



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et Géologie

Memoire de Fin d'Etudes

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

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

M^{elle} MERIKHI Houda

M^{elle} SAHRAOUI Soumia

Thème

Elaboration et caractérisation d'une pâte de réparation à chaud pour la céramique sanitaire

Soutenu le 22 / 06 /2017 à 11h devant le jury composé de:

Présidente: M^{me} SOUCI.Z MCB à l'U.A.M.B

Promoteur: Mr AKDIM.A MAA à l'U.A.M.B

Examinatrice: M^{me} KICHER.K MAB à l'U.A.M.B

Année Universitaire: 2016-2017

Remerciements

Toute notre gratitude, grâce et remerciement vont à dieu le tout puissant qui nous a donné la force, la patience, le courage et la volonté pour élaborer ce travail.

C'est avec profonde reconnaissance et considération particulière que nous remercions notre promoteur M^r AKDIM pour la sollicitude avec laquelle il a suivi et guidé ce travail.

Nous remercions M^{me} SOUICI et M^{me} KICHER qui ont accepté de faire partie du jury pour l'examen de ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer notre gratitude à M^r K.MADANI, de nous avoir accueilli dans son laboratoire, nous eu le privilège d'apprécier vos qualités scientifique et humain, vos conseils et vos intérêt pour nos travaux nous ont encouragé et ont été pour nous d'une aide inestimable, ce travail est pour nous l'occasion de vous témoigner notre profonde gratitude.

Nous voudrions remercier chaleureusement les membres du laboratoire 3BS ainsi que les membres de laboratoire d'infrarouge au bloc 11.

Nous tenons également à exprimer notre gratitude envers tous les enseignants de l'université Abderrahmane Mira qui ont contribué à notre formation et à l'élaboration de ce travail.

Nous remercions tous les responsables de la société de céramique sanitaire d'EL-MILIA JIJEL de nous avoir aidé et facilité la tâche durant notre stage principalement :

Mr : LITIM ZOHIR ; Mme : BOCHRIT NADJEH ; NASSIMA ; IMEN.

Nous remercions vraiment Mr : BOUSSEBT Mahfoud pour son soutien et ses conseils.

Nous n'avons pas oublié de remercier la Plateforme Science et Technologie (PFT-ST) de l'Université des Frères MENTOURI CONSTANTINE et la Cimenterie de AIN KBIRA SETIF de nous permet de faire notre analyses : DRX et la Fluorescence X.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes très chers parents qui ont tant donné pour me voir

Réussir, que Dieu les protège et les garde aussi très

Longtemps.

A mes très chères sœurs.

AHLAM et SARA.

A mon très cher fiancé

MOUHAMED ET TOUTE LA FAMILLE WADAH

A mes très chers amis.

A toute ma grande famille.

A toutes les promotions des Mines.

A tous que j'estime et m'estiment.

Que ce travail soit un signe de toute ma reconnaissance au

sacrifice qu'ils m'ont consentis durant toutes mes années

d'études.



Dédicaces

A mes très chers parents

Dont le mérite, les sacrifices et les qualités humaines m'ont permis de vivre ce jour. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que vous méritez pour tous les sacrifices que vous n'avez cessé de me donner depuis ma naissance, que Dieu vous garde et protège inchallah

A mes frères et ma seour

Pour leur amour et leur soutien.

A toute ma famille

Je dédie ce travail à toutes les personnes chères à mon cœur.

A tous mes amis

Que ce travail soit un témoignage de ma gratitude et mon profond respect.



LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction	3
I.1 Présentation de la SCS d'El Milia	3
I.1.1. La Création de l'entreprise	3
I.1.2. La situation géographique	4
I.1.3. L'historique de l'entreprise	4
I.1.4. La gamme des produits fabriqués par SCSEM	5
I.1.5. L'organisation de SCSEM	7
I.1.6. La répartition d'effectifs.....	8
I.1.7. L'organigramme de l'entreprise.....	8
I.2. Généralités sur les céramiques	8
I.2.1. Historique des céramiques	8
I.2.2. Définition de la céramique	9
I.2.3. Processus de fabrication des céramiques sanitaires	10
I.2.3.1. Atelier de modelage.....	10
I.2.3.2 Atelier de la barbotine	10
A) Préparation du mélange de la barbotine.....	10
a) Broyage du quartz.....	11
b) Délayage d'argile.....	11
c) Le mélange de la barbotine	11
d) Le tamisage du mélange	11
e) L'homogénéisation de mélange de la barbotine	12
f) La maturation de la barbotine.....	12
g) Le stockage de la barbotine	12
I.2.3.3. Atelier de coulage	12
A) Définition de coulage (moule en plâtre)	12
B) L'opération de coulage	13

a) Assemblage du moule	13
b) Coulage des pièces.....	13
c) Vidage des pièces.....	13
d) Démoulage des pièces.....	14
e) Finissage des pièces	14
I.2.3.4. Atelier d'émaillage	14
A) Définition de l'émail.....	14
B) Préparation des émaux	14
a) Email de base blanche (ou émail opaque de couleur blanche)	14
b) Email de base blanche pour la colorer (ou émail transparent).....	15
c) Emaux colorés.....	16
C) Préparation de bain d'émail	17
I.2.3.5. Atelier de cuisson	17
A) Les réactions chimiques dans le four.....	17
a) Zone de préchauffages	18
b) Zone de cuisson	18
c) Zone de refroidissement.....	19
I.3. Les défauts dans les céramiques	19
Conclusion.....	21

CHAPITRE II: MATERIELS ET METHODES

Introduction	22
II.1. Définition de la pâte de réparation	22
II.2. L'intérêt de la pâte de réparation	22
II.3. Les matières premières de la pâte de réparation.....	22
II.3.1. Matières premières plastiques.....	23
II.3.1.1. Les argiles	23
II.3.1.2. Les kaolins.....	24
II.3.1.3. Propriété des matières premières argileuses.....	25
II.3.1.4. Propriétés physiques et mécaniques des matières plastiques	25
II.3.2. Matière première non plastique	25
II.3.2.1. Les dégraissants.....	25
a)Le quartz	26
b) La chamotte	26
II.3.2.2. Les Fondants	27

a) La craie.....	27
b) Les feldspaths	28
c) Micas.....	28
d) Le talc	29
e) La dolomie	29
f) Le Zircon	29
g) Oxyde de zinc	30
II.4. L'élaboration de la pâte de réparation	31
II.4.1. Le mode opératoire de la pâte de réparation	32
II.5. La classification de la pâte de réparation.....	33
II.5.1. La pâte vitrifiée	34
II.5.2. La pâte non vitrifiée	34
II.6. La température de fusion de la pâte de réparation.....	34
II.7. Les moyens d'investigation	34
II.7.1. Le contrôle de différents paramètres de la pâte de réparation	34
II.7.1.1. L'Humidité	34
a) L'appareillage	35
b) Protocole expérimental	35
II.7.1.2. Détermination de la plasticité d'une pâte	35
a) L'appareillage	36
b) Protocole expérimentale	36
II.7.1.3. Le coefficient de dilatation thermique.....	38
II.7.1.4. La tension superficielle	38
II.7.1.5. Le coefficient de fusibilité.....	39
II.8. Les analyses de caractérisation.....	40
II.8.1. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)	40
II.8.2. Spectroscopie par la Fluorescence X (FX)	42
II.8.3. Spectroscopie Infrarouge (IR).....	43
Conclusion.....	44

CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSIONS

Introduction	46
III.1. L'analyse chimique des matières premières destinées à la fabrication de la pâte de réparation.....	46
III.1.1. Matières premières plastiques	46

III.1.2. Matières premières non plastiques	47
III.2. Détermination de la composition chimique de chaque dosage	48
III.2.1. Le dosage N°1	48
III.2.2. Le dosage N°2	51
III.2.3. Le dosage N°3	52
III.2.4. Le dosage N°4	53
III.3. Calcul de l'humidité (H%)	54
III.3.1. Calcul de l'humidité des différentes matières premières.....	54
III.4. Calcul du poids des matières premières utilisées pour la préparation de la pâte de réparation (PR)	55
III.5. Le test de plasticité	57
III.6. Calcul du coefficient de dilatation thermique	64
III.7. calcul de la tension superficielle	66
III.8. calcul du coefficient de fusibilité (K).....	67
III.8.1. Estimation de la température de fusion	68
III.8.2. Le test de fusibilité	69
III.9. Analyse par diffraction des rayons X.....	72
III.10. Analyse par fluorescence à rayon X.....	75
III.11. Analyse par spectroscopie infrarouge (IR).....	76
Conclusion.....	81

CONCLUSION GENERALE

PERSPECTIVES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXES

CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

ASTM: American Society for Testing and Materials.

ECE: Entreprise de Céramique Est à Constantine.

ECO: Entreprise de Céramique Ouest à Tlemcen.

EPE: Entreprise Publique Economique.

GIL: Groupe des Industries Locales.

Ha: Hectare.

ISO: International Organization for Standardization.

Kaolin KT2: Kaolin traité 2.

Kaolin RMD: Kaolin remblend.

MP: Matières premières.

SCS: Société Céramique Sanitaire.

SMQ: Système de Management de la Qualité.

SNMC: Société Nationale des Matériaux de Construction.

Spa: Société par action.

CHAPITRE II: MATÉRIELS ET MÉTHODES

DRX: Diffraction des rayons X.

FTIR: Infrarouge à Transformée de Fourier.

FX: Fluorescence X.

h k l: Indice de Miller.

H: Humidité.

IR: Infrarouge.

KBr: Bromure de potassium.

Wp: Limite de plasticité.

CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSIONS

C.E.T.I.M: Centre d'Etude et de Services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction.

C: Carbone.

D.O: Dosage des oxydes.

P.A.F: Perte au feu.

P: Le poids.

Pm: Pourcentage molaire.

PR: La pâte de réparation.

CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

A: Are.

Ca: Centiare.

Ha: Hectare.

Km: Kilomètre.

Pièces/an: pièces par année.

CHAPITRE II: MATERIELS ET METHODES

θ : Theta.

λ : Lamda.

μm : Micromètre.

α : Alpha.

CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSIONS

g: Gramme.

CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Figure I.1: Vue de face de L'entreprise	3
Figure I.2: La situation géographique de SCS d'El Milia	4
Figure I.3: La gamme des produits fabriqués par la SCS d' El Milia.....	6
Figure I.4: Certification de système de management.....	7
Figure I.5: Four tunnel.	18

CHAPITRE II: MATERIELS ET METHODES

Figure II.1: Structure des minéraux argileux	23
Figure II.2: Vue isométrique de la structure atomique de la kaolinite	24
Figure II.3: Le carbonate de calcium (CaCO_3).....	27
Figure II.4: Le feldspath sodique (à gauche) ; Le feldspath potassique (à droite)	28
Figure II.5: La dolomie.....	29
Figure II.6: Le zircon	30
Figure II.7: Oxyde de zinc	30
Figure II.8: Les différentes étapes de la préparation d'une pâte de réparation.....	32
Figure II.9: L'appareil PFEFFERKORN de plasticité.....	36
Figure II.10: Les étapes de test de plasticité.....	37
Figure II.11: La chambre de diffraction des rayons X.....	41
Figure II.12: Schéma de principe diffractomètre utilisé.....	41
Figure II.13: La chambre de fluorescence X.	42
Figure II.14: Schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier.....	44

CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSIONS

Figure III.1: La courbe de plasticité de dosage N°1.....	60
Figure III.2: La courbe de plasticité de dosage N°2.....	61
Figure III.3: La courbe de plasticité de dosage N°3.....	62
Figure III.4: La courbe de plasticité de dosage N°4.....	63
Figure III.5: Images des cônes de fusibilité de chaque dosage avant et après la cuisson.....	69
Figure III.6: Les pièces avant et après la réparation de 1 jusqu'à 4.	71

Figure III.7: Diffractogramme des rayons X de dosage N°1.....	72
Figure III.8: Diffractogramme des rayons X de dosage N°2.....	72
Figure III.9: Diffractogramme des rayons X de dosage N°3.....	73
Figure III.10: Diffractogramme des rayons X de dosage N°4.....	73
Figure III.11: Spectre infrarouge du dosage N°1 avant cuisson.....	76
Figure III.12: Spectre infrarouge du dosage N°2 avant cuisson.....	77
Figure III.13: Spectre infrarouge du dosage N°3 avant cuisson.....	77
Figure III.14: Spectre infrarouge du dosage N°4 avant cuisson.....	78
Figure III.15: Spectre infrarouge du dosage N°1 après cuisson.....	78
Figure III.16: Spectre infrarouge du dosage N°2 après cuisson.....	79
Figure III.17: Spectre infrarouge du dosage N°3 après cuisson.....	79
Figure III.18: Spectre infrarouge du dosage N°4 après cuisson.....	80

CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.1: Les différentes phases de réalisation du projet de SNMC.....	5
Tableau I.2: Présentation d'effectifs par catégorie socioprofessionnelle	8
Tableau I.3: La composition du mélange de l'email opaque.....	15
Tableau I.4: La composition du mélange de l'email transparent pour la colorer.....	16
Tableau I.5: La composition du mélange d'email marron et bleu ciel.....	16
Tableau I.6: La composition du mélange d'email vert, bleu et noir.....	16
Tableau I.7: Les principaux défauts rencontrés dans les céramiques.....	19

CHAPITRE II: MATERIELS ET METHODES

Tableau II.1: Quelques matières premières plastiques	24
Tableau II.2: Quelques matières dégraissantes utilisées dans la pâte céramique.....	31
Tableau II.3: Domaine de la plasticité en fonction de pourcentage d'eau	35
Tableau II.4: Les facteurs propres de la dilatation thermiques des oxydes.....	38
Tableau II.5 : Les facteurs propres de la tension superficielle de chaque oxyde	39
Tableau II.6: Les coefficients de fusibilité de chaque oxyde	40

CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau III.1: L'analyse chimique des matières premières plastiques destinées à la préparation de la pâte de réparation.	46
Tableau III.2: L'analyse chimique des matières premières non plastiques destinée à la préparation de la pâte de réparation.	47
Tableau III.3.a: La teneur des oxydes dans l'Argile Hycast.....	49
Tableau III.3.b: La teneur des oxydes dans le Feldspath sodique.....	49
Tableau III.3.c: La teneur des oxydes dans l'Oxyde de zinc.	49
Tableau III.3.d: La teneur des oxydes dans le Zircon.....	50
Tableau III.3.e: La teneur des oxydes dans le Quartz.....	50
Tableau III.3.f: La teneur des oxydes dans la dolomie.	50
Tableau III.3.g: La teneur des oxydes dans le Carbonate de calcium.....	50
Tableau III.3.h: La teneur des oxydes dans le Kaolin RMD.....	50

Tableau III.3.i: La teneur des oxydes dans le Kaolin LPC.	50
Tableau III.3.g: La teneur des oxydes dans le Kaolin KT2.....	51
Tableau III.3.k: La teneur des oxydes dans le Feldspath potassique (K).....	51
Tableau III.4: La composition chimique du dosage N°1.	51
Tableau III.5: La composition chimique du dosage N°2.	52
Tableau III.6: La composition chimique de dosage N°3.....	52
Tableau III.7: La composition chimique du dosage N°4.	53
Tableau III.8: La variation de la masse de l'Argile en fonction du temps.	54
Tableau III.9: L'humidité des matières premières de la pâte de réparation.	54
Tableau III.10: Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°1. ...	55
Tableau III.11: Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°2. ...	56
Tableau III.12: Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°3. ...	56
Tableau III.13: Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°4. ...	57
Tableau III.14: Les mesures de test de plasticité du dosage N°1.	58
Tableau III.15: Les mesures de test de plasticité du dosage N°2.	58
Tableau III.16: Les mesures de test de plasticité du dosage N°3.	59
Tableau III.17: Les mesures de test de plasticité du dosage N°4.	59
Tableau III.18: Les résultats de plasticité du quatre (4) dosages.	60
Tableau III. 19: Le nombre de mole de chaque oxyde.....	64
Tableau III.20: Le pourcentage molaire de chaque oxyde.	65
Tableau III.21: Le coefficient de dilatation thermique de quatre (4) dosages.	66
Tableau III.22: Les fractions des fondants dans les quatre (4) dosages.	66
Tableau III.23: La tension superficielle de chaque dosage.	67
Tableau III.24: La fusibilité des quatre (4) dosages.....	68
Tableau III.25: La relation entre la fusibilité (K) et la température de fusion (T°C) (référence de comparaison).	68
Tableau III.26: Les dimensions des cônes de fusibilité de chaque dosage.	69

Tableau III.27: La représentation des résultats obtenus par la fluorescence des rayons X pour les matières crus	75
Tableau III.28: La représentation des résultats obtenus par la fluorescence des rayons X pour les matières cuites :	75
Tableau III.29: Bandes caractéristiques des phases observées des quatre (4) dosages avant la cuisson.....	80
Tableau III.30: Bandes caractéristiques des phases observées des quatre (4) dosages après la cuisson.....	80

Introduction générale

La céramique dans les installations sanitaires est synonyme d'hygiène, d'esthétique, de facilité d'entretien et de robustesse. La singularité de ce matériau tient non seulement à sa beauté et à sa facilité d'entretien, mais aussi à son cycle de vie écologique. En effet, la céramique se compose de matériaux naturels argileux tout en étant 100 % recyclable [1].

Une céramique est un produit composé essentiellement de matériau non métallique et non organique et très intéressants dans le domaine de la technologie. Elle est obtenue par cuisson d'une terre argileuse qui peut être émaillée ou vitrifiée en surface extérieure pour donner de la faïence ou bien la porcelaine...etc.

En Algérie il existe de nombreuses entreprises destinées à la fabrication de céramique sanitaire, parmi ces entreprises on trouve la société de céramique sanitaire d'EL MILIA JIJEL (SCS).

L'industrie céramique actuelle rencontre beaucoup de défauts dans les produits céramiques l'un de ces derniers sont les fissures et les fentes qui obligent l'employeur de jeter ces produits fissurés et les considérer comme des déchets et des décharges inutiles, mais cela a une influence négative sur plusieurs cotés.

La question qui se pose est ce que ces défauts sont réparables ?

Notre étude s'intéresse à la proposition d'une pâte de réparation et de la considérer comme une solution pour cette anomalie.

L'objectif de notre travail est d'élaborer une pâte de réparation pour les céramiques sanitaires qui permet de remédier à ces défauts (les pores et les fissures), cette dernière est constituée d'un mélange de l'email et de la pâte destiné à la fabrication du tesson a des différents pourcentages, elle joue un rôle très important dans la protection de l'environnement et à l'économie

Ce manuscrit se divise en trois (03) chapitres :

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

Le chapitre II comprend deux parties :

La première partie :

Présentation de la pâte de réparation; définition, but, classification, les matières premières (MP) et la méthode de l'élaboration.

La deuxième partie :

Les méthodes de caractérisations qui permettent de déterminer les propriétés physique et chimique et la composition chimique et minéralogique tel que : la plasticité, l'humidité, la DRX, la Fluorescence X....etc.

Chapitre III Quant à lui est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus des analyses physico-chimiques et minéralogiques comme la plasticité, la fusibilité, la DRX, l'Infrarouge....etc.

Nous terminons notre travail par une conclusion générale et quelques perspectives.

Introduction

La vocation de la société céramique sanitaire El-Milia est la fabrication, avec les caractéristiques techniques requises, et la vente, des articles de céramique sanitaire destinés aux entrepreneurs de bâtiment et revendeurs d'une part, et pour les besoins des particuliers d'autre part [2].

Dans ce chapitre nous nous proposons de donner des rappels bibliographiques concernant les céramiques sanitaires, leurs processus de fabrication ainsi que les différents défauts qu'elles rencontrent.

I.1 Présentation de la SCS d'El Milia

I.1.1. La Création de l'entreprise

La société céramique sanitaire El-Milia est la première société de céramique sanitaire en Algérie. Créée en 1975, de forme juridique : EPE / Spa au capitale de 208 000 000, 00 DA et actuellement Filiale du groupe GIL (groupe des industries local) [2].



Figure I.1: Vue de face de l'entreprise [2].

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

- Superficie couverte : 29 666 m² ;
- Superficie bâtiment de production : 25 920 m² [2].

NB: (Ha= Hectare= 10 000m², A= Are= 100m², Ca= 01m²)

Tableau I.1: Les différentes phases de réalisation du projet de SNMC [2].

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

En 1982 : La SNMC est restructurée en plusieurs entreprises indépendantes. Deux groupes industriels régionaux de céramique sont créé :

- ECO- Entreprise de Céramique Ouest à Tlemcen.
- ECE- Entreprise de Céramique Est à Constantine.

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

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

En 2014 : La société céramique sanitaire d'El-Milia est devenue filiale du groupe GIL (Groupe des Industries Local) [2].

I.1.4. La gamme des produits fabriqués par SCSEM

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

La figure suivante regroupe la gamme des produits fabriqués par la SCS d'El Milia.

			
Ensemble de salle de bain de luxe	Receveur de douche	Evier de cuisine	Lavabo et colonne de différente dimension
			
Siège anglais à sortie horizontale et à sortie verticale	Siège turque	Réservoir	Bidet
			
Lave mains coquillage	Lave mains 20×24 cm	Accessoires	

Figure I.3: La gamme des produits fabriqués par la SCS d' El Milia [2].

Et cela avec une capacité de production \approx 460 000 pièces/an [2].

I.1.5. L'organisation de SCSEM

Le SMQ (système de management de la qualité) s'applique à l'ensemble des produits et services et à l'organisation des directions, des départements, des services et de toutes les sections des 14 administrations et les ateliers de production de SCS El-Milia.

L'entreprise a procédé à la certification de son système de management de la qualité selon la norme ISO 9001/2000 en 2004, renouvelée le : 11 Juin 2015 selon la norme ISO 9001/2008, auprès de l'organisme certificateur INTERTEK (N° Certificat : 0027955-00) [2].



Figure I.4: Certification de système de management [2].

En se basant sur des normes techniques internationales, la Société de Céramique Sanitaire d'El Milia fabrique ses articles en Vitreous China tout en exploitant un staff technique très compétent [2].

La société dispose d'un laboratoire chargé de :

- Suivre et contrôler la qualité à tous les niveaux du processus de fabrication ;
- Etudes et recherches pour l'amélioration de la pâte céramique ;
- Etude de la composition d'émaux et choix de matières [2].

Les ateliers de production sont les suivants :

- Atelier de préparation des matières premières et barbotine ;
- Atelier modelage (préparation et fabrication des moules) ;
- Atelier coulage (couler les pièces en utilisant les moules et la barbotine) ;
- Atelier émaillage (préparation d'émaux et émailler les pièces) ;
- Atelier cuisson (avec un four réfractaire et intermittent) ;
- Atelier choix et contrôle (trier des pièces selon le model, la couleur et le choix) [2].

Les structures de direction et de soutien :

- La direction générale ;
- Département des ressources humaines ;
- Département de comptabilité et finances ;
- Département d'approvisionnement et commercial ;
- Département technique [2].

I.1.6. La répartition d'effectifs

L'effectif de l'entreprise en Décembre 2015 est de : quatre cent trente et un (431) [2] employés répartis comme suit.

Tableau I.2: Présentation d'effectifs par catégorie socioprofessionnelle [2].

	Cadres	Maitrise	Exécution	Total
Nombre	32	90	308	431
Taux %	7.5	21	71.5	100

I.1.7. L'organigramme de l'entreprise est représenté dans (annexe A.1) [2].

I.2. Généralités sur les céramiques

I.2.1. Historique des céramiques

Dès que l'Homme est apparu sur Terre il s'est mis à la Recherche des Matériaux pour ses besoins vitaux. Dans un premier temps, il s'est intéressé aux produits naturels et à leur transformation. Par la suite, il a essayé de fabriquer de nouveaux matériaux de plus en plus performants, tout d'abord pour son confort et son bien-être puis, pour des applications de plus en plus pointues. Aujourd'hui, le matériau est devenu synonyme d'existence aussi bien pour l'homme que pour l'entreprise. La maîtrise de son élaboration, sa caractérisation et ses applications est signe de progrès et de civilisation [3].

D'après cette définition, la notion de céramique est associée à une technologie très ancienne qui est apparue au néolithique : les Egyptiens, les Assyriens et les Perses ont réalisé des poteries ; les Chinois ont découvert la porcelaine ; les Coréens et les Japonais les grés ; les Grecs, les Etrusques et les Romains ont développé la céramique architecturale. Puis, lors de la renaissance, la céramique s'est développée d'abord en Italie et ensuite dans le reste de l'Europe (production de faïences en particulier). L'émaillage remonte à 4 000 ans avant J.-C. mais les objets en verre n'apparurent que vers 1500 avant J.-C. et la technique du soufflage du

verre creux apparut au début de notre ère. C'est au cours du XIX^e siècle que l'industrie céramique s'est beaucoup mécanisée et a accompli des progrès technologiques importants.

Ainsi le terme « céramique », après avoir signifié les poteries, s'est étendu à toute une gamme de produits, les céramiques traditionnelles, tels la porcelaine, la poterie, les appareils sanitaires, les briques, les tuiles et tous les produits constitués essentiellement de silicates. Les céramiques silicatées sont élaborées essentiellement à partir d'aluminosilicates naturels plus ou moins complexes que sont les argiles et qui présentent cette particularité, après mélange avec de l'eau, de devenir une pâte plastique permettant une mise en forme facile d'objets.

Puis, progressivement, ont été inclus des matériaux non silicatés comme les oxydes, les carbures, les nitrures, les borures... appelés céramiques techniques. Ainsi le terme « céramique » ne se limitait plus au cas particulier des produits à base de silicates (essentiellement l'argile) [3].

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

I.2.2. Définition de la céramique

Les céramiques sont définies selon le Larousse comme étant « Art de fabriquer les poteries, fondé sur la propriété des argiles de donner avec l'eau une pâte plastique, facile à façonner, devenant dure, solide et inaltérable après cuisson ». La société américaine ASTM (American Society for Testing and Materials) définit une céramique comme : « un article ayant un corps vitrifié ou non, de structure cristalline ou partiellement cristalline, ou de verre, dont le corps est formé des substances essentiellement inorganiques et non métalliques, et qui est formé par une masse en fusion qui se solidifie en se refroidissant, ou qui est formé et porté à maturité, en même temps ou ultérieurement, par l'action de la chaleur ».

Les céramiques sont des matériaux inorganiques, non métalliques, nécessitant de hautes températures lors de leur fabrication. Il s'agit en général d'oxydes métalliques, et plus généralement de métaux oxydés, mais pas uniquement. Les céramiques ont en général une structure cristalline, parfois associée à une phase amorphe. Lorsque la majorité est amorphe, on parle de vitrocéramique ; lorsque la totalité est amorphe, on parle du verre [4].

I.2.3. Processus de fabrication des céramiques sanitaires

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

I.2.3.1. Atelier de modelage

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

- Fabrication du modèle.
- Fabrication du premier moule.
- Fabrication du moule mère.
- Fabrication du moule [2].

I.2.3.2 Atelier de la barbotine

La barbotine est une suspension de l'argile et du quartz mélangé avec d'autres matières tel que le feldspath potassique et sodique, kaolin, silicate de soude, carbonate de soude...etc. et de l'eau [2].

A) Préparation du mélange de la barbotine

Préparation journalière du mélange, en fonction de la production du coulage. En principe deux préparations de 16 tonne des matières premières nouvelles par jours [2].

Contrôle de la barbotine doit être régulier dans le temps, de manière à ce qu'on respecte les exigences ci-dessous :

- Exactitude des passages des matières premières nouvelles et de la quantité d'eaux et d'additifs ;
- Respect des temps de dissolution et de permanence dans les cuves ;
- Contrôle soigné et contenue les caractéristiques soit en préparation soit en utilisation, fait toujours au même temps et de la même manière de la part du laboratoire ;
- Les contrôles à faire sont principalement :
 - i. La densité ;
 - ii. La viscosité.

