

# **Suivi du module d'élasticité et du comportement dilatométrique sous charge des mélanges argileux/CSR lors d'un premier cycle thermique**

## **5.1 Introduction**

Suite aux résultats des analyses thermomécaniques ATM (chapitre 3) et du modèle cinétique du frittage (chapitre 4), l'ajout du CSR15 ou CSR28 au sein de la matrice argileuse ML a montré une accélération de la densification du mélange ML/CSR. Cette accélération est liée à la création des phases visqueuses provenant de l'interaction des minéraux argileux et les éléments alcalins du CSR (K et Na) en particulier pour le CSR15. L'objectif de ce chapitre est de compléter ces résultats avec une quantification de cette viscosité lors de la cuisson du matériau et d'évaluer les comportements mécaniques des mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR28-1 B30 et ML4CSR15-1 B30 qui sont liés aux différentes transformations physico-chimiques mises en œuvre au cours de la cuisson. Cela permet de mieux comprendre le comportement thermomécanique du matériau argileux seul ou avec incorporation du CSR15 ou du CSR28.

Des suivis de comportements mécaniques sont réalisés lors d'un premier cycle thermique pour les mélanges : MEL FAB ML B40, ML4CSR28-1 B30 et ML4CSR15-1 B30. Premièrement, le suivi des variations du module de Young E des mélanges argileux en fonction de la température est effectué. Ensuite, un essai de dilatométrie sous différents niveaux de charge est réalisé dans l'objectif de déterminer les caractéristiques des flux visqueux qui sont présents durant le frittage des mélanges argileux.

## **5.2 Matériels et méthodes**

### **5.2.1 Matériaux**

Les matériaux choisis pour cette étude sont des matériaux supposés homogènes et isotropes et sont : le mélange standard de fabrication MEL FAB ML B40, la matrice argileuse ML incorporée de 4%.m du CSR15-1 désignée ML4CSR15-1 B30 et de 4%.m du CSR28-1 désignée ML4CSR28-1 B30, respectivement. Leurs compositions élémentaires ont été

présentées dans le chapitre 2.

## 5.2.2 Mesures du module de Young

Le suivi de l'évolution du module de Young  $E$  des matériaux argileux en fonction de la température a été réalisé à l'aide d'un analyseur de résonance HT650 de la marque IMCE utilisé suivant la norme ASTM E1876-09 [17]. L'objectif de cette analyse est d'évaluer le comportement mécanique du matériau argileux lié aux différentes transformations physico-chimiques mises en œuvre au cours de la cuisson.

L'analyse vibratoire consiste à solliciter une éprouvette montée en mode flexion avec une excitation vibratoire (fig. 5.2.1). Ensuite, la réponse de l'éprouvette à cette sollicitation vibratoire est enregistrée sous forme d'un signal temporel à l'aide d'un microphone. Le microphone couvre une gamme allant de 20 Hz à 50 kHz, l'énergie d'impact peut être réglée et le support isole l'échantillon de toute vibration extérieure. Les fréquences sonores enregistrées sont analysées par les transformées de Fourier et assimilées aux fréquences propres de l'échantillon. Ensuite, à travers une connaissance de la masse et des dimensions de l'échantillon une valeur du module de Young  $E$  est calculée suivant l'équation. 5.2.1. Il faut réaliser au moins successivement cinq mesures de fréquence avec moins d'un pourcent de variation pour calculer la valeur de  $E$ .

$$E = 0,9465 \left( \frac{m \cdot f_f^2}{e} \right) \left( \frac{L}{l^3} \right) c_T \quad (5.2.1)$$

Où  $m$  est la masse de l'échantillon,  $f_f$  est la fréquence fondamentale de résonance,  $L$  est la longueur de l'échantillon,  $l$  est sa largeur,  $e$  est son épaisseur et  $c_T$  est un coefficient de correction.

Les analyses vibratoires ont été réalisées sur des éprouvettes de 60mm×30mm×5mm, des formulations suivantes : MEL FAB ML B40, ML4CSR28-1 B30 et ML4CSR15-1 B30. Les éprouvettes ont été introduites dans un four afin d'évaluer le module de Young ( $E$ ) au cours d'un cycle thermique. Le cycle appliqué a été de : 30°C-1040°C suivi d'un palier isotherme de 60 minutes et puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante ; à une vitesse de chauffe et de refroidissement de 2°C/min et sous air.

