Patrie

\*\*\*\*\*

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT  
SUPERIEUR

\*\*\*\*\*

UNIVERSITÉ DE YAOUNDÉ I

\*\*\*\*\*

ÉCOLE NORMALE SUPERIEURE

\*\*\*\*\*

DÉPARTEMENT DE CHIMIE

\*\*\*\*\*



REPUBLIC OF CAMEROON  
Peace- Work – Fatherland

\*\*\*\*\*

MINISTRY OF HIGHER EDUCATION

\*\*\*\*\*

UNIVERSITY OF YAOUNDE I

\*\*\*\*\*

HIGHER TEACHER TRAINING  
COLLEGE

\*\*\*\*\*

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

\*\*\*\*\*

DÉPARTEMENT DE CHIMIE

\*\*\*\*\*

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

\*\*\*\*\*

LABORATOIRE DE CHIMIE INORGANIQUE APPLIQUÉE

**ÉLABORATION DES GRÈS CÉRAMIQUES A BASE  
D'ARGILES KAOLINIQUES DE KOUTABA ET DES  
MATÉRIAUX FELDSPATHIQUES DE DSCHANG :  
EFFET DE LA VITESSE DE CUISSON**

*Mémoire*

*Présenté et soutenu en exigences des conditions requises pour l'obtention du Diplôme de  
Professeur de l'Enseignement Secondaire 2<sup>ème</sup> Grade (DIPES II)*

*Spécialité : Chimie inorganique*

*Option : Physico-chimie des Matériaux Minéraux*

*Par*

**MOUNTOUNNJOU OLIVIER**

*Matricule : 10T0256*

*Maître en chimie*

*Sous la direction de :*

**Dr. NJOYA DAYIROU**

*Chargé de cours*

*Année 2016*



## DEDICACES

*Je dédie ce travail*

*à*

❖ *Mon feu père YOGNO RICHARD*

❖ *Mon feu tuteur RIEPOUO NJOYA MOUSSA*

❖ *MA maman chérie LOUMNGAM ALICE*

## CERTIFICATION

Je soussigné **Dr NJOYA DAYIROU** certifie que les travaux effectués par l'étudiant **MOUNTOUNNJOU OLIVIER**, matricule 10T0256, dans le cadre de son mémoire de DIPES II intitulé : **ÉLABORATION DES GRÈS CÉRAMIQUES A BASE D'ARGILES KAOLINIQUES DE KOUTABA ET DES MATÉRIAUX FELDSPATHIQUES DE DSCHANG : EFFET DE LA VITESSE DE CUISSON** est son travail original et authentique effectué dans le Laboratoire de Chimie Inorganique appliquée de l'Université de Yaoundé I sous ma direction.

En foi de quoi, la présente attestation lui est délivrée pour servir et valoir ce que de droit.

Yaoundé le .....

L'encadreur

Dr NJOYA DAYIROU

Chargé de cours

## REMERCIEMENTS

Je rends grâce au Seigneur Dieu qui me protège, me soutient et qui a permis que ce mémoire devienne une réalité.

Toute œuvre étant le résultat d'une collaboration parfaite entre plusieurs personnes, j'adresse mes plus profonds remerciements à/au (x) :

- ✚ Pr Nicolas Gabriel ANDJIGA, Directeur de l'école normale supérieure de Yaoundé I pour la bonne formation reçue au sein de la dite école ;
- ✚ Pr FON ABI Charles, Chef de Département de Chimie, pour m'avoir reçu dans son département ;
- ✚ Pr NJOPWOUO Daniel, vice-doyen chargé de la programmation et chef du laboratoire de Chimie Inorganique Appliquée, pour avoir résolu tous les problèmes académiques survenus lors de la réalisation de ce travail ;
- ✚ Dr NJOYA Dayirou, mon directeur de mémoire, qui m'a proposé ce sujet et m'a initié à la recherche. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude ;
- ✚ Différents membres du jury pour le temps qu'ils ont consacré, malgré leurs multiples occupations, à l'évaluation de ce travail ;
- ✚ Tous les enseignants du Département de Chimie pour leur grande aide tout au long de mes travaux ;
- ✚ Mes aînés de laboratoire: NKUICHEU Laurelle, MOUAFON Mohamed, POUDEU Raïssa, DJOKO Pierre, TCHAYI Solange, BAENLA Jean, NDJENKAN Brice, ONANA Janvier, pour leurs conseils, leur affection et leur disponibilité ;
- ✚ Mes camarades de promotion et en particulier ceux du laboratoire: LONGNING Innocent, MISSOTA Dikson, NDISHO Solomon, TADJUIDJE Fabrice Stephane, FOKWE Fabrice, KUATE Benoit, NYONDA YAMZE Gaëlle pour l'ambiance conviviale et fraternelle qui a régné dans le laboratoire ;
- ✚ M. NJIKOUFON el Hassan, mes frères et sœurs pour les précieux conseils et l'aide qu'il m'a procurés;
- ✚ Mes amis NGAPOUT DOUYAP Yannick Noah, MFUNJU Adèle Laure, MBUFUNG Hilary, MANEGUIM.T.N DoloresS, MEWADJOU Odile pour leur amour et leur soutien sans faille à mon égard.

# TABLE DES MATIÈRES

<b>DEDICACES</b> .....	<b>i</b>
<b>CERTIFICATION</b> .....	<b>ii</b>
<b>REMERCIEMENTS</b> .....	<b>iii</b>
<b>TABLE DES MATIÈRES</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>vi</b>
<b>RÉSUMÉ</b> .....	<b>vii</b>
<b>LISTE DES ABREVIATIONS</b> .....	<b>viii</b>
<b>LISTE DES FIGURES</b> .....	<b>ix</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX</b> .....	<b>x</b>
<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I : REVUE DE LA LITTERATURE</b> .....	<b>4</b>
I.1 LES ARGILES OU MATERIAUX ARGILEUX .....	5
I.1.1 Définition .....	5
I.1.2 Origine des argiles .....	5
I.1.3 Groupes d'argiles.....	6
I.1.4 Variétés d'argiles .....	9
I.1.5 Propriétés générales des argiles.....	13
I.1.6 Traitement thermique des argiles.....	14
I.2 LES FELDSPATHS .....	15
I.2.1 Feldspaths potassiques .....	15
I.2.2 Feldspaths sodiques .....	16
I.2.3 Feldspaths calciques.....	16
I.3 LES CERAMIQUES.....	17
I.3.1 Frittage .....	17
I.3.2 Classification des produits céramiques .....	18
I.3.3 Propriétés des produits céramiques.....	19
I.3.4 Les grès céramiques .....	20
<b>CHAPITRE II : MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES</b> .....	<b>21</b>
II.1 MATERIAUX .....	22
II.2 METHODES EXPERIMENTALES.....	23

II.2.1 Façonnage des éprouvettes .....	23
II.2.3 Traitement thermique des éprouvettes.....	24
II.2.4 Couleurs des éprouvettes cuites .....	25
II.2.5 Retrait linéaire ( $R_L$ ) .....	26
II.2.6 Absorption d'eau ( $A_b$ ).....	26
II.2.7 Résistance à la flexion ( $R_f$ ) .....	27
<b>CHAPITRE III: RESULTAS ET DISCUSSION .....</b>	<b>29</b>
III.1 COULEUR DES TESSONS CERAMIQUES.....	30
III.2 LE POURCENTAGE D'EAU ABSORBÉE ( $A_b$ ) .....	31
III.3 LE RETRAIT LINÉAIRE ( $R_L$ ).....	33
III.4 RESISTANCE A LA FLEXION ( $R_f$ ) .....	35
<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>40</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>43</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>48</b>

## ABSTRACT

Four formulations were carried out starting from the kaolin coming from Koutaba (Noun division in the west region of Cameroun) and from the feldspar which was collected in Dschang in the division of Ménoua of the same region. These formulations obtained by varying the feldspar weight percentage between 0 and 30% were molded in pellets (parallelepipedic and cylindrical) and these later were subjected to a thermal treatment at 1100°C with the heating rate of 5, 10; 15 20°C/min for 4 hours of level. On the ceramics obtained, the following tests were done: color, water absorption rate, linear shrinkage and flexural strength. Results obtained show that after sintering, the pellets conserve their initial form but presented a new coloration (pinkish white) which is as function of the composition of the mixture. The water absorption rate increases with heating rate up to 15°C/min before decreasing slightly and presents higher values for the formulation of 0% feldspar and lower values with 30% weight of the flux. For 10 and 30% of the flux, the water absorption values are less than or equal to 3% as from 15°C/min. The fabrication of ceramic products floor tiles request a quantity of flux around 20 and 30% with a kaolinitic clay. The linear shrinkage is for higher with 30% flux and lower with 100% of clay. Concerning flexural strength, it presents the same variation as the linear shrinkage, thus the ceramics with primary materials of 20 and 30% flux offers higher values of flexural strength because the vitreous phase brought by this quantity is more wattle and effectively plays the role of link with increasing temperature. The linear shrinkage and flexural strength increase more rapidly with 20 and 30% flux up to 10°C/min; above this rate, they significantly decrease. The high values of linear shrinkage and flexural strength were observed for 100°C/min, the most indicated rate for elaboration of ceramic products based on kaolinitic clays and feldspathic materials.

Key words: Kaolinitic clays, feldspar, temperature, heating rate, water absorption, flexural strength, stone wares.



## RÉSUMÉ

Quatre formulations ont été réalisées à partir du kaolin provenant de Koutaba (département du Noun, région de l'Ouest Cameroun) et du feldspath qui a été récolté à Dschang dans le département de la Ménoua de la même région. Ces formulations, obtenues en faisant varier la teneur en feldspath entre 0 et 30 % en masse, ont été façonnées en éprouvettes (parallélépipédiques et cylindriques) et ces dernières ont été soumises à un traitement thermique à 1100°C avec des vitesses de chauffe de 5, 10, 15 et 20°C/min pour un temps de maintien du palier de cuisson de 4 heures. Sur les céramiques ainsi obtenues, les tests suivants ont été effectués: couleur, taux d'absorption d'eau, retrait linéaire à la cuisson, et la résistance à la flexion. Les résultats obtenus montrent qu'après cuisson, les éprouvettes ont conservé leur forme initiale mais présentent une nouvelle coloration (blanc rosâtre) qui est fonction de la composition du mélange. Le taux d'absorption d'eau augmente avec la vitesse de chauffe jusqu'à 15°C/min avant de subir une légère décroissance et présente des valeurs plus élevées pour la formulation de 0 % de feldspath et les valeurs plus faibles avec 30 % en masse de fondant. Pour 10% et 30% de fondant, les valeurs d'absorption d'eau sont inférieures ou égales à 3% à partir de 15°C/min. La fabrication des produits céramiques pour les carreaux du sol exige une quantité de fondant autour de 20 et 30% de fondant avec une argile Kaolinitique. Le retrait linéaire est beaucoup plus élevé avec 30 % de fondant et plus faible avec 100 % d'argile. Quant à la résistance à la flexion, elle présente des mêmes variations que le retrait linéaire, ainsi les céramiques dont le cru est constitué de 20 et 30% de fondant offrent les valeurs les plus élevées de la résistance à la flexion car la phase vitreuse apportée par cette quantité est beaucoup plus mouillante et joue efficacement le rôle de liant avec l'augmentation de la température. Le retrait à la cuisson et la résistance à la flexion augmentent plus rapidement avec 20 et 30 % de fondant jusqu'à 10°C/min ; au-delà de cette vitesse, ils décroissent beaucoup plus significativement. Les grandes valeurs de retrait et de la résistance à la flexion sont observées pour 10°C/min, vitesse la plus indiquée pour l'élaboration des produits céramiques faites à base d'argiles kaolinitiques et des matériaux feldspathiques.

Mots clés: Argile kaolinitique, feldspath, température, vitesse de chauffe, grès céramiques, cuisson, absorption d'eau, résistance à la flexion.

## LISTE DES ABREVIATIONS

$KK_1$  : Matériaux argileux de Koutaba.

$F_1$  : Matériaux feldspathiques de Dschang.

MPa : Méga pascal.

l.d : Limite de détection

$L_{av}$  : Longueur de l'éprouvette avant frittage.

$L_{ap}$  : Longueur de l'éprouvette après frittage.

$m_{av}$  : Masse de l'éprouvette avant frittage.

$M_{ap}$  : Masse de l'éprouvette après frittage.

d : Distance entre les appuis.

f : Force exercée jusqu'à la rupture.

l : Largeur de l'éprouvette.

e : Epaisseur de l'éprouvette.