Les contrôles de ' i ' et ' ii ' se font comme suit :

- Disposition d'une quantité de la barbotine ;
- Versement de l'échantillon dans un entonnoir fermé, cet échantillon sera systématiquement vidé dans un erlenmeyer de 100 ml ;

- Le temps de remplissage de l'erenmeyer sera mesuré à l'aide d'un chronomètre, ce temps désigne la valeur de la viscosité ;
- L'obtention de la densité à partir d'un tableau qui indique les valeurs de cette Dernière correspondante à la viscosité [2].

a) Broyage du quartz

La préparation, sur la base de la « fiche de pesée » consiste à mesurer le volume d'eau nécessaire à l'aide d'un compteur à eau peser une quantité déterminée de kaolin de tamazert, (Kaolin KT2) puis pesé le quartz et le verser dans le moulin.

Régler le compteur et mettre en marche le broyeur jusqu'à l'obtention d'un résidu de 6%, la préparation déverse le jus de quartz des deux moulins dans une des quatre cuves et enregistrer l'opération sur le registre de pesée de quartz [2].

b) Délayage d'argile

Le délayage d'argile c'est la dissolution de l'argile par l'ajout de silicate de soude, carbonate de soude et de l'eau.

Sur la base de la fiche de pesée, la préparation commence par la diversion d'un volume d'eau bien précis dans un turbodélayeur, ensuite on verse respectivement une quantité nécessaire de carbonate de soude et de silicate de soude, et on laisse le mélange se délayer pendant 1 à 2 heures. La solution d'argile obtenue dans le turbodélayeur est tamisée dans une cuve, le préparateur enregistre l'opération sur le registre de pesée.

Le tamisage de jus d'argile : la préparation de procédé de tamisage de l'argile délayée au travers les vibrations qui ont une densité de 2500 mailles /cm [2].

c) Le mélange de la barbotine

La préparation de mélange se fait par l'ajout de quantités précises de kaolin (Remblend, LPC et Tamazert) et de feldspath (sodique et potassique) dans la cuve de dissolution ou a été déversé le jus d'argile et le jus de quartz.

La totalité des matières et soumise à l'agitation pendant une durée dans l'intervalle de [18-20] heures, le préparateur enregistre l'opération sur le « registre de pesée » [2].

d) Le tamisage du mélange

Le préparateur traverse le mélange aux cuves d'homogénéisation par voie de tamisage à l'aide d'un vibrotamis de densité de 930 mailles /cm².

e) L'homogénéisation de mélange de la barbotine

Le préparateur procède au transfert de la barbotine fraîche et de vidage déjà tamisé, mélangé à travers le vibrotamis de 930 mailles /cm².

Dans les cuves d'homogénéisation l'agitation est continue dans l'intervalle de [18-24] heures, le préparateur enregistre l'opération sur le registre de contrôle et de correction.

Le tamisage de la barbotine homogénéisée : le préparateur procède au tamisage de la barbotine homogénéisée à travers le vibrotamis de 930 mailles /cm², pour la transférer aux cuves de dépôts [2].

f) La maturation de la barbotine

La barbotine homogénéisée et tamisée est transvasée dans les dépôts, laissée sous une agitation lente pendant une durée de l'intervalle [18-24] heures, le préparateur enregistre l'opération sur le registre de contrôle et de correction [2].

g) Le stockage de la barbotine

Le préparateur procède au transfert de la barbotine vers les cuves de stockages afin de l'utiliser ultérieurement dans l'atelier de coulage [2].

I.2.3.3. Atelier de coulage

A) Définition de coulage (moule en plâtre)

C'est une opération qui consiste à mettre une pièce en forme. En remplissant un moule poreux d'une pâte liquide appelée barbotine. Au contact de la surface du moule, la succion de celui-ci sur le liquide suspensif entraîne le dépôt des particules céramiques.

L'épaisseur de la matière déposée augmente avec le temps de séchage jusqu'à la disparition totale du liquide.

Dans le cas du coulage à ciel ouvert, un revidage de la barbotine en excès est effectué lorsque l'épaisseur désirée de la pièce est atteinte [2].

Dans le cas du coulage entre deux plâtres, le remplissage du moule est assuré par une nourrice. L'intégralité de la barbotine sèche à l'intérieur du moule pour former une pâte homogène [2].

Le remplissage du moule doit être lent et constant jusqu'à ce que l'entonnoir de remplissage soit bien rempli. Quand cela est possible le coulage doit être toujours pratiqué de

bas en haut. Le remplissage est plus régulier et évite un risque d'inclusion d'air. Une attention particulière doit être prise à propos des points de rencontre ou la barbotine arrive des deux voies. En relation avec la forme et la configuration de la pièce et avec les caractéristiques de la barbotine ces points peuvent devenir délicats (points faibles) alors il sera nécessaire de changer les points ou les points d'alimentation ainsi que la position du moule sur le blanc [2].

Avant de commencer le coulage, il est nécessaire de déboucher chaque tuyau et faire couler autant de barbotine qu'il est nécessaire pour être certain que le tuyau est débouché complètement c'est-à-dire que la barbotine coule normalement et sans arrêt, sinon cela pourra conduire à un coulage irrégulier avec possibilités d'inconvénient successifs de divers genres [2].

B) L'opération de coulage

Assemblage du moule, Coulage proprement-dit, Extraction de la pièce obtenu et le finissage de celle-ci les notices de travail de caractère général sont égaux pour toutes les pièces .pour chacune des pièces on indiquera après les détails et les notices particulières [2].

L'opération de coulage regroupe les étapes suivantes :

a) Assemblage du moule

Le moule doit être nettoyé et assemblé au dernier moment. Juste avant l'opération de coulage. Pour prolonger autant que possible le séchage et pour une majeure assurance de nettoyage [2].

b) Coulage des pièces

Le coulage des pièces doit se faire suivant les règles indiquées, si ces dernières ne sont pas vérifiées, on rencontre les défauts suivants :

- Tache de coulage à l'intérieur des bassins ou bien sur les pièces en générale par point de coulage erroné. Le défaut est souvent aussi évident à l'état cuit que la pièce ne peut pas être commerciale.
- Concentration d'air causant des bulles et des vides sur des parties fonctionnelles de la pièce [2].

c) Vidage des pièces

On ne doit ni l'anticiper ni le retarder. Il faut le faire au moment juste suivant le temps de formation d'épaisseur et en tenant compte du moule et du temps employé pour le coulage [2].

d) Démoulage des pièces

Outre les notices normales déjà données, on recommande :

- De nettoyer la plaque pour éviter de salir avec des déchets ou d'autre corps étrangers, la pièce a bien abimer la surface que autrement n'aurait pas besoin de retouches.
- Remplacer exactement la plaque et la mettre à l'étai bien pour éviter des coups et des déformations à la pièce pendant l'opération de rotation [2].

e) Finissage des pièces

C'est une opération qui permet de rendre la surface des pièces lisse, il doit tenir compte de consistance de la pièce et par conséquent doit être fait le plus tard possible.

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

- L'ébarbage à l'aide de curette droite ou recourbée de 0,15mm ;
- Eponger la pièce par des éponges synthétique souple [2].

I.2.3.4. Atelier d'émaillage

A) Définition de l'email

Terme générale désignant un revêtement vitreux (non cristallin) obtenu par fusion d'une composition céramique sur un support céramique ou non [2].

Les glaçures appelée aussi email est un enduit vitrifiable posé sur la surface d'un tesson céramique à fin de le rendre imperméable et par conséquent augmenter sa qualité esthétique [2].

L'email est une poudre fusible, composée de différents minéraux (silice, feldspath, kaolin, argile et oxydes métalliques), vitrifiable et plus ou moins opaque (fritte), peut avoir différentes couleurs [2].

Les dimensions de la couche de glaçures est de 0,15 à 0,50 mm, l'action de recouvrir le tesson par l'email s'appelle émaillage [2].

B) Préparation des émaux

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

La composition indicative de l'email est suivante, pour chaque moulin on charge les quantités suivantes [2] :

Tableau I.3: La composition du mélange de l'émail opaque [2].

Matières premières (MP)	Humidité (%)	Quantités (Kg)	Pourcentage (%)
Feldspath Na	0,25	351	29,20
Quartz	0,25	371	30,87
Carbonate de calcium	/	130	10,82
Dolomie	/	95	7,90
Zircon	/	130	10,82
Oxyde de zinc	/	30	2,50
Kaolin RMD	5,3	95	7,90

Additifs :

- Eau : 420-460 L → 42,50 parties / 100 de sec (en poids).
- Chlorure de cobalt 100g → 0,01 % en poids.

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

Après l'émail est broyé pendant (18-22h) environ, jusqu'à avoir un résidu de 1,4 % sur un tamis de 1000 mailles /cm² [2].

Le poids de l'émail par litre est vidé dans une cuve de 3000 L et soumis à une agitation lente. Le déchargement est fait à travers un tamis avec grille de 2500 mailles pourvu de filtre magnétique chaque cuve de 3000 L peut contenir l'émail fait dans trois moulins [2].

Après le passage de l'émail dans les tamis avec un filtre magnétique, on fait un prélèvement d'émail de chaque moulin pour contrôler la qualité de ce dernier [2].

Le dépôt d'émail est transféré dans les réservoirs en plastique de service, après un autre tamisage [2].

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

La préparation des émaux colorés se fait selon le procédé suivant :

150 kg d'émail blanc sont chargés dans les moulins pour l'émail coloré additionnés de la quantité de couleur nécessaire pour confectionner 400 kg d'émail coloré. Le contenu du moulin est broyé et ensuite déchargé dans une cuve qui contient les 250 kg d'émail blanc qui restent pour compléter les 400 kg. La couleur et l'émail sont après homogénéisés en mélangeant avec agitateur mobile à colonne pendant au moins 2 h. on ajoute, après les 6,66 kg de colle « poudre optapix (CF 1000G+C50G) ». La mixture suit alors le même procédé que l'émail blanc [2].

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

Tableau I.4: La composition du mélange de l'émail transparent pour la colorer [2].

Matières premières (MP)	Humidité (%)	Quantités (Kg)	Pourcentage (%)
Feldspath Na	0,25	351	34,86
Quartz	0,25	261	25,92
Carbonate de calcium	/	100	9,93
Dolomie	/	80	7,90
Zircon	/	90	8,94
Oxyde de zinc	/	30	2,98
Kaolin RMD	5,3	95	9,43

Additifs :

Eau : 420-460 L \longrightarrow 42,50 parties / 100 de sec (en poids).

c) Emaux colorés

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

- Couleur Bleu ciel et Marron

Tableau I.5: La composition du mélange d'émail bleu ciel et marron [2].

La quantité d'émail blanc pour colorer (Kg)	Marron		Bleu ciel	
	Quantité (Kg)	%	Quantité (Kg)	%
50	3	6	1,25	2,5

- Couleur bleu marine

Tableau I.6: La composition du mélange d'émail vert, bleu et noir [2].

La quantité d'émail blanc pour colorer (kg)	Vert		Bleu		Noir	
	Quantité (g)	%	Quantité (g)	%	Quantité (g)	%
50	165	0,33	350	0,7	65	0,13

➤ Couleur verte

Bleu ciel 120/403 —————> 1,73/100 partie d'émail blanc.

Jaune 130/200 —————> 2,16/100 partie d'émail blanc.

➤ Couleur jaune

Jaune K 227 —————> 0,40/100 partie d'émail blanc.

Jaune FK 709 —————> 1,60/100 partie d'émail blanc.

➤ Couleur rose

Rose (pink) E99 —————> 2,31/100 partie d'émail blanc [2].

C) Préparation de bain d'émail

Chaque réservoir peut contenir 300 kg d'émail auquel on ajoute environ 3 kg de solution d'adhésif (la colle) pour l'émail transparent et 5 kg pour l'émail opaque [2].

I.2.3.5. Atelier de cuisson

La cuisson est l'opération finale des produits céramiques. Pendant cette opération, les transformations physiques des matières premières et le produit acquit son aspect définitif.

Le but de la cuisson est de provoquer par chaleur certaines réactions chimiques et transformation physique des matières premières et de l'émail, certains facteurs importants influent d'une façon directe sur ces différentes transformations à savoir la température de cuisson, le temps et la nature de l'atmosphère gazeuse du four, car les constituants de la pâte céramique non seulement réagissent entre eux mais également avec le contact du gaz [5].

L'atmosphère gazeuse du four doit être oxydante. Pour la cuisson des pièces céramiques, l'unité d'EL Milia utilise des fours tunnel [5].

Le matériau à cuire est chargé sur les chariots (partie inférieure métallique et supérieure en réfractaire) poussés dans le four en glissant sur rail, parcourant le tunnel en avançant progressivement, cuisant au fur et à mesure par les phases de préchauffage, de cuisson et de refroidissement de façon que le produit traité sorte du four pratiquement froid et dans des conditions qui permettent de le manier assez tôt [2].

A) Les réactions chimiques dans le four

C'est l'opération décisive des produits céramiques et réfractaires puisque leurs qualités en dépendent considérablement. La cuisson d'une pâte réfractaire conduit à des différentes transformations cristallines au sein de mélange constitutif [2].

Les principaux facteurs qui influent sur la cuisson sont :

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

La durée de cuisson d'un chariot est de 21 h et chaque 30 min on enfourne et on défourne un chariot. Il existe plusieurs types de four dans l'industrie céramique et réfractaire mais le plus adapté est le four tunnel qui comporte trois zones principales : zone de préchauffage, zone de cuisson et la zone de refroidissement [2].

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



Figure I.5: Four tunnel.

[Photo prise le 11/03/2017, à l'usine de céramique sanitaire d'El MILIA JIJEL]

a) Zone de préchauffages

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

- Préchauffages primaire : qui permettent d'éliminer l'eau hygroscopique qui n'a pas été évaporée totalement lors du séchage.
- Préchauffages secondaire : qui permettent le départ d'eau de constitution provoque une modification de l'édifice cristallin lors de séchage [2].

b) Zone de cuisson

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

- Zone oxydante : qui permet la décomposition des différents oxydes contenu dans la matière, l'oxydation se fait dans une atmosphère oxydante avec un excès d'air ou d'oxygène.
- Zone réductrice : qui permet la réduction de l'oxyde ferrique (Fe_2O_3) contenu dans la matière première en oxyde de fer (FeO). La réduction se fait dans une atmosphère

réductrice en utilisant comme agent de réduction le CO avec un déficit d'air selon la réaction suivante :



Dans cette zone réductrice le feu est réducteur, lorsque les gazes du four contiennent un excès de combustible (CH_4), c'est-à-dire lorsqu'il y a un manque d' O_2 ou d'air pour brûler totalement les gazes combustible [2].

c) Zone de refroidissement

De 1300°C à 72°C : dans cette zone la température diminue jusqu'à 72°C afin d'avoir la solidité des pièces [2].

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

I.3. Les défauts dans les céramiques

Les céramiques contiennent des défauts de fabrication comme les pores et les fissures dues à leur mode de mise en œuvre, des fissures dues aux contraintes thermiques et à l'abrasion.

Même si elles ne contiennent pas des fissures au départ, les écarts des modules d'élasticité entre les différentes phases feront les apparaitre lors de la mise en service.

La plupart de ces défauts ont une taille de l'ordre de la taille des particules en poudre à partir de laquelle la céramique a été fabriquée. Si la taille des défauts les plus longues, elle peut être détectée et écartée, la résistance moyenne des pièces utilisée s'en trouvera augmentée [6].

Le tableau suivant représente quelques défauts rencontrés dans les céramiques.

Tableau I.7: Les principaux défauts rencontrés dans les céramiques [2].

Défauts	Apparences	Causes
Boursouflures grés et porcelaine.	Formation d'une bulle à l'intérieure de la pâte.	Expansion de la pâte produite sous la pression de gaz venant d'une masse partielle en fusion : a) Surcuisson. b) Carbone. c) Pâte trop fusible.
Cratères.	Cratère dans la	Présence d'impuretés dans l'argile ou l'émail :

	pièce en biscuit.	<ul style="list-style-type: none"> a) Particules de plâtre. b) Sulfates ou carbone dans la pâte.
Fentes	Fentes au biscuit.	<ul style="list-style-type: none"> a) Séchage trop rapide ou incomplet de l'argile. b) Argile pas assez plastique. c) Outil de calibrage. d) Finition de la pâte trop poussée. e) Cuisson trop rapide jusqu'à 300°C et refroidissement trop rapide à partir de 600°C.
Manque d'email.	Email se retire en petits ilots sur la pièce.	<ul style="list-style-type: none"> a) Trace de doigts. b) Huile ou graisse, poussière sur le biscuit. c) Fente de la couche d'email avant cuisson. d) L'épaisseur d'email.
Tressillage. Voir (annexe A.3)	Fines fentes à la surface de l'email.	<ul style="list-style-type: none"> a) Désaccord de dilatation entre la pâte et l'email. b) L'email appliqué trop épais. c) Cuisson insuffisante de la pâte ou de l'email.
Dévitrication.	Aspect mat et laiteux de l'email.	<ul style="list-style-type: none"> a) précipitation lors du refroidissement de l'email. b) Petits cristaux à la surface de l'email. c) Précipité laiteux (Borate-Calcium).
Ecaillage.	Soulèvement de plaques d'email	<ul style="list-style-type: none"> a) Chauffage ou refroidissement trop rapide de la pâte à 225°C et 575°C. b) Pâte trop riche en silice. c) Variation importante de l'épaisseur de la pâte d) Surcuisson de la Pâte. e) Email sous une compression excessive. f) Migration de sels solubles à la surface de la pâte au séchage ou à la cuisson. g) Désaccord de dilatation entre la pâte et l'email.
Pinhole	Trous d'épingles dans l'email après cuisson.	<p>Formation de gaz à partir de la pâte ou de l'email durant la cuisson.</p> <ul style="list-style-type: none"> a) Augmenter la cuisson de la pâte.

		<ul style="list-style-type: none">b) Les sels solubles dans la pâte (sulfates).c) Application trop épaisse et surcuisson des couleurs sous l'émail.d) Excès de la craie dans l'émail.e) Cuisson insuffisante de l'émail.f) Surcuisson de l'émail qui se volatilise.
--	--	---

Conclusion

Les matériaux céramiques sont obtenus à partir des masses d'argiles soumises au façonnage et à la cuisson ultérieures. Souvent une opération technologique a lieu consiste dans le séchage des éléments façonnées, appelés éléments crus qui subit une étape qui s'appelle émaillage jusqu'à l'obtention du produit fini. Ces dernières , rencontres plusieurs défauts, parmi ces défauts on trouve les fentes et les fissures. Pour cela on propose d'élaborer une pâte pour résoudre ce problème qui est présentée dans le chapitre II.

Introduction

Les fissures et les fentes rencontrées dans l'industrie de céramique représentent de nombreux problèmes, pour cela nous nous intéressons à l'élaboration d'une pâte de réparation pour y remédier à ces défauts. Dans ce chapitre nous présentons la pâte de réparation; la définition, le but, les matières premières, la méthode d'élaboration, et les moyens d'investigations...etc.

II.1. Définition de la pâte de réparation

La pâte de réparation est une pâte utilisée pour la réparation des produits céramiques qui ont des défauts de cuisson à la sortie des fours, par des matières premières identiques à celles de la pâte destinées à la fabrication de tesson. Cette réparation aura lieu à chaud dans un four intermittent. Elle doit avoir une coloration semblable à celle de la pièce originale et une température de réparation inférieure à celle de la cuisson [7].

II.2. L'intérêt de la pâte de réparation

La pâte de réparation est utilisée pour remédier les défauts (les fissures et les fentes) dans les pièces céramiques après cuisson. Elle permet la diminution des rebuts, donc elle joue un rôle économique très important ainsi que la protection de l'environnement, la réduction de coût et l'amélioration de la qualité [7].

II.3. Les matières premières de la pâte de réparation

En chimie industrielle; les matières premières constituent des données de toute première importance. Aucune substance utile ne peut être en effet produite si l'on ne dispose pas des matières premières nécessaires pour la fabriquer [8].

La pâte de réparation de céramique est une masse composée d'une phase plastique et d'une phase dite dégraissante. La phase plastique est constituée par un mélange d'argiles et de kaolins, qui confèrent la plasticité à la pâte. Ils participent ainsi au développement de la phase vitreuse au cours du traitement thermique. Les kaolins améliorent le comportement au coulage et augmentent la blancheur du produit céramique [9].

Quant à la phase dégraissante, elle comprend les feldspaths (sodiques et mixtes) et la silice dont la granulométrie bien définie qui ; lors du traitement thermique, vont être à l'origine de la formation de la phase vitreuse. Une fraction importante de la silice confère un comportement dilatométrique (la dilatation de l'email sur la pâte de tesson) de la pâte en accord avec la couche d'email [9].

II.3.1. Matières premières plastiques

Elles sont toutes matières susceptibles d'acquies une déformation permanente sous l'action des forces agissant dans des conditions convenables [10].

Les matières plastiques utilisées dans l'industrie céramique sont : les argiles et les kaolins.

Le mélange d'argile et d'eau donne une pâte plastique qui provoque des déformations importantes sans rupture avec conservation de la forme acquise lorsque l'effort cesse.

Son aptitude à la déformation avant rupture (malléabilité) est donc très grande, elle est capable de former avec des matériaux non plastiques des pâtes ayant une certaine malléabilité.

Pratiquement, la plasticité avec la tenue en feu est la propriété de l'argile la plus importante [7].

II.3.1.1. Les argiles

Le terme argile désigne à la fois un ensemble des minéraux silicatés en feuillets de la famille des phyllosilicates et la roche qui les contient majoritairement [11].

L'argile est une matière fondamentale pour l'industrie sanitaire [12], elle est formée par la dégradation des trois (03) types des roches (magmatique, sédimentaire et métamorphique) due à des phénomènes d'érosion et d'altération chimique sous l'action des agents atmosphériques [13].

L'introduction de l'argile dans une pâte sert à : augmenter la plasticité, faciliter le façonnage et améliorer la résistance mécanique qui contribue à la vitrification de la pâte durant la cuisson. Le rôle principal de l'argile est le contrôle du comportement rhéologique de la pâte (comportement de la matière qui s'écoule en fonction de sa plasticité, de son élasticité et de sa viscosité), son retrait en cru et sa couleur [12].



Figure II.1: Structure des minéraux argileux [14].

II.3.1.2. Les kaolins

Le nom kaolin provient du chinois Gaoling, le kaolin perd son eau de cristallisation entre 500 et 700°C. Il est constitué de kaolinite ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) ; qui forme la partie cristalline du kaolin et de certaines argiles, la kaolinite est extraite par un procédé physique (séparation granulométrique par sédimentation) relativement peu coûteux.

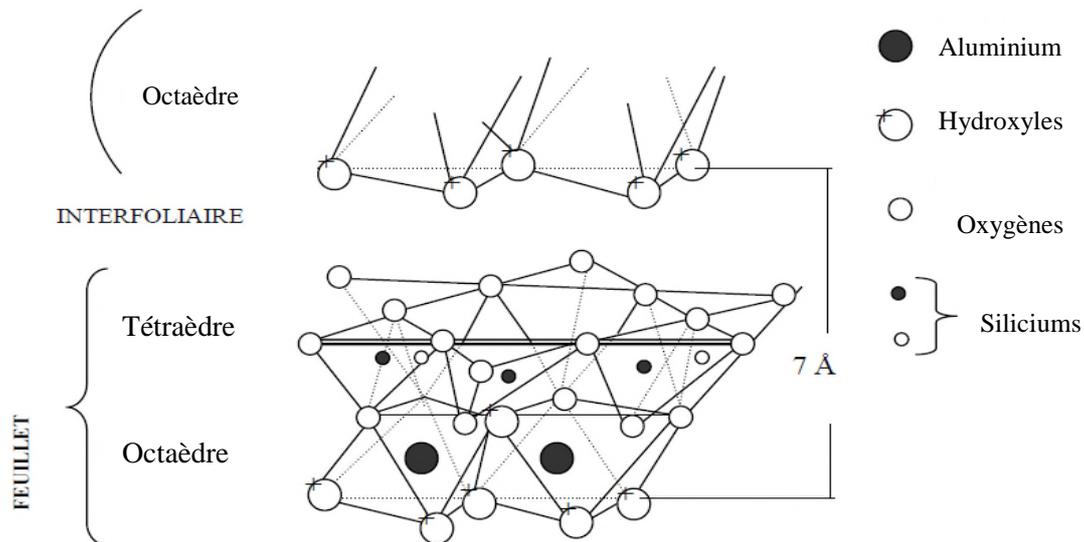


Figure II.2: Vue isométrique de la structure atomique de la kaolinite [15].

Les kaolins sont plus purs que la plupart des argiles, ils sont utilisés dans la fabrication de la pâte céramique [12], et possèdent la propriété de rester blanc après cuisson, de supporter une haute température [16], d'augmenter l'opacité, la blancheur et l'éclat de la pâte [17].

Parmi les kaolins utilisés pour la préparation de la pâte de réparation on cite : kaolin Remblend (RMD), kaolin Tamazert (KT2)... etc.

Le tableau suivant donne quelques matières plastiques ainsi que leurs formules chimiques.

Tableau II.1: Quelques types d'argile [12].

Dénomination	Formule chimique
Kaolinite	$2SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2H_2O$
Halloysite (argile)	$2SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2H_2O + nH_2O$
Montmorillonite (argile)	$3SiO_2 \cdot Al_2O_3 (Mg, Ca, Na, K)$
Illite (argile)	$3 \text{ ou } 4 SiO_2 \cdot Al_2O_3 (Fe, Mg, K, Na) \cdot H_2O \cdot nH_2O$

II.3.1.3. Propriété des matières premières argileuses

Ceux sont des aluminosilicates hydratés, représentés par les grandes familles des argiles et des kaolins, formant les plastifiants qui confèrent à la pâte crue sa plasticité en raison de leurs structures lamellaires et des propriétés physico-chimiques de leurs particules.

L'augmentation de la teneur en matières argileuses augmente le coefficient de dilatation et diminue la résistance au choc thermique [18].

II.3.1.4. Propriétés physiques et mécaniques des matières plastiques

Les matières premières plastiques sont caractérisées par une très faible conductibilité thermique et sonique, ce qui leur confère un double rôle d'isolant particulièrement précieux dans les applications [10].

En revanche, leur dilatation thermique est assez élevée et peut atteindre cinq fois celle des métaux.

Elles résistent assez bien aux attaques des produits chimiques courants et aux liquides moyennement acides en particulier; leur densité varier de 0,9 à 1,5.

Ces caractéristiques mécaniques peuvent donc se comparer avec les plastiques en première approximation, à certain bois du point de vue des efforts à supporter. Mais il est indispensable de noter l'influence prépondérante de la chaleur sur ces caractéristiques [10].

II.3.2. Matière première non plastique

De façon plus usuelle, on les dénomme dégraissants. Suivant la morphologie et la taille de leurs particules, elles modifient les propriétés physiques et chimiques des argiles et diminuent la plasticité tout en rendant le matériau moins sensible au séchage.

Les matières premières non plastiques peuvent être divisées en deux classes : les fondants et les dégraissants [18].

II.3.2.1. Les dégraissants

La plasticité peut devenir gênante lorsqu'elle est excessive, il est indispensable de mélanger à l'argile des matières inertes qui par l'absence de retrait diminuent celui de masse auxquelles elles sont incorporées, en même temps que leur dispersion dans cette masse crée une sorte de squelette qui la rend poreuse ce qui facilite l'évaporation de l'eau [19].

On les nomme matières dégraissantes ou matières antiplastiques (le sable, chamotte). Le rôle de dégraissant est :

- La diminution de la plasticité de la pâte
- La réduction de retrait de séchage et la facilité de façonnage de la pâte [19].

- L'augmentation de la porosité de la pâte [20].

Parmi ces dégraissants on cite : le sable et la chamotte.

a) Le quartz

Le quartz (la silice) est formé chimiquement par le bioxyde de silicium. C'est le minéral le plus répandu de l'écorce terrestre, il se trouve dans la nature sous forme de roche meuble (sable et verre quartzeux, cristal de roche), ou comme composant de roche polyminérale, mais il rentre également dans la composition d'un nombre élevé de composés naturels ou artificiels. Ainsi il est un composé essentiel des kaolins, des micas, des feldspaths à l'état naturels et il est aussi un constituant de base des matériaux naturels transformés par cuisson pour donner les minéraux réfractaires [21].

