

ELABORATION DES CERAMIQUES

VIII.1. Introduction

Les propriétés inhérentes aux céramiques (caractère réfractaire, dureté, fragilité) rendent leur fabrication délicate. Leur manque de plasticité interdit les mises en forme par emboutissage, forgeage ou laminage. En fin, leur dureté limite les possibilités d'usinage qui se réduisent au tronçonnage et à la rectification par de meules diamantées .

Les céramiques traditionnelles adoptent généralement le procédé de coulée (barbotine),

Les céramiques techniques sont le plus souvent obtenues par frittage.

VIII.2. Différentes méthodes d'élaboration

L'organigramme général de fabrication d'une céramique comporte plusieurs étapes comme la montre la figure VII.1.

Il existe deux méthodes pour parvenir à la synthèse des matières premières qui précède la première étape de cette figure.

- **Préparation par voie solide**

Dans cette méthode on utilise des matières premières de base pulvérulentes (oxydes, carbonates, nitrates). Celles-ci sont ensuite mélangées et broyées avant de subir l'opération de **chamottage** ou **calcination**. Cette dernière consiste à faire subir aux matériaux pulvérulents un cycle thermique au cours duquel ils vont, réagir, par des phénomènes de diffusion en phase solide pour former la phase cristalline recherchée. À la fin de la **calcination**, le matériau constituant de base de la céramique est disponible .

- **Préparation par voie chimique.**

La préparation par des méthodes chimiques à pression atmosphérique normale comprend des techniques de synthèse pour former des précipités ou des gels à partir de solutions homogènes contenant les cations souhaités, suivies d'une calcination de ces précipités pour former la phase et la microstructure souhaitées

Par exemple, BaTiO_3 est un matériau spécialement essentiel dans l'industrie, de la céramique électroniques et peut être synthétisé par de telles techniques.

Dans la majorité des cas, ces méthodes de synthèse permettent d'obtenir des poudres dont les caractéristiques (finesse, homogénéité, frittabilité...) sont nettement supérieures à celles obtenues par **chamottage**.

Synthèse hydrothermale

La synthèse hydrothermale diffère des autres voies « chimiques » d'élaboration d'oxydes métalliques par les conditions de température et de pression mises en oeuvre.

Cette élaboration se fait par dissolution des précurseurs suivie d'une précipitation. L'influence des facteurs pression et température est de favoriser la cristallinité des particules solides. [26]

Une fois cette synthèse réalisée, la poudre doit être activée. L'étape suivante est l'étape de mise en forme, suivie de l'étape de frittage. Le dernier processus est l'étape de finition et de contrôle.

VIII.3. Etapes principales de la fabrication des céramiques

La fabrication de pièces céramiques est conduite en quatre étapes successives :

- Une étape préliminaire de préparation et d'activation des poudres.
- Une étape de mise en forme de la pièce
- Une étape de finition et de contrôle

VIII.4. Préparation et activation des poudres

Cette première étape débute généralement par une opération de **broyage** d'une poudre de départ déjà synthétisée en vue d'obtenir des particules les plus fines possibles. En effet, une grande surface spécifique de la poudre assure une meilleure réactivité lors du frittage. De plus la porosité finale après frittage est proportionnelle à la taille initiale des poudres qui influent sur les propriétés mécaniques de la pièce finie.

1. L'attrition

C'est la technique de broyage la plus utilisée avec des billes d'acier ou d'alumine en milieu aqueux sa durée peut varier de 3 à plus de 24h. Les ajouts de frittage sont incorporés à la poudre de départ pendant cette opération. Ils modifient l'énergie de surface des poudres afin de rendre réactives au moment du frittage. Ce procédé permet d'obtenir des microcristaux (grain inférieur à 1 μm

2. Purification

C'est l'élimination de la contamination en fer par lavage à l'acide chloridrique ou fluorhydrique.

3. Lavage et séchage

Le séchage par pressage (obtention de galettes) garantit l'homogénéité physique et chimique des particules. Des techniques plus récentes permettent d'obtenir directement des poudres submicroniques de très bonne qualité à des prix plus réduits comme les procédés sol-gel(hydrolyse), les procédés de coprécipitation et de lyophilisation, la pyrolyse et la décomposition sous laser.