MET : Microscope électronique à transmission

## LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Représentation des tétraèdres siliciques et des octaèdres aluminiens et magnésiens en couches.....	10
Figure 2 : Feuillet élémentaire de la kaolinite.....	11
Figure 3 : Représentation de la kaolinite selon Jacques De Lapparent.....	11
Figure 4 : Représentation de l'halloysite selon Jacques De Lapparent.....	12
Figure 5 : pâte plastique modelée.....	13
Figure 6: Mécanisme du frittage en phase liquide. ....	17
Figure 7: Représentation des diverses familles en céramiques traditionnelles.....	19
Figure 8 : Poudres fines de kaolin (a) et de feldspath (b).....	22
Figure 9: Eprouvettes parallélépipédiques et cylindriques.....	24
Figure 10: Éprouvette dans le four après frittage.....	25
Figure 11: Mesure des paramètres de l'éprouvette à l'aide du pied à coulisse.....	26
Figure 12: Mesure de la masse des éprouvettes avant et après immersion pendant 24h. ....	27
Figure 13: Dispositif expérimental pour la mesure de la résistance à la flexion. ....	28
Figure 14: Variation du taux d'eau absorbée en fonction de la vitesse.....	31
Figure 15: Variation du retrait linéaire en fonction de la vitesse.....	33
Figure 16: Variation de la résistance à la flexion en fonction de la vitesse.....	35

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Classification des argiles et leurs principales applications industrielles.....	7
Tableau 2: Quelques propriétés des matériaux argileux utiles et leurs utilisations.....	8
Tableau 3: Produits céramiques à pâtes poreuses .....	18
Tableau 4: Céramiques à pâtes imperméables produits .....	19
Tableau 5: Proportions des différents mélanges .....	22
Tableau 6: Composition chimique des matériaux utilisés (Njoya et al. 2009, Poutouenchi, 2013).....	23
Tableau 7: Composition minéralogiques des matériaux utilisés (Njoya et al. 2009, Poutoumchi, 2013) .....	23
Tableau 8: Variations des couleurs des tessons céramiques en fonction de la vitesse.....	31
Tableau 9: Résultats des propriétés mécaniques ( $A_b$ , $R_L$ , $R_f$ ) .....	50

# **INTRODUCTION**

Le globe terrestre regorge une grande diversité de matériaux que l'homme utilise à des fins diverses : construction, agriculture, caoutchouc, médecine, etc. En raison de leurs propriétés dont la température de fusion très élevée, la grande stabilité chimique même à haute température, une résistance mécanique qui peut être supérieure à celle des métaux et alliages usuels, une bonne résistance au fluage, un très faible coefficient de dilatation thermique et une conductivité thermique plus ou moins élevée (Boch et al. 2001), les objets céramiques sont généralement obtenus par consolidation à haute température (frittage) avec une vitesse de cuisson précise en mettant en œuvre un procédé de mise en forme (coulage, pressage, injection etc.). L'homme utilise ces matériaux céramiques dans des domaines divers tels que le génie civil, l'automobile, l'aérospatiale, la métallurgie, l'électronique, l'électrotechnique, l'architecture, la restauration des bâtiments, etc. (Nkoumbou et al. 2001). Les produits céramiques sont des matériaux constitués de phases inorganiques et non métalliques, à liaisons essentiellement iono-covalentes, non totalement vitreux et généralement consolidés par frittage d'un compact pulvérulent mis sous la forme de l'objet voulu.

Plusieurs auteurs ont synthétisé les objets céramiques à partir de diverses sources d'aluminosilicates comme les argiles kaoliniques et d'adjuvants tels que, le feldspath, le calcium carbonate etc. (Arib et al. 2007, Elimbi et al. 2011, Tchakoute et al. 2012). Le choix du fondant tient du fait d'une part qu'il joue le rôle d'agent dégraissant pendant la mise en forme du tesson cru, d'autre part, du fait de sa composition chimique (richesse en oxydes alcalins tels que  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$ ), il favorise la formation d'une phase vitreuse à basse température. Ainsi donc, la température de cuisson des pâtes argileuses se trouve sensiblement réduite par l'emploi de feldspaths (Arib et al. 2007, Njoya et al. 2009).

Les propriétés physiques et mécaniques d'un matériau céramique dépendent des paramètres tels que : la granulométrie et la composition des matières premières, la température de cuisson, le temps de maintien au palier de cuisson et la vitesse de chauffe (Valanciene et al. 2010). Très peu de travaux scientifiques ont porté sur ce dernier paramètre (Hao et Qing-song, 2012).

L'objectif de ce travail est l'étude de l'effet de la vitesse de chauffe sur les propriétés physiques et mécaniques des grès céramiques obtenus à base d'argiles kaolinitiques de Koutaba et des matériaux feldspathiques de Dschang. Le plan de notre travail s'articule autour de trois chapitres. Le premier chapitre est consacré à la revue de la littérature. Dans le second chapitre nous présentons les matériaux utilisés et décrivons les différentes techniques

expérimentales mises en œuvre. Le troisième chapitre rapporte les résultats obtenus, discussions et une conclusion dans laquelle nous présentons nos principaux résultats ainsi que les perspectives qui marquent la fin de ce travail.

# **CHAPITRE I : REVUE DE LA LITTERATURE**



## I.1 LES ARGILES OU MATERIAUX ARGILEUX

### I.1.1 Définition

Définir le terme argile n'est pas simple car il n'existe pas une définition sur laquelle tout le monde s'accorde.

- ❖ Les géotechniciens et les agronomes considèrent l'argile comme un matériau constitué de grains dont le diamètre est inférieur à 0,2  $\mu\text{m}$ . Elle peut être constituée du quartz, d'oxydes de fer, de carbonates et des minéraux argileux (Caillère et al. 1982).
- ❖ Pour le minéraliste, l'argile est un ensemble des matériaux appartenant à la famille des phyllosilicates, c'est-à-dire des minéraux en feuillets formés par la juxtaposition des couches de silices et d'hydroxydes (Lanson & Bouchet 1995)
- ❖ Dans le sens usuel, l'argile est une terre grosse, molle et plastique composée principalement de silice et d'alumine et qui sert à la fabrication des tuiles et la poterie (Brunet ; 1986).

D'une façon générale, le terme argile désigne tout matériau naturel composé des grains fins qui passe à l'état plastique avec des teneurs en eau bien appropriées et durcit par séchage ou frittage (Guggenheim et al. 1995).

### I.1.2 Origine des argiles

Elle est produite par l'érosion, et puisque celle-ci est universelle, l'argile est une matière extrêmement commune dans la nature. L'argile est en réalité un des éléments constitutifs importants de la croûte terrestre et elle est produite grâce à des nombreuses transformations géologiques. Il y a à peu près deux milliards d'années que commençait le processus de transformation géologique affectant les roches. L'humidité de l'atmosphère qui jusque-là n'était qu'à l'état de vapeur, commença à se condenser en une pluie torrentielle qui tomba sans doute pendant des millions d'années. Cette pluie eut un effet important sur les parties du sol relativement plus élevées, elle a tout d'abord littéralement dissout des quantités incalculables de roches, bien qu'à première vue on puisse croire les roches insolubles et inattaquables par l'eau. Celle-ci a petit à petit lessivé les roches des matières solubles qu'elles contenaient et les a transportées à la mer, la transformant ainsi en une solution de plus en plus concentrée. L'effet abrasif des précipitations de l'eau et le broyage des roches par les fleuves et les glaciers préparent la désintégration chimique des roches en les fragmentant en particules

de plus en plus petites. Cette usure par frottement, quoique imperceptible dans les cas particuliers est dans l'ensemble très importante. Elle fractionne donc les roches en débris et en même temps leur ôte les éléments solubles qu'elles renferment. Ces débris de roche finissent par se déposer dans les estuaires calmes ou les deltas, en se répartissant en différentes couches de particules formant ainsi l'argile dont la connaissance de sa composition chimique est d'une grande utilité (Rhodes ; 1999).

### **I.1.3 Groupes d'argiles**

Les argiles sont séparées en deux groupes selon leur température de fusion partielle et leurs origines. En fonction de la température, on distingue :

#### **I.1.3.1 Argiles fusibles**

Les argiles fusibles ou argiles à briques fondent partiellement en dessous de 1150 °C (Nkoumbou et al. 2001). Leurs compositions sont variées, elles contiennent des proportions variables de sables, calcaire, oxydes divers, mica et matières organiques. La plupart des argiles de la montmorillonite sont fusibles. Par souci de simplification, les céramistes regroupent les argiles fusibles en argiles ferrugineuses, calcaires ou siliceuses. Les argiles fusibles sont aptes à la fabrication des produits du bâtiment (briques de terre cuites, tuiles, carreaux) et de la poterie. Ces argiles sont les minéraux industriels les plus consommés dans l'industrie du bâtiment (Dondi et al. 1998, Gonzalez et al. 1998).

#### **I.1.3.2 Argiles réfractaires**

Les argiles réfractaires se distinguent par leur résistance à haute température (point de fusion supérieur à 1530°C). Elles sont caractérisées par une haute teneur en alumine (supérieur à 40%), un contenu insignifiant d'impuretés, une grande plasticité (Nkoumbou et al. 2001). La kaolinite et la vermiculite sont les principaux minéraux philliteux utilisés dans la fabrication des réfractaires alors que la bentonite sert parfois à l'amélioration de la plasticité. Les argiles réfractaires servent à la fabrication des produits nobles (carreaux divers, sanitaires, porcelaines) et de certaines céramiques techniques (isolants sonores et électriques, isolants thermiques, tubes de canalisation et de drainage, briques de hauts fourneaux) (Gonzalez et al. 1998).

Les argiles naturelles sont généralement des mélanges d'argiles réfractaires et fusibles à des proportions qui varient d'un gisement à l'autre. Pour améliorer les propriétés technologiques des argiles, il leur est ajouté du quartz, des feldspaths et feldspathoïdes

(silicate naturel d'alumine qui contient moins de silice que de feldspath), de chamotte, du laitier, de la sciure de bois, de la poudre de charbon et bien d'autres naturelles ou artificielles (Njopwouo et al. 1994). De la classification des argiles, il en ressort leurs propriétés, leurs utilisations et leurs applications industrielles (tableau 1 et 2).

**Tableau 1:** Classification des argiles et leurs principales applications industrielles (Nkoumbou et al. 2001).

Groupe	Minéral type	Principales applications industrielles
Kaolin	Kaolinite	Charges industrielles, revêtement et coloration des papiers, encres, caoutchouc et industries relatives, production de composés argilo-organiques utilisés dans les systèmes organiques, matière première de l'industrie céramique, kaolin calciné scintillant utilisé dans la papeterie et la peinture
	Halloysite	Céramique, charges industrielle, cosmétiques, catalyses
smectite	Montmorillonite	Forage pétrolier, formation des nodules, liants des fonderies, couches imperméables des aérodromes, systèmes organique, matériaux des litières, pharmacologie, catalyse chimique
Hormite	Palygorskite sépiolite	Forage pétrolier, décoloration des huiles, absorbants, propriété gélatineuse, charges des fertilisants agricoles, pharmacologie, catalyse chimique
	Pyrophyllite	Réfractaires, céramiques, verre fibreux
(Bal de clay) Argiles impures	Kaolinite +illite+montmorillonite +quartz et matière organique	Céramique, charge des pesticides

**Tableau 2:** Quelques propriétés des matériaux argileux utiles et leurs utilisations

	kaolin	Smectite	Hormites
Types de feuillet	1/1	2/1	Pseudo-feuillet 2/1
Couleur	blanche	Marron, vertolive, blanche	Brunâtre
substitution	Peu ou pas	Sites octaédriques et tétraédriques	Site octaédriques
Charge à la surface	minimale	Très importante	modérée
Capacité d'échange cationique	faible	Elevée	modérée
nanomorphologie des par des particules	Plaquettes pseudo-hexagonales	Plaquettes minces et jointives	Tubes ou fibres allongées
Surface spécifique	faible	Très élevée	élevée
Capacité d'absorption	faible	Très élevée	élevée
Viscosité	faible	Très élevée	élevée

En fonction des origines des argiles, on distingue :

### I.1.3.3 Argiles primaires

Les argiles primaires encore appelées argiles résiduelles sont celles qui ont été formées sur l'emplacement de leur roche mère et n'ont pas été transportées ni par l'eau, ni par le vent (Rhodes ; 1999). Elles sont rares, car les débris de roches dus aux intempéries, ont été normalement charriés le long des pentes et éventuellement jusque dans les lacs et les mers. Dans les dépôts typiques d'argiles primaires, il reste beaucoup de roche mère non transformée, et on trouve l'argile dans des poches irrégulières. Puisque cette argile n'a pas été transportée par l'eau, aucun triage n'a pu se faire et elle se présente comme un mélange de grandes et de petites particules. C'est donc une argile grossière et relativement non plastique. Une fois débarrassée des débris rocheux, l'argile primaire est relativement pure, non souillée par la présence de minéraux non argileux. Une telle argile possède moins d'impuretés provenant d'autres régions puisque n'ayant pas été charriée par l'eau. Les argiles primaires sont appréciées pour leur pureté, leur blancheur et aussi parce qu'elles sont exemptes de matières minérales ou organiques gênantes. La plupart des kaolins sont des argiles pures (Rhodes ;1999).