La densité du quartz est de 2650 kg/m^3 sa dureté est 7 Mohs (d'après l'échelle de mohs), sa résistance à la compression est d'environ 650 à 1100 Mpa. Le quartz est stable aux actions des acides sauf l'acide fluorhydrique et se distingue par une haute résistance aux intempéries, son rôle est de :

- Réduire le retrait de séchage et de faciliter le façonnage de la pâte.
- Diminuer la plasticité de la pâte.
- Rendre les argiles moins collantes, on ajoutant du quartz (sable siliceux) pour améliorer la texture de la pâte.

Le quartz présente un caractère vitrifiant [21].

b) La chamotte

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

La chamotte est un ajout interne ne possédant pas d'inconvénient tel que le sable quartzeux qui présente une forte dilatation. Elle est issue d'un traitement thermique à haute température de certains types d'argiles [22], cette température est généralement comprise entre 1100 et 1300 [23].

C'est un grès déjà cuit, provenant généralement de résidus de production recyclés. La chamotte est moulue et tamisée en fonction des différentes tailles granulaires de ses composants. Elle est ajoutée à l'argile avec un pourcentage bien défini pour conférer les caractéristiques suivantes aux produits cuits [22] :

- Depuis l'extrusion jusqu'à la cuisson : stabilité formelle, limitation du retrait, amélioration du séchage ;
- Au cours du processus de cuisson : stabilité [22].

II.3.2.2. Les Fondants

Les fondants sont essentiellement des alcalino-terreux, ils ne peuvent jouer leur rôle que lorsque la température à laquelle ils se combinent aux autres éléments est atteinte, au-dessous de cette température, ils n'agissent que comme des dégraissants [12]. Ces matières en général assurent l'augmentation de l'intervalle de frittage et la diminution de la température de cuisson. La fonction principale du fondant c'est de former une phase vitreuse. De cette façon, la cohésion en cuit et la densification sont facilitées et la température de cuisson sera réduite.

Les meilleurs fondants sont ceux qui permettent de baisser le point de fusion sans baisser le point de vitrification [24]. Les fondants sont très nombreux, mais en pratique on utilise généralement les alcalins (K_2O , Na_2O et Li_2O) pour la préparation de la pâte [12], parmi ces fondants [24], on peut citer :

a) La craie

Le minéral de cette roche est le carbonate de calcium ou calcite de formule $CaCO_3$. Les roches affleurent sur des surfaces considérables et les principales exploitations se trouvent sur les gisements du Bassin Parisien et d'Aquitaine [24].

Le carbonate de calcium ($CaCO_3$) est une poudre très fine, de couleur blanche, très douce au toucher. Son utilisation s'étend dans les préparations d'émaux par son pouvoir d'augmenter la dureté et la blancheur de la pièce a réparée après cuisson [25].



Figure II.3: Poudre de carbonate de calcium ($CaCO_3$) [25].

d) Le talc

Il donne avec les argiles des cristallisations qui confèrent à la pâte de réparation une bonne résistance au choc thermique et une dilatation peu élevée.

La formule développée en oxydes : $4\text{SiO}_2, 3\text{MgO H}_2\text{O}$ [24].

e) La dolomie

La dolomie ($\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$) contenant du carbonate double de calcium et de magnésium, elle est utilisée pour augmenter la résistance, la dureté, la brillance et la blancheur de la pâte de réparation [25].



Figure II.5: La dolomie [25].

f) Le Zircon

Le zircon est un minéral du groupe des silicates, sous-groupe des nésosilicates. De composition ZrSiO_4 , c'est un silicate de zirconium naturel. Ses cristaux font partie des pierres fines de la joaillerie [27].

Il cristallise dans le système cristallin tétragonal et présente une dureté relative de 6,5 à 7,5 sur l'échelle de Mohs. Parfois incolores, les zircons ont une couleur naturelle qui varie du doré, ou rouge au brun, mais ils peuvent aussi être verts, bleus ou noirs, la poussière de zircon est blanche [27].

Le zircon est un matériau d'une haute résistance à la propagation des fissures. La céramique en oxyde de zirconium est également d'une dilatation thermique très élevée, ce qui fait d'elle un des matériaux choisis pour assembler la pâte céramique et l'acier [27].



Figure II.6: Poudre de zircon [27].

g) Oxyde de zinc

L'oxyde de zinc est un composé chimique d'oxygène et de zinc, corps ionique de formule chimique ZnO . Il est considéré comme un composé insoluble dans l'eau qui apparaît dans le commerce sous forme de poudre blanche. Par abus de langage, le composé est ainsi couramment appelé « blanc de zinc » ou « zinc blanc ». Il est produit à partir de la calcination de sulfate de zinc naturel ou de l'oxydation du métal fondu lorsqu'on recherche une plus grande pureté [28].

Ce pigment ZnO sert dans l'industrie céramique à la préparation des émaux grâce à sa propriété d'excellent brillant [29].



Figure II.7: Poudre d'Oxyde de zinc [29].

Le tableau suivant représente quelques dégraissants utilisés dans la pâte céramique.

Tableau II.2: Quelques matières dégraissantes utilisées dans la pâte céramique [12].

Dénomination	Formule chimique
Quartz	SiO ₂
Feldspath	6SiO ₂ Al ₂ O ₃ Na ₂ O (albite)
	6SiO ₂ Al ₂ O ₃ K ₂ O (orthose)
	2SiO ₂ Al ₂ O ₃ Ca ₂ O (anorthite)
Talc	4SiO ₂ 3MgO H ₂ O
Dolomie	MgCO ₃ CaCO ₃

II.4. L'élaboration de la pâte de réparation

La préparation de la pâte de réparation nécessite les matières premières (argile, kaolin, quartz, feldspath...). Ces matières premières subissent plusieurs procédés industriels avant d'être misent en œuvre dans leur utilisation finale (concassage, broyage, tamisage, dosage ...etc.

Les différents composants sont mélangés dans la cuve de préparation avec les agents de défloculation qui sont incorporés à la suspension pour assurer sa stabilité. A la fin de cette étape, la suspension qui sort du broyeur s'appelle *barbotine*. Cette dernière est pressée dans des filtres presses pour extraire l'excès d'eau [30].

Le schéma suivant représente le procédé de préparation de la pâte de réparation.

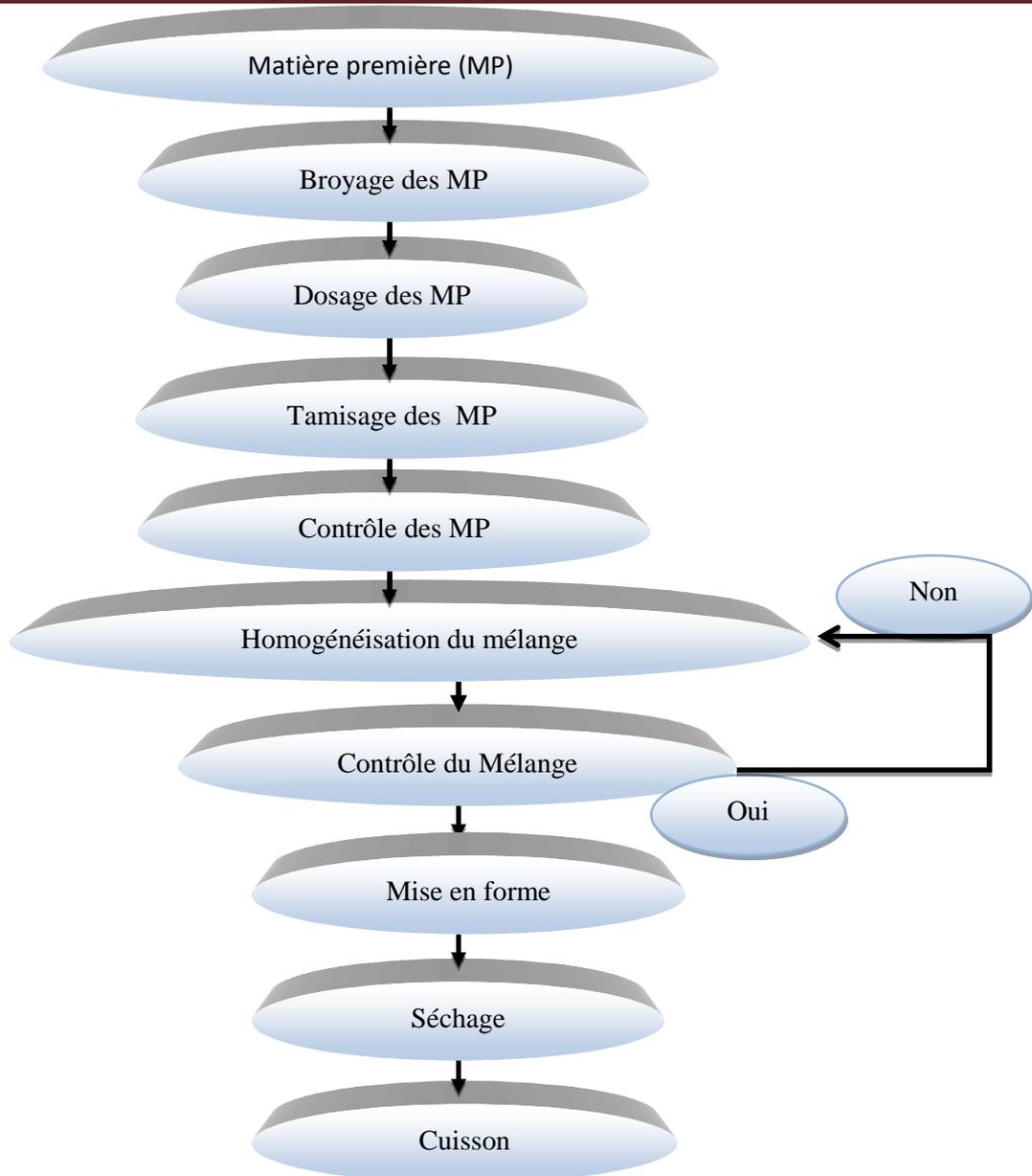


Figure II.8: Les différentes étapes de la préparation d'une pâte de réparation.

La pâte de réparation représente un mélange entre les matières premières plastiques et non plastiques selon le mode opératoire cité ci-après.

II.4.1. Le mode opératoire de la pâte de réparation

Après le calcul de l'humidité de chaque matière première ;

- On pèse la quantité nécessaire de chaque matière première (quartz, argile ...) ;
- On utilise deux broyeurs à galets :
 - Dans le premier broyeur : on met le quartz, le kaolin KT2, la dolomie et 400 ml d'eau

On ferme la jarre pour entamer un broyage d'une durée de 2 heures ;

- Dans le deuxième broyeur : on met l'argile et 400 ml d'eau, puis on ferme la jarre et laisser broyer pendant 1 h ;
- Puis, on verse le mélange d'argile sur le mélange du quartz, en rajoutant les autres matières premières (Kaolin RMD, LPC, Feldspath sodique (Na), Feldspath potassique (K), Carbonate de calcium (CaCO_3), Zircon, Oxyde de zinc), ensuite on les mélange pendant 2 h pour les homogénéiser et les broyer ;
- On pèse 100g du mélange final, ce dernier subit un tamisage humide sur un tamis avec une maille d'ouverture de 63 μm , ce tamisage a pour but d'avoir une granulométrie adéquate ;
 - Si le refus est inférieur à 1 %, la granulométrie est adéquate ; sinon on continue le broyage jusqu'à l'obtention de la valeur précédente ;
- On met une quantité de mélange dans l'étuve à 110°C pour une durée de 24 h ;
- Après on la broie et on prépare des cônes de fusibilité de chaque dosage pour l'examen visuel de la fusion, le moule cône en cuivre possède les dimensions suivantes :
 - la hauteur = 45,24mm.
 - le diamètre = 48,92mm.
- On introduit les échantillons coniques dans le four tunnel à température maximale de 1200°C ;
- On verse le reste de mélange dans des moules en plâtre pour le séchage ;
- Après le séchage on obtient la pâte de réparation, on garde une quantité pour le test de plasticité et l'autre pour la réparation des pièces ;
- On récupère les cônes pour avoir une idée sur la fusibilité de chaque dosage ;
- On réalise un concassage et un tamisage de ces cônes (poudre) pour l'opération d'analyse par DRX, fluorescence X et infrarouge ;
- A la fin on opte pour un test de réparation sur quelques pièces de l'usine pour avoir une idée sur leur efficacité de réparation.

II.5. La classification de la pâte de réparation

La pâte de réparation peut être classée en deux catégories

- Pâtes vitrifiées.
- Pâtes non vitrifiées.

II.5.1. La pâte vitrifiée

Dans ce type de pâte la température de cuisson est plus élevée. La teneur en fondant est plus important et cela agit comme élément fusible et provoque le passage de la silice à la forme vitreuse d'autant plus facilement qu'elle est plus finement broyée. La taille des grains de quartz a un rôle décisif dans le processus de la vitrification et constitue la mesure de la réactivité de silice présente dans la pâte [7].

II.5.2. La pâte non vitrifiée

La forme lamellaire des grains conduit à leur orientation facile sous les effets mécaniques du façonnage. Cette forme donne lieu à une structure anisotrope, il résulte pour le tesson des différences de retrait et de résistance mécanique. Cette dernière est susceptible de varier selon la forme des grains arrondis ou anguleuses. Les formes anguleuses ne permettent pas une transmission isotrope de la pression. Celle-ci pouvant être différente d'un point à un autre de la masse de la pâte [7].

D'une façon générale, les formes anguleuses conduisent à des pâtes moins poreuses et plus compactes que les formes arrondies, il est souvent utile dans les pâtes aux chamottes de choisir un mélange de ces deux types de grains [7].

II.6. La température de fusion de la pâte de réparation

La température de fusion de la pâte de réparation dépend du coefficient de dilatation thermique, de la tension superficielle lors de cuisson et la teneur en fondants. Elle est inversement proportionnelle à ces trois paramètres [6].

II.7. Les moyens d'investigation

Les moyens d'investigations ont pour but de déterminer les propriétés physiques et chimiques, la composition chimique, le coefficient de dilatation thermique et l'humidité des matières premières ou des matériaux [6].

II.7.1. Le contrôle de différents paramètres de la pâte de réparation

Ces paramètres sont les moyens et les méthodes par lesquels on peut caractériser notre matériau, nous pouvons citer :

II.7.1.1. L'Humidité

L'humidité est la quantité d'eau ou la teneur en eau retenue physiquement par adhérence aux particules des matières premières, cette teneur en eau partira progressivement sans modifier l'édifice cristallin on l'appelle aussi (eau d'adsorption) ou (eau hygroscopique)

la mesure de ce paramètre est pratiquée avant le dosage de différents constituants d'une pâte céramique, le but de cette mesure est de faire un dosage exact [6].

L'humidité est calculée selon la formule suivante :

$$H (\%) = \left(\frac{M_h - M_s}{M_h} \right) \times 100 [6].$$

Où: M_s : la masse de l'échantillon sec ;

M_h : la masse de l'échantillon humide ;

H : le taux d'humidité.

a) L'appareillage

- Une balance ;
- Une étuve ;
- Des capsules.

b) Protocole expérimental

On pèse une masse d'échantillon humide (M_h) dans une capsule, on met la capsule et son contenu dans l'étuve à 110°C pendant 30 min, ensuite on la retire et on la pèse.

On répète cette opération jusqu'à ce que la masse devient constante, cette dernière représente la masse de l'échantillon sèche, on la note (M_s).

II.7.1.2. Détermination de la plasticité d'une pâte

Par définition la plasticité est la limite qui caractérise la transition entre un état plastique et un état solide. La détermination de ce paramètre sera expliquée dans la partie pratique [6].

Ce paramètre est déterminé en calculant la tangente de la fraction $F (\%H_2O) = \frac{H_0}{H_1}$

La valeur de la tangente qui représente la limite de plasticité W_P sera ensuite comparée au tableau ci-dessous, qui nous donne le domaine de la plasticité selon la fonction précédente.

Tableau II.3: Domaine de la plasticité en fonction de pourcentage d'eau [6].

Domaine de la plasticité	% H ₂ O
Basse plasticité	<22
Basse-moyenne plasticité	22-26
Plasticité moyenne	26-30
Moyenne-haute plasticité	30-34
Haute plasticité	≥34

a) L'appareillage

- Une balance ;
- Une étuve ;
- L'appareil PFEFFERKORN (plastification).



Figure II.9: L'appareil PFEFFERKORN de plasticité.

[Photo prise le 09/04/2017, au laboratoire de SCS EL' MILIA, JIJEL]

b) Protocole expérimentale

- On prend séparément trois échantillons de chaque dosage de différentes humidités (sèche, semi humide, humide), on introduit chaque échantillon dans un moule cylindrique spécifique à l'appareil de plastification (PFEFFERKORN) et après démoulage on mesure la hauteur de l'échantillon cylindrique (H_0) ;
- On applique une compression par l'appareil sur l'échantillon cylindrique de hauteur (H_0) pour obtenir la deuxième hauteur après compression (H_1) ;
- Le test est répété 3 fois pour chaque échantillon pour avoir un rapport moyen de (H_0/H_1) ;
- On pèse l'échantillon obtenu pour avoir son poids avant séchage (P_0), il est ensuite séché à l'air libre pendant 24h puis dans l'étuve à 110°C pendant 24h ;
- Après séchage, l'échantillon est pesé une autre fois pour savoir son poids après séchage (P_1).

La moyenne (M) :
$$M = \frac{\sum H_0 / H_1}{3}$$

Avec: H_0 : hauteur initiale de l'échantillon cylindrique ;

H_1 : hauteur finale de l'échantillon cylindrique.

L'humidité (H%) :
$$H\% = \frac{P_0 - P_1}{P_0} \times 100$$

Avec : P_0 : poids de l'échantillon avant séchage ;

P_1 : poids de l'échantillon après séchage.

La moyenne de l'humidité :
$$M = \frac{\sum H_i \%}{3}$$



Figure II.10: Les étapes de test de plasticité.

II.7.1.3. Le coefficient de dilatation thermique

Il caractérise la capacité d'allongement des dimensions de la matière pour une augmentation de la température donnée.

Lorsque les températures de fusion des différents dosages sont inconnues, donc on fait le calcul de coefficient de dilatation thermique pour avoir une idée sur la température de fusion de dosages [6].

Les calculs s'effectuent de la façon suivante :

$$\alpha = \alpha_1 P_1 + \alpha_2 P_2 + \alpha_3 P_3 + \dots + \alpha_n P_n = \sum \alpha_i P_i \quad [6].$$

Avec : α_i : représente un facteur propre de chaque oxyde ;

P_i : le pourcentage molaire des différents oxydes ;

α : représente le coefficient de dilatation thermique [6].

Les facteurs propres de chaque oxyde sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau II.4: Les facteurs propres de la dilatation thermiques des oxydes [6].

Oxyde	Coefficient (α) 10^{-7}C^{-1}
SiO ₂	0,38
Al ₂ O ₃	-0,30
Fe ₂ O ₃	0,55
TiO ₂	0,30
CaO	1,30
MgO	0,60
K ₂ O	4,65
Na ₂ O	3,95
ZnO	0,50
PbO	1,00
CuO	0,30
CdO	1,15
ZrO ₂	-0,60

II.7.1.4. La tension superficielle

La tension superficielle de la pâte au cours de la fusion est la force qui tend à empêcher un liquide de s'étaler sur une surface plane sous l'effet de la gravité et la viscosité [6].

C'est pourquoi les liquides qui ont une tension élevée s'étalent difficilement sur cette surface, ils les moulent mal. Si la pâte fondue présente une tension élevée et par conséquent une importante viscosité, elle adhère mal au tesson et fond généralement pour former des ilots et des gouttes et non pas pour former une surface plane et homogène [6].

Ce défaut peut disparaître en augmentant la température de cuisson, la tension superficielle diminue quand la température augmente. Plus la tension superficielle de la pâte est faible, plus sa surface régulière et lisse [6].

La tension superficielle est calculée selon la formule suivante :

$$G = g_1P_1 + g_2P_2 + g_3P_3 + \dots + g_nP_n = \epsilon g_i P_i. \quad [6].$$

Avec : g_i : les facteurs propres des oxydes.

P_i : le pourcentage molaire [6].

Le tableau ci-dessous représente les facteurs propres de chaque oxyde.

Tableau II.5 : les facteurs propres de la tension superficielle de chaque oxyde [6].

Oxyde	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SiO ₂	TiO ₂	ZnO	ZrO ₂
g(dyne/cm)	5,8	5,1	4,3	5,2	0,1	2,9	2,9	0,0	4,5	3,5

II.7.1.5. Le coefficient de fusibilité

La fusibilité est l'aptitude d'une pâte céramique de passer à l'état liquide sous l'effet de la température. Elle peut donner des informations sur la température de fusion [6].

Le coefficient de fusibilité K est calculé selon la formule suivante :

$$K = \frac{a_1n_1 + a_2n_2 + \dots + a_in_i}{b_1m_1 + b_2m_2 + \dots + b_im_i}. \quad [6].$$

Avec : a_i : coefficient de fusibilité des oxydes fusibles (CaO , Na₂O, Fe₂O₃ , MgO).

b_i : coefficient de fusibilité des oxydes difficilement fusibles (SiO₂, Al₂O₃, ZrO₂, P₂O₃).

n et m : teneurs pondérales des oxydes correspondants [6].

Le tableau ci-dessous représente les coefficients de fusibilité de chaque oxyde.

Tableau II.6: Les coefficients de fusibilité de chaque oxyde [6].

Oxydes	Coefficient de fusibilité
SiO ₂	1
Al ₂ O ₃	1,2
Fe ₂ O ₃	0,8
CaO	0,8
MgO	0,6
K ₂ O	1
Na ₂ O	1
P ₂ O ₃	1,25
ZrO ₂	1,2
ZnO	1

II.8. Les analyses de caractérisation

II.8.1. Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse minéralogique des matériaux cristallisés. Elle s'applique sur des poudres ou des échantillons massifs, et sert à la détermination de la nature des phases minérales et à leurs quantifications [31].

La cristallographie aux rayons X, radiocristallographie ou diffractométrie de rayons X (DRX, on utilise aussi souvent l'abréviation anglaise XRD pour X-raydiffraction) est une technique d'analyse fondée sur la diffraction des rayons X par la matière, particulièrement quand celle-ci est cristalline [32].

La diffraction des rayons X est une diffusion élastique, c'est-à-dire sans perte d'énergie des photons (longueurs d'onde inchangées), qui donne lieu à des interférences d'autant plus marquées que la matière est ordonnée. Pour les matériaux non cristallins, on parle plutôt de diffusion [32].

L'appareil de mesure s'appelle chambre de diffraction quand il est photographique et diffractomètre quand il comporte un système de comptage des photons (détecteur ou compteur). Les données collectées forment le diagramme de diffraction ou diffractogramme [33].



Figure II.11: La chambre de diffraction des rayons X.

[Photo prise le 11/04/2017, au laboratoire de physique à l'université de Constantine].

Cette méthode est basée sur la diffraction des rayons X par le réseau cristallin selon la loi de Bragg. L'état cristallin est une méthode de répartition tridimensionnelle dans l'espace d'un motif atomique. Cet arrangement forme des plans parallèles et équidistants appelés plans réticulaires (h k l) séparés l'un de l'autre par une distance d qui est en fonction de la nature du minéral concerné [31].

La condition de réflexion est donnée par l'équation de Bragg: $n\lambda = 2d \sin\theta$

Avec : n : nombre entier correspondant à l'ordre de la diffraction ;

λ : longueur d'onde du rayonnement utilisé (μm) ;

d : distance inter-réticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans cristallographiques;

θ : angle de diffraction, en degré [31].

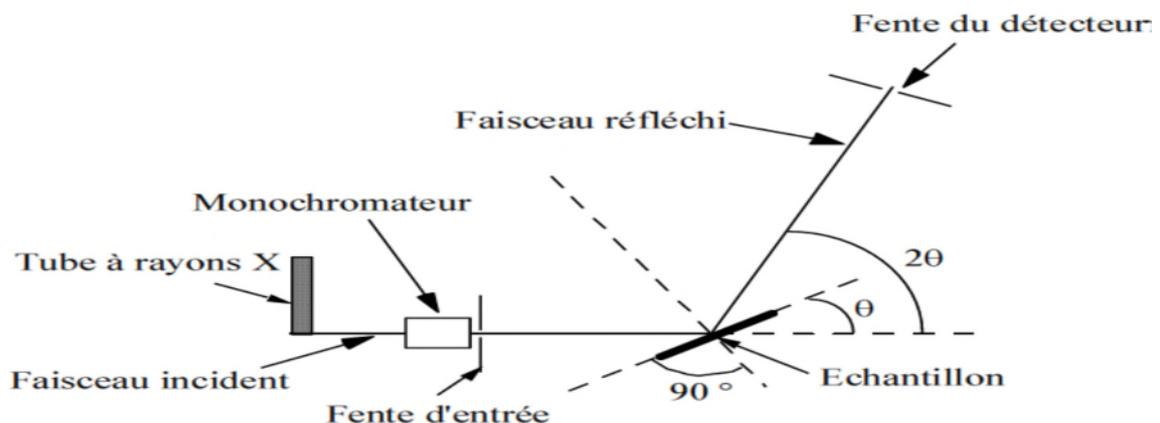


Figure II.12: Schéma de principe diffractomètre utilisé [34].

Le principe de cette analyse consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rapport X monochromatique produit par une anticathode de cuivre, et mesurer l'angle par rapport au rayonnement incident des rayons X diffractés et l'intensité de ces derniers au moyen d'un compteur à scintillation. Celui-ci tourne autour du même axe que l'échantillon mais à une vitesse double. Pour un angle d'incidence Θ , l'angle est mesuré par le déplacement du compteur sera donc 2Θ [31].

En faisant varier l'angle Θ , les conditions de la loi de Bragg sont satisfaites pour différentes valeurs de (d) dans les matériaux polycristallins. Après leur passage dans les différentes valeurs réseaux de fentes, les rayons X diffractés sont reçus sur un détecteur puis transmis à un ordinateur qui présente les résultats sous forme d'un graphe appelé diffractogramme. Celui-ci représente l'intensité des pics diffractés relatifs à la quantité de chaque phase minérale présente, en fonction des positions angulaires c'est-à-dire de l'angle de déviation 2Θ du faisceau [35].

II.8.2. Spectroscopie par la Fluorescence X (FX)

La spectrométrie de fluorescence des rayons X (SFX ou FX, ou en anglais XRF pour X-ray fluorescence) est une technique d'analyse chimique utilisant une propriété physique de la matière, la fluorescence de rayons X [36].

Lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X.

Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments [36].



Figure II.13: La chambre de fluorescence X.

[Photo prise le 30/04/2017, au laboratoire de la cimenterie d'Ain Kbira à Sétif].

La préparation des échantillons

Selon la nature du matériau, l'échantillon mesuré peut être le matériau brut, sans préparation. C'est le cas d'un échantillon solide ayant une tenue mécanique suffisante et les bonnes dimensions, par exemple métal, verre ou polymère découpé aux bonnes dimensions, dans d'autres cas, l'échantillon doit faire l'objet d'une préparation [37].

- verre obtenu par dissolution du matériau ;
- liquide mis dans une coupe.
- poudre obtenue par broyage qui est notre cas d'étude

Une fois le matériau broyé, il peut être mis dans une coupe dont le fond est un film polymère, l'analyse se faisant sous hélium pour éviter que la poudre ne vole sous l'effet du pompage.

