

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département : Chimie Industrielle



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم: الكيمياء الصناعية

Mémoire présenté en vue de l'obtention  
Du diplôme de  
Master en génie des procédés  
Option : Génie Chimique

## THEME

**Effet de la vitesse du chauffage sur la cinétique  
de formation et les propriétés structurales  
d'un matériau céramique industriel**

**Présenté par :**

**Adaika iman**

**Devant le jury composé de :**

**Président : Dr.DJkhaba .Salim**

**Encadreur : Dr.Sakri .Adel**

**Examinatrice: Dr.Bouremel.Chérifa**

**Promotion Juin 2016**



## Remerciement

Tout d'abord, je remercie '*ALLAH*' tout puissant de m'avoir donné la force, le courage et l'espoir nécessaire pour accomplir ce travail.

J'exprime ma vive reconnaissance à mon encadreur *Dr. SAKRI Adel*, pour m'avoir suivi avec patience, et pour ses conseils et ses encouragements pour m'aider d'avoir réaliser ce travail.

Je tiens à exprimer mes remerciements les plus chaleureux à *Dr. BOUREMEL Chérifa*, pour ses aides, la confiance, l'attention et l'intérêt, qu'elle m'a donné pour examiner mon travail.

J'adresse mes plus respectueux remerciements à *Dr. DJEKHABA Salim*, pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury. Je tiens à lui exprimer ici tous mes respects.

Je ne peux manquer de remercier mes collègues : *Selma, Djaber, Islem, Mounira, Dhaia Elhak*, pour les beaux souvenirs et les belles moments qu'on a passé ensemble.

Enfin je remercie tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

# Sommaire

Remerciement .....	i
Résumé .....	ii
Sommaire .....	iii
Liste des figures .....	v
Liste des tableaux .....	vii
Introduction générale .....	1
Référence .....	3
<b>Chapitre I : Matériaux intelligents et matériaux piézoélectriques</b>	
I. Matériaux intelligents et matériaux piézoélectriques .....	4
I.1. Introduction .....	4
I.2. Définition des matériaux intelligents .....	4
I.3. Structure intelligente .....	4
I.3.1. Définition d'une structure intelligente .....	4
I.3.2. Types des structures intelligente .....	5
I.3.3. composants d'une structure intelligente .....	5
I.4. Différents types des matériaux intelligents .....	6
I.4.1. Alliages à mémoire de forme .....	6
I.4.2. Matériaux magnétostrictif .....	7
I.4.3. Matériaux piézoélectriques .....	7
I.5. Avantages et inconvénients des matériaux intelligents .....	8
I.6. Propriétés générales des céramiques .....	9
I.6.1. Liaisons chimiques .....	9
I.6.2. Microstructure des matériaux piézoélectriques .....	9
I.7. Propriétés physiques des matériaux piézoélectriques .....	10
I.7.1. Phénomène de piézoélectricité .....	10
I.7.1.1. pyroélectricité .....	10
I.7.1.2. ferroélectricité .....	11
I.8. céramiques piézoélectriques de type PZT .....	11
I.8.1. Structure de la maille pérovskite .....	11
I.8.2. Diagramme de phase de l'oxyde ternaire Pb (Zr <sub>x</sub> Ti <sub>1-x</sub> )O <sub>3</sub> .....	12
I.8.3. Effet du dopage dans les céramiques de PZT .....	14

I.9. Applications des matériaux intelligents et structure intelligents .....	14
Référence .....	17
<b>Chapitre II : Synthèse d'une céramique PLZT et l'effet de la vitesse de chauffage</b>	
II. Synthèse d'une céramique PLZT et l'effet de la vitesse de chauffage .....	19
II.1.Introduction .....	19
II.2. Procédés de synthèse de PZT .....	19
II.2.1.Synthèse par voie liquide .....	19
II.2.2.Synthèse par voie solide .....	21
II.2.2.1. Voie solide par calcination .....	22
II.2.2.2. Voie solide par activation mécanique (broyage sec) .....	23
II.3.Frittage .....	25
II.4.Effet de la vitesse du chauffage .....	25
II.5.Caractérisation structurale .....	25
II.5.1. Définition diffraction des rayons X .....	25
II.5.2. Technique de diffraction des RX .....	25
II.5.3.Spectres typiques de DRX .....	27
Référence .....	28
<b>Chapitre III : Etude expérimentale et résultat et discussion</b>	
III. Etude expérimentale et résultat et discussion .....	29
III.1.Introduction .....	29
III.2. méthode de préparation des échantillons .....	29
III.2.1.Produit de départ .....	30
III.2.1.1.Oxydes de base .....	30
III.2.1.2.Dopants .....	32
III.2.2.Pesée et agitation .....	33
III.2.3. Séchage à l'étuve .....	34
III.2.4. Broyage .....	34
III.2.5. Calcination .....	35
III.3.Résultat et discussion .....	36
Référence .....	41
Conclusion générale .....	42