#### **I.1.3.4 Argiles secondaires**

On appelle argile secondaire, une argile charriée loin de la roche mère. Les argiles secondaires ou transportées sont bien courantes que les argiles primaires. Les argiles transportées sont ordinairement un mélange d'argile d'origines variées, ainsi s'expliquent la composition plus complexe des argiles transportées et la présence de nombreux minéraux, comme l'oxyde de fer, qui pour l'argile constituent des impuretés. De même, l'argile secondaire contient volontiers des quantités considérables de matière carbonée qui se mélange à elle pendant la sédimentation. Les argiles secondaires sont donc fines et plastiques et contiennent ordinairement des quantités considérables d'impuretés sous forme d'autres minéraux tels que les minéraux de fer, qui les colorent et leur donnent à la cuisson une teinte rouge ou brune. Quelques argiles secondaires ainsi que certains kaolins secondaires contiennent peu de fer, mais ce sont plutôt des exceptions. L'étude de ces grands groupes d'argile permet de distinguer d'une manière explicite les variétés d'argile (Rhodes ;1999).

#### **I.1.4 Variétés d'argiles**

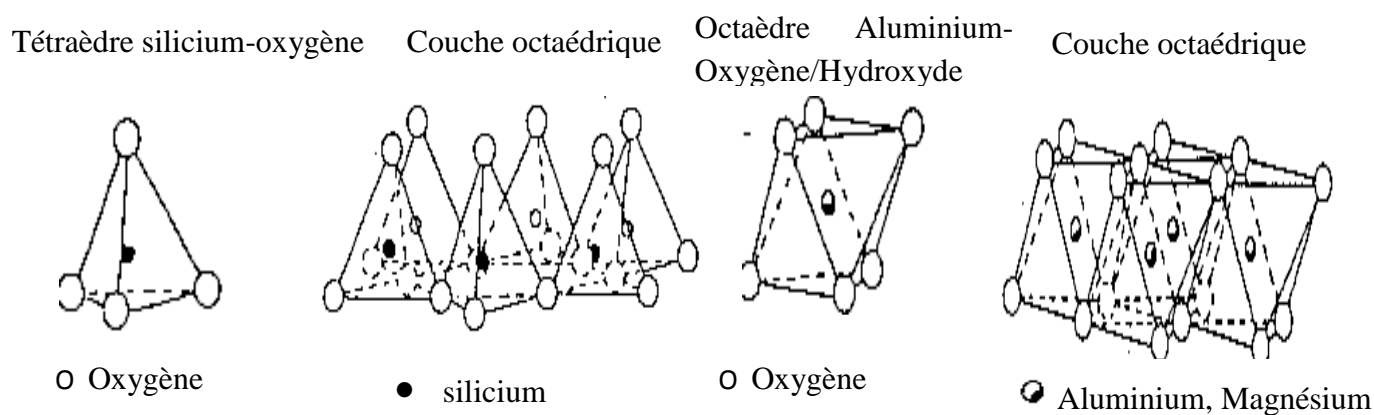
IL existe un grand nombre d'argiles très différentes. Les diverses conditions géologiques qui président la formation de lits d'argiles de compositions chimiques et physiques différentes expliquent cette grande variété. Le céramiste distingue certaines catégories en se basant sur la similitude d'origine, de composition et d'emploi.

##### **I.1.4.1 Kaolin**

Le kaolin (en anglais china clay: terre ou argile de chine), bien que relativement rare dans la nature est d'un intérêt tout particulier pour le potier. Elle est indispensable à la fabrication de la véritable porcelaine blanche (de chine). IL existe des gisements de kaolin en Europe, en Afrique, en Amérique du Nord aussi bien en Asie. Les kaolins sont des argiles primaires formées par la décomposition sur place du feldspath. Leur grain est grossier et par conséquent, en comparaison à la plupart des argiles sédimentaires, ils sont non plastiques et relativement exempts d'impureté minérale comme le fer, le soufre. Ce sont des argiles très réfractaires et leur point de fusion dépasse 1800<sup>0</sup>C. Employés seuls, les kaolins sont d'une utilisation difficile à cause de leur faible plasticité et, comme ils sont très réfractaires, leurs maturation ou traitement thermique est malaisé si on veut obtenir un produit suffisamment dur et dense. Par conséquent, le kaolin est rarement employé seul, on lui ajoute d'autres matériaux comme le feldspath pour le rendre plus fusible et abaisser son point de maturation afin de

pouvoir obtenir la température nécessaire à la fabrication des pièces à pâte dure et fermée. Le kaolin a un faible retrait à la cuisson à cause de sa structure à grains relativement grossiers. La composition chimique du kaolin révèle deux minéraux argileux types dont la kaolinite et l'halloysite (Nkoumbou et al. 2001) à côté desquels, il peut y avoir d'autres minéraux non argileux tels que les carbonates, les sulfures, les oxydes naturels, les hydroxydes, les feldspaths (Njopwouo ; 1984) et souvent de la matière organique comme le carbone. Ce matériau est appelé matériau argileux dès lors que sa proportion en minéraux argileux est plus grande que celle de ces autres constituants. Ces minéraux argileux sont des phyllosilicates d'aluminium dont les feuillets sont constitués de couches d'octaèdres  $Al(OH)_6$  et de couches de tétraèdres  $SiO_4$  reliées par les atomes O et OH mis en commun. La distance inter-réticulaire sépare deux feuillets successifs et les substitutions d'atomes sont fréquentes dans ces feuillets. L'édifice cristallin peut être désorganisé (la cristallinité est moins bonne). D'autre part, il y a des déséquilibres au niveau des charges; ce déséquilibre est compensé par adsorption de cations dans l'espace interfoliaire (capacité d'échange des argiles).

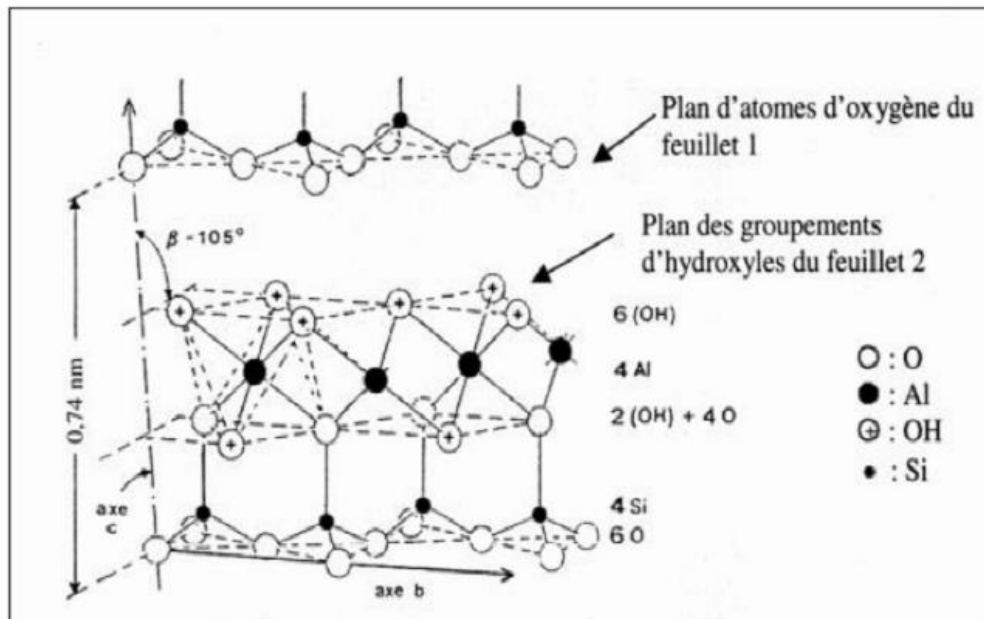
D'après la structure du feuillet, on distingue principalement les argiles 1/1 (1 couche tétraédrique + 1 couche octaédrique) et les argiles 2/1 (2 couches tétraédriques + 1 couche octaédrique).



**Figure 1** : Représentation des tétraèdres siliciques et des octaèdres aluminiers et magnésiens en couches.

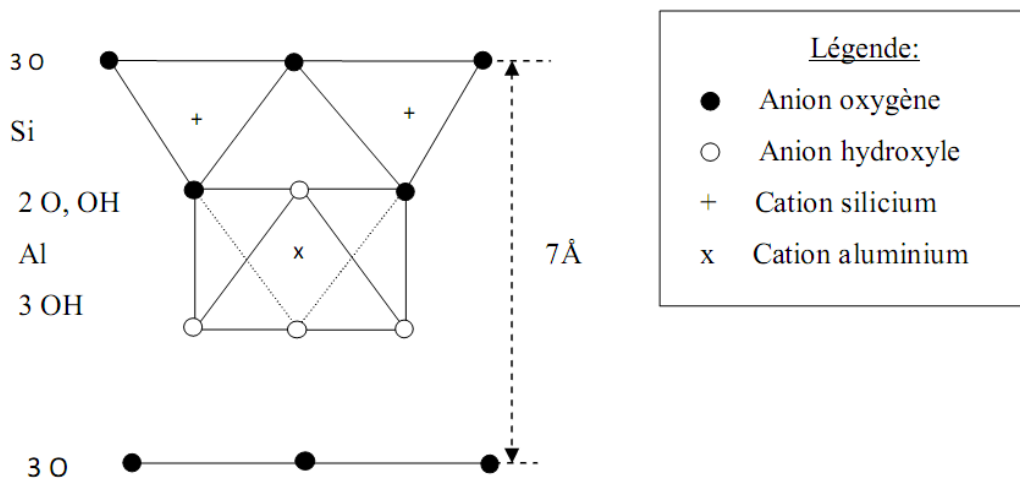
➤ **La kaolinite**

De formule structurale  $\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$ , la kaolinite se présente comme des plaquettes hexagonales souvent de très petites dimensions, celles-ci sont constituées de plusieurs feuillets élémentaires d'épaisseurs  $7\text{\AA}$  séparés par des espaces interfoliaires vides (Figure 2). Chaque feuillet peut être considéré comme un empilement de cinq plans atomiques.



**Figure 2 :** Feuillet élémentaire de la kaolinite

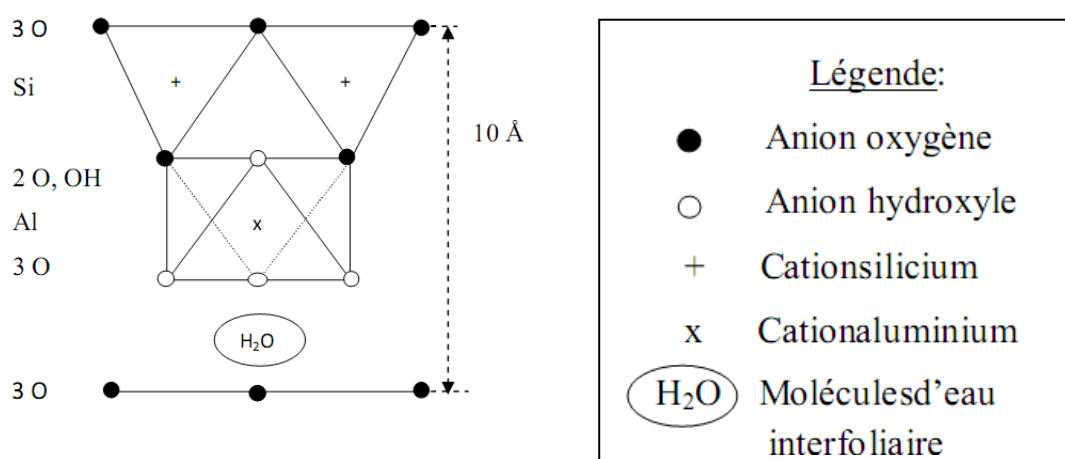
Sa demi-maille est représentée sur la **Figure 3** selon Jacques De Lapparent.



**Figure 3 :** Représentation de la kaolinite selon Jacques De Lapparent

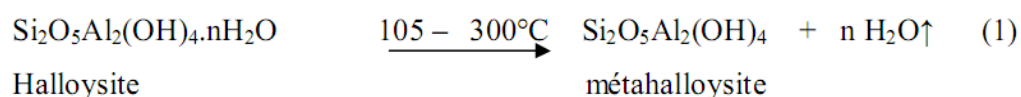
➤ **L'halloysite**

Au MET, il se présente généralement sous forme de particules entre croisées et cristallise avec des molécules d'eau interfoliaires formant des couches d'épaisseurs 2,9 Å (Brindley & Brown 1980). Encore appelé endellite, c'est un minéral argileux 1/1 alumineux constitué de feuillet de type kaolinite et d'épaisseur 10 Å mais à empilement irrégulier (absence de périodicité suivant les trois axes de l'espace), ce qui lui confère une structure turbostratique (Njopwouo ;1984). De formule structurale  $Si_2O_5Al_2(OH)_4.nH_2O$ , elle diffère de la kaolinite par son espace interfoliaire qui est variable à cause de la présence des molécules d'eau .



**Figure 4** : Représentation de l'halloysite selon Jacques De Lapparent

De même formule structurale que la kaolinite, la métahalloysite est le produit de déshydratation de l'halloysite. En effet, à température un peu plus élevée, plus précisément entre 105°C et 300°C, l'halloysite se déshydrate et perd son eau zéolithique suivant la réaction :



Le départ de cette monocouche d'eau s'accompagne d'une variation de l'épaisseur qui devient 7,1 Å et qui correspond à l'épaisseur de la métahalloysite.