Lorsque l'on dispose de peu de poudre, cette dernière peut également être pressée sur une pastille d'acide borique qui assure sa tenue mécanique. Elle peut également être pressée sous la forme d'une pastille, avec ou sans liant. Les principaux liants utilisés sont la cire et la cellulose microcristalline. C'est en effet de la cellulose qui est généralement utilisée pour lier les cachets, et l'acide acétylsalicylique sert de lubrifiant. Il faut toutefois s'assurer que le cachet ne contienne pas de composé pouvant perturber la mesure, comme du dioxyde de titane, du stéarate de magnésium ou du talc (silicate de magnésium) [37].

II.8.3. Spectroscopie Infrarouge (IR)

La spectroscopie infrarouge est l'une des méthodes utilisées pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés, basée sur l'étude d'absorption par l'échantillon, ainsi une méthode d'analyse quantitative et à la fois qualitative. C'est une méthode d'analyse des environnements locaux quel que soit l'état physique du système à étudier [38].

Les atomes et les groupements fonctionnels constituant la matière, sont animés de mouvement vibratoire, si ces constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique dont la fréquence de vibrations proche de celle l'une ou d'autre de leurs fréquences de vibrations propres, ils entrent en résonance, empruntant pour ce faire, de l'énergie dans le faisceau, incident. Il y a alors absorption d'énergie [39].

Sous l'effet d'un rayonnement électromagnétique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon des mouvements de différents types.

Dans un spectromètre infrarouge, un rayon de lumière infrarouge est produit et séparé en deux faisceaux. L'un passe au travers de l'échantillon, l'autre au travers d'une référence

qui est parfois le composé dans lequel l'échantillon a été dissous. Les faisceaux sont ensuite réfléchis jusqu'à un détecteur, après être passés par un séparateur qui alterne rapidement les faisceaux entrant dans le détecteur. Les deux signaux sont comparés et le spectre ainsi obtenu tracé [39].

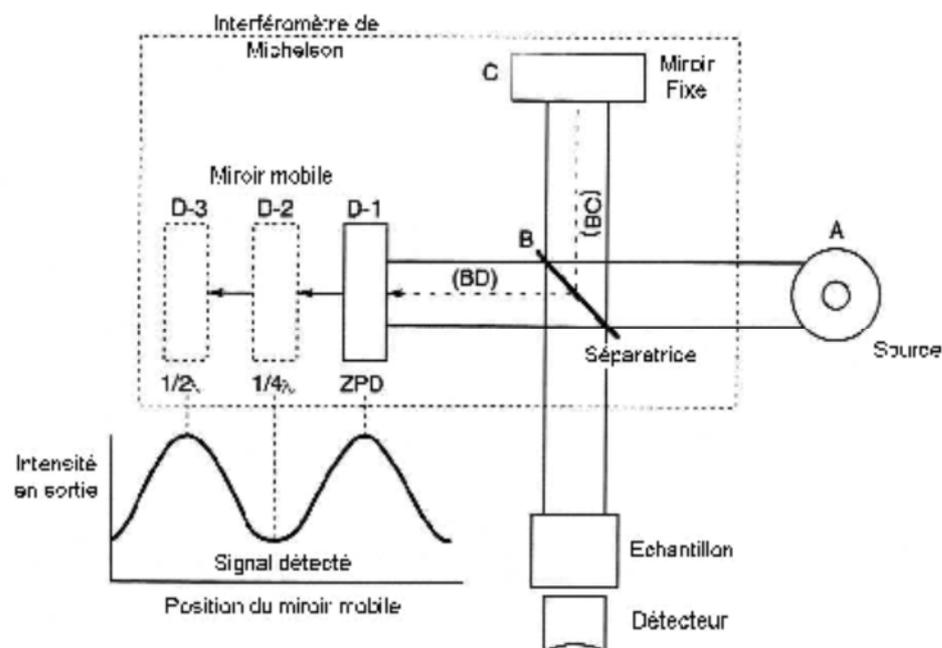


Figure II.15: Schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier [34].

La préparation de l'échantillon consiste à mélanger l'échantillon de façon homogène avec bromure de potassium KBr (sel purifié transparent en Infrarouge) afin de supprimer les effets de diffusion des gros cristaux. Environ 2 mg de poudre de l'échantillon a été mélangé à 80 mg afin d'obtenir des pastilles de 10 mm de diamètre. L'appareil utilisé est un spectrophotomètre de type SCHIMADZU 8400 [34].

Conclusion

Les objectifs visés à l'origine de cette manipulation portaient sur la mise en œuvre d'un procédé chimique qui pourrait être appliqué dans l'industrie de céramique. Ce procédé consiste à l'élaboration et la caractérisation d'une pâte de réparation pour la céramique sanitaire. Le programme de recherche comportait trois étapes qu'on peut résumer comme suit :

- La présentation de la pâte de réparation et leur mode d'application pour la réparation des pièces sanitaires ;
- La détermination des moyens et des méthodes par lesquels on peut caractériser notre pâte ;

- La caractérisation de la pâte par différentes méthodes : DRX, FX et IR.

La réalisation de ce programme a conduit à divers résultats dont les principaux peuvent être résumés dans le chapitre III.

Introduction

Avant tout procédé d'élaboration d'une pâte de réparation, et de la réutilisation dans le cycle de production, il faut toujours passer par le stade des analyses afin de connaître ses caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques.

L'objectif de ce chapitre est d'interpréter les résultats des analyses que nous avons obtenues sur les matières premières (quartz, kaolin ...etc.) et la pâte de réparation avant et après cuisson afin de vérifier est ce que la pâte préparée permet de résoudre le problème des fissures dans les pièces de céramiques sanitaires.

Durant ce chapitre, nous aurons à comparer les résultats des tests et des analyses réalisés sur les échantillons des quatre formulations afin de mettre l'accent sur celle qui offre la meilleure pâte de réparation.

III.1. L'analyse chimique des matières premières destinées à la fabrication de la pâte de réparation

Les analyses chimiques des matières premières sont effectuées par la fluorescence des rayons x au niveau de laboratoire de « Centre d'Etude et de Services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction » (C.E.T.I.M) à Boumerdes-Algérie, selon la demande de SCS d'El Milia.

Les deux tableaux suivants représentent ces analyses :

III.1.1. Matières premières plastiques

Tableau III.1: L'analyse chimique des matières premières plastiques destinées à la préparation de la pâte de réparation [2].

Matières premières (MP) Dosage des oxydes (D.O) (% poids)	Argile hycast	Kaolin RMD	Kaolin LPC	Kaolin KT2
SiO₂	53	48	48,5	49,30
Al₂O₃	30	36,5	36	33,50
Fe₂O₃	1,2	1,01	1,0	1,59
TiO₂	1,0	0,05	0,06	0,24
CaO	0,2	0,07	0,05	0,08

MgO	0,3	0,30	0,3	0,40
K₂O	2,0	2,0	2,15	2,75
Na₂O	0,2	0,1	0,15	0,09
P₂O₃	/	/	/	/
P.A.F	12,2	12,0	11,7	10,5
C (carbone)	2,2	/	/	/

III.1.2. Matières premières non plastiques

Tableau III.2: L'analyse chimique des matières premières non plastiques destinée à la préparation de la pâte de réparation [2].

Matières premières (MP) Dosage des oxydes (D.O) (% Poids)	Feldspath sodique	Feldspath potassique	Oxyde de zinc	Zircon	Dolomie	CaCO₃	Quartz
SiO₂	69,0	68,3-70,0	/	33	0,2	0,06	96,33
Al₂O₃	17,0-19,0	16,2-17,4	/	1,1	0,036	0,09	0,63
Fe₂O₃	≤ 0,15	0,12-0,15	0,03	0,07	0,034	0,02	0,26
TiO₂	≤ 0,35	0,02-0,05	/	0,15	0,02	/	0,08
CaO	0,75	0,2-0,8	/	/	31,45	55,63	1,20
MgO	0,10	/	/	/	20,36	0,01	0,51
K₂O	0,25	10,2	/	/	/	/	0,18
Na₂O	9,5-10,5	2,0	/	/	/	/	0,45
P₂O₃	0,2	/	/	/	/	/	/
P.A.F	0,32	≤ 0,5	10	/	47	43,8	1,37
ZnO	/	/	99,6	/	/	/	/
ZrO₂	/	/	/	66	/	/	/
PbO	/	/	0,005	/	/	/	/
CuO	/	/	0,01	/	/	/	/
CdO	/	/	/	/	/	/	/

Discussions des résultats

A partir des résultats qu'on a obtenus on remarque que :

- Les constituants majeurs des argiles, des kaolins et des feldspaths sont la silice SiO_2 et l'alumine Al_2O_3 , alors que pour le quartz c'est la silice seule qui constitue la plus grande partie.
- Kaolins : nous remarquons, d'une part, que le taux d'alumine est plus élevé chez les kaolins que chez les argiles au détriment de la silice et des oxydes alcalins et alcalinoterreux et sont donc naturellement plus réfractaires.
- Quartz : le sable de silice dont nous disposons pour ce travail est d'une grande pureté puisque le taux de SiO_2 dépasse les 96% [40].
- Les pertes au feu : pour les matières premières plastiques, elles sont inférieures à 12 [2] sauf pour le quartz, elle est faible parce qu'il est presque pure (ne contient pas beaucoup d'impuretés, 96% c'est de la silice).
- Par contre, pour les matières premières non plastiques les pertes au feu sont faibles pour le feldspath potassique et sodique et un peu élevée pour l'oxyde de zinc, la dolomie et le carbonate de calcium (contient une quantité importante des matières organiques).

III.2. Détermination de la composition chimique de chaque dosage

Notre composition de départ était une pâte de réparation constituée de la pâte de tesson et de l'émail opaque.

III.2.1. Le dosage N°1

➤ **Les ingrédients du dosage N°1**

Le dosage N°1 est :

- ✚ Argile hycast: 5, 2 %;
- ✚ Kaolin KT2: 1, 0 %;
- ✚ Kaolin LPC: 1, 8 %;
- ✚ Kaolin RMD: 8, 72 %;
- ✚ Feldspath sodique (Na): 30, 6 %;
- ✚ Feldspath potassique (K): 2, 28 %;
- ✚ Quartz: 26, 4 %;
- ✚ Carbonate de calcium: 8, 0 %;
- ✚ Zircon: 7, 2 %;

✚ Dolomie: 6, 4 %;

✚ Oxyde de zinc : 2, 4 %.

➤ **Calcul des teneurs des oxydes pour le dosage N°1**

Exemple d'application numérique pour l'argile hycast

Dans 100g (d'argile hycast) —————> 53g de (SiO₂)

5,2g (d'argile hycast) —————> la masse (m)g de (SiO₂)

Donc $m(\text{SiO}_2) = 2,756\text{g}$

De la même manière, on calcule la teneur des autres oxydes dans chaque matière première et les résultats obtenus sont représentés dans les tableaux suivants :

Tableau III.3.a: La teneur des oxydes dans l'Argile Hycast.

Dosage des oxydes (D.O)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
La masse m(g)	2,756	1,56	0,0624	0,052	0,0104	0,0156	0,104	0,0104

C	P.A.F	TOT
0,1144	0,6344	5,3196

Tableau III.3.b: La teneur des oxydes dans le Feldspath sodique.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
m(g)	21,114	5,202	0,0459	0,1071	0,2295	0,0306	0,0765	2,907

P2O3	P.A.F	TOT
0,0612	0,0979	29,8717

Tableau III.3.c: La teneur des oxydes dans l'Oxyde de zinc.

D.O	Fe ₂ O ₃	CuO	PbO	ZnO	P.A.F	TOT
m(g)	0,0007	0,0002	0,0001	2,3904	0,24	2,6314

Tableau III.3.d: La teneur des oxydes dans le Zircon.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	ZrO ₂	TOT
m(g)	2,376	0,0792	0,0050	0,0108	4,752	7,223

Tableau III.3.e: La teneur des oxydes dans le Quartz.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
m(g)	25,4311	0,1663	0,0686	0,0211	0,3168	0,1346	0,0475	0,1188

P.A.F	TOT
0,3617	26,6665

Tableau III.3.f: La teneur des oxydes dans la dolomie.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	P.A.F	TOT
m(g)	0,0128	0,0023	0,0022	0,0013	2,0128	1,3030	3,008	6,3424

Tableau III.3.g: La teneur des oxydes dans le Carbonate de calcium.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	P.A.F	TOT
m(g)	0,0048	0,0072	0,0016	4,4504	0,0008	3,504	7,9688

Tableau III.3.h: La teneur des oxydes dans le Kaolin RMD.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
m(g)	4,1856	3,1828	0,0881	0,0044	0,0061	0,0262	0,1744	0,0087

P.A.F	TOT
1,0464	8,7227

Tableau III.3.i: La teneur des oxydes dans le Kaolin LPC.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
m(g)	0,873	0,648	0,018	0,0011	0,0009	0,0054	0,0387	0,0027

P.A.F	TOT
0,2106	1,7984

Tableau III.3.g: La teneur des oxydes dans le Kaolin KT2.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O
m(g)	0,493	0,335	0,0159	0,0024	0,0008	0,004	0,0275	0,0009

P.A.F	TOT
0,105	0,9845

Tableau III.3.k: La teneur des oxydes dans le Feldspath potassique (K).

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	K ₂ O	Na ₂ O	P.A.F	TOT
m(g)	1,5572	0,3694	0,0027	0,0004	0,0046	0,2326	0,0456	0,0114	2,2239

La teneur totale de la silice dans le dosage 1 sera la somme des teneurs de la silice dans chaque matière première.

$$m(\text{SiO}_2) = (2,756 + 21,114 + 2,376 + 25,4311 + 0,0128 + 0,0048 + 4,1856 + 0,873 + 0,493 + 1,5572)$$

$$m(\text{SiO}_2) = 58,8035\text{g}$$

De la même manière, on calcule la teneur totale de chaque oxyde.

Tableau III.4: La composition chimique du dosage N°1.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	P.A.F
m(g)	58,8035	11,5522	0,3111	0,2006	7,0323	1,5202	0,7012	3,0941	9,2194

C	P ₂ O ₃	ZrO ₂	PbO	CaO	CuO	ZnO	TOT
0,1144	0,0612	4,752	0,0004	0,0001	0,0002	2,3904	99,7529

III.2.2. Le dosage N°2

➤ Les ingrédients du dosage N°2

Le dosage N°2 est :

- ✚ Argile hycast : 5, 2 %;
- ✚ Kaolin KT2: 1, 0 %;
- ✚ Kaolin LPC: 1, 8 %;
- ✚ Kaolin RMD: 8, 72 %;
- ✚ Feldspath sodique (Na): 38, 6 %;
- ✚ Feldspath potassique (K): 2, 28 %;

- ✚ Quartz: 18,4 %;
- ✚ Carbonate de calcium: 8,0 %;
- ✚ Zircon: 7,2 %;
- ✚ Dolomie: 6,4 %;
- ✚ Oxyde de zinc : 2,4 %.

Tableau III.5: La composition chimique du dosage N°2.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	P.A.F
m(g)	56,6171	12,8618	0,3023	0,2325	6,9963	1,4874	0,7068	3,8181	9,1354

C	P ₂ O ₃	ZrO ₂	PbO	CaO	CuO	ZnO	TOT
0,1144	0,0772	4,752	0,0001	0,0001	0,0002	2,3904	99,492

III.2.3. Le dosage N°3

➤ Les ingrédients de dosage N°3

Le dosage N°3 est :

- ✚ Argile hycast: 5,2 %;
- ✚ Kaolin KT2: 1,0 %;
- ✚ Kaolin LPC: 1,8 %;
- ✚ Kaolin RMD: 8,72 %;
- ✚ Feldspath sodique (Na): 50,6 %;
- ✚ Feldspath potassique (K): 2,28 %;
- ✚ Quartz: 6,4 %;
- ✚ Carbonate de calcium: 8,0 %;
- ✚ Zircon: 7,2 %;
- ✚ Dolomie: 6,4 %;
- ✚ Oxyde de zinc : 2,4 %.

Tableau III.6: La composition chimique de dosage N°3.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	P.A.F
m(g)	53,3375	14,8262	0,2891	0,2649	6,9423	1,4382	0,7152	4,9041	9,0094
C	P ₂ O ₃	ZrO ₂	PbO	CuO	ZnO	TOT			
0,1144	0,1012	4,752	0,0001	0,0002	2,3904	99,0852			

III.2.4. Le dosage N°4

➤ Les ingrédients de dosage N°4

Le dosage N°4 est :

- Argile hycast: 5, 2 %;
- Kaolin KT2: 1, 0 %;
- Kaolin LPC: 1, 8 %;
- Kaolin RMD: 8, 72 %;
- Feldspath sodique (Na): 57 %;
- Feldspath potassique (K): 2, 28 %;
- Quartz: 0, 0%;
- Carbonate de calcium: 8, 0 %;
- Zircon: 7, 2 %;
- Dolomie: 6, 4 %;
- Oxyde de zinc : 2, 4 %.

Tableau III.7: La composition chimique du dosage N°4.

D.O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	P.A.F
m(g)	51,5884	15,8739	0,2821	0,2822	6,9135	1,412	0,7197	5,4833	8,9422

Carbone	P ₂ O ₃	ZrO ₂	PbO	CuO	ZnO	TOT
0,1144	0,114	4,752	0,0001	0,0002	2,3904	98,8684

Discussions des résultats

Par comparaison entre les compositions chimiques des quatre (4) dosages, on remarque que :

- La silice est l'élément chimique le plus ré pondu dans tous les dosages mais ces quantités ont diminués du dosage N°1 au dosage N° 4 dont les valeurs respectives sont 58,8035 et 51,5884 et cela est lié à notre composition du départ (voir les ingrédients des quatre dosages).
- L'augmentation continue de l'alumine du dosage N°1 au dosage N° 4 dont les valeurs respectives sont 11,5522 et 15,8739, cela revient de l'addition de la quantité de feldspath sodique dans chaque dosage (le feldspath sodique contient une quantité importante en alumine qui permet leur augmentation).
- Les autres éléments chimiques restent presque inchangés (restent réfractaires).

III.3. Calcul de l'humidité (H%)

III.3.1. Calcul de l'humidité des différentes matières premières

On met une quantité de 200g de chaque matière dans l'étuve à 110°C pendant 30 min jusqu'à l'obtention d'une masse fixe.

Le taux d'humidité est calculé par la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{M_h - M_s}{M_h} \times 100 \quad [6].$$

Avec : M_h : La masse de l'échantillon humide (200g).

M_s : La masse de l'échantillon sèche.

Exemple d'application numérique pour l'Argile

Tableau III.8: La variation de la masse de l'Argile en fonction du temps.

t (min)	0	30	120	240
m(g)	200	182.3	163.4	163.4

$$H (\%) = \frac{200 - 163.4}{200} \times 100$$

$$H (\%) = 18.3 \%$$

Avec : t : Le temps de séchage (minute).

m : La masse de l'échantillon (g).

De la même manière on continue le calcul de l'humidité des autres matières premières, les résultats obtenus sont représentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau III.9: L'humidité des matières premières de la pâte de réparation.

MP	H(%)
Quartz	0,1
Carbonate de calcium	/
Zircon	/
Dolomie	/
Oxyde de zinc	/
Argile	18,3
Kaolin KT2	14,05
Kaolin LPC	7,55
Kaolin RMD	6,2

Feldspath sodique (Na)	0,45
Feldspath potassique (K)	0,2

Discussions des résultats

Par comparaison entre l'humidité des matières premières que nous avons utilisées pour la préparation de la pâte de réparation on remarque que l'humidité de l'argile et du kaolin KT2 sont les plus élevées par rapport aux autres matières, et cela du fait que les argiles et les kaolins ont une grande capacité d'absorption due au fait qu'ils soient poreux et perméables.

III.4. Calcul du poids des matières premières utilisées pour la préparation de la pâte de réparation (PR)

Le calcul se fera selon l'équation suivante, utilisée au sein de l'organisme SCS d'El Milia pour préparer une pâte de réparation de 2000g.

Le poids (P) est calculé selon la formule suivante :

$$P = \frac{2000 \times (\%) MP}{100 - H(\%)} \quad [6].$$

Exemple d'application numérique pour le Quartz

$$P = \frac{2000 \times 26,4}{100 - 0,1}$$

$$P = 528,52g$$

De la même manière on continue le calcul du poids des autres matières premières, les résultats obtenus sont représentés dans le tableau ci-dessous.

a) Le dosage N°1

Tableau III.10: Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°1.

MP	P(g)
Quartz	528,52
Carbonate de calcium	160
Zircon	144
Dolomie	128
Oxyde de zinc	48
Argi	127,29
Kaolin KT2	23,26
Kaolin LPC	38,93

Kaolin RMD	185,92
Feldspath sodique (Na)	614,76
Feldspath potassique (K)	45,09

b) Le dosage N°2

Tableau III.11: Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°2.

MP	P(g)
Quartz	368,36
Carbonate de calcium	160
Zircon	144
Dolomie	128
Oxyde de zinc	48
Argile	127,29
Kaolin KT2	23,26
Kaolin LPC	38,93
Kaolin RMD	185,92
Feldspath sodique (Na)	775,48
Feldspath potassique (K)	45,09

c) Le dosage N°3

Tableau III.12: Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°3.

MP	P(g)
Quartz	128,12
Carbonate de calcium	160
Zircon	144
Dolomie	128
Oxyde de zinc	48
Argile	127,29
Kaolin KT2	23,26
Kaolin LPC	38,93
Kaolin RMD	185,92
Feldspath sodique (Na)	1016,57
Feldspath potassique (K)	45,09

d) Le dosage N°4**Tableau III.13:** Le poids des matières premières de la pâte de réparation du dosage N°4.

MP	P(g)
Quartz	0
Carbonate de calcium	160
Zircon	144
Dolomie	128
Oxyde de zinc	48
Argile	127,29
Kaolin KT2	23,26
Kaolin LPC	38,93
Kaolin RMD	185,92
Feldspath sodique (Na)	1145,15
Feldspath potassique (K)	45,09

Discussions des résultats

A partir des résultats obtenus, la quantité du quartz a diminué du dosage N°1 jusqu'à son élimination dans le dosage N°4, au même temps la quantité de feldspath sodique a augmenté du dosage N°1 jusqu'au dosage N°4, par contre la quantité des autres matières reste constante durant les quatre (4) formulations.

Notre approche pour l'élaboration de la pâte de réparation est de jouer entre le quartz (diminue leur pourcentage du dosage N°1 jusqu'à leur élimination dans le dosage N°4) et le feldspath sodique (augmenter leur quantité du dosage N°1 jusqu'au dosage N°4) sans toucher aux autres matières dans les quatre (04) formulations.

III.5. Le test de plasticité

Les résultats obtenus sont résumés dans les tableaux suivants :

NB : H_0 , H_1 sont respectivement la hauteur initial et finale ;

P_0 , P_1 sont respectivement le poids avant et après le séchage (dans l'étuve à 110°C pendant 24 heures).

a) Le dosage N°1**Tableau III.14:** Les mesures de test de plasticité du dosage N°1.

Hauteur (H) et poids (P) L'état de la matière	H₀ (mm)	H₁ (mm)	P₀(g)	P₁ (g)
Humide	20	11	70,14	56,25
	28,5	15,5	71,94	57,71
Semi humide	35	20	68,90	56,76
	35	20,5	68,51	56,43
Sèche	35	28	71,21	59,58
	39	31	70,09	58,95

NB : L'échantillon N°1 de l'état humide est cassé après cuisson c'est pour ça nous l'avons pas pris en considération dans les calculs.

b) Le dosage N°2

Tableau III.15: Les mesures de test de plasticité du dosage N°2.

Hauteur (H) et poids (P) L'état de la matière	H₀ (mm)	H₁ (mm)	P₀(g)	P₁ (g)
Humide	40	9,5	69,66	54,83
	36,5	9	69,88	55,24
	34,5	10	68,64	54,21
Semi humide	33,5	13	67,13	53,37
	37	14	68,64	54,60
	33	15	69,41	55,17
Sèche	36	25	70,11	57,16
	38	29	71,47	58,63
	35	24	69,53	56,64

c) Le dosage N°3

Tableau III.16: Les mesures de test de plasticité du dosage N°3.

Hauteur (H) et poids (P) L'état de la matière	H₀ (mm)	H₁ (mm)	P₀(g)	P₁ (g)
Humide	36	13	67,53	53,25
	34	13	65,89	52,89
	36	13	65,74	51,98
Semi humide	35	15	67,84	53,59
	40	27,5	68,82	54,50
	37,5	17	69,18	54,83
Sèche	38,5	28	69,45	56,50
	38	30,5	70,07	57,40
	37	28,5	70,58	57,45

d) Le dosage N°4

Tableau III.17: Les mesures de test de plasticité du dosage N°4.

Hauteur (H) et poids (P) L'état de la matière	H₀ (mm)	H₁ (mm)	P₀(g)	P₁ (g)
Humide	30	11	70,74	56,19
	31	11	70,24	55,86
	25	10,5	68,55	54,56
Semi humide	34	16	71,20	57,10
	33	16,5	70,67	56,81
	33,5	15,5	69,07	55,50
Sèche	39,5	25	65	52,83
	39	24	66,55	54,08
	38,5	23	67,50	54,78

La réalisation des courbes de plasticité repose sur la détermination du rapport H_0/H_1 , le traçage de la courbe est donné par l'intersection des valeurs de H_0/H_1 et du pourcentage de H_2O .

Le tableau suivant représente la moyenne des résultats de la plasticité de chaque dosage :

Tableau III.18: Les résultats de plasticité du quatre (4) dosages.

La moyenne (M) H_0/H_1 et % H_2O	M H_0/ H_1			M % H_2O		
	Humide	Semi humide	Sèche	Humide	Semi humide	Sèche
Les dosages						
Dosage N° : 1	1,83	1,73	1,25	19,79	17,63	16,11
Dosage N° :2	4,13	2,47	1,40	21,12	20,49	18,33
Dosage N° :3	2,77	2	1,31	21,04	20,85	18,44
Dosage N° :4	2,64	2,10	1,63	20,48	19,69	18,77

Exemple d'application numérique pour le dosage N°1 à l'état humide

La moyenne $H_0/ H_1 = ((20/11) + (28,5/15,5)) / 2$

La moyenne $H_0/ H_1 = 1,828 \approx 1,83$

A partir du tableau ci-dessus on trace les graphes suivants :

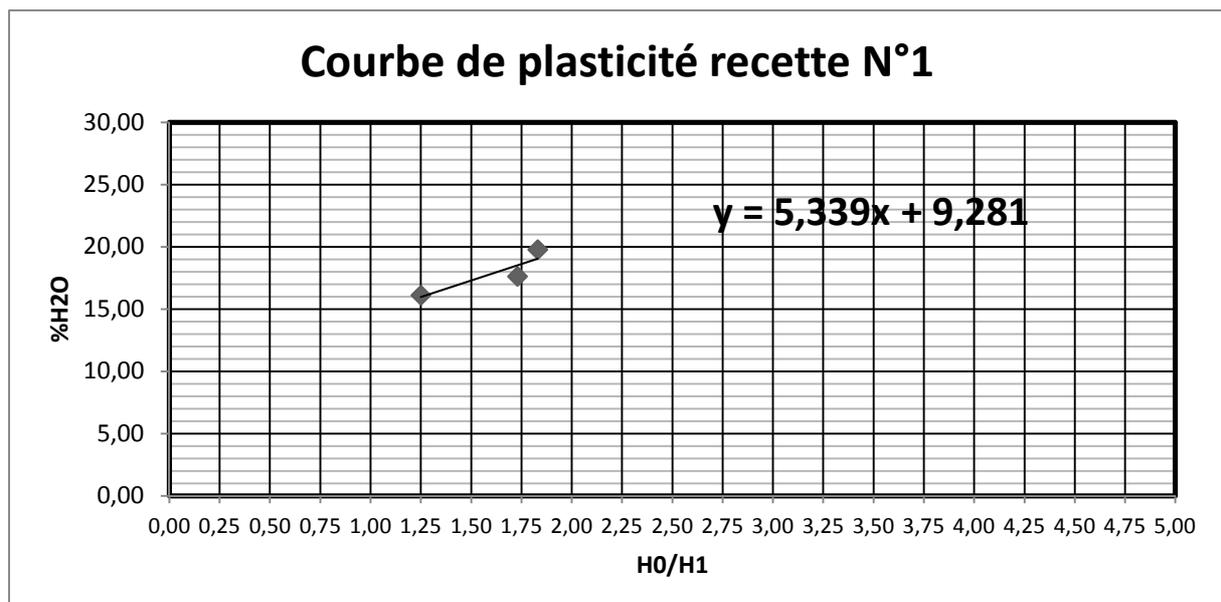


Figure III.1: La courbe de plasticité du dosage N°1.