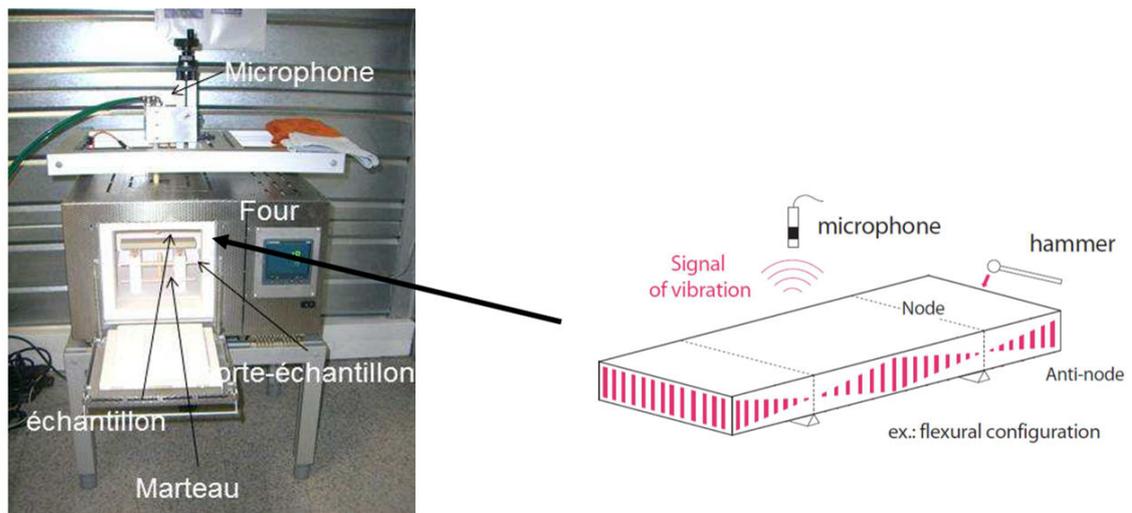
## 5.2.3 Essai de dilatométrie

### 5.2.3.1 Généralité - modèles rhéologiques

Dans la littérature [185, 323, 320, 108], plusieurs travaux ont été appuyés sur des modèles rhéologiques permettant d'expliquer les résultats des tests mécaniques (flexion, compression, traction,...). Ces modèles rhéologiques sont basés sur des éléments mécaniques : un ressort, un amortisseur et un patin frottant [81, 257, 216, 100, 99]. Les lois fondamentales du comportement rhéologique du matériau étudié peuvent être schématisées au moyen de ces modèles rhéologiques.

Les modèles simples, c'est-à-dire les modèles qui simulent un seul comportement rhéologique, comme : élasticité, viscosité et plasticité ont été présentés dans la littérature par un ressort, un amortisseur et un patin frottant, respectivement.

A l'aide de l'assemblage en série ou en parallèle de ces éléments mécaniques, des comportements complexes des matériaux réels peuvent être modélisés. Les règles d'assemblage sont les suivantes :



Montage RFDA HT650 (IMCE)

FIGURE 5.2.1 – Configuration de l'analyse vibratoire de l'éprouvette au sein du four (mode flexion)

- en série, les déformations des éléments s'additionnent alors que les contraintes sur chaque élément sont équivalentes ;

- en parallèle, les déformations sont égales alors que les contraintes s'additionnent.

Deux modèles ont été distingués et qui sont les plus employés pour qualifier le comportement viscoélastique des matériaux qui sont le modèle de Maxwell et celui de Kelvin-Voigt [30, 307, 274, 323].

#### — Modèle de Maxwell

Le modèle Maxwell décrit le comportement viscoélastique d'un matériau fluide (fig. 5.2.3). En effet, il est constitué d'un ressort et d'un amortisseur assemblés en série comme ce qui est présenté dans la figure 5.2.2.



FIGURE 5.2.2 – Configuration du modèle de Maxwell [185]

Le modèle de Maxwell est décrit mathématiquement selon l'équation suivante :

$$\frac{d\sigma(t)}{dt} + \frac{E_1}{\eta}\sigma(t) = E_1 \frac{d\varepsilon(t)}{dt} \quad (5.2.2)$$

Où  $\sigma(t)$  est la contrainte et  $\varepsilon(t)$  est la déformation qui sont définies selon les équations suivantes 5.2.3 et 5.2.4 :

$$\sigma(t) = \eta \frac{d\varepsilon_3(t)}{dt} = E_1 \varepsilon_1(t) \quad (5.2.3)$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_1(t) + \varepsilon_3(t) \quad (5.2.4)$$

Où  $\varepsilon_1(t)$  et  $\varepsilon_3(t)$  sont les déformations du ressort et de l'amortisseur à l'instant  $t$ ,  $\eta$  est la viscosité de l'amortisseur et  $E_1$  présente l'élasticité du ressort.

Lors de l'essai de fluage en compression la contrainte appliquée est maintenue constante à  $\sigma_{f0}$ . Pour cela, la déformation d'un matériau qui suit la loi de Maxwell est une droite dont la pente est  $a$ . L'équation de la déformation  $\varepsilon(t)$  est définie ainsi en fonction de  $a$ , comme suit :

$$\varepsilon(t) = at + c \quad (5.2.5)$$

Avec  $c$  est une constante et  $a$  est défini selon l'équation 5.2.6 :

$$a = \frac{\sigma_{f0}}{\eta} \quad (5.2.6)$$

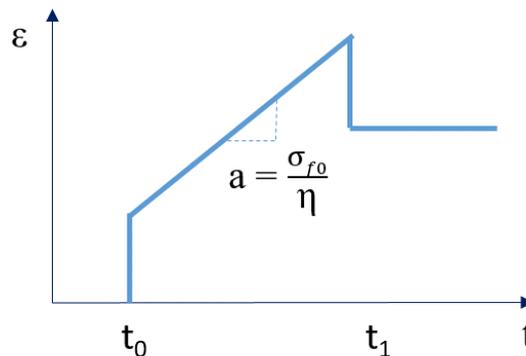


FIGURE 5.2.3 – Représentation graphique d'un essai en fluage d'un matériau répondant au modèle de Maxwell

#### — Modèle de Kelvin-Voigt

Le modèle de Kelvin-Voigt lui permet de décrire le comportement viscoélastique d'un matériau solide (fig. 5.2.5). En effet, il est constitué d'un ressort et d'un amortisseur assemblés en parallèle comme ce qui est présenté dans la figure 5.2.4.