### **I.1.4.2 Argiles très plastiques ou ball clays**

Les ball clays sont plus fusibles, beaucoup plus plastiques que les kaolins et leurs particules sont très petites. Les argiles plastiques et les kaolins sont vraiment complémentaires et on les mélange souvent pour obtenir des pâtes céramiques qui se travaillent bien. Bien que moins pures que les kaolins, elles contiennent relativement peu de fer et d'autres impuretés. Cuites, elles prennent une teinte grise clair ou brune clair, alors qu'à 1300°C, elles sont denses. Il est impossible de les utiliser seules en poterie, à cause de leur retrait excessif qui peut atteindre 20% lorsqu'elles sont cuites à leur température de maturation. On les utilise en addition à d'autres argiles dont on veut augmenter la plasticité et la possibilité d'emploi. La figure 5 présente la plasticité de la pâte modelée (Rhodes ; 1999).



**Figure 5** : pâte plastique modelée

### **I.1.4.3 Terres à grès**

Les terres à grès sont des argiles dont la maturation ou la vitrification s'effectue de 1200°C à 1300°C environ. Leur couleur va du gris très clair à un gris plus foncé ou brun. Elles varient beaucoup dans leur plasticité, leur température de cuisson et ces argiles peuvent être très employées à la fois comme réfractaire pour faire des briques ou pour la fabrication des grès à haute température (Rhodes ; 1999).

### **I.1.5 Propriétés générales des argiles**

Les argiles présentent trois propriétés fondamentales qui sont très intéressantes dans le domaine céramique : La plasticité, l'adsorption et le comportement à la cuisson (Houmba ; 1987).

### **I.1.5.1 Plasticité**

C'est une propriété essentielle des argiles. Un matériau est dit plastique quand il peut se déformer d'une manière permanente sans se rompre. La plasticité d'une argile humide est due aux propriétés des particules très fines (Monteiro et vieiro, 2004) qui sont pour la plupart constituées des minéraux argileux en plaquettes. La taille des particules composant la phase argileuse varie généralement entre 0.002  $\mu\text{m}$  et 2 $\mu\text{m}$ . Les plaquettes séparées par une couche d'eau glissent les unes sur les autres sous l'effet des contraintes imposées (Houmba, 1987 ; Rhodes, 1999).

### **I.1.5.2 Adsorption**

C'est l'aptitude qu'un matériau a de fixer les atomes ou les molécules étrangères. Dès l'origine, l'adsorption de l'eau par les l'argile a été un des caractères distinctifs des argiles. Il a été observé plus tard que l'argile pouvait retenir des quantités importantes d'éléments provenant des solutions. Les cations sont généralement intéressés par ce phénomène, principalement les cations interfoliaires échangeables (Houmba ; 1987).

### **I.1.5.3 Comportement à la cuisson**

C'est une des propriétés intéressantes pour les céramistes. Pendant la cuisson d'un matériau argileux, il se produit des réactions chimiques qui peuvent être contrôlées. On obtient un matériau plus résistant mécaniquement et moins poreux que le matériau de départ. Les argiles dans leur utilisation sont souvent mélangées à d'autres matériaux comme le feldspath dans le but d'obtenir les produits céramiques qui satisfont aux conditions préétablies (Houmba ; 1987).

### **I.1.6 Traitement thermique des argiles**

Les transformations thermiques des argiles peuvent être détectées par l'analyse thermique. Les études récentes de Najet (Najet ; 2013) ont montré que les minéraux argileux comprennent différents types de groupement OH ou de molécules d'eau dans leur structure, qui sont caractérisés par leur énergie de liaison. Dans la plupart des cas, pour un minéral argileux, les courbes d'analyse thermique obtenues comportent différents paliers correspondant à la perte des différents types d'eau et à une réorganisation structurale :

- ❖ perte de l'eau libre ou l'eau adsorbée dans l'espace interfoliaire, disposée en une ou deux couches généralement vers 100°C.

- ❖ perte de l'eau structurale, c'est-à-dire des groupements OH de la structure, qui débute à partir de 500°C. Cette perte est connue par la déshydroxylation. Il se forme, suite à cette perte une phase désordonnée appelée métakaolinite surtout pour les argiles qui sont essentiellement de type kaolinitique (Elimbi ; 2003). La métakaolinite est la phase la plus réactive de la série des transformations thermiques de la kaolinite. Certains auteurs comme G.W. Brindley (G.W. Brindley et al. 1959) ont suggéré une structure à partir de leur observation en diffraction des rayons X : ils démontrent la subsistance d'un certain ordre structural dans la métakaolinite.
- ❖ il y a entre 950 et 980 °C une réorganisation structurale due à la démixtion de la métakaolinite en micro-domaines riche en silice ou en alumine. Une structure spinelle ou des germes de mullite peuvent apparaître (Balek & Murat 1996).

## I.2 LES FELDSPATHS

Le feldspath (de l'allemand *Fel* = rocher, ou *Feld* = champ, et *Spath* = pierre fragile) est un minéral à base de silicate double, d'aluminium, de potassium, de sodium ou de calcium. Ils sont de la famille des tectosilicates. On distingue les feldspaths alcalins, souvent translucides, blanchâtres ou roses et riches en alcalins ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ), des plagioclases qui diffèrent des précédents par la présence de calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) et l'absence de potassium ( $\text{K}^+$ ). Les plagioclases sont en fait une série continue de minéraux, une solution solide, dont les pôles purs sont l'albite et l'anorthite. Ils forment le groupe des minéraux les plus importants volumétriquement de la croûte terrestre. Il existe de nombreux feldspaths, dont les principaux sont l'orthoclase (potassique), l'albite (sodique) et l'anorthite (calcique) (Boch et al. 2001).

### I.2.1 Feldspaths potassiques

L'orthose ( $\text{K}_2\text{O}, \text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{SiO}_2$ ) est un feldspath à base de potasse correspondant à l'ordre partiel aluminium-silicium compatible avec la symétrie monoclinique. C'est le polymorphe de température intermédiaire. Son nom provient de sa faculté à se cliver selon deux plans orthogonaux. Elle est particulièrement appréciée des céramistes, car sa réaction avec la silice conduit à la formation d'un liquide dont la viscosité, assez élevée, diminue quand la température augmente (Boch et al. 2001). Ce comportement est considéré comme une garantie contre la déformation excessive pendant le traitement thermique. L'orthose est présent dans les roches plutoniques et métamorphique acides et les pegmatites en cristaux de

petite taille, imbriqués au sein des autres minéraux, mais ne se trouve que rarement dans les laves.

### **I.2.2 Feldspaths sodiques**

L'albite ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $6\text{SiO}_2$ ), de couleur ordinairement blanche, est un feldspath riche en sodium. C'est un plagioclase purement sodique qui se trouve aux côtés de l'orthose dans les roches magmatiques acides mais qui a quelques modifications selon la température à laquelle elle est formée. Elle est le plus transparent, un éclat vitreux et cristallise en cristaux relativement plats. Son point de fusion est situé en dessous de celui de l'orthose (Boch et al. 2001).

### **I.2.3 Feldspaths calciques**

L'anorthite ( $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $2\text{Si}_2\text{O}_2$ ) est un feldspath à base de chaux, c'est le plus lourd des feldspaths, celui qui fournit les calcaires en se décomposant c'est-à-dire qu'elle est plutôt considérée comme un substitut à la craie. C'est un minéral rare qui se trouve dans les roches volcaniques anciennes ou dans les larves. Son point de fusion est situé vers  $1400^\circ\text{C}$ , et sa densité est également supérieure à celle des autres feldspaths. Ses cristaux sont toujours petits ou même granulaires (Boch et al. 2001).

Les feldspaths sont d'un aspect brillant, de texture et de cassure lamelleuses, se brisant facilement sous le marteau, se présentant souvent en fragments réguliers qui ont la forme de parallépipèdes composés de 4 faces perpendiculaires entre elles, brillantes, polies, et de deux autres faces obliques, ternes et beaucoup moins nettes. Ils entrent pour une large part dans la constitution des roches éruptives : granits, gneiss, porphyres. Sous l'action de l'atmosphère, qui contient de l'acide carbonique, ils se décomposent lentement, en résulte de l'argile, de la silice libre et des carbonates de potasse, de soude ou de chaux. C'est précisément cette altération des feldspaths qui prépare la désagrégation des roches granitiques. Quelques genres de feldspath sont généralement employés en tant que matériaux d'alimentation pour la porcelaine et fabrication des vitreux (Njoya et al. 2009). Sur la mise à feu, de tels matériaux ont comme conséquence le développement de la phase vitreuse qui joue un rôle principal dans le processus d'agglomération. D'ailleurs, ils contribuent à l'abaissement de la température de mise à feu et par conséquent à l'économie d'énergie (Arib et al. 2007, Njoya et al. 2009).

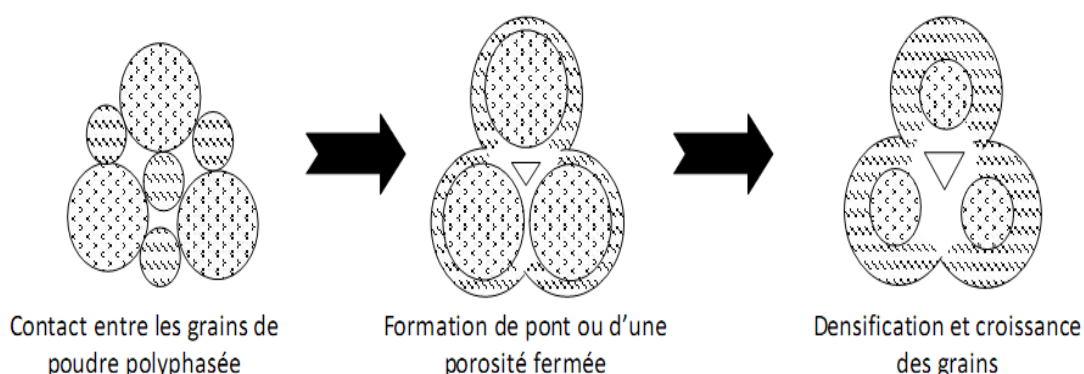
Après avoir obtenu un mélange d'argiles et d'autres matières premières minérales (feldspath carbonate de calcium) dans les proportions qui ont été calculées pour obtenir un

produit final, on peut procéder par cuisson ou par frittage qui confère aux ébauches céramiques la forme et la grandeur définitives, la résistance mécanique indispensable à leur emploi et les autres propriétés qui caractérisent l'objet achevé.

### I.3 LES CERAMIQUES

#### I.3.1 Frittage

Le frittage est une étape importante dans la fabrication des produits céramiques. C'est le processus de consolidation à haute température d'une pâte humide plastique ou d'une poudre polyphasée sèche préalablement comprimée avec ou sans fusion d'un ou de plusieurs de ses constituants (Boch et al, 2001). Il apparaît sous l'effet de la chaleur, des phases liquides dans le matériau qui favorisent le contact entre les grains de poudres. Les particules individuelles se soudent d'avantage, ce qui conduit la pièce vers un état de compacité maximale, diminuant ainsi sa porosité (Figure 6). La consolidation due au développement des ponts entre les grains, est souvent accompagnée d'une densification (élimination des pores) et d'un grossissement des grains (diminution du nombre de grains) (Boch et al, 2001).



**Figure 6:** Mécanisme du frittage en phase liquide.

En même temps qu'il permet la consolidation d'un matériau, le frittage favorise l'organisation de la microstructure (taille, forme et distribution des grains, géométrie, porosité...), permet de contrôler les dimensions des pièces produites, de maîtriser la densité du matériau. Tous ces paramètres peuvent être suivis à partir de la morphologie des grains de poudre, de la température, de la compacité initiale, de l'utilisation de dopants et/ ou de liants. Par ailleurs, le frittage est conditionné par une vitesse de chauffe, la température maximale, le temps de palier et l'atmosphère de cuisson (Pialy ; 2009) en vue de l'obtention des produits céramiques.

### I.3.2 Classification des produits céramiques

La céramique du grec Kéramikos qui veut dire «argile cuite» est un matériau solide polycristallisé dont les composants essentiels sont des minéraux non métalliques (Houmba ; 1987). Les produits céramiques sont très recommandés dans le domaine de la technique pour leur grande résistance aux intempéries et une sécurité garantie qu'ils apportent aux bâtiments. Pour leur utilité, les principales limites sont :

- ❖ Leur fragilité relative.
- ❖ La difficulté de fabrication concernant la mise en forme et la précision des dimensions.

A côté de ses limites, leurs qualités sont d'une importance que l'industrie céramique a ainsi réalisé d'énormes progrès.