4. Liants organiques

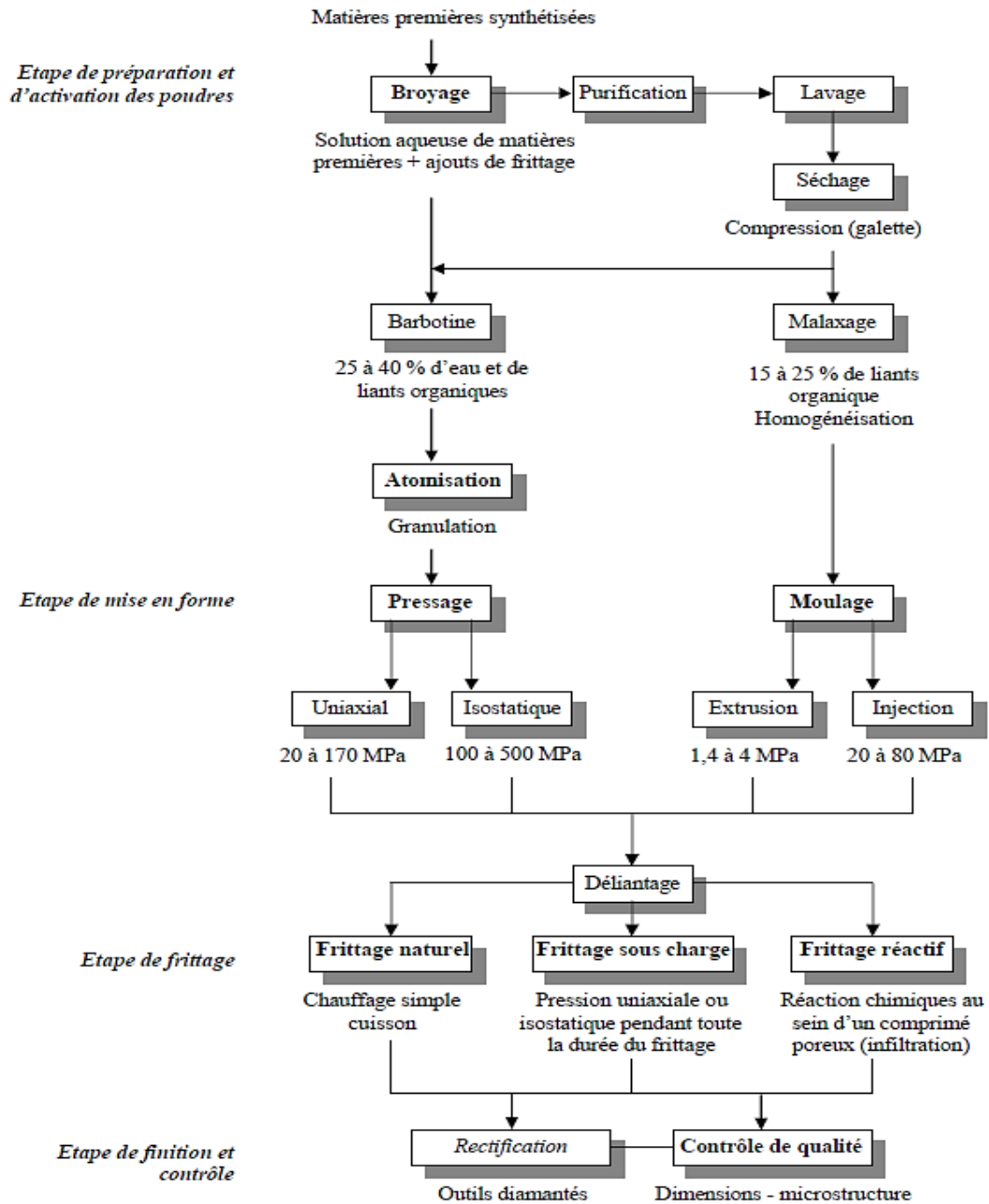
Selon le type de pièce à réaliser, une plus ou moins grande quantité de liants organiques est incorporée à cette poudre soit en milieu aqueux en fin de broyage, soit par simple malaxage en phase humide après broyage et séchage.

Dans le premier cas, le mélange se présente sous forme d'une suspension colloïdale très fluide (Barbotine) ou la teneur massique en poudre céramique atteint 60 à 75%. Dans le deuxième cas, la poudre est ajoutée à une résine thermoplastique telle que polystyrène ou polyéthylène. On obtient par malaxage une pâte malléable à plasticité élevée ayant une teneur en liant organique (résine) de l'ordre de 15 à 25% en masse, soit 40 à 50% du volume de la pâte.