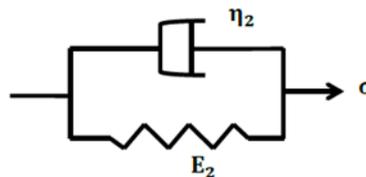


FIGURE 5.2.4 – Configuration du modèle de Kelvin-Voigt [185]

Pour la cas d'un matériau répondant au modèle de Kelvin-Voigt, sa contrainte s'écrit selon l'équation 5.2.7 :

$$\sigma(t) = \eta_2 \frac{d\varepsilon_2(t)}{dt} + E_2 \varepsilon_2(t) \quad (5.2.7)$$

Où  $\eta_2$  est la viscosité de l'amortisseur,  $E_2$  présente l'élasticité du ressort et  $\varepsilon_2$  est la déformation des deux éléments rhéologiques.

Pendant le test de fluage en compression, la déformation suit une loi exponentielle avec une valeur asymptotique correspondant à la déformation maximale du ressort  $E_2$ , selon l'équation suivante 5.2.8 :

$$\varepsilon(t) = c_2 \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau_{KV}}\right) + \frac{\sigma_{f0}}{E_2} \quad (5.2.8)$$

Où  $c_2$  est une constante et  $\tau_{KV}$  est le temps de relaxation du modèle de Kelvin-Voigt.

Plusieurs méthodes basées sur les modèles rhéologiques décrits ci-dessus ont été utilisées pour caractériser les propriétés rhéologiques du matériau. Le principe de base de toutes les méthodes est de mesurer la corrélation de la contrainte en fonction de la déformation ou l'inverse. Pour cette étude, un essai de dilatométrie sous différents niveaux de charge est adapté afin de quantifier la viscosité des mélanges argileux/CSR à 950°C .

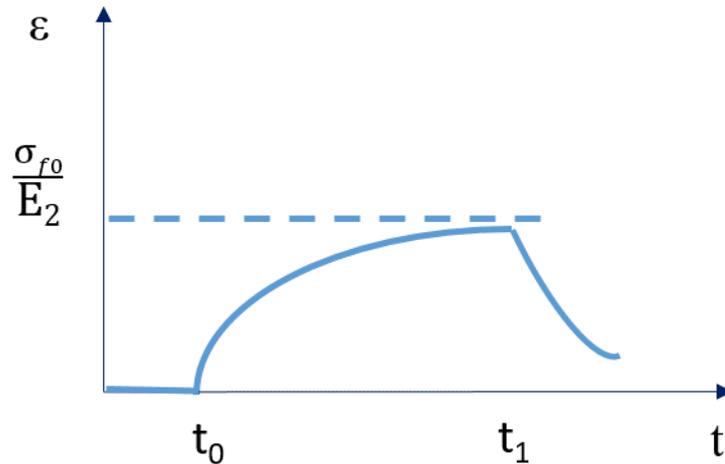


FIGURE 5.2.5 – Représentation graphique d'un essai en fluage d'un matériau répondant au modèle de Kelvin-Voigt

### 5.2.3.2 Conditions opératoires et hypothèses de l'essai de dilatométrie

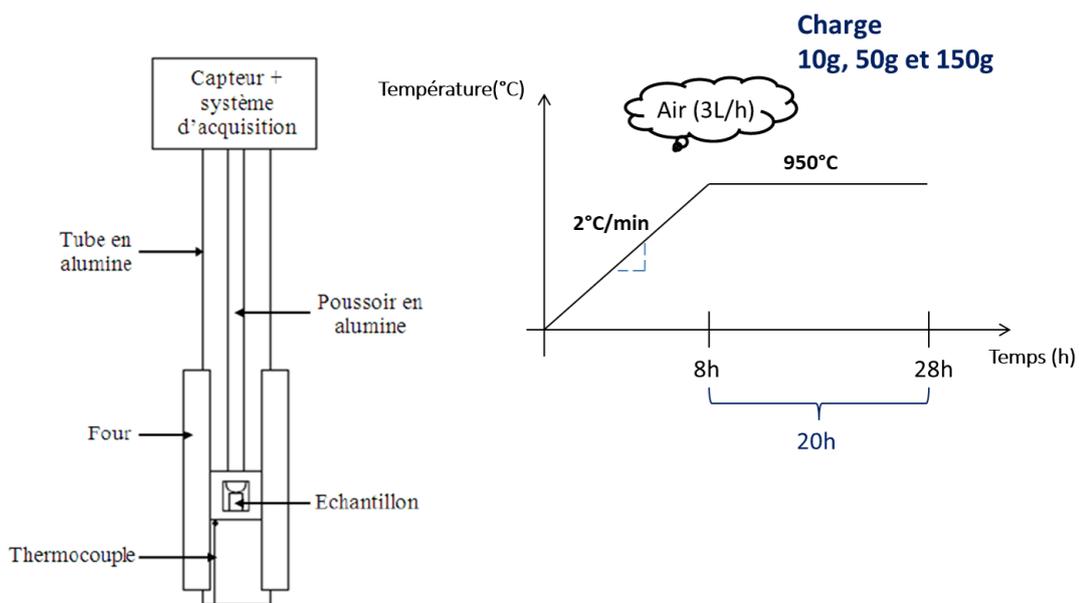
Le dispositif de l'analyse thermomécanique (ATM) décrit dans les chapitres 3 et 4 a été utilisé pour réaliser les essais de dilatométrie sous différents niveaux de charge. En effet, l'essai a été effectué à l'aide de l'appareil TMA Setsys 16/18 de SETARAM (fig. 5.2.6). Comme pour les analyses ATM, les échantillons sont supposés homogènes et isotropes et ils ont été de forme cylindrique de 13mm de hauteur et de 6mm de diamètre. Trois campagnes d'analyses ont été réalisées sur les mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30. Une première campagne en appliquant la même charge que pour les analyses ATM faites précédemment qui est une charge de 10g, dans l'objectif de compléter les résultats du modèle cinétique du frittage (chapitre 4). Et deux autres