La croûte terrestre étant essentiellement constituée de silicates, l'on peut donc comprendre que toutes les céramiques se rapprochant de la terre cuite soient des matériaux silicatés formant l'essentielle du monde céramique. A la fin du 19<sup>e</sup>s apparaissent les céramiques non silicatées avec des usages particuliers qu'on a nommées céramiques techniques. Les produits céramiques appartiennent à deux groupes principaux (winnacker & Küchler 1965) : les produits à pâtes poreuses (tableau 3), à même de s'imbiber d'eau et les produits à pâtes imperméables, denses et frittés (tableau 4).

**Tableau 3:** Produits céramiques à pâtes poreuses

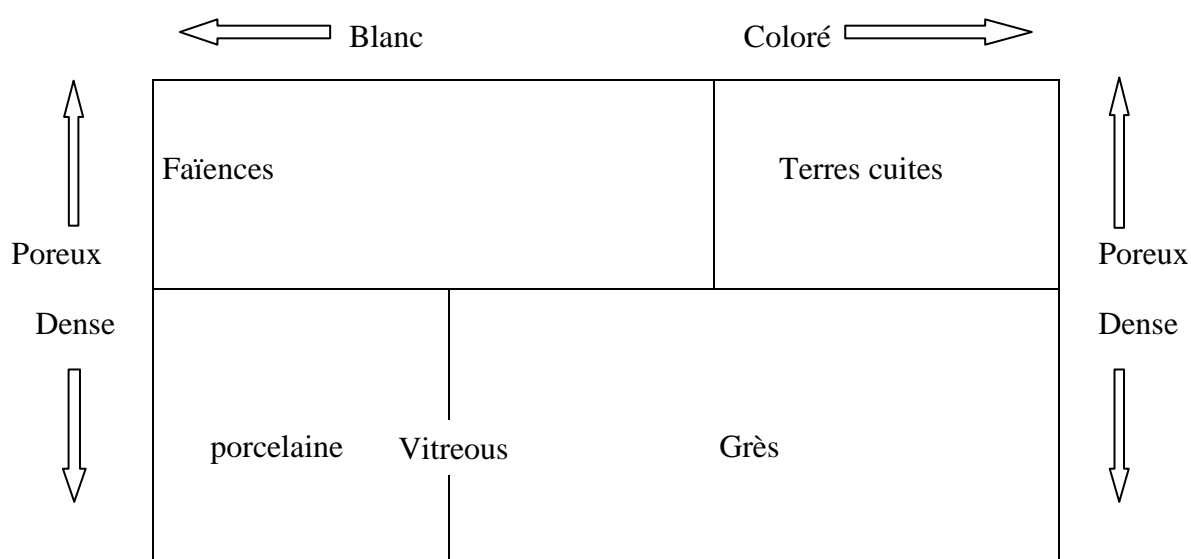
Matériaux de construction non réfractaires	Briques, tuiles, pierres de forme poreuses, briques de parement, terres cuites pour le bâtiment, drains.
Réfractaires	Pièces pleines, pièces creuses (cazettes, moufles, tuyaux, creusets, pots de verrerie, cornues)
Poterie domestique à pâte teintée	Pots, faïences commune, pots de fleurs, objets ornementaux.
Poterie à pâte blanchissant à la cuisson	Faïences domestiques, grès sanitaires.

**Tableau 4:** Céramiques à pâtes imperméables produits

Tessons opaques, matériaux de construction	Ne blanchissant pas à la cuisson : clinkers, carreaux, tuyaux de canalisation. Blanchissant à la cuisson : pierres réfractaires, isolateurs
Produits et ustensiles	Ne blanchissant pas à la cuisson : outillage chimique, isolateurs, stealite. Blanchissant à la cuisson : objets domestiques (parfois teintés artificiellement), produits wedwood.
Tessons translucides, matériaux de construction	Porcelaine électrotechnique, pierres de garnissage
Objets d'usage domestiques	Porcelaine dure, porcelaine tendre, porcelaine sanitaire.

### I.3.3 Propriétés des produits céramiques

Les produits obtenus à haute température ou en présence d'une quantité importante de fondant sont généralement les moins poreux. La représentation en cadrant (figure 7) nous permet de situer chacune des familles des céramiques conventionnelles.



**Figure 7:** Représentation des diverses familles en céramiques traditionnelles

### **I.3.4 Les grès céramiques**

La céramique comprend en général tous les produits qui sont obtenus grâce aux propriétés des argiles et des silicates d'alumine naturels et similaires soumis au façonnage, au séchage et la cuisson (Aliprandi ; 1976). Le nom grès vient en fait de la densité, de la dureté et de l'imperméabilité du tesson. La formulation d'une pâte à grès est plus facile que celle d'une pâte de faïence, du fait des températures de cuisson élevées. Comme dans le cas de la faïence, la meilleure solution est de trouver une bonne terre à grès naturelle qui possède à peu près la plasticité requise avec la densité et la couleur souhaitées. Une bonne terre à grès naturelle doit être assez plastique pour le tournage, prendre à la cuisson une couleur chamois, gris ou brun clair, et être bien fermée, dense à 1190°C. La pâte à grès cuite doit avoir une absorption de 3 % au moins (Rhodes ; 1999). Dans les meilleurs cas, elle est dense et imperméable, de couleur riche et des textures semblable à celle des roches (Aliprandi ; 1976).

Les grès céramiques sont obtenus à partir d'un mélange d'argile plastiques, grésante et fondant complété de sable ou de la chamotte. Leur mise en forme est faite par extrusion (brique, tuyaux) ou par pressage de poudre granulée (carreaux par exemple). La température de cuisson est généralement comprise entre 1120 et 1300°C. Si les conditions l'exigent, les grès céramiques peuvent être l'objet d'un émaillage. Les grès sont connus par leur inaltérabilité, leur excellente performance mécanique, leur résistance à l'érosion et aux agents chimiques. Il existe plusieurs classes de grès céramiques : Les grès naturel, les grés composés ou grès fines, les grès cérames et les grès chamottées (Boch et al. 2001).



## **CHAPITRE II : MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES**

## II.1 MATERIAUX

Dans cette étude, nous avons utilisé l'argile kaolinitique et les matériaux feldspathiques, matières premières qui viennent respectivement dans le gisement de Koutaba qui est une localité de coordonnées géographiques 5°35'27''N, 10°41'18''E, et cumule à 1143 m d'altitude, située dans le département du Noun, région de l'Ouest Cameroun et de Dschang (département de la Ménoua dans la même région) qui est une localité de coordonnées géographiques 5°27' 06'' N, 10°03' 18'' E (altitude 1088m).

Nous avons séché le kaolin et le feldspath à l'air libre, puis broyé l'un après l'autre dans un mortier en porcelaine à l'aide d'un pilon et nous avons tamisé dans un tamis d'ouverture de maille  $\phi = 100\mu\text{m}$ . Les poudres sont présentées à la Figure 8. Nous avons réalisé quatre mélanges de 1000g avec ces matières premières (kaolin et feldspath) chacune dans les proportions indiquées dans le Tableau 5. Dans ces mélanges, le pourcentage du kaolin est dominant avec une proportion variant entre 70 et 100%.



**Figure 8 :** Poudres fines de kaolin (a) et de feldspath (b)

**Tableau 5:** Proportions des différents mélanges

Mélanges	1	2	3	4
Kaolin(%)	100	90	80	70
Feldspath(%)	0	10	20	30

Chaque mélange a été agité après introduction d'un litre d'eau déminéralisée pour favoriser leur homogénéisation. Après deux jours, l'eau a été filtrée et chacune des pâtes obtenues est séchée au soleil et pendant 24h dans l'étuve afin d'éliminer l'eau libre ou d'hydratation, puis broyée dans un mortier en porcelaine et enfin tamisée jusqu'à passage intégral au tamis de diamètre de maille  $\phi = 100 \mu\text{m}$ . Les particules fines de poudre obtenues sont conservées dans un récipient étanche, à l'abri de toute contamination.

La composition chimique et minéralogique des matériaux utilisés dans cette étude est regroupée dans le Tableau 7 et 8.

**Tableau 6:** Composition chimique des matériaux utilisés (Njoya et al. 2009 ; Poutouenchi, 2013)

Matériaux	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO	Pf
KK <sub>1</sub>	58,100	27,700	0,765	0,093	0,923	<ld	<ld	<ld	<ld	<ld	5,400
F <sub>1</sub>	67,61	19,00	0,15	0,01	6,95	5,38	1,19	0,02	<ld	—	0,49

**Tableau 7:** Composition minéralogiques des matériaux utilisés (Njoya et al. 2009, Poutoumchi, 2013)

Matériaux	Minéraux majeurs	Minéraux mineurs	Minéraux traces
KK <sub>1</sub>	Kaolinite	Quartz	—
F <sub>1</sub>	Albite microcline	Quartz plagioclase	—

## II.2 METHODES EXPERIMENTALES

### II.2.1 Façonnage des éprouvettes

Les différents mélanges des poudres fines de matières premières sorties de l'étuve puis tamisées sont solidifiés de manière à obtenir les corps robustes pour être maniés ou manipulés. Pour ce faire, nous avons utilisé une technique de mise en forme appelée

pressage qui consiste en une compaction d'une poudre dans une matrice rigide (pressage uniaxial). Ce pressage donne lieu à deux formes d'éprouvettes :

- ❖ Les éprouvettes parallélépipédiques dont nous nous sommes servis pour déterminer le retrait linéaire et mesurer la résistance à la flexion.

Ces éprouvettes ont été formulées en pesant 45g de poudre que nous introduisons dans un mortier en porcelaine. Pour permettre une bonne adhésion de cette quantité de poudre, nous y avons ajouté 5ml d'eau distillée tout en homogénéisant à l'aide d'une spatule puis tassé dans le moule en acier de la presse hydraulique que nous manœuvrons jusqu'à une pression de 10 torrs. Après 30 secondes d'arrêt, la pression est annulée et nous extrayons dans le moule une éprouvette parallélépipédique (Figure 9) de dimensions 82×44×7 mm. Pour chaque mélange, nous avons confectionné 16 éprouvettes.

- ❖ Les éprouvettes cylindriques encore appelées pastilles utilisées pour déterminer le taux d'absorption d'eau.

Pour confectionner cette forme d'éprouvette, nous avons pesé 1.5g de poudre que nous introduisons dans un mortier en agate. Ces poudres sont donc humectées avec trois gouttes d'eau à l'aide d'un compte-goutte puis homogénéisées avec une spatule. Nous obtenons donc les éprouvettes cylindriques (Figure 9) confectionnées au nombre de seize pour chaque mélange.



**Figure 9:** Eprouvettes parallélépipédiques et cylindriques

Toutes ces éprouvettes sont ensuite étuvées à 105°C pendant 24h avant de passer aux traitements thermiques.

### **II.2.3 Traitement thermique des éprouvettes**

Toutes ces éprouvettes ont été soumises à un cycle thermique dont le palier pour 4h se situe à 1100°C avec une vitesse de chauffe de 5°C/min, 10°C/min, 15°C/min et 20°C/min.

C'est une étape importante qui permet l'agglomération des matières premières suivant un cycle régulier:

- La montée en température contrôlée jusqu'à la valeur désirée.
- Le maintien du palier pendant 4 heures de temps.
- Le refroidissement qui se fait toujours dans le four.

La Figure 10 nous montre la disposition des éprouvettes dans le four après frittage



**Figure 10:** Éprouvette dans le four après frittage

#### **II.2.4 Couleurs des éprouvettes cuites**

Les couleurs des deux formes d'éprouvettes pour chaque formulation sont déterminées à l'aide du code de Munsel (Munsell color ; 2000). Ces couleurs dépendent des radiations qu'elles sont capables d'absorber dans le domaine visible (400-700 nm) représentant la partie très étroite du spectre électromagnétique perceptible par l'œil humain (Rouessac F et al. 2004). La lumière visible traversant la matière donne lieu à trois phénomènes à savoir :

- Réflexion totale et dans ce cas, le corps apparaît blanc.
- Absorption totale alors il apparaît noir.
- Absorption d'une seule bande de longueur d'onde auquel cas il apparaît la couleur complémentaire.

Par ailleurs la coloration dans un matériau peut résulter de la nature particulière d'un atome ou d'un ion au sein de celui-ci. C'est le cas des composés métalliques qui présentent des couleurs différentes quand ils sont à des états d'oxydation différents.

### II.2.5 Retrait linéaire ( $R_L$ )

Nous avons utilisé les éprouvettes parallélépipédiques pour mesurer cette grandeur. Nous nous sommes servis du pied à coulisse (Figure 11) pour mesurer les longueurs de ces éprouvettes avant et après frittage. En effet, lors du frittage, il y'a densification des particules, ce qui entraîne une diminution des dimensions des éprouvettes. Pour chaque formulation, le retrait  $R_L$ , donné par la relation (1), obtenu est la moyenne des essais effectués sur quatre éprouvettes.

$$R_L = \frac{L_{av} - L_{ap}}{L_{av}} \times 100 \quad (1)$$

Où,  $L_{av}$  = la longueur de l'éprouvette avant frittage (mm).

$L_{ap}$  = la longueur de l'éprouvette après frittage (mm).