VIII.5. Mise en forme

Il existe deux grands procédés de mise en forme (Figure VIII.1).

Les poudres obtenues par atomisation sont adaptées aux techniques de pressage uniaxial ou isostatique en phase sèche.



Figures VIII.1: Etapes principales de la fabrication des céramiques a usage thermomécaniques

VIII.5.2. Techniques de moulage

A partir d'une pate malléable plastique à forte densité de poudre céramique, des techniques d'extrusion à travers une filière ou d'injection dans un moule sont pratiquées à des températures comprises entre 80 et 150°C. Le polymère est ensuite éliminé par exsudation a basse

température ou pyrolyse au moment du frotage. Ces procédés sont réservés à des pièces complexes de faible épaisseur (pièces de filtration).

Les produits élaborés par ces différents procédés conduisent à des microstructures différentes en raison de leurs propres ajustements granulométriques additifs et méthodes de compactage des particules de poudre.

VIII.6. Procédés de frittage

Le frittage est précédé d'une opération de déliantage de la pièce a cru ou la totalité des différents liants organiques sont évacués par pyrolyse soit par chauffage vers 600°C dans une étuve, soit directement lors du frittage (cuisson

VIII.7. Finition et contrôles

Après cuisson, la pièce a acquis ses propriétés définitives et ne peut être travaillée qu'au moyen d'outils diamantés (rectification par meules diamantées, polissage par suspension diamantée sur un feutre, perçage par carottage avec refroidissement).

La fiabilité et les performances des céramiques passent par des contrôles dimensionnels (rugosité) et microstructuraux (taille de grains, structure des joints de grains) ainsi par la détection des défauts éventuels (hétérogénéité de pressage ou de frittage, microfissure, impureté, écaillage)

VIII.7.1. Détection de défauts superficiels

La détection de défauts superficiels se fait par des techniques de ressuage ou de microscopie classique.

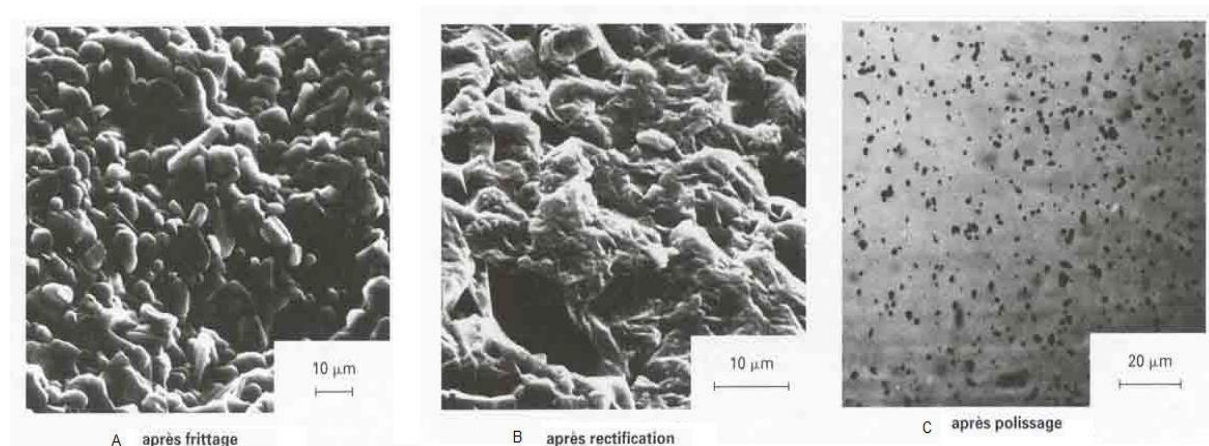


Figure VIII.3: Observation en microscopie électronique de l'état de surface d'une alumine

VIII.7.2. Détection de défauts internes

La détection de défauts internes nécessite de techniques plus élaborées comme les ultrasons (méthodes des échos pulsés ou de balayage) ou la microscopie acoustiques (en immersion). Les examens aux rayons X et la thermographie infrarouge (rayonnement thermique absorbé par le défaut conduisant à une émissivité locale moindre du matériau) pour citer les principales.

Ces différentes techniques de détection ne peuvent malheureusement pas atteindre des sensibilités inférieures à la centaine de micromètres, ce qui est souvent insuffisant étant donné la sensibilité des céramiques à des défauts encore plus petits.

Les caractéristiques morphologiques des matériaux, telles que la porosité ou la taille des grains, se mesurent par analyse quantitative d'images en microscopie.