campagnes en appliquant les charges de 50g et 150g pour étudier l'effet de la charge sur le comportement viscoélastique de ces mélanges argileux.

Pour toutes ces analyses, la charge a été appliquée à l'aide d'un palpeur sur l'échantillon placé dans un creuset en alumine. Le débit d'air a été fixé à 3L/h, la vitesse de chauffe a été de 2°C/min et avec un cycle de chauffe de 30°C-950°C suivi d'un palier isotherme de 20h.

Le choix de la température de 950°C a été basé sur les résultats du modèle cinétique du frittage qui ont montré que dans cette zone de température le frittage du matériau argileux est contrôlé par la présence des flux visqueux. Nous supposons que les variations dimensionnelles de l'échantillon au cours de ce palier isotherme à 950°C sont principalement influencées par la variation de la charge appliquée et donc permettent de tracer la courbe de déformation liée au comportement viscoélastique du matériau argileux.

Les analyses ont été répétées deux fois et une bonne répétabilité des mesures de déformation a été enregistrée (erreur < 0,05 %). Comme l'échantillon est d'une forme cylindrique de diamètre 6mm et de hauteur de 13mm, la surface de contact où la charge est appliquée est de  $S = 2,82 \times 10^{-5} \text{m}^2$ .



Dispositif du dilatomètre TMA

FIGURE 5.2.6 – Description du dilatomètre TMA et cycle thermique appliqué pour l'essai de dilatométrie sous différents niveaux de charge

## 5.3 Résultats et discussion

### 5.3.1 Suivi du module de Young

Les évolutions des modules de Young ( $E$ ) au cours d'un premier cycle thermique des mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 sont présentées en

figure (fig. 5.3.1). Les zones de températures relatives au changement de l'évolution de E ont été distinguées comme suit :

— **Pendant la chauffe**

L'évaporation de l'eau colloïdale entre 100°C et 200°C (zone A) a conduit à une augmentation de E. Ensuite, entre 500°C et 700°C (zone B) la déshydroxylation des minéraux argileux (kaolinite et illite) accompagnée du passage par le point quartz ( $\alpha \rightarrow \beta$ ) ont eu lieu. Ces changements minéralogiques n'ont contribué à aucun effet significatif sur la valeur de E. Au delà de la zone de la déshydroxylation, les mélanges argileux ont subi d'autres réactions principalement celle de la décarbonatation de la calcite entre 700°C et 850°C (zone C). Comme ce qui a été discuté dans les chapitres précédents, la réaction de décarbonatation a donné lieu à un dégagement de CO<sub>2</sub> et elle a été suivie par un début du rapprochement des particules. Il s'agit de la première étape du frittage des mélanges argileux [220], ce qui a conduit à une augmentation de E pour les trois mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 (fig. 5.3.1).

Après la phase de décarbonatation, les mélanges argileux ont connu une densification qui s'accompagne d'une baisse progressive de la porosité sous l'effet de la diffusion et du rapprochement des particules. Ce qui a été montré à l'aide des analyses ATM dans les chapitres précédents (chapitre 3 et 4). En plus, le mélange ML4CSR15-1 B30 a montré une création des phases visqueuses à base des éléments alcalins (K et Na), comme l'albite (NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) (voir DRX du chapitre 3). Ces phases visqueuses permettent d'accélérer la densification du matériau entre 850°C et 1040°C (zone D). Dans cette zone (D), les trois mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 ont montré une augmentation significative des valeurs de module de Young (E).