D'après cette courbe on calcule le domaine de plasticité :

On a :

$$Y = 5,3921x + 9,1962 \dots\dots\dots (1).$$

$$x = 3,25 \text{ (coefficient de correction)} \dots\dots\dots (2).$$

D'après (1) et (2), nous avons $H\% = 26,72\%$ [6].

Donc : $H\% = 26,72\%$ appartient au domaine de « plasticité moyenne » [26-30]. Voir (tableau II.3)

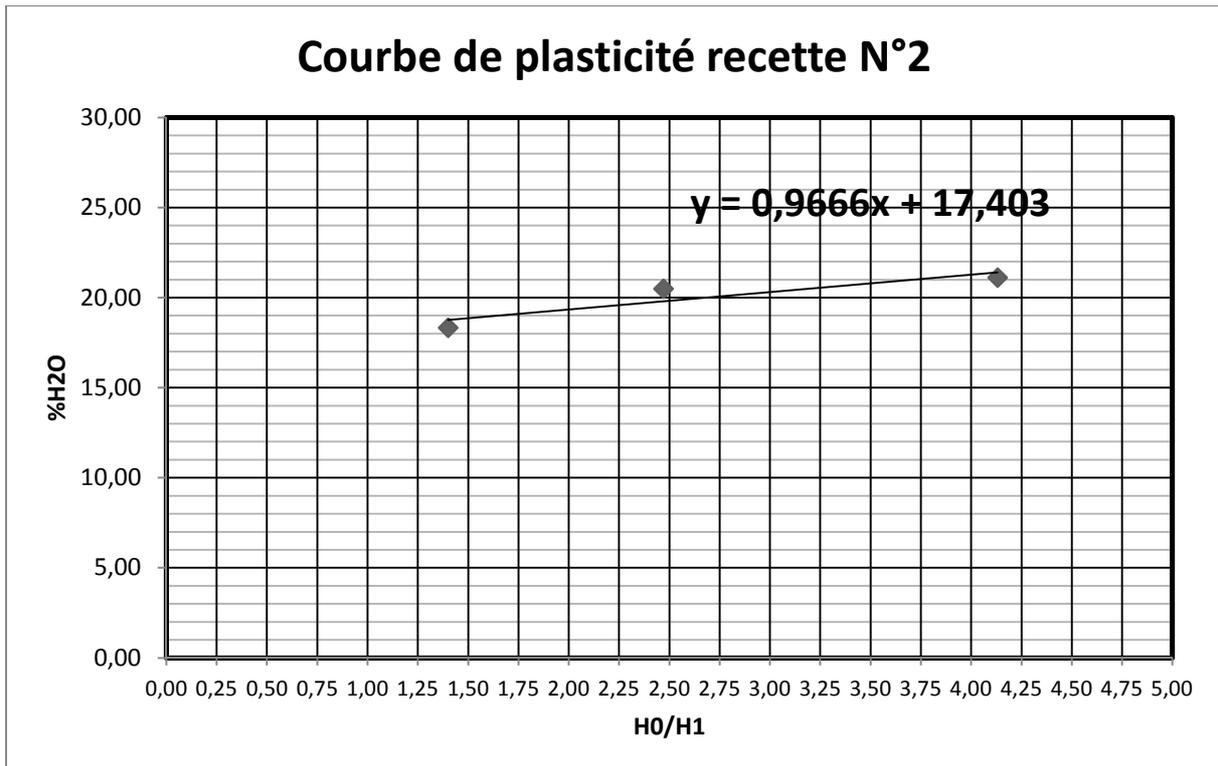


Figure III.2: La courbe de plasticité du dosage N°2.

On a :

$$Y = 0,9681x + 17,393 \dots\dots\dots (1).$$

$$x = 3,25 \dots\dots\dots (2).$$

D'après (1) et (2), nous avons $H\% = 20,54\%$.

Donc : $H\% = 20,54\%$ appartient au domaine de « basse plasticité » [< 22]. Voir (tableau II.3)

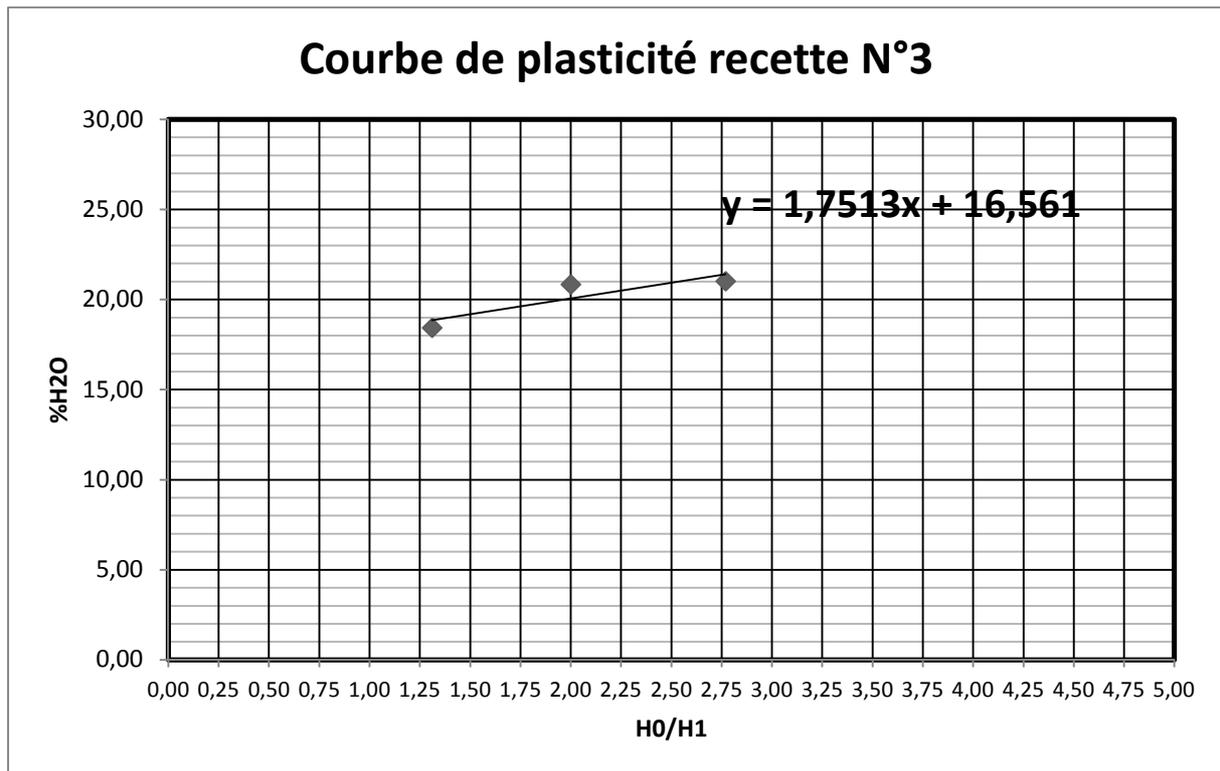


Figure III.3: La courbe de plasticité du dosage N°3.

On a :

$$Y = 1,7513x + 16,561 \dots\dots\dots (1).$$

$$x = 3,25 \dots\dots\dots (2).$$

D'après (1) et (2), nous avons $H\% = 22,25\%$.

Donc : $22,25\%$ appartient au domaine de « basse-moyenne plasticité » [22-26]. Voir (tableau II.3)

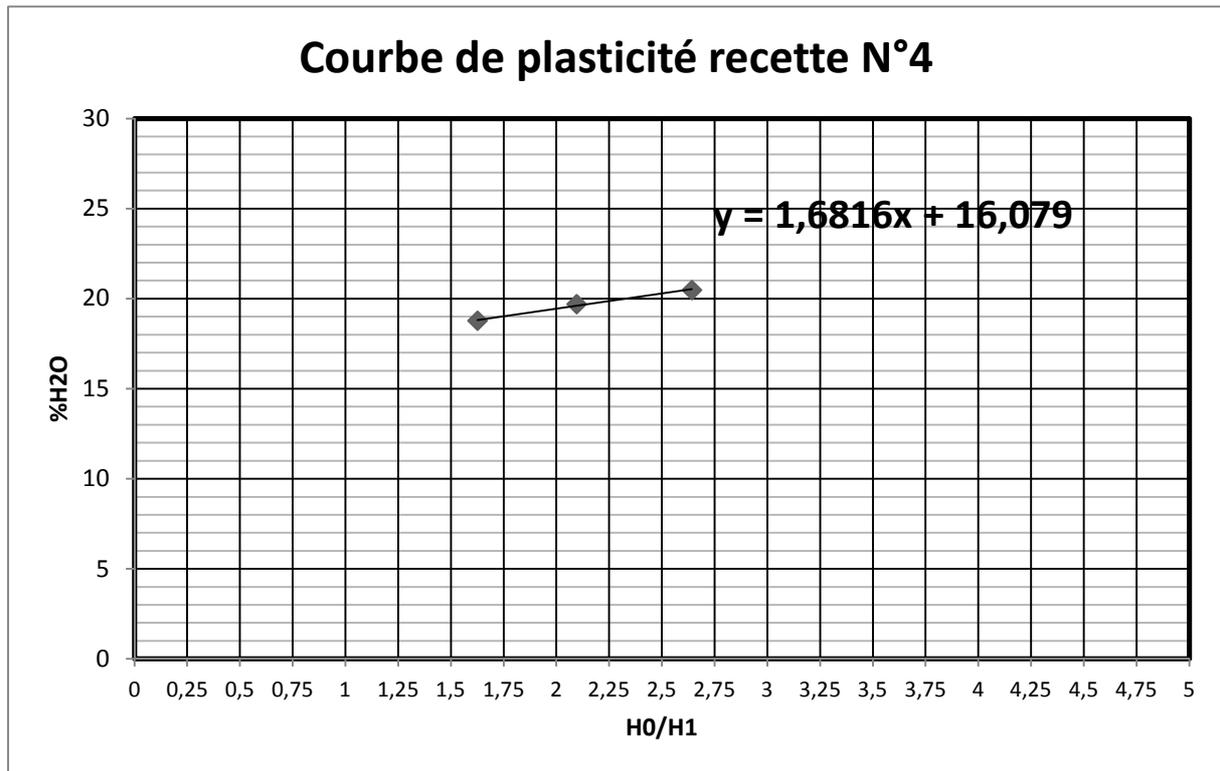


Figure III.4: La courbe de plasticité du dosage N°4.

On a :

$$Y = 1,6816x + 16,079 \dots\dots\dots (1).$$

$$x = 3,25 \dots\dots\dots (2).$$

D'après (1) et (2), nous avons H% = 21,54%.

Donc : 21,54% appartient au domaine de « basse plasticité » [< 22]. Voir (**tableau II.3**)

Discussions des résultats

A partir de ces résultats obtenus on remarque :

- L'augmentation linéaire de la teneur en eau en fonction de l'augmentation du rapport (H₀/H₁).
- Tous les dosages appartiennent à l'intervalle de basse et basse-moyenne plasticité, cela dit que ce type de pâte ne convient pas comme une pâte de tesson surtout pour la fabrication des objets compliqués mais elle peut être utilisée comme un mastic de réparation.

III.6. Calcul du coefficient de dilatation thermique

Les calculs s'effectuent de la façon suivante :

$$\alpha = \alpha_1 P_1 + \alpha_2 P_2 + \alpha_3 P_3 + \dots + \alpha_n P_n = \varepsilon \alpha_i P_i \quad [6].$$

Avec : α_i : représente un facteur propre pour chaque oxyde.

P_i : le pourcentage molaire des différents oxydes.

α : représente le coefficient de dilatation thermique.

a) Le dosage N°1

On calcule le nombre de mole de chaque oxyde par l'équation :

$$n = \frac{m}{M}$$

Avec : n : le nombre de mole.

m : la masse de l'oxyde dans chaque dosage.

M : la masse molaire de l'oxyde.

Exemple d'application numérique pour la silice (SiO_2)

$$\text{SiO}_2 = \frac{58,8035}{60} = 0,98 \text{ mol.}$$

De la même manière, on calcule le nombre de mole pour chaque oxyde et les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau III. 19: Le nombre de mole de chaque oxyde.

L'oxyde	Le nombre de mole (mol)
SiO_2	0,98
Al_2O_3	0,11
Fe_2O_3	0,002
TiO_2	0,003
CaO	0,13
MgO	0,04
K_2O	0,007
Na_2O	0,05
C	0,009
P_2O_3	0,0006
ZrO_2	0,06
PbO	0,0000004

CuO	0,000003
-----	----------

Le nombre de mole totale est : 1, 39 mol.

Le calcul du pourcentage molaire (p_m) du dosage N°1 :

Exemple d'application numérique pour la silice (SiO_2)

On a: $1, 39 \text{ mol} \longrightarrow 100\%$.

$0, 98 \text{ mol} \longrightarrow p(\text{SiO}_2)$.

Donc:

$P_m(\text{SiO}_2) = 70,50\%$.

De la même manière, on calcule le pourcentage molaire pour chaque oxyde et les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau III.20: Le pourcentage molaire de chaque oxyde.

L'oxyde	Le pourcentage molaire (%)
SiO_2	70,50
Al_2O_3	7,91
Fe_2O_3	0,14
TiO_2	0,22
CaO	9,35
MgO	2,88
K_2O	0,50
Na_2O	3,59
C	0,65
P_2O_3	0,04
ZrO_2	4,31
PbO	0,00003
CuO	0,0002

Le coefficient de dilatation thermique du dosage N°1 sera :

$$\alpha = \alpha(\text{SiO}_2) \times P(\text{SiO}_2) + \alpha(\text{Al}_2\text{O}_3) \times P(\text{Al}_2\text{O}_3) + \alpha(\text{Fe}_2\text{O}_3) \times P(\text{Fe}_2\text{O}_3) + \alpha(\text{TiO}_2) \times P(\text{TiO}_2) + \alpha(\text{CaO}) \times P(\text{CaO}) + \alpha(\text{MgO}) \times P(\text{MgO}) + \alpha(\text{K}_2\text{O}) \times P(\text{K}_2\text{O}) + \alpha(\text{Na}_2\text{O}) \times P(\text{Na}_2\text{O}) + \alpha(\text{ZrO}_2) \times P(\text{ZrO}_2) + \alpha(\text{PbO}) \times P(\text{PbO}) + \alpha(\text{CuO}) \times P(\text{CuO}).$$

$$\alpha = (0,38 \times 70,5) + ((-0,30) \times 7,91) + (0,55 \times 0,14) + (0,30 \times 0,22) + (1,30 \times 9,35) + (0,60 \times 2,88) + (4,65 \times 0,50) + (3,95 \times 3,59) + ((-0,60) \times 4,31) + (1 \times 0,00003) + (0,30 \times 0,0002).$$

$$\alpha = 52,362.10^{-7} \text{C}^{-1}.$$

De la même manière on fait les calculs pour les autres dosages, les résultats obtenus sont représentés dans le tableau ci-dessous

Tableau III.21: Le coefficient de dilatation thermique de quatre (4) dosages.

Dosage N°	1	2	3	4
$\alpha_{\text{dosage}} (10^{-7} \text{C}^{-1})$	52,362	53,886	58,41	61,39

Discussions des résultats

A partir des calculs obtenus, on remarque :

- Une augmentation continue du coefficient de dilatation thermique avec l'augmentation du taux des alcalins et alcalino-terreux (CaO, MgO, K₂O, Na₂O) de 16,32 à 19,39 (voir tableau III.22).
- Ces composés ont la propriété de donner des eutectiques avec la silice, donc ils ont le pouvoir de donner des mélanges plus fusible où ils sont incorporés, ils sont connus par leur caractère fondant.

Tableau III.22: Les fractions des fondants dans les quatre (4) dosages.

Dosage N°	1	2	3	4
% (CaO, MgO, K ₂ O, Na ₂ O)	16,32	16,64	18,36	19,39

III.7. Calcul de la tension superficielle

Le calcul de la tension superficielle de la pâte est effectué selon l'équation suivante

$$G = g_1P_1 + g_2P_2 + g_3P_3 + \dots + g_nP_n = \epsilon g_i P_i. [6].$$

Avec : P_i : le pourcentage molaire (nous avons déjà le calculé précédent).

g_i : les facteurs propres des oxydes.

La tension superficielle (G) du dosage N°1 sera :

$$G = g(\text{SiO}_2) \times P(\text{SiO}_2) + g(\text{Al}_2\text{O}_3) \times P(\text{Al}_2\text{O}_3) + g(\text{Fe}_2\text{O}_3) \times P(\text{Fe}_2\text{O}_3) + g(\text{TiO}_2) \times P(\text{TiO}_2) + g(\text{CaO}) \times P(\text{CaO}) + g(\text{MgO}) \times P(\text{MgO}) + g(\text{K}_2\text{O}) \times P(\text{K}_2\text{O}) + g(\text{Na}_2\text{O}) \times P(\text{Na}_2\text{O}) + g(\text{ZrO}_2) \times P(\text{ZrO}_2).$$

$$G = (2,9 \times 70,5) + (5,8 \times 7,91) + (4,3 \times 0,14) + (0 \times 0,22) + (5,1 \times 9,35) + (5,2 \times 2,88) + (0,1 \times 0,50) + (2,9 \times 3,59) + (3,5 \times 4,31).$$

$$G = 339,137 \text{ dyne/cm.}$$

De la même manière on calcule la tension superficielle pour les autres dosages, les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau III.23: La tension superficielle de chaque dosage.

Dosage N°	1	2	3	4
G (dyne/cm)	339,137	342,548	347,61	348,495

Discussions des résultats

Dans les mêmes conditions de traitement thermique, on remarque :

- L'augmentation continue de la tension superficielle (G) du dosage N°1 au dosage N°4, cela est accompagné par une augmentation du taux des fondants.
- Cette augmentation nous donne une idée claire sur la diminution de la température (T) de fusion.

III.8. calcul du coefficient de fusibilité (K)

Pour déterminer le coefficient de fusibilité (K) on applique la formule suivante :

$$K = \frac{a_1n_1 + a_2n_2 + \dots + a_in_i}{b_1m_1 + b_2m_2 + \dots + b_im_i}.$$

Avec : a_i : coefficient de fusibilité des oxydes fusible (CaO, Na₂O, Fe₂O₃, MgO).

b_i : coefficient de fusibilité des oxydes difficilement fusible (SiO₂, Al₂O₃, ZrO₂, P₂O₃).

n, m : teneur pondérale des oxydes correspondants.

Le coefficient de fusibilité du dosage N°1 sera :

$$K = \frac{(7,03 \times 0,8) + (3,09 \times 1) + (0,31 \times 0,8) + (1,52 \times 0,6)}{(58,80 \times 1) + (11,55 \times 1,2) + (7,14 \times 1,2) + (0,06 \times 1,25)} \quad [6].$$

$K = 0,121$.

De la même manière on calcule le coefficient de fusibilité (K) pour les autres dosages

Tableau III.24: La fusibilité des quatre (4) dosages.

Dosages	1	2	3	4
(K)	0.121	0.130	0.150	0.16

A partir des résultats obtenus et le tableau ci-dessus on peut estimer la température de fusion de chaque dosage.

III.8.1. Estimation de la température de fusion

A partir du tableau suivant on peut estimer la température de fusion :

Tableau III.25: La relation entre la fusibilité (K) et la température de fusion (T°C) (référence de comparaison) [25].

La fusibilité (K)	La température de fusion T°C	K	T°C	K	T°C	K	T°C
2	750	1,5	756	1	778	0,5	1025
1,90	751	1,4	758	0,9	800	0,4	1100
1,80	753	1,3	759	0,8	829	0,3	1200
1,70	754	1,2	765	0,7	861	0,2	1300
1,6	755	1,1	771	0,6	905	0,1	1450

Alors la température de fusion de chaque dosage est :

Dosage N°1 et N°2 $\approx 1450^{\circ}\text{C}$.

Dosage N°3 et N°4 $\approx 1300^{\circ}\text{C}$.

Discussions des résultats

On remarque que le coefficient de fusibilité augmente du dosage N°1 au dosage N°4 cela confirme la diminution de la température de fusion à cause de l'augmentation du taux des fondants.

III.8.2. Le test de fusibilité

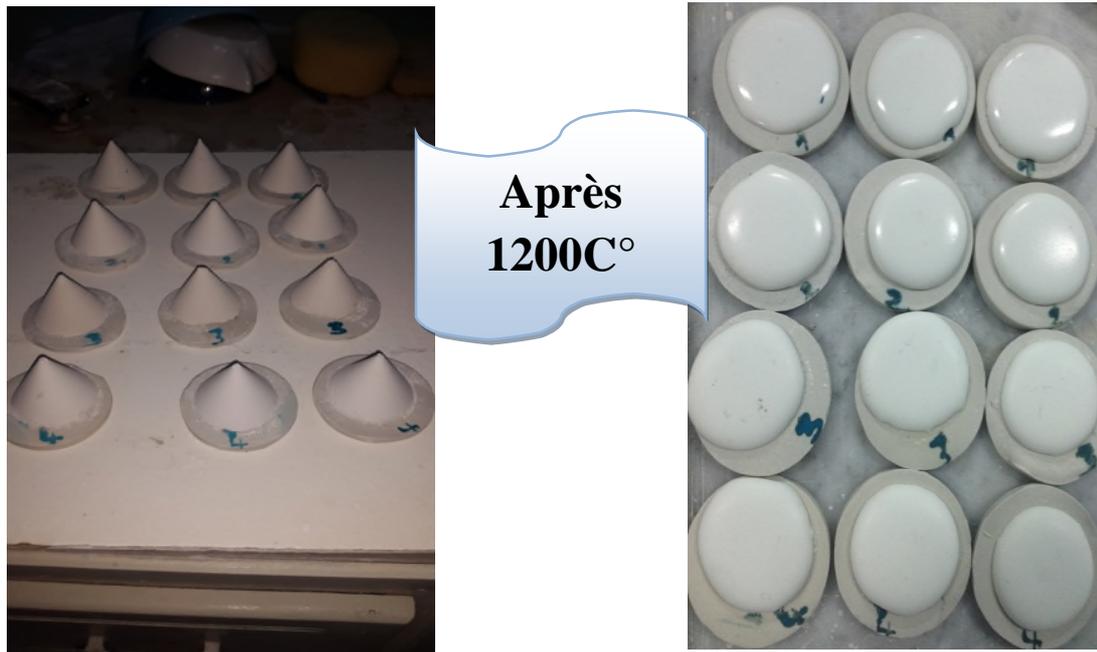


Figure III.5: Images des cônes de fusibilité de chaque dosage avant et après la cuisson.

Dans le tableau ci-dessous on donne les dimensions des cônes de fusibilité avant et après la cuisson.

Tableau III.26: Les dimensions des cônes de fusibilité de chaque dosage.

Dosage Dimension (mm)	N°1	N°2	N°3	N°4
Hauteur avant la cuisson	45,24	45,24	45,24	45,24
Hauteur après la cuisson	6,55	7,99	6,31	7,22
Diamètre avant la cuisson	48,92	48,92	48,92	48,92
Diamètre après la cuisson	50,89	46,80	49,61	48,42

Discussions des résultats

D'après les résultats que nous avons obtenus on remarque que :

- Avec l'augmentation du taux des fondants la température de fusion diminue ; cela se traduit par la diminution des hauteurs des cônes de fusibilité.
- Après cuisson, les hauteurs des échantillons 1,2 et 3 diminuent, qui est un signe de la bonne fusion. On remarque une légère anomalie dans l'échantillon 4, cela est peut-être dû à l'insuffisance du quartz qui rend la surface de l'échantillon plus rugueuse.
- Nous pouvons déduire que la réduction excessive du quartz peut altérer la qualité de la pâte après cuisson, parce que cet oxyde est connu par son caractère vitrifiant.

A partir des essais que nous avons fait sur les 4 pièces de céramique sanitaire, on remarque que le dosage N°1 est le plus efficace car :

La pâte N°1 est plus fusible donc elle s'étale bien sur les fissures et les fentes ce qui permet d'y remédier à ces défauts d'une manière adéquate. Même la présence de la phase vitreuse (présence du quartz) joue un rôle très important pour donner une couleur semblable à celle de la pièce.

Les pièces sont illustrées dans la figure suivante:



Figure III.6: Les pièces avant et après la réparation du dosage N°1 au dosage N° 4.

III.9. Analyse par diffraction des rayons X

Le diffractomètre utilisée pour la caractérisation des échantillons est un **XPerPro** de la marque **Panalytical** du département de Physique de l'Université Mentouri (Constantine). Les diffractogrammes ont été enregistrés dans l'intervalle angulaire $2\theta = 0$ à 80° pour les matières crus et cuites. Ils sont rapportés par les figures **III. (7, 8, 9, 10,)** respectivement.

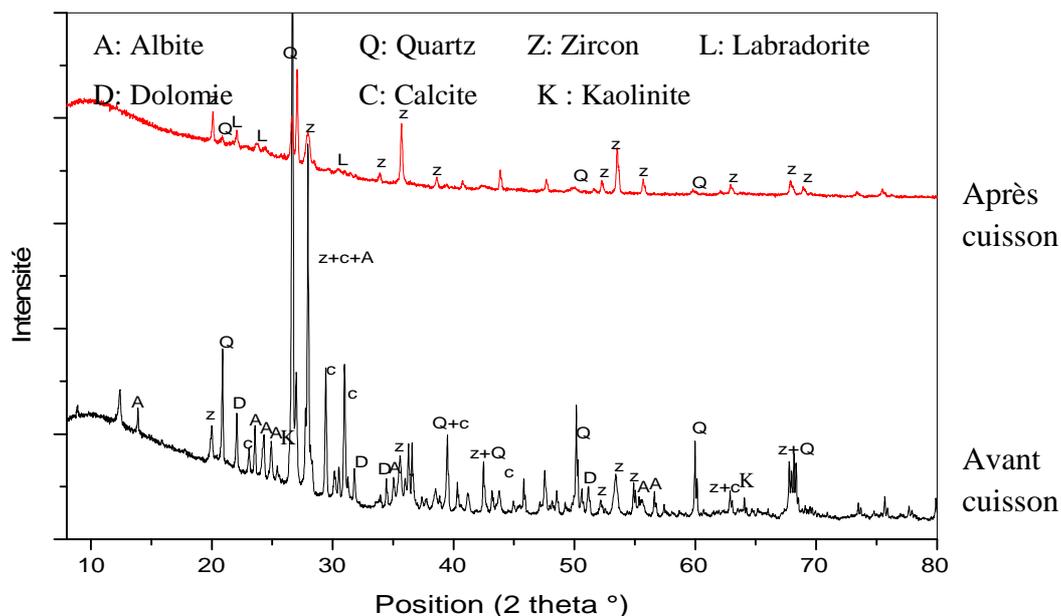


Figure III.7: Diffractogramme des rayons X du dosage N°1.