**Figure 11:** Mesure des paramètres de l'éprouvette à l'aide du pied à coulisse.

### II.2.6 Absorption d'eau ( $A_b$ )

Elle représente la masse d'eau qu'un produit céramique peut absorber à saturation, masse qui est rapportée à cent parties de la masse du matériau sec. Nous avons utilisé pour notre étude les éprouvettes cylindriques pour mesurer cette grandeur. Après traitement

thermique, les différentes pastilles ont été pesées, puis immergées dans un bécher contenant de l'eau distillée et dont la paroi interne est tapissée par une nacelle. L'ensemble, porté à ébullition pendant 2 heures est laissé au refroidissement pendant 24 heures à la température ambiante du laboratoire. Après refroidissement, ces pastilles épongées à l'aide d'un papier absorbant sont de nouveau pesées (figure 12). Le taux d'absorption est donné par la relation (2). Pour chaque formulation, le taux d'absorption obtenu est la moyenne des essais effectuée sur quatre éprouvettes cuites à une vitesse.

$$A_b = \frac{M_a - M_s}{M_s} \times 100 \quad (2)$$

Où,  $M_a$  = masse de la pastille après immersion dans l'eau (g)

$M_s$  = masse de la pastille avant immersion dans l'eau (g)



**Figure 12: Mesure de la masse des éprouvettes avant et après immersion pendant 24h.**

### **II.2.7 Résistance à la flexion ( $R_f$ )**

Elle est donnée par calcul après mesure de la charge qu'un matériau peut supporter jusqu'à sa rupture. La méthode utilisée est l'impact par flexion en trois points. Pour effectuer cette mesure, la céramique parallélépipédique est placée sur deux appuis cylindriques et horizontaux fixés sur un socle de mouvement vertical. Un troisième cylindre immobile est placé au-dessus, parallèlement et symétriquement aux précédents. Le socle qui porte les deux cylindres a une vitesse ascensionnelle moyenne de 3 mm/min jusqu'à la rupture. Le dynamomètre indique alors la force ( $f$ ) exercée pour rompre l'éprouvette. Pour chaque formulation, la résistance obtenue est la moyenne des essais effectués sur quatre éprouvettes. La résistance à la flexion est donnée par la relation (3) et la Figure 13 montre le dispositif expérimental pour la mesure à la flexion:

$$R_f = \frac{3 f d}{2 l e^2} \quad (3)$$

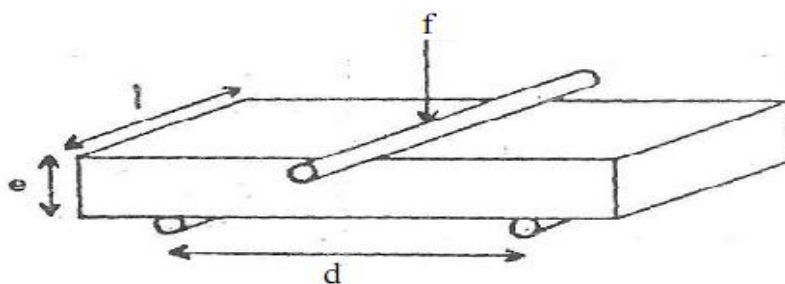
Où,  $d$  = distance entre les appuis (mm)

$f$  = force exercée jusqu'à la rupture (N)

$l$  = largeur de l'éprouvette (mm)

$e$  = épaisseur de l'éprouvette (mm)

$R_f$  = résistance à la flexion (MPa)



**Figure 13:** Dispositif expérimental pour la mesure de la résistance à la flexion.



## **CHAPITRE III: RESULTAS ET DISCUSSION**

### III.1 COULEUR DES TESSONS CERAMIQUES

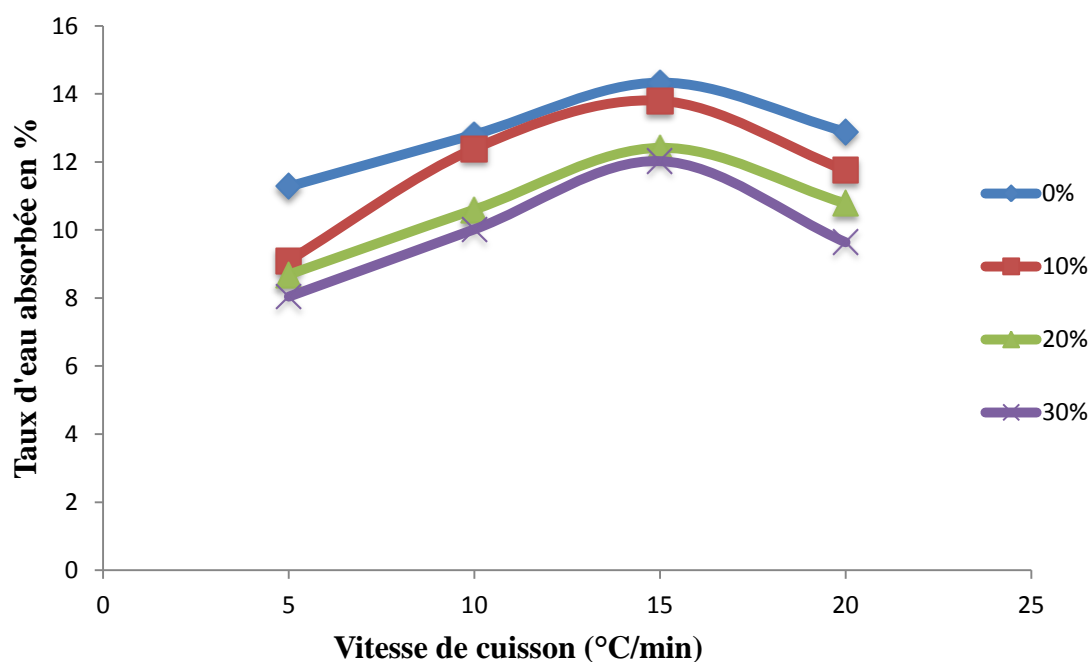
La couleur joue un rôle important dans l'appréciation et l'identification des pièces céramiques. La couleur est essentiellement le résultat des réactions des minéraux présents dans les matières premières, une fois mise au feu à températures élevées (Karaman et al. 2006). La couleur des produits céramiques dépend non seulement de la quantité de fer dans les matières premières mais aussi de la présence de certaines additives. Pendant le frittage, la disparition ou la formation des phases minérales explique les différentes colorations des tessons cuits. Par exemple, la couleur jaune ou brun clair est obtenue quand la métakaolinite et la mullite sont formées (Boch et al. 2001). Avant le frittage des matériaux, la formulation avec 100 % de  $KK_1$  seulement apparaît légèrement brune, tandis que ceux contenant du feldspath tendaient vers une coloration légèrement blanche avec l'augmentation de la teneur en  $F_1$ . Toutes les formulations traitées à 1100°C avec différentes vitesses (5, 10, 15, et 20°C/min) ont pris une coloration blanc rosâtre, couleur due à la présence de la faible quantité d'oxyde de fer (Tableau 7) dans les matières premières (Boch et al. 2001). La couleur est l'une des propriétés les plus importantes des briques dans l'aspect commercial dû à la croyance commune que la couleur rouge est un indicateur d'une bonne qualité pour les produits de terres cuites. Par conséquent, la majorité des producteurs des pièces céramiques considèrent la couleur formée après le processus de mise à feu comme indicateur important de qualité. Le tableau IX présente la couleur des tessons céramiques en fonction de la vitesse de cuisson.

**Tableau 8:** Variations des couleurs des tessons céramiques en fonction de la vitesse

Formulations	Vitesse (°C/min)				
	Coloration	5°C/min	10°C/min	15°C/min	20°C/min
0 % F <sub>1</sub>	Code Munsell	10R8/2	10R8/2	10R8/2	10R8/2
	Couleur visuelle	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre
10 % F <sub>1</sub>	Code Munsell	10R8/2	10R8/2	10R8/2	10R8/2
	Couleur visuelle	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre
20 % F <sub>1</sub>	Code Munsell	10R8/2	10R8/2	10R8/2	10R8/2
	Couleur visuelle	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre
30 % F <sub>1</sub>	Code Munsell	10R8/2	10R8/2	10R8/2	10R8/2
	Couleur visuelle	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre	Blanc rosâtre

### III.2 LE POURCENTAGE D'EAU ABSORBÉE (A<sub>b</sub>)

La Figure 14 donne la variation du taux d'absorption d'eau en fonction de la vitesse. Le tableau des résultats est donné en annexe 2.



**Figure 14:** Variation du taux d'eau absorbée en fonction de la vitesse

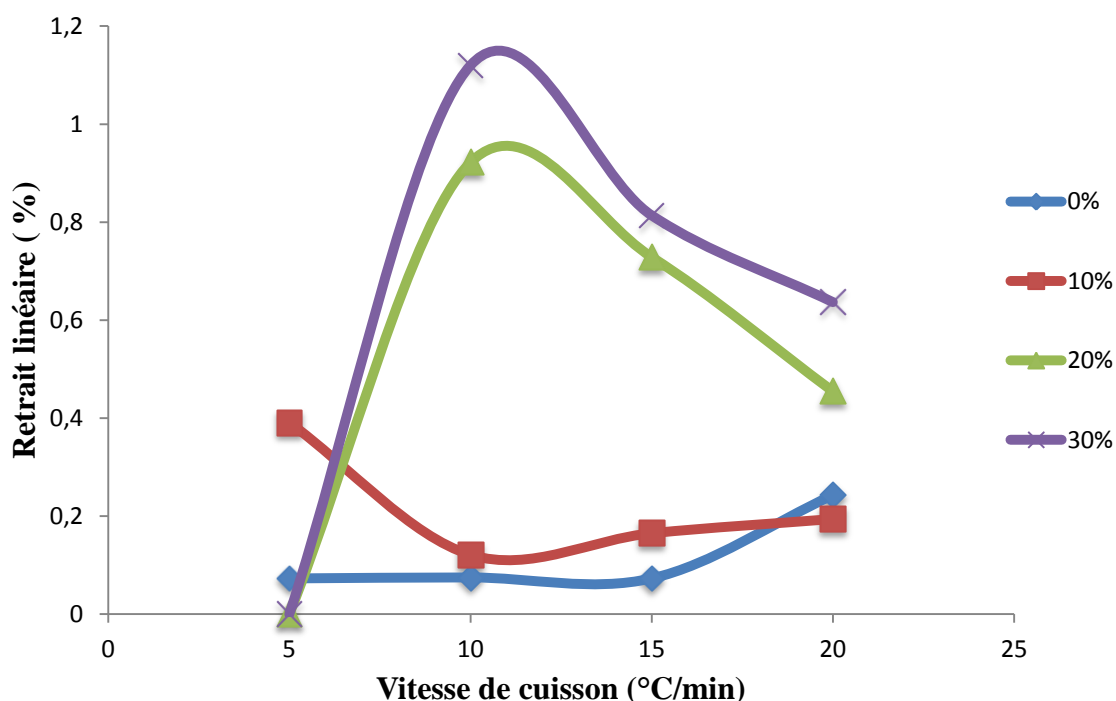
La Figure 14 montre que le pourcentage de l'eau absorbée augmente avec la vitesse de cuisson jusqu'à un point maximal correspondant à une vitesse de 15°C/min. Une faible vitesse de chauffe empêche la dissolution des phases cristallines (Denry et al. 2012) qui se transforment sous l'effet du frittage en phase liquide dont l'absence dans le matériau ne permet pas la disparition des pores au cours du frittage accompagné d'une densification moins prononcée (Wei-Ming et al. 2010). Ce qui favorise donc l'augmentation du taux d'absorption d'eau à une vitesse de chauffe comprise entre 5 et 15°C/min. En effet, l'augmentation de la vitesse est un paramètre très déterminant pour la densification des céramiques élaborées mais elle n'améliore pas significativement le taux d'absorption dans le produit de cuisson (Mohajerani et Abdul Kadir. 2015), ce qui est le cas pour notre étude avec les vitesses de cuisson supérieures à 15/min. L'augmentation de la vitesse de cuisson entraîne l'augmentation de la phase vitreuse qui tend à rapprocher les particules de la poudre céramique entraînant ainsi la diminution des pores dans les produits céramiques et l'absorption de l'eau (Martin-Marquez et al. 2007, Denry et al. 2012). Du fait de leur composition chimique (richesse en oxydes alcalins tels que Na<sub>2</sub>O et K<sub>2</sub>O), les feldspaths favorisent la formation d'une phase vitreuse à bas point de fusion au cours de la cuisson (Arib et al. 2007, Meseguer et al. 2010). La formulation contenant 100% d'argile a le taux d'absorption le plus élevé à cause de l'absence du feldspath qui donne naissance aux phases vitreuses responsables de la disparition des pores dans les produits céramiques. Le titre des minéraux comme le microcline et l'albite étant très élevé dans les autres formulations (10, 20, et 30% du feldspath) du fait de la présence du feldspath F<sub>1</sub>, le début de fusion de ces espèces minérales qui ont lieu au-delà de 15°C/min conduit à l'apparition d'une phase vitreuse qui se comporte comme un liant, favorisant ainsi la fermeture des pores et consolide davantage le matériau par une cimentation des particules au cours du frittage (Monteiro & Vieira, 2004). Au-delà de la vitesse de cuisson égale à 15°C/min, il y a apparition d'une quantité considérable de phases vitreuses qui favorisent la disparition des pores entraînant ainsi la diminution du taux d'absorption d'eau jusqu'à 20°C/min. La diminution de l'eau absorbée dans les céramiques résulterait également du resserrement des particules au cours du traitement thermique suite à l'effondrement des édifices des minéraux du mélange (kaolinite, microcline, albite, plagioclase, quartz). L'eau absorbée varie aussi probablement à cause de l'apparition des nouvelles phases cristallines. Il est donc important de préciser que la fabrication des produits céramiques à des fins utiles comme les carreaux de sol nécessite une

quantité de fondant considérable (supérieure à 30 %) avec une argile kaolinitique sous une vitesse de cuisson supérieure à 15°C/min.