— **Pendant le refroidissement**

Au cours de la chauffe, les mélanges argileux ont subi des transformations minéralogiques comme la formation de l'albite (NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) pour le ML4CSR15-1 B30 et la formation de l'orthose (KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) pour MEL FAB ML B40 et ML4CSR28-1 B30. Ces phases se solidifient au cours du refroidissement en phases vitreuses [220, 304, 150, 53]. Ce qui a permis aux mélanges argileux de maintenir leur rigidité entre 1040°C et 600°C (fig. 5.3.1). A des températures inférieures à 600°C et en particulier au cours de la transformation allotropique du quartz ( $\beta \rightarrow \alpha$ ), les valeurs de E ont fortement diminué pour les trois mélanges argileux MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30. La diminution de E a continué jusqu'à la fin du cycle du refroidissement en conservant la même tendance entre les trois mélanges. A la fin de l'essai, les valeurs de E ont été enregistrées à :  $E_{ML4CSR15-1 B30} = 17,5$  GPa,  $E_{ML4CSR28-1 B30} = 15,2$  GPa et  $E_{MEL FAB ML B40} = 13,7$  GPa.

Cette tendance au niveau des évolutions de E entre les trois mélanges est en cohérence avec les résultats des essais mécaniques réalisés à l'aide de la flexion trois points dans le chapitre 3. Les contraintes à la rupture ( $\sigma$ ) de ML4CSR15-1 B30, ML4CSR28-1 B30 et MEL FAB ML B40 ont été de 15,0 MPa, 13,1 MPa et 10,2 MPa, respectivement. En effet, le mélange ML4CSR15-1 B30 est le plus résistant mécaniquement par rapport aux mélanges MEL FAB ML B40 et ML4CSR28-1 B30.

Pour compléter la compréhension de l'évolution de E, des analyses MEB ont été réalisées après application de ce premier cycle thermique aux mélanges argileux. La figure (fig. 5.3.2) présente des images MEB des MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30. Les images MEB ont montré des décohésions au niveau des interfaces avec les particules de quartz et la présence des microfissures. Ces observations permettent une meilleure identification des mécanismes d'endommagement qui sont à l'origine de la chute

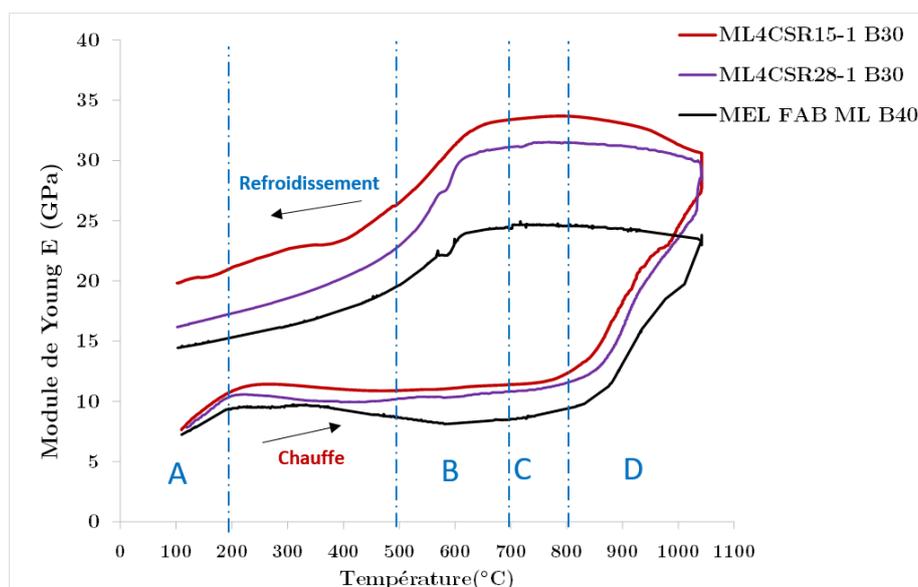


FIGURE 5.3.1 – Évolutions du module de Young E des mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 lors d'un premier cycle thermique

du module de Young lors du refroidissement, à partir du point quartz.