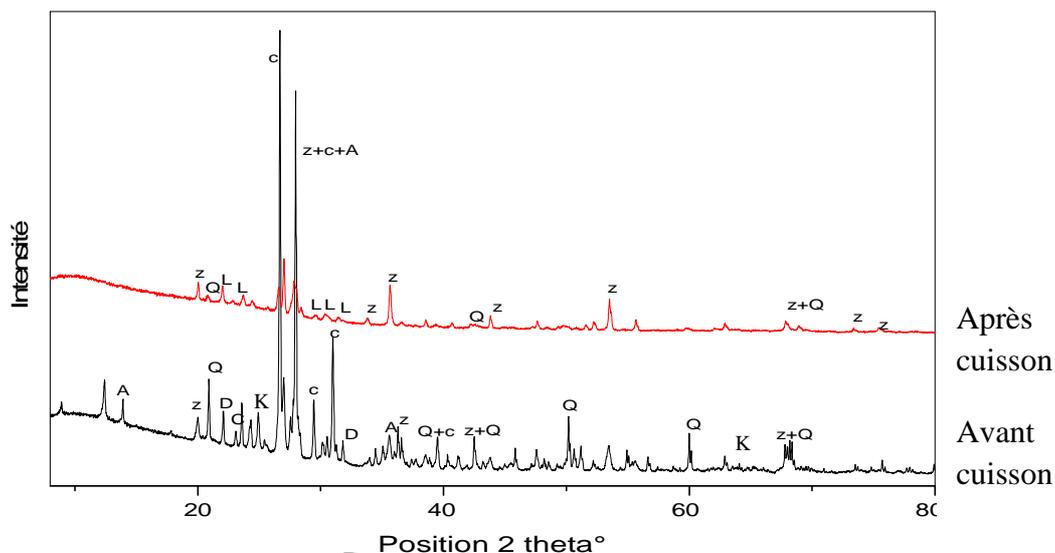


Figure III.8: Diffractogramme des rayons X du dosage N°2.

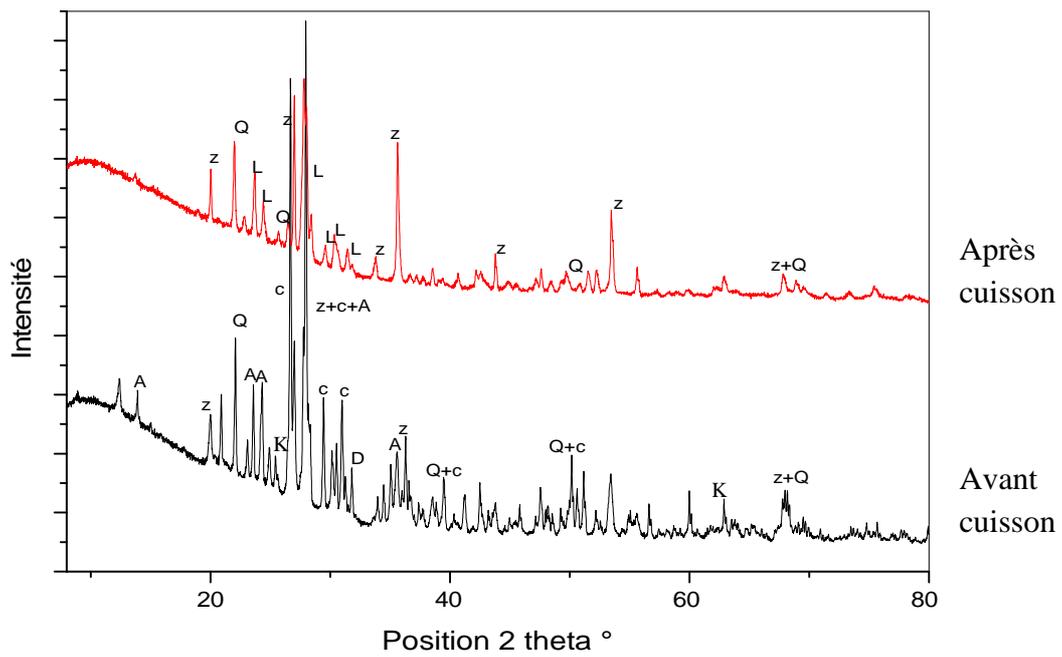


Figure III.9: Diffractogramme des rayons X du dosage N°3.

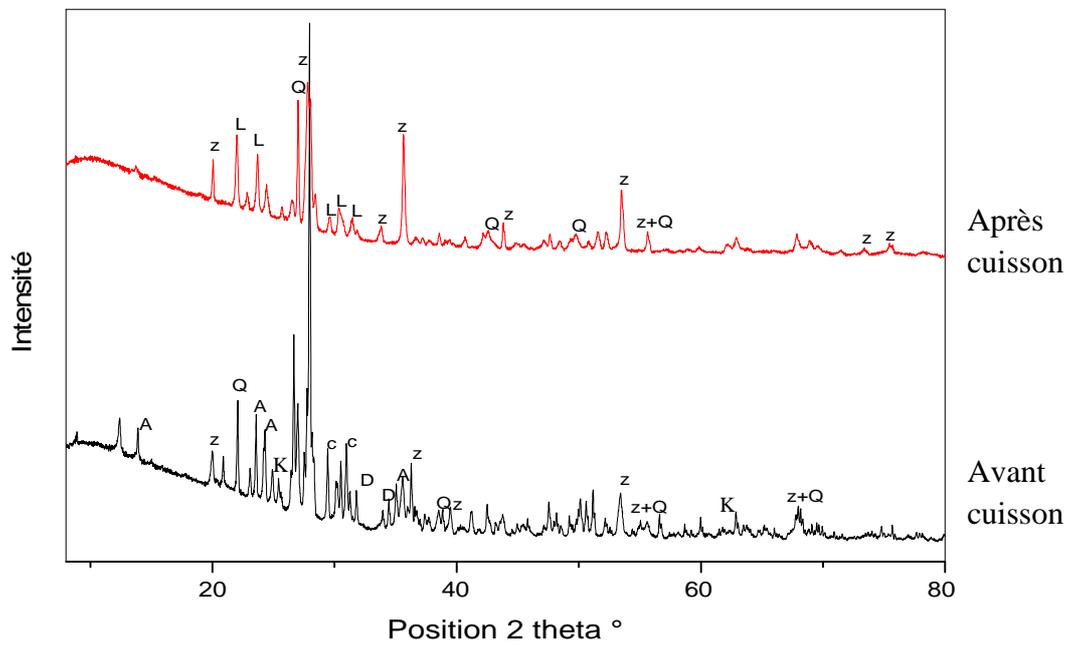


Figure III.10: Diffractogramme des rayons X du dosage N°4.

Discussions des résultats

Les diffractogrammes des rayons X obtenue ont montré des différences significantes entre les quatre dosages utilisés pour la pâte de réparation avant et après cuisson.

Il ressort de l'ensemble des résultats obtenus les points suivants :

Avant cuisson

- La présence de l'Albite, Zircon, la dolomie, le quartz, la kaolinite et la calcite dans tous les dosages qui sont caractérisés par les raies respectivement ($2\theta^\circ = 14.20, 20.08, 22.27, 21,71, 26,4, 23.32$).
- La diminution continue de l'Albite et du quartz du dosage N°1 au dosage N°4 (le nombre des raies du quartz dans le dosage N°1 égal à 6 par contre dans le dosage N°4 égal à 4).

Après cuisson

- Parmi les matières existantes dans les dosages avant la cuisson, on trouve seulement le zircon et le quartz.
- La diminution continue du quartz du dosage N°1 au dosage N°4.
- La formation d'un nouveau minéral qui est labradorite qui augmente du dosage N°1 au dosage N°4, cette augmentation est plus marquée sur tous les diffractogrammes pour une valeur de $2\theta^\circ = 22,98$.

L'apparition d'un nouveau composé (labradorite) qui n'existe pas dans toutes les matières premières de départ, ce composé feldspathique rend la pâte plus fusible.

La labradorite est un minéral du groupe des silicates, sous-groupe des tectosilicates de la famille des feldspaths plagioclases. Il s'agit d'une variété d'anorthite pour un ratio albite/anorthite de 30/70 à 50/50. Sa formule chimique est $(\text{Na}, \text{Ca})(\text{Al}, \text{Si})_4\text{O}_8$, avec des traces de Fe, K, et H_2O [41].

Ce composé est formé par la présence de trois matières premières (feldspath potassique, sodique et la calcite).

L'augmentation de la teneur de feldspath sodique et la diminution du quartz sont proportionnelle à la formation de labradorite.

III.10. Analyse par fluorescence à rayon X

Les analyses chimiques par la fluorescence à rayon X des échantillons se réalisent à l'aide d'un spectromètre (Cimenterie de Ain kbira). A cet effet les échantillons seront préparés sous formes des pastilles. Dans notre cas 8 échantillons ont été analysés par cette méthode (04 avant et 4 après cuisson), les résultats sont regroupés dans les deux (02) tableaux suivants :

Tableau III.27: La représentation des résultats obtenus par la fluorescence des rayons X pour les matières crus :

Eléments chimiques Dosages	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	PAF
1	52,64	11,33	0,20	5,69	1,50	0,23	0,40	3,46	0,001	24,54
2	52,63	12,94	0,21	4,24	1,53	0,23	0,88	3,89	0,001	23,44
3	48,67	14,40	0,21	4,40	1,58	0,23	0,69	4,84	0,001	24,07
4	47,93	15,73	0,22	3,90	1,50	0,23	0,99	5,29	0,001	24,20

Tableau III.28: La représentation des résultats obtenus par la fluorescence des rayons X pour les matières cuites :

Eléments chimiques Dosages	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	PAF
1	55,68	11,85	0,27	5,73	1,46	0,23	0,48	3,48	0,001	20,82
2	55,10	12,97	0,24	4,24	1,46	0,23	0,94	4,07	0,000	20,74
3	51,45	15,01	0,24	4,46	1,46	0,23	0,78	5,19	0,000	21,17
4	49,64	15,72	0,26	4,16	1,37	0,23	1,03	5,50	0,000	22,08

Discussions des résultats

Les résultats de la fluorescence X des échantillons avant et après cuisson, exprimés en pourcentage massiques sont regroupés dans les tableaux (III.27, III.28), les teneurs en oxydes varient de l'échantillon N°1 jusqu'à N°4 dans les deux (02) cas (avant et après cuisson), de ces résultats ressort que :

- Pour les composés majeurs des échantillons, on trouve préalablement le quartz (SiO_2) qui diminue de l'échantillon N°1 jusqu'à l'échantillon N°4 (avant et après cuisson).
- L'augmentation de l'alumine (Al_2O_3), K_2O et le Na_2O de dosage N°1 au dosage N°4 (avant et après cuisson) à cause de l'augmentation de taux des fondants par l'addition continue de feldspath sodique.
- Les autres composés sont présentés avec des teneurs faibles à savoir K_2O , MgO , Fe_2O_3 et le CaO (Cela est lié à la composition du départ : la diminution de la quantité du quartz et l'augmentation de la quantité de feldspath sodique).
- On remarque que les teneurs en SO_3 restent inchangés (éléments réfractaires).

III.11. Analyse par spectroscopie infrarouge (IR)

L'analyse par spectrométrie IR relève différentes bondes de vibrations de déformation et d'élongation des pastilles des pâtes élaborées avant et après cuisson. Les résultats obtenus sont illustrés par les figures et les tableaux suivants :

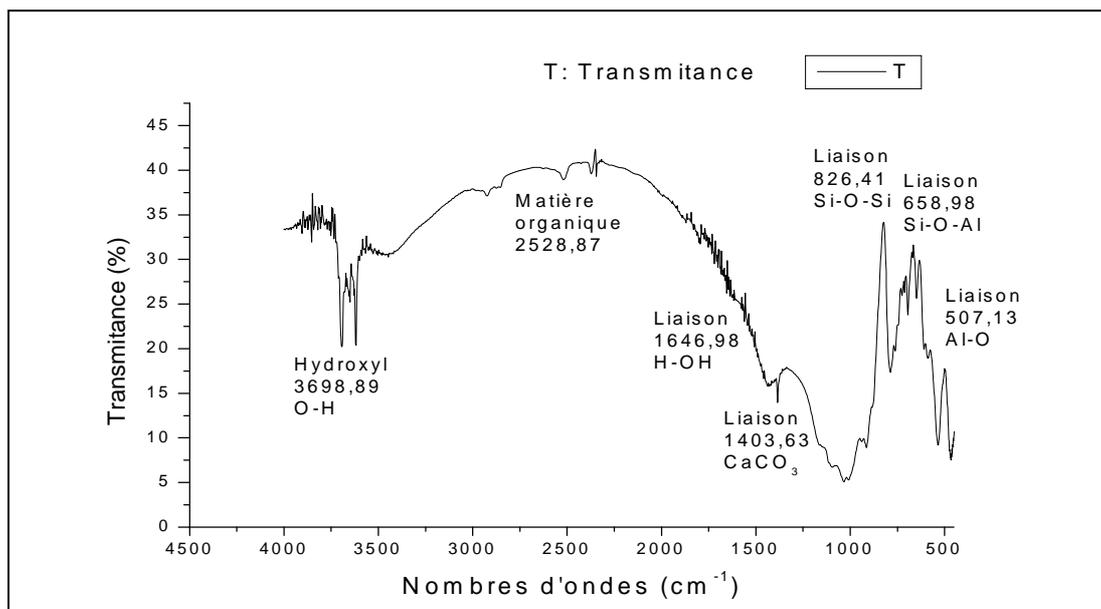


Figure III.11: Spectre infrarouge du dosage N°1 avant cuisson.

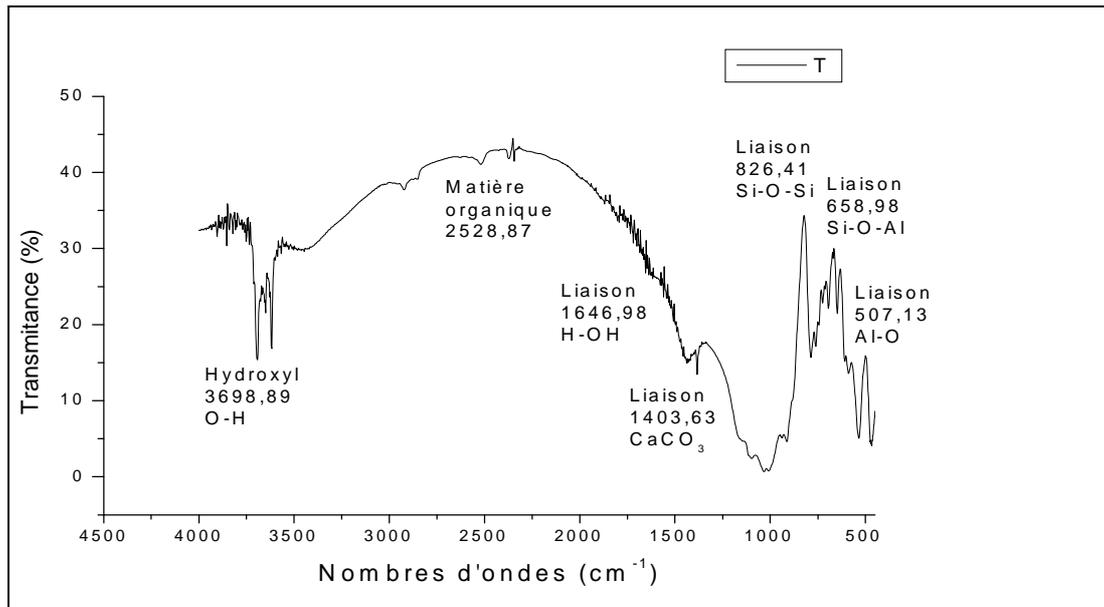


Figure III.12: Spectre infrarouge du dosage N°2 avant cuisson.

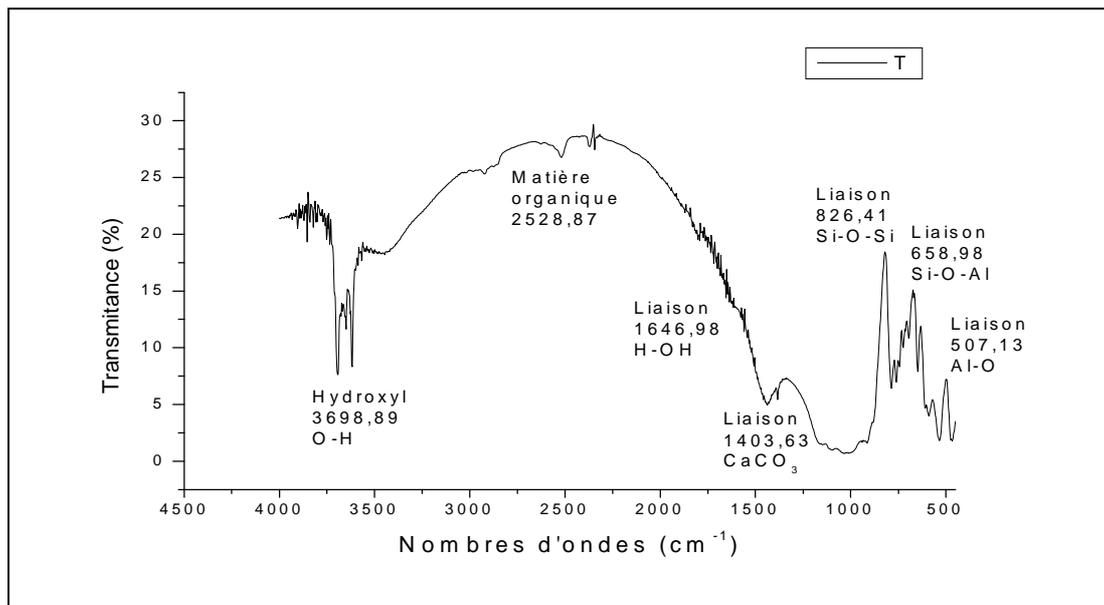


Figure III.13: Spectre infrarouge du dosage N°3 avant cuisson.

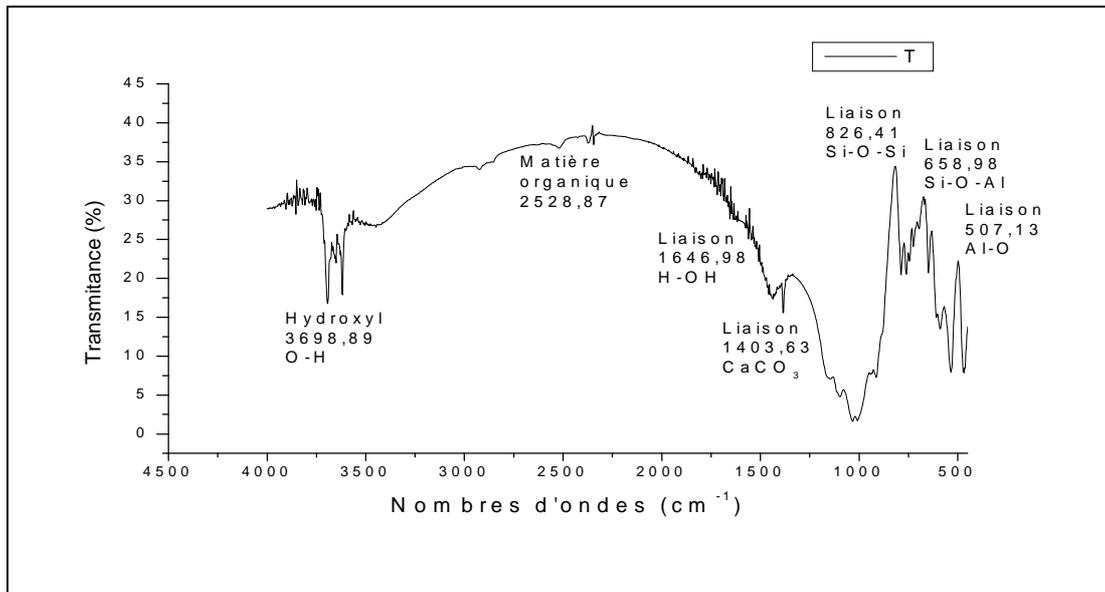


Figure III.14: Spectre infrarouge du dosage N°4 avant cuisson.

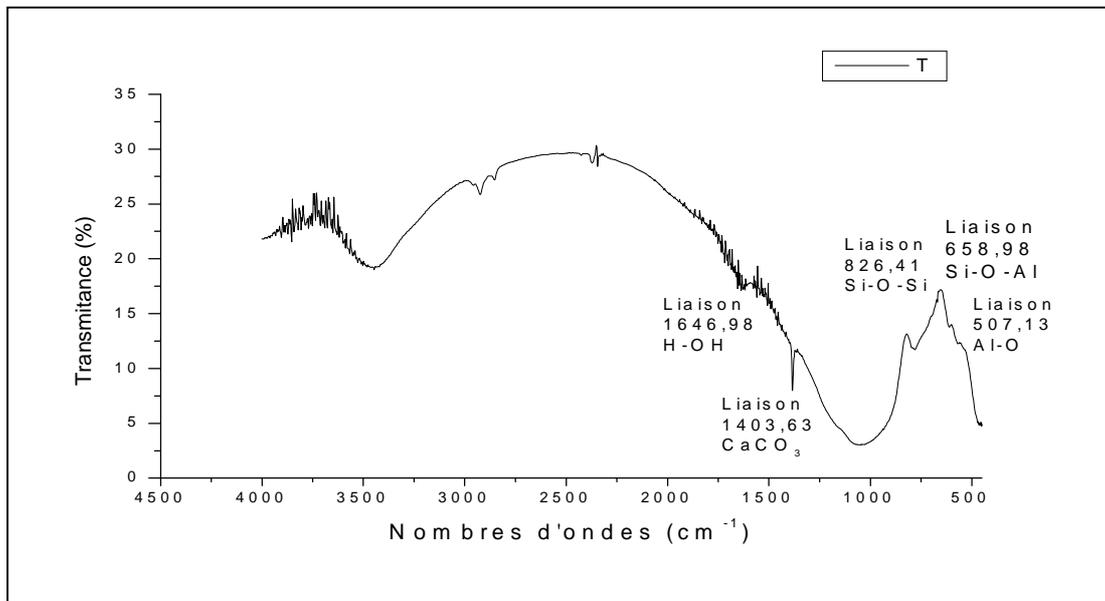


Figure III.15: Spectre infrarouge du dosage N°1 après cuisson.

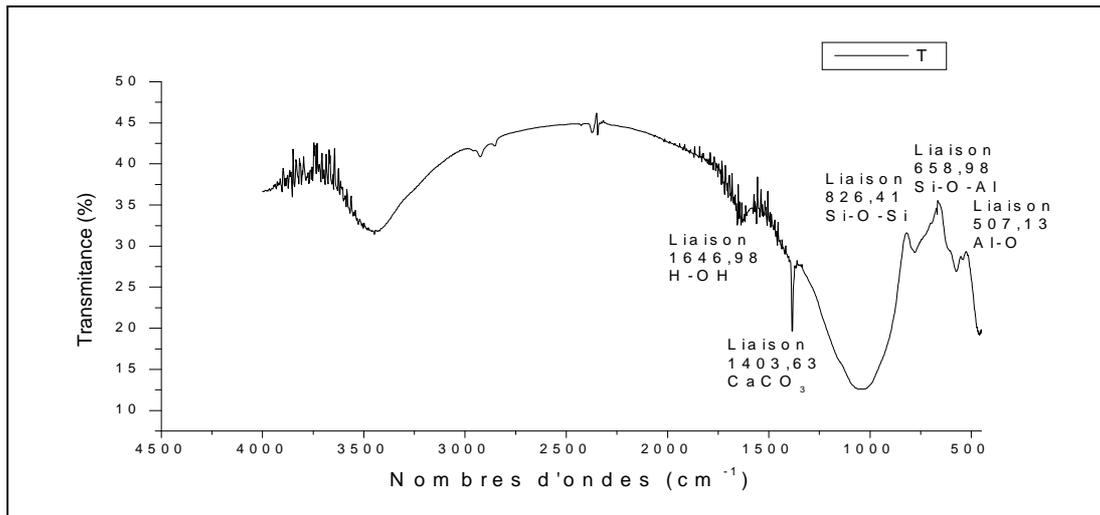


Figure III.16: Spectre infrarouge du dosage N°2 après cuisson.

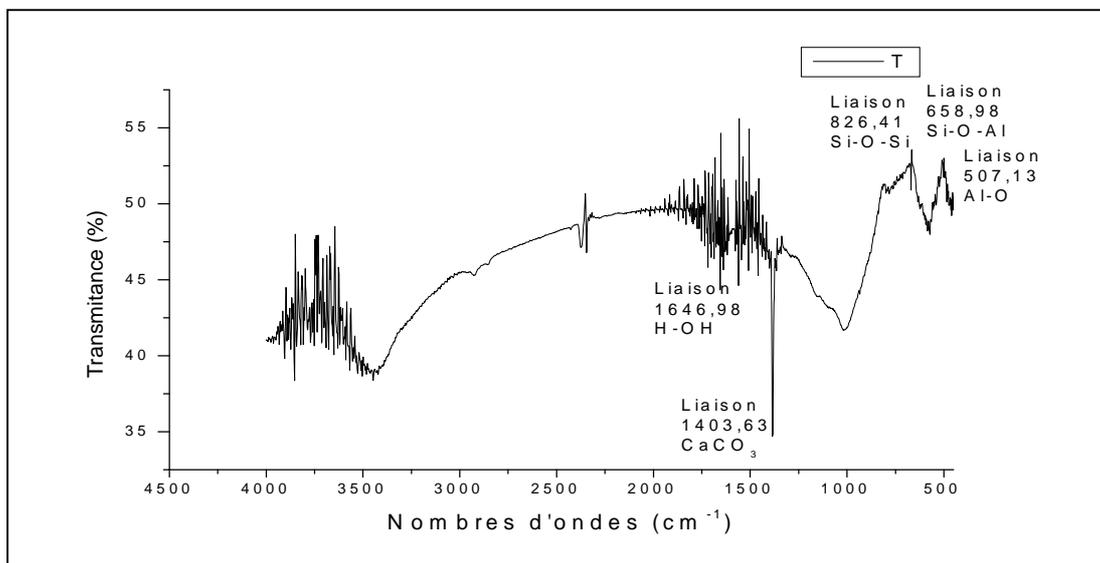


Figure III.17: Spectre infrarouge du dosage N°3 après cuisson.

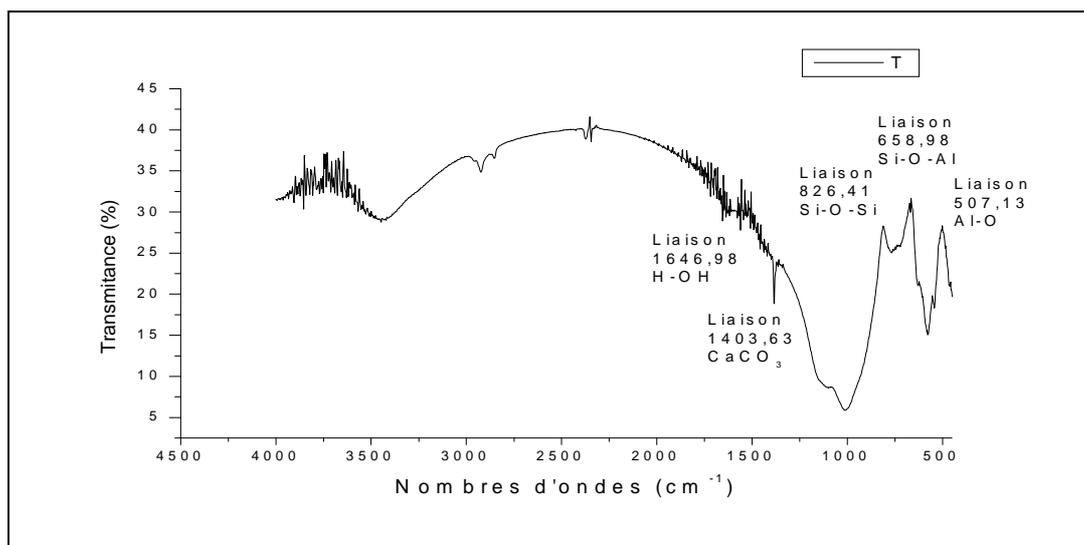


Figure III.18: Spectre infrarouge du dosage N°4 après cuisson.

Tableau III.29: Bandes caractéristiques des phases observées des quatre (4) dosages avant la cuisson [34].