Il ressort de la figure 14 que l'eau absorbée est beaucoup plus faible avec 30 % de fondant, quantité responsable de l'augmentation de phase liquide et de la diminution de viscosité des pièces céramiques entraînant ainsi la diminution de leurs porosités (Meseguer et al. 2010). La formulation ayant 100 % d'argile a les taux d'absorption d'eau les plus élevées à cause de la quantité du quartz qui est un minérale ne réagissant pas à basse température ou augmentant le point de fusion à des températures élevées (Esposito et al. 2005), mais qui confère de l'inertie tout en favorisant l'apparition des pores dans les produits cuits.

### III.3 LE RETRAIT LINÉAIRE ( $R_L$ )

C'est la diminution en longueur de l'éprouvette après frittage. La Figure 15 donne la variation du retrait linéaire en fonction de la vitesse de cuisson.



**Figure 15:** Variation du retrait linéaire en fonction de la vitesse

La détermination de la valeur du retrait linéaire se fait par l'étude de la variation de la moyenne des longueurs des traits enregistrés sur les briquettes avant et après cuisson à différentes vitesses. Les pourcentages du retrait à la cuisson déterminés à des vitesses de cuisson de 5, 10, 15 et 20°C/min, sont donnés dans le Tableau X de l'annexe 2.

Lorsque  $R_L$  augmente ou diminue au cours de la cuisson des éprouvettes argileuses, les réactions chimiques ou les transformations physiques susceptibles de se produire sont : le départ de l'eau d'hydratation et de constitution dans le matériau, le réarrangement atomique de la métakaolinite, l'apparition des phases vitreuses consécutives à la transformation de l'illite ou de la fusion du microcline, la formation de la mullite et de la cristobalite Elimbi (2003). Sur la Figure 15 qui donne la variation du retrait linéaire en fonction de la vitesse, on a constaté que le retrait augmente avec la vitrification du matériau contenant 20 et 30% du feldspath, étudié à des faibles vitesses de cuisson (figure 14). La diminution du volume du matériau est généralement due à la disparition progressive de la porosité (Yakoubi et al. 2006). Il est important de préciser que le retrait linéaire augmente pour les formulations contenant 20 et 30% d'adjuvant jusqu'à 10°C/min avant de prendre une allure décroissante. Cette augmentation est probablement dû à l'ajout d'une quantité importante du feldspath qui est responsable de la phase vitreuse du fait de sa composition chimique (richesse en oxydes alcalins tels que  $Na_2O$  et  $K_2O$ ) pendant le frittage avec des faibles vitesses de cuisson qui permettent la tenue au cours du processus de cuisson de plusieurs réactions chimiques produisant des phases liquides facilitant le resserrement des particules en améliorant les conditions des pores dans les produits céramiques (Mohajerani & Abdul Kadir, 2015). Les vitesses de cuissons élevées (15 et 20°C/min) rendant impossible la réalisation de plusieurs réactions favorisent l'insuffisance des phases vitreuses (Denry et al. 2012) pour combler des espaces vides laissés par la perte des différents types d'eau, on observe à cet effet une diminution du retrait linéaire où la compaction du matériau par disparition des vides intergranulaires devient de plus en plus impossible. Le retrait diminue pour 0% et 10% de fondant jusqu'à 10°C/min avant de connaître une légère augmentation. L'allure de ces deux courbes est en accord avec les études de Sanad et al. 2012 qui disent que le plus grand rétrécissement est réalisé pour des échantillons agglomérés à une vitesse de chauffe rapide tandis que ceux agglomérés avec une faible vitesse de chauffe connaissent un faible retrait linéaire.

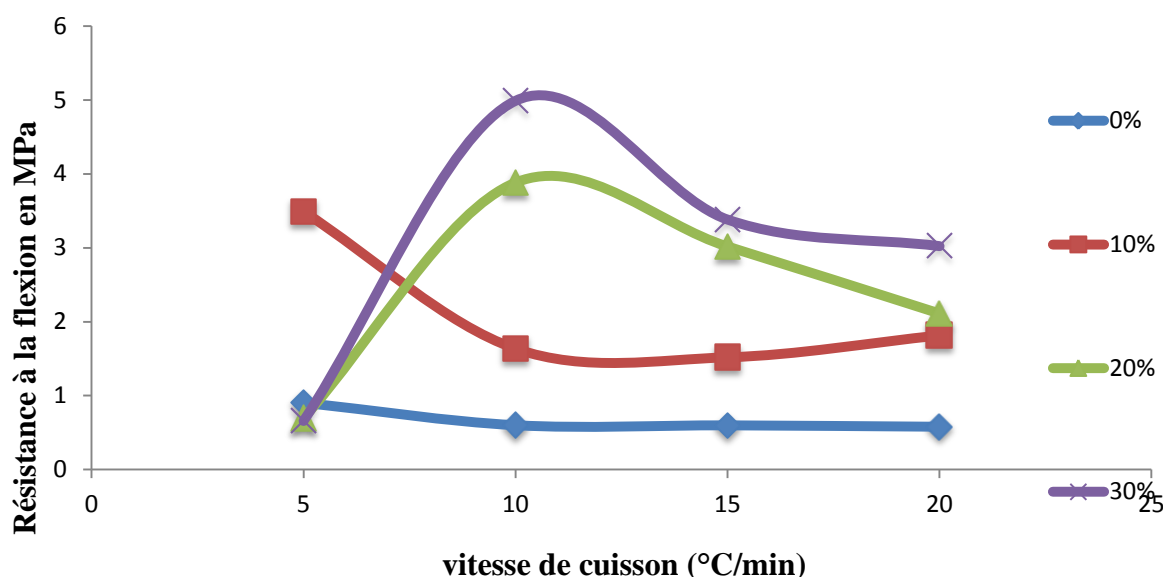
Ceci serait dû à l'effet dégraissant du quartz présent dans le matériau  $KK_1$  et l'absence ou la faible teneur du feldspath dans le matériau. La pente d'évolution du retrait est plus élevée pour la formulation à 20 et 30% de fondant que pour la formulation à 0% dont la pente est plus faible que celle de 10% de fondant. Cette évolution serait due à la formation d'une phase vitreuse abondante pour les formulations contenant 20 et 30% de fondant suivie de 10%. Cette phase abondante pourrait réduire le rapprochement des particules suite à

l'effondrement des édifices des minéraux du mélange, ce qui conduit à des faibles valeurs du retrait de 0% comparées aux trois autres formulations qui auraient une quantité raisonnable de phase vitreuse, facilitant ainsi le rapprochement des particules, d'où les valeurs élevées de  $R_L$ .

En même temps, cette Figure 15 montre que le retrait linéaire des formulations contenant 20 et 30% de fondant augmente avec les faibles valeurs de la vitesse de cuisson (5 à 10°C/min) favorisant ainsi la densification du produit céramique (Wei-Ming et al. 2010). Sur cette figure, le retrait linéaire augmente graduellement jusqu'à 10°C/min, vitesse au-dessus de laquelle la phase fusible moins développée ne permet plus le frittage complet et la contraction du matériau, d'où la diminution du retrait à partir de cette vitesse. L'augmentation du retrait est aussi probablement due à la réorganisation structurale de la métakaolinite qui a lieu autour de 950°C. Cette augmentation remarquable s'explique évidemment par la forte proportion dans le feldspath du quartz dont la fusion à haute température et à une faible vitesse de ses particules permet de combler les interstices laissés vides lors de la perte d'eau d'hydratation et de constitution au cours de la cuisson (Elimbi ; 2003).

#### III.4 RESISTANCE A LA FLEXION ( $R_f$ )

C'est une caractéristique importante pour apprécier l'utilisation d'une pièce céramique. La Figure 16 montre la variation de la résistance à la flexion en fonction de la vitesse de cuisson.



**Figure 16:** Variation de la résistance à la flexion en fonction de la vitesse

Il ressort de cette figure que la résistance à la flexion pour les formulations contenant 20 et 30% de feldspath augmente quand la vitesse augmente jusqu'à 10°C/min avant de prendre une allure décroissante avec les vitesses de cuisson élevées, ce qui est en accord avec les études de Garci-Ten et ses collaborateurs en 2012. Par ailleurs, la présence plus ou moins grande d'une phase vitreuse et l'existence des fissures dont la proportion diminue par élévation de la vitesse de cuisson à une valeur maximale (10°C/min pour notre cas) peuvent l'influencer; si la phase vitreuse est optimale ou suffisante, alors la résistance mécanique sera élevée mais si elle est substantielle ou excessive alors la résistance sera faible (Elimbi et al. 2001, Monteiro & Vieira 2004). Il est aussi important de préciser que la résistance d'un matériau varie proportionnellement avec sa densité et sa vitesse de cuisson atteignant une valeur maximale (Cheng et al. 2004).

La vitesse de mise à feu est un facteur important affectant la force du produit final dans les briques (Karaman et al. 2006). Cela est également vrai pour notre cas. Comme on pouvait s'y attendre, la résistance mécanique à la flexion augmente avec la vitrification. Lorsque la vitesse de cuisson augmente, les valeurs de  $R_f$  des céramiques sont de plus en plus élevées (Mohajerani & Abdul Kadir 2015) parce que les produits deviennent denses et les phases minérales stables (mullite et cristobalite) se seraient développées dans ces produits (Elimbi ;2003). Entre 5 et 10°C/min, la résistance à la flexion diminue pour les formulations de 0 et 10% de  $F_1$ , cela est dû à la présence dans les matériaux utilisés du quartz et de la faible quantité du feldspath qui sont des minéraux dont la diffusion ou la dissolution complète n'a pas lieu avant 1150°C (Garcia-Ten et al. 2010) puisque le traitement thermique a été fait à 1100°C. Ce qui justifie l'augmentation des vitesses au-dessus de 10°C/min dont la résistance à la flexion croît légèrement jusqu'à 20°C/min pour ces formulations, sous l'effet du frittage qui renseigne sur l'aptitude des grains à réagir entre eux pour devenir cohésifs et se densifier. L'allure croissante jusqu'à 10°C/min des formulations contenant 20 et 30% de feldspath est due à une phase vitreuse abondante qui pourrait faciliter le rapprochement des particules et augmenter par conséquent la résistance du produit de cuisson. Au-dessus de 10°C/min, cette phase vitreuse devient excessive pour diminuer la résistance à la flexion du produit céramique obtenu.

Cependant, si la cristobalite et la mullite qui se forment à haute vitesse assurent aux céramiques d'aluminosilicates des propriétés mécaniques élevées, il semble qu'une bonne cimentation des particules de matériau est aussi indispensable. Les céramiques dont le cru est



constitué de 20 et 30% du feldspath offrent des valeurs plus élevées de  $R_f$  avec une vitesse de cuisson égale à 10/min parce que la phase vitreuse apportée par ce fondant serait plus mouillante et joue efficacement le rôle de liant au cours du frittage.

Cependant, l'augmentation lente de la résistance pour des vitesses inférieures à 10°C/min liée au retrait linéaire suite à des ajouts du feldspath supérieurs à 10 % est en relation avec la vitrification de l'argile et la réaction de l'oxyde de calcium (CaO) présent dans  $F_1$  avec d'autres oxydes pour former des nouvelles phase cristallines dont la plus probable est l'anorthite (Baccour et al. 2009). La formulation avec 100 % d'argile présente des faibles valeurs de résistance à la flexion à cause d'une grande proportion de pores présents dans le produit de cuisson, ceci à cause du manque dans la matière première du feldspath qui apporte des phases vitreuses pour combler ces espaces interparticulaires. Lorsque cette quantité de phase vitreuse devient plus importante dans le matériau, elle peut causer des craquelures ou microfissures sur les matériaux céramiques après cuisson: ce qui les rend fragiles.