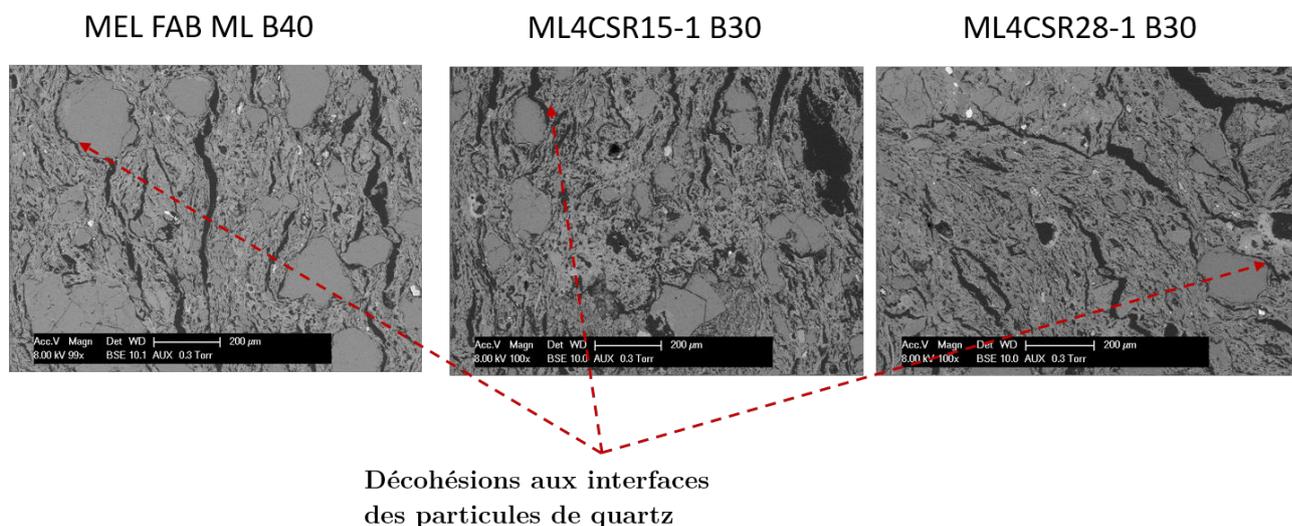


FIGURE 5.3.2 – Images MEB après le cycle thermique de l'essai de module de Young, des mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30

## 5.3.2 Essais de dilatométrie sous charge

### 5.3.2.1 Calcul de la viscosité $\eta$

Les courbes des essais de dilatométrie durant le palier isotherme à 950°C et sous une charge constante de 10g des mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 sont présentées en figure 5.3.3.

Les courbes sont considérées comme liées à un comportement de type fluage, en deux parties : un fluage primaire et un fluage secondaire [268, 304, 185]. Du début de l'essai et jusqu'à un temps de  $t = 10\text{h}$ , les comportements des trois mélanges argileux sont très similaires à celui décrit par le modèle de Kelvin-Voigt (fig. 5.2.5). Ensuite, au delà de  $t \geq 10\text{h}$ , les courbes ont un comportement équivalent à celui du modèle de Maxwell (fig. 5.2.3). Ce qui montre que les mélanges MEL FAB ML B40 et ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 sont des matériaux dont le comportement peut être décrit à la fois par les modèles de Kelvin-Voigt et de Maxwell.

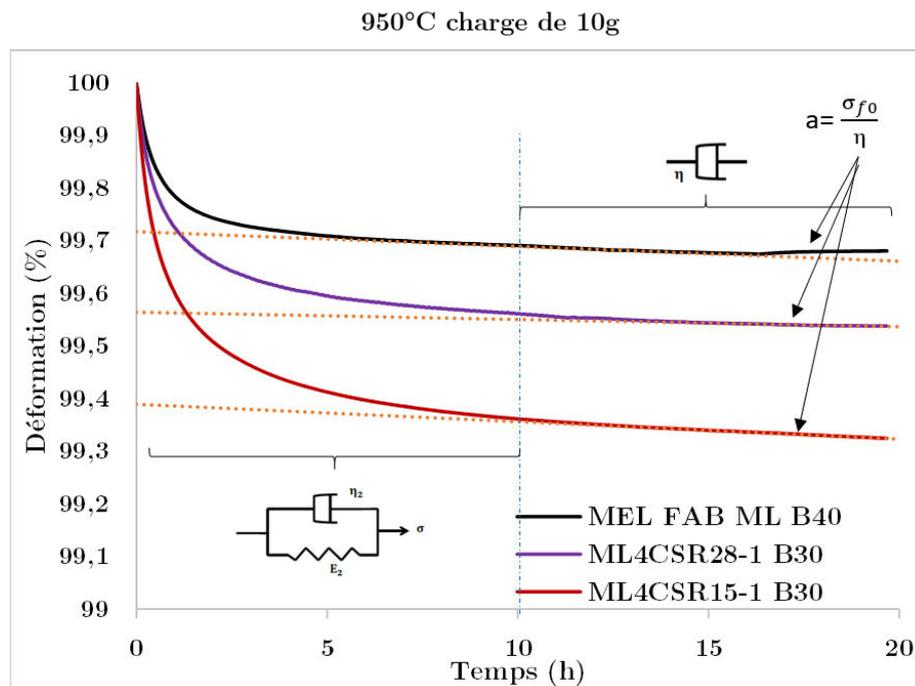


FIGURE 5.3.3 – Courbes de dilatométrie sous une charge de 10g pour les échantillons de MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 à 950°C

A l'aide des courbes de dilatométrie (à  $t \geq 10\text{h}$ ) et de l'application du modèle de Maxwell, l'ordre de grandeur de la viscosité des mélanges argileux a été déterminé. En effet, la pente quasi-linéaire du fluage à 10g a été calculée à l'aide de l'équation 5.2.6. Les valeurs de la viscosité ( $\eta$ ) ont été déterminées pour MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 et elles sont regroupées dans le tableau 5.1.