Fonction	Bande d'absorption cm^{-1}	Remarque
3698,89	O-H	Vibration d'élongation d'une bonde moyenne
2528,87	Matières organiques	Vibration d'élongation d'une bonde faible
1646,98	H-OH	Vibration d'élongation d'une bonde faible
1403,63	CaCO_3	Vibration d'élongation d'une bonde faible
826,41	Si-O-Si	Vibration d'élongation d'une bonde moyenne
658,98	Si-O-Al	Vibration de déformation d'une bonde moyenne
507,13	Al-O	Vibration d'élongation d'une bonde faible

Tableau III.30: Bandes caractéristiques des phases observées des quatre (4) dosages après la cuisson [34].

Fonction	Bande d'absorption cm^{-1}	Remarque
3698,89	O-H	Vibration d'élongation d'une bonde faible
1646,98	H-OH	Vibration d'élongation d'une bonde faible
1403,63	CaCO_3	Vibration d'élongation d'une bonde faible de dosage N°1 et dosage N° 4 et moyenne pour les dosages N°2 et N°3.

826,41	Si-O-Si	Vibration d'élongation d'une bonde moyenne
658,98	Si-O-Al	Vibration de déformation d'une bonde moyenne
507,13	Al-O	Vibration d'élongation d'une bonde faible

Discussions des résultats

D'après les résultats que nous avons obtenu on remarque que :

- Les quatre spectres des dosages avant la cuisson sont identiques et contiennent les mêmes groupes caractéristiques qui sont : OH interne situé à $3698,89 \text{ cm}^{-1}$, la matière organique à $2528,87 \text{ cm}^{-1}$, H-OH à $1646,98 \text{ cm}^{-1}$, Carbonate (CaCO_3) à $1403,63 \text{ cm}^{-1}$, Si-O-Si à $826,41 \text{ cm}^{-1}$, Si-O-Al à $658,98 \text{ cm}^{-1}$, et Al-O à $507,13 \text{ cm}^{-1}$.
- Après la cuisson, nous remarquons l'existence des mêmes liaisons (bandes d'absorption) dans tous les spectres des quatre (4) dosages sauf qu'on observe la disparition des matières organiques (tous ce qui est organique s'évapore à des hautes températures).
- Ainsi que, la réorganisation des liaisons Si-O-Si, Si-O-Al et Al-O.
- Les pics de carbonate (CaCO_3) à $1403,63 \text{ cm}^{-1}$ sont plus accentués pour le dosage N°3.

Conclusion

Au terme de cette partie relative à la caractérisation des échantillons crus et cuits à 1200C° il ressort que :

- Le test de plasticité montre que la pâte que nous avons élaborée peut être utilisée juste comme un mastic de réparation.
- La tension superficielle nous donne une idée claire sur la diminution de la température (T) de fusion.
- Le test de fusibilité montre que le dosage le plus adéquat correspond au cône qui a le plus grand diamètre et la plus petite hauteur.
- La diffraction des rayons X montre : la diminution continue du quartz et la néoformation d'un nouveau minéral qui est labradorite.
- L'analyse par la fluorescence à rayon X a montré que les composés majeurs des matières premières (Sable, Kaolin, Feldspath), sont le quartz (SiO_2) et l'alumine (Al_2O_3)
- L'analyse par spectroscopie IR montre la présence de différentes liaisons tel que O-H, la matière organique qui est disparue après cuisson, H-OH...etc.

Conclusion générale

Le stage que nous avons effectué à l'unité industrielle de céramique sanitaire d'El-Milia Jijel nous a permis d'approfondir notre connaissance sur les procédés de fabrication d'un produit céramique sanitaire et de connaître le monde qui se trouve derrière la porte de l'entreprise.

Nous avons élaboré plusieurs pâtes de réparation avec différentes quantités, nos échantillons sont tous des mélanges de pâte de tesson et de l'émail opaque de l'usine à différents pourcentages (Argile hycast : 5.2%, Quartz : 26.4...etc).

A partir de la composition de départ nous avons diminuée continuellement la quantité de quartz pour l'annuler totalement dans le dosage N°4. La quantité du quartz diminuée est remplacée par le feldspath sodique afin d'avoir une température de fusion plus basse que possible, les pourcentages du quartz de dosage N°1 au dosage N°4 sont respectivement :

Le Quartz (26.4%, 18.4%, 6.4%, 0%); le feldspath sodique (30.6%, 38.6%, 50.6%, 57%).

Le calcul de coefficient de dilatation thermique, la tension superficielle et le coefficient de fusibilité montrent une diminution continue de la température de fusion de dosage N°1 au dosage N°4 : le dosage N°1 et N°2 $\approx 1450^{\circ}\text{C}$; le dosage N°3 et N°4 $\approx 1300^{\circ}\text{C}$. Cela est dû à l'augmentation des taux des fondants qui ont un rôle très important :

- Prolonger la durée de vie de four.
- Diminuer la dépense d'énergie.
- Réduire le dégagement des fumés dans l'atmosphère.
- Leur rôle principal est de réduire la température de fusion.

La réduction excessive du quartz peut altérer la qualité de la pâte après cuisson, parce que cet oxyde est connu par son caractère vitrifiant.

Le dosage N°1 représente la meilleure formulation car elle est plus fusible donc elle s'étale bien sur les fissures et les fentes ce qui permet d'y remédier à ces défauts d'une manière adéquate. Même la présence de la phase vitreuse (présence du quartz) joue un rôle très important pour donner une couleur semblable à celle de la pièce.

L'analyse par la diffraction des rayons X montre :

- La diminution continue de quartz.

- La formation d'un nouveau minéral néoformé qui est labradorite qui augmente de dosage N°1 au dosage N°4, cette augmentation est plus marquée sur tous les diffractogrammes pour une valeur de $2\theta^\circ = 22,98$.

Ces deux composés sont connus par leur caractère réfractaire.

L'analyse par la fluorescence des rayons X montre que :

La silice est l'élément le plus abondant, comme il existe d'autres éléments de faible teneur tel que MgO, CaO, Na₂O...etc.

L'analyse par spectroscopie IR montre :

La présence de différentes liaisons tel que O-H interne qui se situe à $3698,89 \text{ cm}^{-1}$, la matière organique à $2528,87 \text{ cm}^{-1}$ qui disparue après cuisson, H-OH...etc.

Le traitement thermique donne naissance à un nouveau composé (labradorite) qui n'existait pas dans la composition initiale des matières premières. Ce composé est connu par le caractère d'un fondant.

Ce composé est formé par la présence de trois matières premières (feldspath potassique, sodique et la calcite).

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

Perspectives

Notre travail consiste à préparer une pâte de réparation pour la céramique sanitaire, en se basant sur les matières premières suivantes : quartz, feldspath sodique, feldspath potassique, la dolomie, zircon, oxyde de zinc, kaolin (KT2, LPC, RMD), argile hycast et carbonate de calcium.

Afin de satisfaire l'économie, on a joué sur les quantités du quartz et feldspath sodique, en diminuant celle du quartz et en augmentant celle de feldspath sodique.

Mais ces résultats restent préliminaires, pour cela une autre procédure a été proposée : c'est de jouer sur les autres matières premières pour obtenir d'autres résultats

Nous aurons espéré remplacer le séchage de pâte de réparation ou des pièces de céramique avec le plâtre par le mélange de sable (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , Na_2O ...etc), silicate de soude et le CO_2 ; qui permet un séchage très rapide par conséquent l'amélioration de la qualité et le gain du temps.

Références bibliographiques

- [1] F. Andreola, C. Siligardi, « Reological behaviour and mechanical properties of porcelain stoneware bodies containing Italian clay added with bentonites ». *Ceramic international*, 35,1159-1164 (2009).
- [2] Document d'unité, « Présentation de l'entreprise de SCS El Milia », 2014.
- [3] JC nieppce et jm haussone, batio 3 « matériau de base pour les conducteur céramiques », 1993.
- [4] K. Aklouche, Université-Setif.dz/externe/gc/Chapitre II-produits-céramiques.pdf, 2015.
- [5] R. Bourgeois / H. Chauvel / J. Kessler, «Génie des matériaux ». Édition Casteilla, Paris, 1999.
- [6] Michel-Dupeux, « Aide mémoire-science des matériaux ». Édition Dunod, 2003.
- [7] F. Mathieu, « Cristallographie géométrique ». Edition. Cépaduès 2004.
- [8] Robert. Perrin et Jean Pierre sharff, « Chimie industriel ». Dunod, 2^{ème} édition, Paris, 2002.
- [9] Henrile Doussal. Marcel Vouillement, « Technique de l'ingénieur » ; C940, 2001.
- [10] G. Toutlemonde , « Matériaux de construction pratique des travaux ». Edition Eyrolles, Paris, 1962.
- [11]E. Gamiz, M. Melgosa, M.Sanchez-Maranon, J.M. Martin-Garcia, R.Delgado. « Relationships between chemico-mineralogical composition and color properties in selected natural and calcined Spanish kaolins » *Applied Clay Science*. 28, 269– 282. 2005.
- [12] J. M. Dorlote, « Des matériaux ». Edition E.P. Montréal, 2001.
- [13] KhedroucheDellal – Djijli Lamia, « Mémoire d'ingénieur »,université de sétif 2014.
- [14] G. Aliprandi, « Matériaux réfractaires et céramiques techniques ». Ed SEPTIMA, Paris, 238 (1979).
- [15] M. K. Gueddouda, « Stabilisation des argiles gonflants par ajout du sable de dune, cas : région de Laghouat ». Mémoire de magistère .U.S.T.Oran, soutenue Juin 2004.136p, (2004).

- [16] R. Bourgeoris. H. Chauvel. J. Kessler, « Génie des matériaux ». Edition, Casteilla, Paris, 2002.
- [17] A.R. Eppler. « Glazes and glass coatings ». The American Ceramic Society. Published 2000.
- [18] H. Boyer. M. Nerbert. V. Philipe, « Construction électrique ». Troisième édition, France, 1985.
- [19] J. A. Jouenne, « Traité de céramique et matériaux minéraux ». Edition Septima Paris, 1990.
- [20] W. Harnissi. S. Chabbat, « Mémoire d'ingénieur ». Université de Jijel, 2005.
- [21] N. Aklouche, « Préparation et étude des composés cordiérite et anorthite ». Thèse de doctorat de l'université Mentouri Constantine, (2009).
- [22] H. Hurray, « Traditionnal and new applications for kaolin, smectite and polygorskite: a general overview ». Journal, appl-clay sci, vol 17, 207-221 (2000).
- [23] C. A. Jouenne et Professeur Honvraire à l'école national, « Traitement de céramiquee et matériaux minéraux ». Edition Septima, Paris, 1990.
- [24] A. I. Avgustinik, « Ceramics (2nd ed.) ». Stroiizdat, Leningrad, [in Russian] (1975).
- [25] Document d'unité, « Manuel de qualité », 2007.
- [26] O. Bouras, « Propriétés absorbante d'argile pontées organophiles : synthèse et caractérisation ». Thèse de doctorat de l'université de Limoges, (2003).
- [27] D. J. Cherniak und E. B. Watson , « Pb diffusion in zircon. Chemical Geology », 172, p. 5-24., 2000.
- [28] U. Ozgur et al, « A comprehensive review of ZnOmaterials and devices », (103 pages) J. Appl. Phys. 98 (2005) 041301
- [29] C. Klingshirn, « ZnO: Material, Physics and Applications », (21 pages) Chem Phys Chem 8 (2007) 782.
- [30] Y vette Deriemont, « Technique de l'ingénieur » ; M-1514, 2001.

- [31] Christophe Aronica, *Diffraction des rayons X : Techniques et études des structures cristallines*, publié par catherine simand, 28/10/2009. P2.
- [32] R. Jenkins, R. L. Snyder, « *Introduction to X-ray Powder Diffraction* ». Edition, Wiley-Interscience, (1996).
- [33] B. D. Cullity, « *Elements of X-ray Diffraction* » Edition, Addison-Wesley, (1956).
- [34] N. Bouzidi, « *Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson. Autre. Ecole Nationale Supérieure des mines de Saint-Etienne* ». 2012. Français.
- [35] Guy NKULU WA NGOIE, « *Thèse de doctorat en vue de l'obtention du grade de Docteur en Science de l'Ingénieur, Biolixiviation de la carrolite-Application aux minerais sulfurés polymétalliques de l'Arc Cuprifère du katanga en République Démocratique du Congo (RDC) (Cas des minerais de la mine de Kamoya/Kambove)* ». (Novembre 2012). P 22-50.
- [36] J. P. Eberhart, « *Analyses structurales et chimique des matériaux* ». 2^{ème} éd, Dunod, (1997).
- [37] B. Beckhoff, B. Kanngießer, N. Langhoff, R. Wedell et H. Wolff, « *Hand book of Practical X-Ray Fluorescence Analysis* ». Springer, (2006).
- [38] j. FAERBER, « *Microscopie électronique à balayage, Microanalyse X par sonde électronique IPCMS* ». Institut de physique et chimique des matériaux de Strasbourg. (2004).
- [39] F. ROUSSAC. A. ROUSSAC. D. CRUCHE, « *analyse chimique, méthode et techniques instrumentales moderne* », Edition DUNOD, (2004).
- [40] C. BICH, « *Contribution à l'étude de l'activité thermique du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique* », Ecole doctorale : MEGA Spécialité : Génie Civil, N° d'ordre 2005-ISAL-0009, 2005.
- [41] Clarence S. Ross & Robert L. Smith, *Ash-flow tuffs : Their origin, geologic, relations and identification*, coll. « *United States Geological Survey Professional paper* » (n°366), 1961.

Résumé

Dans le secteur des industries céramiques il existe des nombreux défauts qui influent négativement sur l'environnement et l'économie des entreprises. Parmi ces défauts nous avons les fentes et les fissures qui se trouvent dans les pièces sanitaires, pour cela nous proposons d'élaborer une pâte de réparation qui permet d'y remédier à ces défauts. Quatre (4) formulations de pâtes de réparation ont été préparés avec différents dosages, toutes les matières que nous avons utilisé restent constantes sauf que nous avons augmenté la teneur du feldspath sodique et au même temps nous avons diminué la teneur du quartz jusqu'à son élimination dans le dosage N°4. Il en résulte que l'ajout de feldspath sodique (Na) démunie la température de fusion et cela est causé par l'augmentation des taux des fondants. Des résultats de différentes méthodes de caractérisation il en ressort l'apparition d'un nouveau minéral qui est labradorite, la silice reste l'élément le plus abondant, la présence des différentes liaisons tel dont : (O-H, Si-O-Si).

Mots –clés : céramique, tesson, fissure, pâte de réparation.

Abstract

In the ceramic industries sector there are many shortcomings that negatively affect the environment and the business economy. Among these defects are the cracks and cracks found in the sanitary rooms, for this purpose it is proposed to make a repair paste which makes it possible to remedy these defects. Four (4) repair paste ingredients were prepared with different strengths, all materials used remained constant except that the content of sodium feldspar was increased and at the same time the quartz content was decreased to 4. To their elimination in assay N°4. As a result, the addition of sodium feldspar (Na) depletes the melting temperature and this is due to the increase in the flux rates. The results of various characterization methods that have been made show that the appearance of a new mineral that is Labradorite, silica is the most abundant element, the presence of the various bonds such as that such as that :(OH, Si-O-Si).

Key words: ceramic, shard, crack, repair paste.



Annexe A.3: Le défaut de tressillage.

ANNEXE B



Annexe B.1: Eprouvette graduée.



Annexe B.2: Le moule en plâtre.



Annexe B.3: Broyeur à galet.



Annexe B.4: La pâte de réparation.

ANNEXE C1**Les fiches DRX de dosage N°1 avant la cuisson****Anchor Scan Parameters**

Dataset Name: Dosage 1- Avant
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de
 préparation\Dosage Avant\Dosage 1- Avant\Dosage 1- Avant.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015
 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step
 size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPRT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1°
 FASS2° P8 NoMonochromat 45kV40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-
 18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 02-04-2017 11:55:42
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.9004	521.30	0.1535	9.93575	1.45
12.4124	1729.08	0.1151	7.13122	4.81
13.8887	1047.32	0.0512	6.37636	2.91
17.7703	83.53	0.6140	4.99136	0.23
20.0054	1657.73	0.0768	4.43845	4.61
20.8897	5463.26	0.0640	4.25252	15.20
22.0767	2652.85	0.0768	4.02650	7.38
23.0855	1212.32	0.0512	3.85277	3.37
23.5727	2198.54	0.0640	3.77423	6.12
24.3245	1956.25	0.0768	3.65927	5.44
24.9259	1716.84	0.1279	3.57233	4.78
25.4257	675.34	0.0384	3.50322	1.88

26.6701	35953.15	0.0936	3.33976	100.00
26.7503	14805.26	0.0312	3.33820	41.18
26.9897	5395.60	0.1248	3.30093	15.01
27.7498	3840.98	0.0468	3.21222	10.68
27.9487	16447.89	0.0624	3.18980	45.75
28.0274	8418.66	0.0312	3.18893	23.42
28.1592	2160.46	0.0468	3.16644	6.01
28.3130	1390.70	0.0468	3.14959	3.87
29.4303	6082.25	0.0936	3.03251	16.92
30.1354	1249.71	0.0780	2.96314	3.48
30.5218	1481.57	0.0936	2.92651	4.12
30.9780	6438.37	0.1248	2.88444	17.91
31.2528	1039.34	0.0624	2.85970	2.89
31.7961	1640.22	0.1092	2.81206	4.56
33.9561	434.04	0.0780	2.63796	1.21
34.4471	1200.34	0.0936	2.60148	3.34
35.0559	1163.68	0.0780	2.55768	3.24
35.5748	2264.06	0.1092	2.52155	6.30
36.0001	1247.84	0.0624	2.49273	3.47
36.2779	2917.70	0.0936	2.47428	8.12
36.5685	2986.01	0.0780	2.45528	8.31
37.3631	470.80	0.1092	2.40487	1.31
37.7444	421.91	0.1560	2.38145	1.17
38.5228	906.90	0.1872	2.33510	2.52
38.8566	602.24	0.0936	2.31580	1.68
39.4928	3511.20	0.1092	2.27995	9.77
39.5977	1543.91	0.0468	2.27980	4.29
40.3186	1315.54	0.0780	2.23514	3.66
40.4283	711.26	0.0468	2.23487	1.98
41.1479	817.77	0.2496	2.19199	2.27
42.4721	2391.17	0.0624	2.12666	6.65
42.5961	1129.22	0.0468	2.12602	3.14
43.1873	990.22	0.1092	2.09308	2.75
43.2967	698.80	0.0468	2.09323	1.94
43.7741	1023.84	0.1092	2.06637	2.85
44.9483	582.94	0.0780	2.01508	1.62
45.3897	315.05	0.2496	1.99651	0.88
45.8147	1663.55	0.0780	1.97897	4.63

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.
Chem. Formula					
	96-500-0036	58	Quartz	0.000	0.923
Si3.00 O6.00	01-076-1819	52	Sodium Aluminum Si..	0.000	0.370
Na (Al Si3 O8)	01-072-0402	50	Zirconium Silicate	0.000	0.127
Zr Si O4	96-900-0106	44	Dolomite	0.000	0.176
Ca3.00 Mg3.00 C6.0..	96-450-2442	51	4502441	0.000	0.178
Ca6.00 C6.00 O18.00					

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 1- Avant.xrdml"
- Modification time = "04-04-2017 11:40:48"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 11:40:48"
- Modification editor = "User"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 11:40:48"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "0"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "4"
- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "04-04-2017 11:40:59"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "04-04-2017 11:40:59"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"
- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"
- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

00025

ANNEXE C2

Les fiches DRX de dosage N°2 avant la cuisson

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Dosage 2- Avant
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de
 préparation\Dosage Avant\Dosage 2- Avant\Dosage 2- Avant.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015
 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step
 size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1°
 FASS2° P8 NoMonochromat 45kv40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-
 18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 02-04-2017 12:42:50
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.9249	1121.66	0.0512	9.90846	3.31
12.4354	3069.97	0.1023	7.11810	9.05
13.9143	1958.77	0.0640	6.36472	5.77
17.8235	351.69	0.0768	4.97658	1.04
20.0188	1808.84	0.1023	4.43553	5.33
20.9088	4998.72	0.0768	4.24869	14.73
22.0950	2621.69	0.0768	4.02321	7.73
23.1037	1162.30	0.0640	3.84978	3.43
23.5947	3501.33	0.0640	3.77077	10.32
24.3428	2179.65	0.0768	3.65655	6.42
24.9103	2702.22	0.1023	3.57453	7.96
25.4285	788.42	0.0640	3.50285	2.32
26.6896	33929.77	0.0780	3.33736	100.00

26.7691	14574.47	0.0312	3.33590	42.95
27.0169	6022.47	0.1404	3.29767	17.75
27.5675	3017.86	0.1092	3.23304	8.89
27.7668	4348.28	0.0468	3.21029	12.82
27.9623	29297.22	0.0624	3.18829	86.35
28.0410	15679.54	0.0312	3.18742	46.21
28.1744	3207.01	0.0468	3.16477	9.45
28.3477	1940.75	0.0468	3.14581	5.72
29.4450	4723.35	0.0936	3.03103	13.92
30.1309	1367.79	0.0624	2.96358	4.03
30.2613	1191.12	0.0624	2.95110	3.51
30.5239	1928.68	0.0936	2.92631	5.68
30.9917	9922.09	0.1092	2.88319	29.24
31.2830	1335.89	0.0780	2.85701	3.94
31.8146	1772.87	0.0936	2.81047	5.23
33.9723	555.64	0.1560	2.63674	1.64
34.4623	1261.04	0.0780	2.60036	3.72
35.0643	1465.88	0.1092	2.55709	4.32
35.5715	2296.96	0.1560	2.52178	6.77
36.0022	1079.66	0.0624	2.49259	3.18
36.3022	3124.20	0.0780	2.47268	9.21
36.3911	1672.50	0.0468	2.47297	4.93
36.5828	2252.08	0.0780	2.45435	6.64
36.6893	1168.42	0.0468	2.45355	3.44
37.3778	521.27	0.1248	2.40396	1.54
37.7615	519.93	0.1872	2.38041	1.53
38.5419	968.36	0.2496	2.33399	2.85
38.8668	760.38	0.0624	2.31522	2.24
39.5092	2402.65	0.0780	2.27905	7.08
39.6144	1184.29	0.0468	2.27888	3.49
40.3323	1021.10	0.0624	2.23441	3.01
41.1808	990.10	0.0780	2.19031	2.92
41.8862	191.32	0.2496	2.15504	0.56
42.4922	2573.65	0.0780	2.12570	7.59
42.6162	1274.98	0.0780	2.12507	3.76
43.2050	612.20	0.0624	2.09227	1.80
43.8318	920.17	0.1248	2.06379	2.71

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.	Chem. Formula
	96-500-0036	49	Quartz	0.000	0.694	Si3.00 O6.00
	01-084-0752	49	Sodium Aluminum Si..	0.000	0.537	Na (Al Si3 O8)
	96-900-3509	43	Dolomite	0.000	0.253	Ca3.00 Mg3.00 C6.0..
	01-072-0402	44	Zirconium Silicate	0.000	0.144	Zr Si O4
	96-702-0140	49	7020139	0.000	0.142	Ca6.00 C6.00 O18.00

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 2- Avant.xrdml"
- Modification time = "04-04-2017 11:55:24"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"

- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 11:55:24"
- Modification editor = "User"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 11:55:24"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"
- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"
- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"

- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

ANNEXE C3

Les fiches DRX de dosage N°3 avant la cuisson

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Dosage 3- Avant
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de préparation\Dosage Avant\Dosage 3- Avant\Dosage 3- Avant.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPRT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1° FASS2° P8 NoMonochromat 45kV40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 02-04-2017 13:59:03
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8125	412.94	0.3070	10.03466	2.53
12.4114	1372.95	0.1279	7.13182	8.41
13.9163	1185.48	0.0512	6.36377	7.27
15.0217	286.63	0.1535	5.89791	1.76
20.0197	1710.33	0.1023	4.43533	10.48
20.9107	2546.32	0.0768	4.24830	15.61
22.0914	4616.06	0.0768	4.02385	28.29
23.1113	1270.06	0.1023	3.84854	7.78
23.5899	3262.95	0.0768	3.77152	20.00
24.3429	3151.06	0.1023	3.65655	19.31

24.9345	1320.65	0.1151	3.57112	8.09
25.4366	1127.21	0.0512	3.50174	6.91
26.6897	14112.05	0.0895	3.34012	86.49
27.0155	5258.33	0.1023	3.30058	32.23
27.7678	5881.08	0.0768	3.21284	36.04
27.9626	16316.50	0.0768	3.19089	100.00
28.1697	3358.47	0.0384	3.16790	20.58
28.3440	2616.76	0.0512	3.14882	16.04
29.4501	3772.81	0.0768	3.03302	23.12
30.1446	2019.12	0.0768	2.96471	12.37
30.5315	2321.14	0.0895	2.92802	14.23
30.9990	3799.67	0.1023	2.88492	23.29
31.2681	1271.89	0.0768	2.86071	7.80
31.8098	1678.03	0.0512	2.81322	10.28
33.9795	800.78	0.0640	2.63838	4.91
34.4691	1228.71	0.0895	2.60202	7.53
35.0687	1883.54	0.1151	2.55889	11.54
35.6276	2256.15	0.1279	2.52002	13.83
36.0067	1098.28	0.0768	2.49435	6.73
36.2955	2856.32	0.0640	2.47517	17.51
36.5856	1441.72	0.0624	2.45417	8.84
36.7735	907.98	0.1023	2.44409	5.56
37.3948	705.70	0.0640	2.40490	4.33
37.7713	500.22	0.1279	2.38178	3.07
38.5515	972.25	0.2558	2.33536	5.96
38.8616	845.86	0.0640	2.31743	5.18
39.4631	1670.29	0.1151	2.28349	10.24
40.3357	451.87	0.0640	2.23608	2.77
41.2685	1235.79	0.0512	2.18767	7.57
41.9143	162.94	0.2047	2.15544	1.00
42.5032	1681.46	0.0640	2.12694	10.31
43.2009	754.10	0.0624	2.09246	4.62
43.5446	618.99	0.0768	2.07845	3.79
43.8013	1014.21	0.0768	2.06686	6.22
44.5668	249.17	0.1023	2.03313	1.53
44.9664	515.41	0.1023	2.01598	3.16
45.3963	349.91	0.2047	1.99788	2.14
45.8265	966.52	0.0640	1.98013	5.92
47.1712	431.11	0.0895	1.92677	2.64
47.5700	1480.47	0.1023	1.91154	9.07

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.
<u>Chem. Formula</u>					
	01-076-0758	58	Sodium Aluminum Si..	0.000	0.827
Na1.09 (All.09 Si..				
	01-072-0402	51	Zirconium Silicate	0.000	0.269
Zr Si O4					
	96-230-0371	43	2300370	0.000	0.534
Si3.00 O6.00					
	96-702-0140	50	7020139	0.000	0.240
Ca6.00 C6.00 O18.00					
	01-079-1342	41	Calcium Magnesium ..	0.000	0.246
Ca Mg (C O3)2					

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 3- Avant.xrdm"
- Modification time = "04-04-2017 11:56:36"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 11:56:36"
- Modification editor = "User"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 11:56:36"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"

- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"
- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"
- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

ANNEXE C4

Les fiches DRX de dosage N°4 avant la cuisson

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Dosage 4- Avant
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de
 préparation\Dosage Avant\Dosage 4- Avant\Dosage 4- Avant.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015
 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step
 size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPRT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1°
 FASS2° P8 NoMonochromat 45kV40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-
 18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 02-04-2017 14:46:38
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.9013	783.44	0.0768	9.93470	3.25
12.4210	1725.11	0.1023	7.12635	7.15
13.8989	1568.67	0.0640	6.37173	6.50
15.0015	158.68	0.3070	5.90580	0.66
19.9943	1622.34	0.1023	4.44091	6.73
20.8909	1447.14	0.0640	4.25230	6.00
22.0734	4479.05	0.0895	4.02709	18.57
23.0848	1315.58	0.0768	3.85290	5.45
23.5781	4064.79	0.0768	3.77338	16.85
24.1884	2470.50	0.0384	3.67955	10.24
24.3252	3222.57	0.1023	3.65917	13.36
24.9127	1631.17	0.1023	3.57419	6.76