## INTÉRÊTS PÉDAGOGIQUES

Dans le cadre de l'atteinte des objectifs du millénaire pour développement tel que décrit dans le document de stratégie pour la croissance et l'emploi à l'horizon 2035, nous avons trouvé nécessaire de mener une étude sur l'élaboration des grès céramiques à base des matériaux locaux pour le compte de l'obtention du D.I.P.E.S II en ce sens que cette étude donnera aux élèves un enseignement général de qualité reposant sur un équilibre dynamique entre l'enseignement général et l'enseignement professionnel, et les préparant aux études supérieures dans les filières prioritaires comme la chimie des matériaux pour le développement d'une économie appelée à s'industrialiser davantage. Nous voulons à travers cette étude familiariser les élèves avec les matériaux locaux en leur offrant une formation professionnelle reposant sur un dispositif modernisé et considérablement renforcé pour pouvoir dispenser à ceux sortant des premier et deuxième cycles de l'enseignement secondaire général un paquet solide de connaissances axées sur la maîtrise des savoir-faire requis sur le marché de l'emploi et préparant les bénéficiaires à la création d'emplois.

Nous voulons permettre en particulier aux élèves de terminal de bien maîtriser la cinétique chimique basée sur la notion de vitesse.

Cette étude en substance permet la professionnalisation de l'enseignement secondaire pour un Cameroun émergent à l'horizon 2035.



**CONCLUSION GENERALE ET  
PERSPECTIVES**

Ce travail a consisté à élaborer les grès céramiques à base d'argiles kaolinitiques de Koutaba et des matériaux feldspathiques de Dschang en étudiant l'effet de la vitesse de cuisson. Pour cela, des éprouvettes parallélépipédiques et cylindriques ont été réalisées avec et sans ajout du feldspath. Ces éprouvettes sont étuvées à 105°C pendant 24 heures, puis traitées à 1100°C avec des vitesses de chauffe de : 5, 10, 15 et 20°C/min. Des produits de cuissons obtenus, les propriétés suivantes ont été examinées: couleur des tessons, taux d'absorption d'eau, le retrait linéaire à la cuisson et la résistance à la flexion. Il ressort alors de cette étude que :

- ♥ A la fin du séchage et du traitement thermique, les éprouvettes conservent leur forme initiale mais présentent une variation de dimension et de couleur qui sont fonction de la composition des matières premières initiales et de la vitesse de cuisson. Les produits céramiques obtenus ont pris une coloration blanc rosâtre due à la présence des oxydes colorants tels que leurs minéraux qui commencent à disparaître dans le matériau à partir de 1100°C.
- ♥ Le taux d'absorption d'eau qui indique la quantité de pores présents dans le produit augmente quand la vitesse augmente jusqu'à 10°C/min, vitesse au-dessus de laquelle le taux d'absorption d'eau décroît pour toutes les formulations, avec une vitesse beaucoup plus élevée (supérieure à 20°C/min), le matériau atteint sa densification maximale.
- ♥ Le retrait linéaire par contre augmente avec la vitesse de chauffe jusqu'à 10°C/min avant de décroître à des vitesses supérieures à 10°C/min pour les formulations contenant 20 et 30% de feldspath tandis que les formulations contenant 0 et 10% de feldspath diminuent avec des vitesses inférieures à 10°C/min avant de connaître une légère augmentation avec une vitesse supérieure à 10°C/min. Ce qui veut dire que la quantité de phase liquide apportée par les formulations contenant 20 et 30% est suffisante pour assurer la densification du matériau contrairement aux proportions de 0 et 10% dont la phase vitreuse diminue avec l'augmentation de la vitesse de cuisson.
- ♥ La résistance à la flexion quant à elle, augmente aussi avec la vitesse jusqu'à 10°C/min avant de connaître une décroissance avec les vitesses supérieures à 10°C/min pour les formulations contenant 20 et 30% de F<sub>1</sub>.

Au vu des valeurs d'absorption d'eau inférieures ou égales à 3 % à partir de 15°C/min pour 20 et 30 % de fondant, ainsi que les valeurs du retrait à la cuisson et de la résistance à la

flexion, nous pouvons dire que cette vitesse et ces formulations constituent des conditions optimales pour l'élaboration des grès céramiques à partir des matières premières utilisées.

Pour la suite de nos travaux, nous comptons axer notre étude sur :

- L'étude de la microstructure des produits obtenus ;
- L'exploration du comportement thermique des céramiques obtenues à partir du mélange kaolin/sable/feldspath afin d'améliorer certaines propriétés des produits obtenus ;
- L'étude des phases minérales néoformées pendant le traitement thermique.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- Abdul Kadir. A, Mohajerani. A. (2015). Effect of heating rate on gas emissions and properties of fired clay bricks and fired clay bricks incorporated with cigarette butts, *Applied Clay Science* 104: 269-276.
- Aliprandi. (1976) *Matériaux réfractaires et céramiques techniques*. Paris, Septima.
- Arib A., Abdallah A Sarhiri., Moussa R., Remmal T et Gomina M. (2007). Caractéristiques structurales et mécaniques de céramiques à base d'argiles : influence de la source de feldspath. *C. R. Chimie* 10 : 502-510.
- Baccoura H., Medhioub M., Jamoussi F, Mhiri T. (2009). Influence of firing temperature on the ceramic properties of Triassic clays from Tunisia. *Materials processing technology* 209:2812–2817.
- Balek V., Murat M. (1996). The emanation thermal analysis of kaolinite clays minerals. *Thermochimica Acta*, 282: 385-397.
- Boch P. (2001). *Matériaux et processus céramique*. Paris, *Hermes science*, 287 p.
- Brindley G.W., Brown G. (1980). Crystal structures of minerals and their X-ray identification. *Mineralogical Society, London*, 154 : 379 p.
- Brunet F. (1986). Les argiles et leur pouvoir d'absorption. Thèse. Doct. 3<sup>e</sup> cycle, université de Paris XI., 106p.
- Caillère S., Hénin S., Rautureau M. (1982). *Minéralogie des argiles*. Tomes 1 et 2, Inra Actualités scientifiques et agronomiques, Masson Paris, 184 p.
- Cheng T.W. (2004). Effect of additional materials on the properties of glass-ceramic produced from incinerator fly ashes. *Chemosphere* 56 : 127–131.
- Denry I., Holloway J.A., Gupta P.K (2012). Effect of crystallization heat treatment on the microstructure of niobium-doped fluorapatite glass-ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* ; 100(5): 1198–1205.
- El Yakoubi N., Aberkan M., Ouadia M. (2006). Potentialité d'utilisation d'argiles marocaines de Jbel Kharroudans l'industrie céramique. *C. R. Geoscience* 338: 693–702.



- Elimbi A. (2003). Etude du comportement thermique et des propriétés des produits de cuisson (1000-1450°C) des argileskaolinitiques de Bomkoul (Cameroun). Effet de l'incorporation des adjuvants minéraux locaux. Thèse. Doct d'Etat, 191p.
- Elimbi A., Njopwouo D. et Wandji R. (2001). Propriétés des produits de cuisson des argiles kaolinitiques de Bomkoul (Cameroun). Actes de la première conférence sur la valorisation des matériaux argileux au Cameroun, Yaoundé 11-12, 91-100.
- Esposito L., Salemb A., Tucci A., Gualtieri A., Jazayeri S.H. (2005). The use of nepheline-syenite in a body mix for porcelain stoneware tiles. *Ceramics International* 31:233–240.
- Freyburg S., Schwarz A. (2007). Influence of the clay type on the pore structure of structural ceramics. *The European Ceramic Society* 27: 1727–1733.
- Garcia-Ten J., Orts M.J. Saburit A., Silva G. (2010). Thermal conductivity of traditional ceramics, Part II: Influence of mineralogical composition. *Ceramics International* 36: 2017–202
- Guggenheim S; Martin R.T. (1995). Definition of clays and clay mineral: joined report of the AIPEA and LMS nomenclature committees. *Clay Minerals* 30 : 453-465.
- Hao. T, Qing-song. M. (2012). Effects of heating rate on the structure and properties of SiOC ceramic foams derived from silicone resin, *Ceramics International* 38: 2101-2104.
- Houmba. P. (1987). Etude d'un matériau céramique industriel: Transformation physiques et minéralogiques en fonction de la température et de l'atmosphère de cuisson. Thèse. Doct de l'université de Louis Pasteur de Strasbourg, 5-6. 146p
- Karaman S., Gunal H., Ersahin S. (2006). Assesment of clay bricks compressive strength using quantitative values of colour components. *Construction and Building Materials* 20 :348–354.
- Lanson. B., Bouchet. A. (1995). Identification des minéraux argileux par diffraction des rayons x, apport du traitement numérique. *Bull. centre pech. Explor. Elf. Aquitaine* 1: 91-118.
- Martin-Marquez J., M. Rincon J., Romero M. (2008). Effect of firing temperature on sintering of porcelain stoneware tiles. *Ceramics International* 34: 1867–1873.

- Meseguer S., Pardo F., Jordan M.M., Sanfeliu T., González I. (2010). Ceramic behaviour of five Chilean clays which can be used in the manufacture of ceramic tile bodies. *Applied Clay Science* 47 : 372–377.
- Monteiro S.N., Vieira C.M.F. (2004). Influence of firing temperature on the ceramic properties of clays from Campos dos Goytacazes, *Brazil* 27: 229– 234.
- Munsell Soil Color Sharts. (2000). Washable Edition.
- Najet E. (2013). Formulation de liant aluminosilicaté de type geopolymère à base de différentes argiles Tunisiennes. These, Doct de l'université de Limoges 9-10 : 182p.
- Njopwouo D. (1984) Minéralogie et physico-chimie des argiles de Bomkoul et de Balengou (Cameroun): Utilisation dans la polymérisation du styrène et dans le renforcement du caoutchouc naturel. Thèse, Doctorat d'Etat, Université de Yaoundé N° 2 : 306 p.
- Njopwouo D; Elimbi A. et Wandji R. (1994). Essais d'amélioration des caractéristiques thermodynamiques du produit de cuisson de l'argile kaolinique grise de Bomkoul (Cameroun). *Ann. Fac. Sci-A-S N° 3. Chi et Sci.* 63-72.
- Njoya A., Ekodeck G. E., Nkoumbou C., Njopwouo D et Tchoua M. F. (2001). Matériaux argileux au Cameroun: Gisements et exploitation. Acte de la première conférence sur la valorisation argileux au Cameroun. *Yaoundé, 11-12, 13-30.*
- Njoya D., Hajjaji M., Nkoumbou C., Elimbi A., Kwekam M., Njoya A., Yvon J and D. Njopwouo. (2009). Chemical and mineralogical characterization and ceramic suitability of raw feldspathic materials from dschang (cameroon). *Bull. Chem. Soc. Ethiop* 24(1): 39-46.
- Nkoumbou C., Njoya A., Njopwouo D., et Wandji R. (2001). Intérêts économiques des matériaux argileux. Acte de la première conférence sur la valorisation des matériaux argileux au Cameroun. *Yaoundé, 11-12, 1-12.*
- Pialy P. (2009). Etude de quelques matériaux argileux du site de Lembo (Cameroun): minéralogie, comportement au frittage et analyse des propriétés d'élasticité. Thèse, Université de Limoges, 144p.
- Poutouenchi A. (2013). Mémoire master II.

Rhodes D. (1999). *Terre et Glaçure*, éd. Dessain et Tolra, chiltoncompagny, philadelphie, Etats Unis, 223p.

Sanad.M., Rashad.M., Abdel-Aal., E., El-Shahat.M. (2013) Mechanical, morphological and dielectric properties of sintered mullite ceramics at two different heating rates prepared from alkaline monophasic salts, 39: 1547-1554.

Valanciene V., Siauciunas R., Baltusnikaite J. (2010).The influence of mineralogical composition on the colour of clay body. *The European Ceramic Society 30: 1609–1617*.

Wei-Ming G, Jef V, Guo-jun Z, Pei-Ling W, Omer Van der B. (2010).Effet of heating rate on densification, microstructure and strength of spark plasma sintered  $ZrB_2$ -based ceramics, *Scripta Materialia*, 63: 802-805.

Winnacker K; Küchler L. (1965). *Tecnologie minérame*, Edition Eyrolles, 573p.



**ANNEXES**

**Annexe 1: Photos du matériel de laboratoire.**



**Les moules**



**La presse hydraulique**



**L'étuve**



**Le four programmable**



**La presse électro-hydraul**

**Annexe 2:**Tableaux des résultats

**Tableau 9: Résultats des propriétés ( $A_b$ ,  $R_L$ ,  $R_f$ )**

$F_1$ (%)	5°C/min			10°C/min			15°C/min			20°C/min		
	$A_b$	$R_L$	$R_f$	$A_b$	$R_L$	$R_f$	$A_b$	$R_L$	$R_f$	$A_b$	$R_L$	$R_f$
0	11,282	0,073	0,906	12,808	0,075	0,599	14,329	0,073	0,597	12,891	0,243	0,578
10	9,101	0,391	3,488	12,392	0,121	1,636	13,798	0,165	1,519	11,755	0,194	1,815
20	8,686	0,000	0,696	10,597	0,922	3,881	12,414	0,729	3,016	10,779	0,455	2,11
30	8,044	0,000	0,659	10,022	1,120	4,99	12,024	0,814	3,383	9,641	0,637	3,024