TABLE 5.1 – Valeurs de la viscosité  $\eta$  des mélanges : MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30

	Charge (g)	$\sigma_{f0}$ (Pa)	$\eta$ (Pa.s)	$R^2$
MEL FAB ML B40	10	3546	$4,56 \times 10^9$	0,98
ML4CSR15-1 B30			$3,87 \times 10^9$	0,99
ML4CSR28-1 B30			$9,12 \times 10^9$	0,96

Les valeurs de  $\eta$  des trois mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 sont du même ordre de grandeur,  $10^9$  Pa.s, ce qui est une valeur typique pour les

matériaux d'argile silicatée, des verres fondus ou des grès [80, 228, 323]. Les trois mélanges argileux ont présenté une viscosité élevée à la température de 950°C. Le mélange ML4CSR15-1 B30 a présenté la valeur de viscosité  $\eta$  la plus basse par rapport à MEL FAB ML B40 et ML4CSR28-1 B30 ( $\eta_{ML4CSR15-1 B30} < \eta_{MEL FAB ML B40} < \eta_{ML4CSR28-1 B30}$ ). Ceci confirme que l'ajout du CSR15 au sein de la matrice ML a conduit à une interaction entre les minéraux argileux et les éléments inorganiques du CSR15 afin de former des phases visqueuses au cours du frittage [53, 169]. L'ajout du CSR28 au sein de la matrice ML a montré aussi une viscosité élevée, du même ordre de grandeur ( $10^9$  Pa.s) et supérieure à celle du ML4CSR15-1 B30. Cela peut être lié à la présence de l'orthose ( $KAlSi_3O_8$ ) au sein du mélange ML/CSR28, comme ce qui a été montré dans les analyses DRX (chapitre 3).

### 5.3.2.2 Effet de la charge

La figure 5.3.4 présente les courbes de dilatométrie, durant le palier isotherme à 950°C, des trois mélanges en appliquant des charges de 10g, 50g et à 150g respectivement. Les mêmes comportements des mélanges MEL FAB ML B40 et ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 ont été enregistrés pour les charges de 10g, 50g et 150g. Les courbes de dilatométrie ont montré des comportements très similaires à celui de Kelvin-Voigt jusqu'à un temps de  $t=10h$ . Et au delà de  $t \geq 10h$ , les comportements des trois mélanges ont été proches de celui décrit par Maxwell.

Afin de déterminer les valeur de cette viscosité ( $\eta$ ) pour les deux cas de charge, l'équation de Maxwell 5.2.6 a été appliquée permettant de quantifier la pente des courbes (fig. 5.2). Les valeurs de  $\eta$  pour les trois mélanges argileux pour une charge de 10g, 50g et 150g sont regroupées dans le tableau 5.2.

Pour le cas de 50g et 150g, les valeurs de  $\eta$  des trois mélanges argileux/CSR ont été du même ordre de grandeur ( $10^{10}$  Pa.s) (tableau. 5.2). L'augmentation de la charge a conduit à une augmentation de la viscosité  $\eta$  des trois mélanges argileux. Cela signifie que les mélanges argileux sont des matériaux rhéoépaississants montrant qu'aux faibles augmentations de charge, le flux visqueux peut combler les vides entre les particules de façon à entièrement lubrifier les interfaces entre particules [150, 44]. Le mélange ML4CSR15-1 B30 a ainsi présenté la valeur de viscosité la plus basse parmi celles des trois mélanges argileux, elle a été de  $1,64 \times 10^{10}$  Pa.s et  $1,91 \times 10^{10}$  Pa.s pour une charge de 50g et 150g, respectivement. En effet,  $\eta_{ML4CSR15-1 B30} < \eta_{MEL FAB ML B40} < \eta_{ML4CSR28-1 B30}$  pour les trois charge 10g, 50g et 150g.