25.4179	1324.14	0.0512	3.50428	5.49
25.6413	448.22	0.1279	3.47425	1.86
26.4348	1922.10	0.0768	3.37175	7.97
26.6695	8650.84	0.0768	3.34260	35.86
26.9980	5291.71	0.1023	3.30267	21.94
27.5075	2964.90	0.0512	3.24265	12.29
27.7501	6124.95	0.0512	3.21485	25.39
27.9494	24121.17	0.0624	3.18973	100.00
28.0274	13005.57	0.0312	3.18893	53.92
28.1612	4018.39	0.0468	3.16622	16.66
28.3192	2872.82	0.0624	3.14891	11.91
29.4409	3461.22	0.0936	3.03144	14.35
30.1283	1918.20	0.0780	2.96382	7.95
30.2574	1772.79	0.0780	2.95147	7.35
30.5109	2948.40	0.0936	2.92752	12.22
30.9708	3859.70	0.1560	2.88509	16.00
31.2658	1451.79	0.0936	2.85854	6.02
31.7969	1664.06	0.0780	2.81200	6.90
33.9453	756.40	0.0624	2.63878	3.14
34.4502	1389.17	0.0936	2.60125	5.76
35.0565	2113.00	0.1092	2.55764	8.76
35.5576	2364.03	0.0780	2.52273	9.80
35.9788	998.73	0.1248	2.49416	4.14
36.2833	3161.66	0.0780	2.47392	13.11
36.5708	1088.49	0.0780	2.45513	4.51
36.7182	822.30	0.1248	2.44561	3.41
36.9851	424.84	0.0780	2.42858	1.76
37.3721	749.15	0.0936	2.40431	3.11
37.7372	536.45	0.1872	2.38189	2.22
38.5217	956.55	0.2496	2.33517	3.97
38.8539	929.36	0.1092	2.31596	3.85
39.4711	1095.20	0.2184	2.28115	4.54
40.1038	167.96	0.0936	2.24661	0.70
41.2574	1054.89	0.0624	2.18642	4.37
41.8304	150.21	0.3120	2.15778	0.62
42.5127	1407.47	0.1092	2.12472	5.84
43.1713	536.75	0.0936	2.09382	2.23
43.7789	940.28	0.1560	2.06616	3.90

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.
Chem. Formula					
	01-076-0758	59	Sodium Aluminum Si..	0.000	0.787
Na1.09 (All.09 Si..				
	01-072-0402	49	Zirconium Silicate	0.000	0.173
Zr Si O4					
	96-900-9667	41	Quartz	0.000	0.257
Si3.00 O6.00					
	96-900-0106	39	Dolomite	0.000	0.160
Ca3.00 Mg3.00 C6.0..					
	96-230-0113	49	2300112	0.000	0.129
Zn2.00 O2.00					

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 4- Avant.xrdml"
- Modification time = "04-04-2017 11:57:51"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 11:57:51"
- Modification editor = "User"

- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"
- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 11:57:51"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"

ANNEXE C5

Les fiches DRX de dosage N°1 après la cuisson

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Dosage 1- Après
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de préparation\Dosage Après\Dosage 1- Après\Dosage 1- Après.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1° FASS2° P8 NoMonochromat 45kV40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 02-04-2017 15:09:25
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20.0975	1437.82	0.0895	4.41834	32.49
20.8807	263.95	0.2047	4.25433	5.96
22.0626	741.68	0.0895	4.02904	16.76
23.7692	348.46	0.3070	3.74348	7.87
26.5966	2019.05	0.0895	3.35159	45.62
27.0681	4425.64	0.1023	3.29427	100.00
27.9633	1591.49	0.2496	3.18817	35.96
28.0772	1315.35	0.1248	3.18339	29.72
28.4886	299.68	0.1872	3.13058	6.77
30.4399	218.34	0.3744	2.93419	4.93
33.9222	400.69	0.1560	2.64052	9.05
35.6963	2852.15	0.1092	2.51325	64.45

38.6012	448.92	0.1872	2.33054	10.14
39.4538	153.33	0.2496	2.28212	3.46
40.7276	365.64	0.0936	2.21363	8.26
42.4062	170.13	0.3744	2.12981	3.84
43.8550	900.65	0.0936	2.06275	20.35
47.6772	579.21	0.1404	1.90592	13.09
49.9600	203.52	0.6240	1.82405	4.60
51.6054	198.09	0.1872	1.76969	4.48
52.2425	515.19	0.1872	1.74960	11.64
53.5433	2094.61	0.1404	1.71012	47.33
53.6937	1088.41	0.0936	1.70992	24.59
55.6907	702.06	0.0936	1.64916	15.86
59.7951	213.46	0.1872	1.54539	4.82
62.0493	133.96	0.2496	1.49454	3.03
62.9263	433.53	0.1248	1.47581	9.80
67.8695	658.89	0.1560	1.37985	14.89
68.9286	382.74	0.1248	1.36121	8.65
73.3842	187.61	0.2496	1.28917	4.24
75.4775	332.86	0.1248	1.25853	7.52
80.8851	306.04	0.1872	1.18748	6.92
82.6743	103.32	0.4992	1.16626	2.33
88.0801	261.23	0.1248	1.10809	5.90
88.8780	242.68	0.2184	1.10019	5.48
93.3754	230.08	0.1560	1.05865	5.20
94.3331	264.29	0.1872	1.05041	5.97
95.0780	135.26	0.1872	1.04414	3.06
104.4503	122.23	0.2496	0.97454	2.76

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.
Chem. Formula					
	01-083-1375	74	Zirconium Silicate	0.000	0.936
Zr Si O4					
	01-083-0539	55	Silicon Oxide	0.000	0.435
Si O2					
	00-041-1480	50	Sodium Calcium Alu..	0.000	0.350
(Na , Ca) Al (S..					

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 1- Après.xrdml"
- Modification time = "04-04-2017 11:59:04"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"

- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 11:59:04"
- Modification editor = "User"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 11:59:04"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"
- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"
- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

ANNEXE C6

Les fiches DRX de dosage N°2 après la cuisson

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Dosage 2- Après
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de préparation\Dosage Après\Dosage 2- Après\Dosage 2- Après.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPERT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1° FASS2° P8 NoMonochromat 45kV40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 03-04-2017 12:03:23
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20.0474	1376.33	0.1023	4.42926	31.81
20.7900	366.93	0.1535	4.27270	8.48
22.0316	1387.18	0.0768	4.03464	32.06
22.8580	270.45	0.2047	3.89060	6.25
23.7150	827.57	0.1535	3.75192	19.12
24.4121	477.76	0.1535	3.64634	11.04
25.7099	185.69	0.1535	3.46514	4.29
26.6173	1980.14	0.1279	3.34904	45.76
27.0258	4327.37	0.1151	3.29934	100.00
27.8040	2534.12	0.0768	3.20874	58.56
28.0869	1940.39	0.0768	3.17706	44.84
28.4173	662.55	0.1279	3.14086	15.31

29.6265	241.79	0.2558	3.01537	5.59
30.3359	429.88	0.1535	2.94646	9.93
31.4699	335.94	0.1535	2.84282	7.76
33.8447	452.62	0.1791	2.64858	10.46
35.6416	3180.18	0.1279	2.51906	73.49
36.5725	228.56	0.2558	2.45705	5.28
38.5578	511.86	0.1279	2.33499	11.83
39.3435	148.57	0.2558	2.29016	3.43
40.7011	360.97	0.1791	2.21685	8.34
42.2260	280.74	0.1535	2.14025	6.49
43.8183	989.08	0.0640	2.06610	22.86
44.8996	106.75	0.3070	2.01883	2.47
45.6305	100.97	0.4093	1.98818	2.33
47.6224	633.47	0.0640	1.90956	14.64
48.4116	75.76	0.3582	1.88026	1.75
49.8106	246.39	0.6140	1.83069	5.69
50.8077	95.99	0.3070	1.79707	2.22
51.5738	349.57	0.1535	1.77217	8.08
52.2128	596.51	0.1279	1.75197	13.78
53.5149	2413.60	0.1092	1.71096	55.78
53.6586	1236.27	0.0936	1.71096	28.57
55.6661	862.08	0.0936	1.64983	19.92
57.1559	41.39	0.7488	1.61031	0.96
59.7575	205.59	0.3120	1.54627	4.75
62.0582	178.38	0.1872	1.49435	4.12
62.8876	539.52	0.1248	1.47663	12.47
67.8283	734.93	0.1560	1.38059	16.98
68.8980	421.62	0.1560	1.36174	9.74
73.3603	260.47	0.0936	1.28953	6.02
75.4349	335.62	0.1560	1.25914	7.76
78.2902	41.08	0.7488	1.22020	0.95
80.8167	308.02	0.1248	1.18831	7.12
82.6573	91.72	0.4992	1.16645	2.12
88.0577	252.28	0.1248	1.10831	5.83
88.8098	275.40	0.1248	1.10086	6.36
93.3670	256.04	0.2184	1.05872	5.92
94.2994	281.20	0.1872	1.05069	6.50
95.0805	167.35	0.1872	1.04412	3.87

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.
Chem. Formula					
	00-006-0266	74	Zirconium Silicate	0.000	0.945
Zr Si O4					
	01-076-0757	60	Sodium Aluminum Si..	0.000	0.623
Na1.08 (All.08 Si..					
	01-078-1253	42	Silicon Oxide	0.000	0.336
Si O2					
	01-074-0189	29	Rubidium Amide	0.000	0.152
Rb N H2					

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 2- Après.xrdml"

- Modification time = "04-04-2017 11:59:59"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"
- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 11:59:59"
- Modification editor = "User"

- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 11:59:59"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"
- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"

ANNEXE C7

Les fiches DRX de dosage N°3 après la cuisson

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Dosage 3- Après
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de
 préparation\Dosage Après\Dosage 3- Après\Dosage 3- Après.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015
 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step
 size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPRT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1°
 FASS2° P8 NoMonochromat 45kV40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-
 18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 03-04-2017 12:31:52
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
13.7226	498.06	0.1535	6.45317	8.62
20.0292	1688.52	0.1023	4.43324	29.21
22.0202	2830.97	0.1151	4.03671	48.97
22.8526	512.15	0.1791	3.89151	8.86
23.7158	2101.03	0.0640	3.75178	36.34
24.4261	1147.36	0.1279	3.64427	19.85
25.6753	430.05	0.1023	3.46973	7.44
26.4713	879.68	0.2047	3.36717	15.22
27.0008	5255.80	0.1023	3.30233	90.92
27.7654	5669.59	0.0780	3.21045	98.07
27.8526	5780.91	0.0512	3.20325	100.00
28.0530	4854.44	0.1023	3.18082	83.97

28.4425	1539.65	0.0895	3.13814	26.63
29.6032	629.15	0.1535	3.01769	10.88
30.3380	1118.78	0.1151	2.94625	19.35
31.4807	706.09	0.2047	2.84187	12.21
31.8439	280.16	0.1535	2.81028	4.85
33.8156	681.25	0.1535	2.65079	11.78
35.6217	4534.79	0.1279	2.52043	78.44
36.6426	222.75	0.2047	2.45251	3.85
37.2039	265.57	0.1279	2.41679	4.59
37.7524	184.18	0.2558	2.38293	3.19
38.5669	577.14	0.1023	2.33446	9.98
39.3979	234.08	0.1535	2.28712	4.05
40.6713	436.60	0.1023	2.21840	7.55
42.1697	566.41	0.1023	2.14298	9.80
42.5711	519.38	0.2047	2.12370	8.98
43.7911	1181.03	0.0640	2.06732	20.43
44.8326	220.86	0.3582	2.02169	3.82
45.5929	153.09	0.2558	1.98973	2.65
47.2176	324.78	0.1535	1.92498	5.62
47.6241	715.03	0.0768	1.90950	12.37
48.4293	228.16	0.2558	1.87962	3.95
49.2849	258.03	0.1535	1.84897	4.46
49.7211	527.55	0.1279	1.83377	9.13
50.8679	166.00	0.3070	1.79509	2.87
51.5433	625.08	0.2303	1.77314	10.81
52.2043	642.19	0.1535	1.75224	11.11
53.4760	2737.92	0.1248	1.71211	47.36
53.6412	1487.20	0.0936	1.71147	25.73
55.6261	888.10	0.1092	1.65092	15.36
57.2950	148.36	0.4992	1.60673	2.57
58.2489	133.40	0.3744	1.58267	2.31
58.9607	131.33	0.4992	1.56525	2.27
59.8564	197.57	0.4992	1.54395	3.42
62.0107	244.53	0.1872	1.49538	4.23
62.8901	558.58	0.1872	1.47657	9.66
67.8525	752.89	0.1404	1.38015	13.02
68.8918	529.37	0.1248	1.36185	9.16
69.5233	301.38	0.3744	1.35101	5.21

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.
Chem. Formula					
	01-083-1374	72	Zirconium Silicate	0.000	0.998
Zr Si O4					
	01-072-1246	62	Sodium Aluminum Si..	0.000	1.129
Na (Al Si3 O8)					

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 3- Après.xrdml"
- Modification time = "04-04-2017 12:00:33"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"

- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 12:00:33"
- Modification editor = "User"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 12:00:33"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"
- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"
- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"

ANNEXE C8

Les fiches DRX de dosage N°4 après la cuisson

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Dosage 4- Après
 File name: C:\XRD Data\Younes\Dr. Akdim Abd Alghani (Bidjaia)\2016-2017\Dosage pate de
 préparation\Dosage Après\Dosage 4- Après\Dosage 4- Après.xrdml
 Comment: Configuration=Spinner PW3064/60, Owner=Plateforme-ST, Creation date=19-11-2015
 14:56:49
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step
 size Omega:0.001
 Sample stage=Reflection-Transmission Spinner PW3064/60; Minimum step size Phi:0.1
 Diffractometer system=XPRT-PRO
 Measurement program=C:\PANalytical\Data Collector\Programs\Test Silicium Div1°
 FASS2° P8 NoMonochromat 45kV40mA.xrdmp, Identifier={4CC8EF41-F514-4852-A2B4-
 18E5B4F0A058}
 Measurement Start Date/Time: 03-04-2017 12:52:58
 Operator: User
 Raw Data Origin: XRD measurement (*.XRDML)
 Scan Axis: Gonio
 Start Position [°2θ]: 5.0036
 End Position [°2θ]: 109.9916
 Step Size [°2θ]: 0.0130
 Scan Step Time [s]: 29.0700
 Scan Type: Continuous
 PSD Mode: Scanning
 PSD Length [°2θ]: 3.35
 Offset [°2θ]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.8709
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 40 mA, 45 kV
 Diffractometer Type: 0000000011155250
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 100.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: Yes

Peak List

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHMLeft [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
13.7434	576.64	0.1535	6.44345	8.50
20.0550	2015.40	0.0895	4.42760	29.71
22.0156	3346.14	0.1279	4.03754	49.33
22.8438	802.65	0.1279	3.89300	11.83
23.7015	2815.58	0.1151	3.75402	41.51
24.4407	1459.95	0.0512	3.64213	21.52
25.6933	558.65	0.1279	3.46734	8.24
26.4534	882.71	0.1535	3.36942	13.01
26.6407	924.83	0.1023	3.34615	13.63
27.0128	5999.97	0.0895	3.30089	88.46
27.7764	6782.98	0.1279	3.21186	100.00
28.0741	5653.04	0.1279	3.17848	83.34

28.4329	1654.56	0.1535	3.13918	24.39
29.6482	683.43	0.2047	3.01321	10.08
30.3421	1245.41	0.1535	2.94586	18.36
31.4749	933.48	0.1791	2.84237	13.76
31.8599	370.60	0.1279	2.80890	5.46
33.8546	737.30	0.1279	2.64783	10.87
35.6523	5297.07	0.1151	2.51833	78.09
36.6484	252.15	0.3070	2.45214	3.72
37.1638	252.78	0.2047	2.41931	3.73
37.7849	150.73	0.3070	2.38096	2.22
38.5597	553.56	0.0895	2.33488	8.16
39.4289	232.54	0.1791	2.28539	3.43
40.6934	447.14	0.1023	2.21725	6.59
42.1640	704.57	0.1023	2.14326	10.39
42.6139	782.48	0.2047	2.12166	11.54
43.8057	1188.92	0.0895	2.06667	17.53
44.8706	229.57	0.2558	2.02007	3.38
45.5138	189.12	0.2558	1.99300	2.79
47.1325	329.00	0.2558	1.92826	4.85
47.6063	626.59	0.0895	1.91017	9.24
48.4346	309.43	0.1791	1.87942	4.56
49.2721	305.68	0.2558	1.84942	4.51
49.7409	602.43	0.3070	1.83309	8.88
50.8053	298.32	0.1535	1.79715	4.40
51.5637	778.25	0.2558	1.77249	11.47
52.2178	765.67	0.1023	1.75182	11.29
53.4707	2829.21	0.1248	1.71227	41.71
53.6268	1916.00	0.1092	1.71190	28.25
55.6394	958.11	0.0936	1.65056	14.13
57.2793	120.78	0.6240	1.60714	1.78
58.2429	83.67	0.3744	1.58282	1.23
58.9750	117.69	0.4992	1.56490	1.74
59.8993	210.13	0.3744	1.54295	3.10
62.0425	317.44	0.3744	1.49469	4.68
62.8715	640.11	0.1872	1.47696	9.44
64.0682	73.01	0.4368	1.45223	1.08
66.0778	52.50	0.7488	1.41285	0.77
67.8558	811.74	0.1560	1.38009	11.97

Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2 θ]	Scale Fac.
Chem. Formula					
	01-080-1809	70	Zirconium Silicate	0.000	0.895
Zr (Si O4)					
	01-083-1939	65	Sodium Calcium Alu..	0.000	1.117
Na0.685 Ca0.347 Al..					

Document History

Insert Measurement:

- File name = "Dosage 4- Après.xrdml"
- Modification time = "04-04-2017 12:01:03"
- Modification editor = "User"

Default properties:

- Measurement step axis = "None"

- Internal wavelengths used from anode material: Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Used K-Alpha1 wavelength = "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Used K-Alpha2 wavelength = "1.54443"
- Original K-Beta wavelength = "1.39225"
- Used K-Beta wavelength = "1.39225"
- Irradiated length = "10.00000"
- Receiving slit size = "0.10000"
- Step axis value = "0.00000"
- Offset = "0.00000"
- Sample length = "10.00000"
- Modification time = "04-04-2017 12:01:03"
- Modification editor = "User"
- Search sensitivity = "1.8"
- Use adaptive smoothing = "Yes"
- Smoothing range = "1.5"
- Threshold factor = "3"
- Modification time = "16-02-2001 11:03:07"
- Modification editor = "PANalytical"

Interpolate Step Size:

- Initial Scan Range = 5.00357 - 109.99300
- Initial Step Size = 0.01313
- Derived Step Size = 0.01300
- Use Derived Step Size = "Yes"
- Modification time = "04-04-2017 12:01:03"
- Modification editor = "PANalytical"

Determine Background:

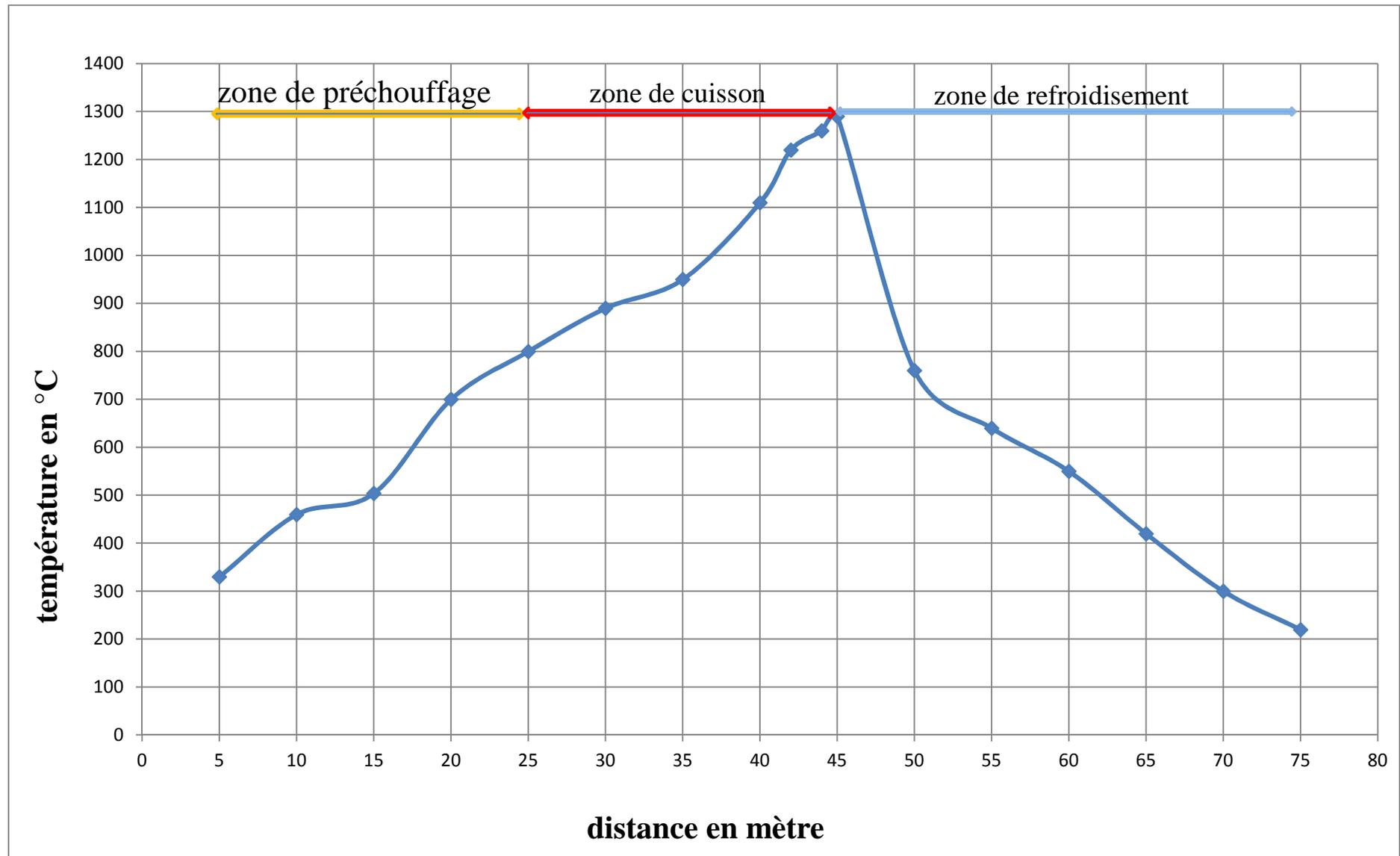
- Add to net scan = "Nothing"
- User defined intensity = "-5"
- Correction method = "Automatic"
- Bending factor = "5"
- Minimum significance = "0.7"
- Minimum tip width = "0"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Use smoothed input data = "Yes"
- Granularity = "20"
- Modification time = "22-02-2001 10:17:43"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "2"
- Minimum tip width = "0.01"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "20-02-2001 11:55:18"
- Modification editor = "PANalytical"

Search & Match:

- Allow pattern shift = "No"
- Auto residue = "Yes"
- Data source = "Profile and peak list"
- Demote unmatched strong = "Yes"
- Multi phase = "Yes"
- Restriction set = ""
- Restriction = "None"
- Subset name = ""
- Match intensity = "Yes"
- Two theta shift = "0"
- Identify = "Yes"
- Max. no. of accepted patterns = "5"
- Minimum score = "27"
- Min. new lines / total lines = "40"
- Search depth = "6"
- Minimum new lines = "3"
- Minimum scale factor = "0.06"
- Intensity threshold = "0"
- Use line clustering = "Yes"
- Line cluster range = "1.5"

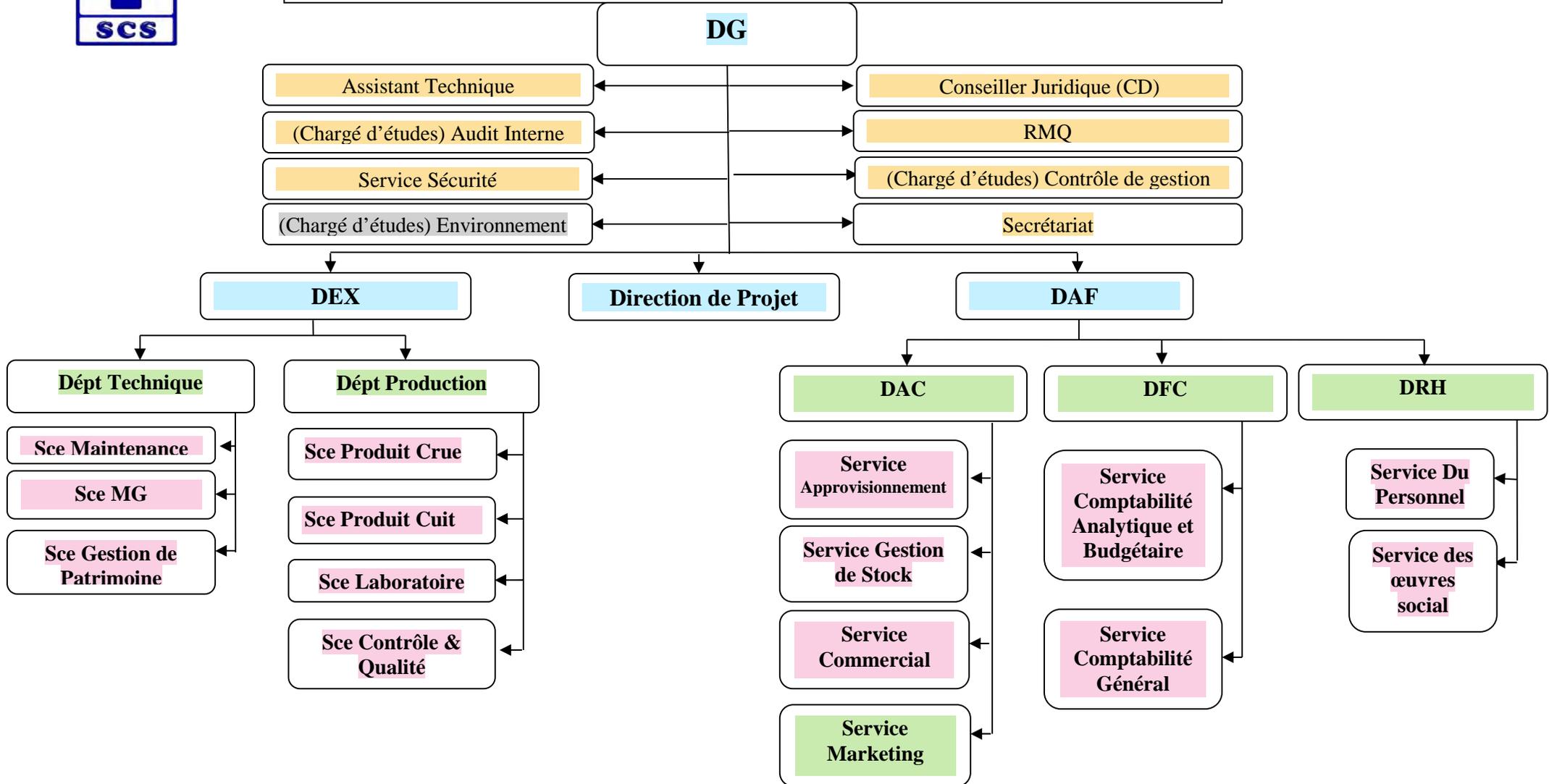


Annexe A.2: Dépendances de la température du four en fonction de sa longueur.



ANNEXE A

Organigramme de La SOCIETE CERAMIQUE SANITAIRE EL-MILIA



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