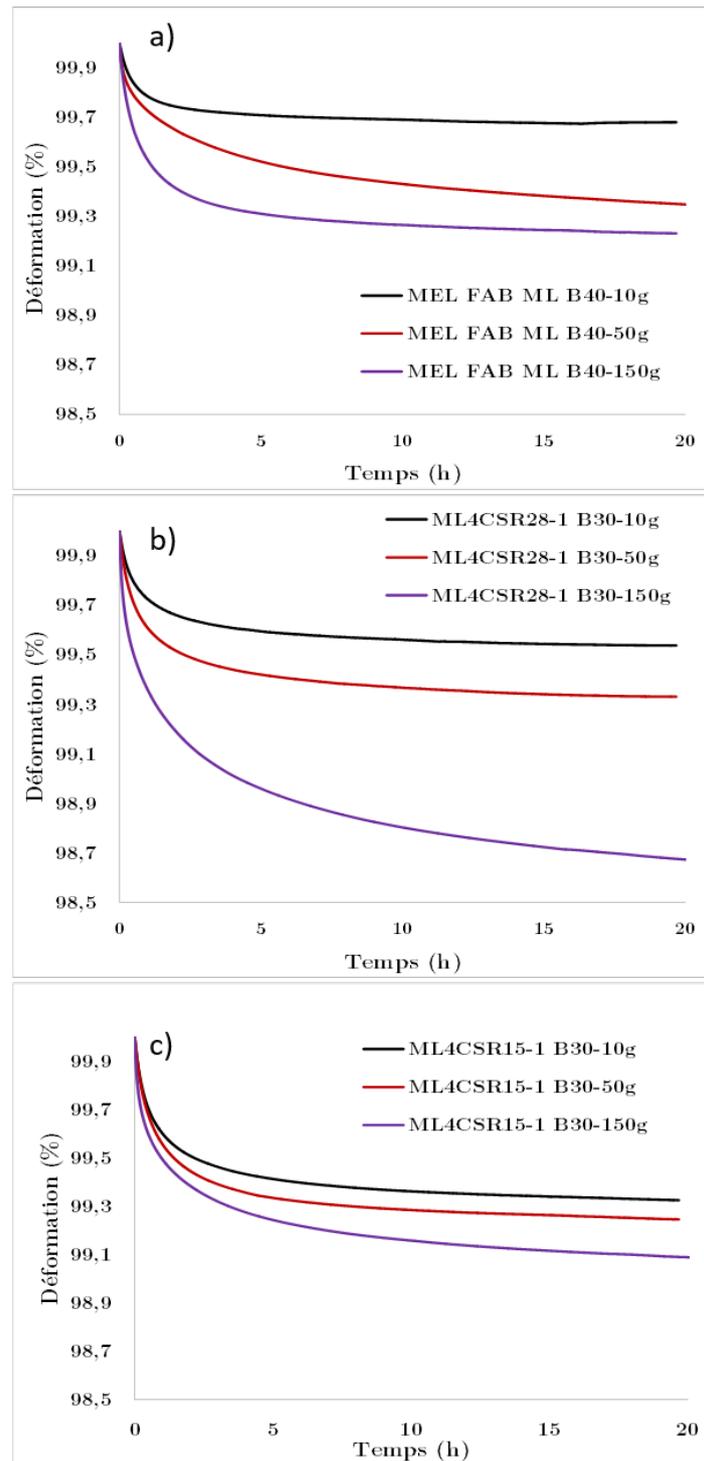


FIGURE 5.3.4 – Courbes de dilatométrie sous les charges de 10g, 50g et 150g des mélanges : a) MEL FAB ML B40, b) ML4CSR28-1 B30 et c) ML4CSR15-1 B30 à 950°C

TABLE 5.2 – Valeurs de la viscosité  $\eta$  des mélanges : MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30, avec des charges de 10g, 50g et 150g

	Charge (g)	$\sigma_{f0}$ (Pa)	$\eta$ (Pa.s)	$R^2$
MEL FAB ML B40	10	3546	4,56x10 <sup>9</sup>	0,98
ML4CSR15-1 B30			3,87x10 <sup>9</sup>	0,99
ML4CSR28-1 B30			9,12x10 <sup>9</sup>	0,96
MEL FAB ML B40	50	17730	1,99x10 <sup>10</sup>	0,97
ML4CSR15-1 B30			1,64x10 <sup>10</sup>	0,99
ML4CSR28-1 B30			3,04x10 <sup>10</sup>	0,96
MEL FAB ML B40	150	53191	2,49x10 <sup>10</sup>	0,99
ML4CSR15-1 B30			1,91x10 <sup>10</sup>	0,99
ML4CSR28-1 B30			3,61x10 <sup>10</sup>	0,99

## 5.4 Conclusion

Dans ce chapitre, une étude du comportement mécanique des mélanges argileux a été réalisée lors d'un premier cycle thermique. L'objectif est de suivre les variations du module de Young  $E$  des mélanges argileux en fonction de la température et de déterminer les caractéristiques des flux visqueux qui sont présents durant le frittage des mélanges argileux sans et avec incorporation de CSR. Trois mélanges argileux ont été étudiés : MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30. Cette étude a conduit aux conclusions suivantes :

- Suivi du module de Young  $E$  : les évolutions du module de Young  $E$  des trois mélanges au cours de chauffe-refroidissement ont montré la même tendance. Au cours de la chauffe, les différentes transformations physico-chimiques, principalement la décarbonatation et la densification, ont permis l'augmentation de  $E$ . Cependant, au cours du refroidissement et à des températures inférieures à 600°C, les valeurs de module de Young  $E$  ont fortement diminué en raison de la transformation allotropique du quartz ( $\beta \rightarrow \alpha$ ). Cette transformation a conduit à des décohésions observées à l'aide du MEB aux niveaux des particules de quartz et à la création des microfissures. A la fin de l'essai, les valeurs de  $E$  ont été enregistrées à :  $E_{ML4CSR15-1 B30} = 17,5$  GPa,  $E_{ML4CSR28-1 B30} = 15,2$  GPa et  $E_{MEL FAB ML B40} = 13,7$  GPa.
- Essais de dilatométrie à 950°C : les trois mélanges MEL FAB ML B40, ML4CSR15-1 B30 et ML4CSR28-1 B30 ont montré des comportements très similaires aux ceux des matériaux viscoélastiques répondant aux modèles de Kelvin-Voigt (à  $t < 10$ h) et de Maxwell (à  $t \geq 10$ h). Les essais de dilatométrie ont ainsi montré que l'augmentation de la charge appliquée a conduit à une augmentation de la viscosité des trois mélanges argileux. Ce qui signifie que les flux vitreux des trois matériaux ont un

comportement rhéoépaississant. Le mélange ML4CSR15-1 B30 a toujours montré la plus basse viscosité par rapport aux mélanges MEL FAB ML B40 et ML4CSR28-1 B30. Ce résultat est en cohérence avec les résultats du modèle cinétique du frittage des mélanges ML/CSR15-1 qui a été développé dans le chapitre 4.