## Liste des figures

- Figure I.1** Structures intelligentes.
- Figure I.2** Télescope Hubble lancé en avril 1990.
- Figure I.3** Un capteur magnétostrictif
- Figure I.4** Microstructure d'une surface céramique polie.
- Figure I.5** effet piézoélectrique direct.
- Figure I.6** effet piézoélectrique inverse.
- Figure I.7** Maille cubique de PZT.
- Figure I.8** Représentation du réseau tridimensionnel d'octaèdres.
- Figure I.9** Diagramme de phase du  $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$  tiré de Jaffe et al.
- Figure I.10** Distorsions de la structure pérovskite.
- Figure I.11** contrôle de santé des ailes d'avion par éléments piézoélectriques.
- Figure I.12** pastilles piézoélectriques intégrées dans une chaussure.
- Figure I.13** Briquet.
- Figure I.14** Capteur de pression piézoélectrique.
- Figure I.15** Microphones.
- Figure II.1** Organigramme pour l'élaboration de poudres céramiques par voie solide par calcination.
- Figure II.2** Organigramme pour l'élaboration de poudres céramiques par voie solide par activation mécanique.
- Figure II.3** Mécanismes de transfert de matières.
- Figure II.4** diffraction rayon X.
- Figure II.5** Spectres typiques de DRX des phases: a) Rhomboédrique (R) ;  
b) Tétragonale (T).
- Figure II.6** Spectres typiques de DRX des phases Tétragonale +Rhomboédrique(T+R)
- Figure III.1** Principales étapes pour la synthèse de céramique PLZT.
- Figure III.2** Monoxyde de plomb.
- Figure III.3** Dioxyde de zirconium.
- Figure III.4** Oxyde de lanthane.
- Figure III.5** Dioxyde de titane.
- Figure III.6** Trioxyde de d'antimoine.
- Figure III.7** Oxyde de zinc.

- Figure III.8** Agitateur magnétique.
- Figure III.9** Étuve.
- Figure III.10** mortier en verre.
- Figure III.11** Schéma des cycles de calcination.
- Figure III.12** four à moufle.
- Figure III.13** diffractogramme des rayons X de PLZT préparé à la vitesse de chauffage 2°C/min.
- Figure III.14** diffractogramme des rayons X de PLZT préparé à la vitesse de chauffage 4°C/min.
- Figure III.15** diffractogramme des rayons X de PLZT préparé à la vitesse de chauffage 6°C/min.
- Figure III.16** diffractogramme des rayons X de PLZT préparé à la vitesse de chauffage 8°C/min.
- Figure III.17** diffractogramme des rayons X de PLZT préparé à la vitesse de chauffage 10°C/min.
- Figure III.18** Paramètre de maille «  $C_T$  » en fonction de la vitesse de chauffage.

## *Liste des tableaux*

<b>Tableau I.1</b>	Comparaison des matériaux intelligents.
<b>Tableau II.1</b>	Problèmes causés par la calcination.
<b>Tableau III.1</b>	Produits utilisés pour la synthèse.
<b>Tableau III.3</b>	Identification des phases présentant dans les échantillons préparés.
<b>Tableau III.2</b>	Paramètres cristallins des phases obtenus selon la fiche JPCD.
<b>Tableau III.4</b>	Paramètres cristallins corrigé.
<b>Tableau III.5</b>	Paramètre de maille $C_T = c/a$ .

## Résumé

Ce travail a pour but de synthétiser un matériau céramique piézoélectrique à base de PLZT par voie solide et étudier l'effet de la vitesse du chauffage sur les propriétés structurales du produit obtenu. Pour la caractérisation structurale on a utilisé un diffractomètre des rayons X (DRX), le résultat obtenue montre clairement que la vitesse de chauffage lors du traitement thermique (calcination) a un effet remarquable sur la formation des phases cristallines des produits et leurs paramètres de maille.

**Mot clés :** PLZT, calcination, vitesse de chauffage, caractérisation structurale.

## Abstract

The purpose of this work is to synthesis piezoelectric ceramic materials based on PLZT by a solid state process, and study the heating rate effect on the structural properties of the resultant product. For the structural characterization, we have used the X-ray diffraction method (XRD) with a JCPDS database (Joint Committes of Powder Diffraction Standards). The obtained results show clearly that the heating rate during the pre-sintering (or calcining step) has an outstanding effect on the formation of crystalline phases of obtained product and their cell parameters.

**Key words:** PLZT, calcination, Heating rate, structural characterization.

## المخلص

يهدف هذا العمل إلى تحضير مادة السيراميك الكهروضغطية ذات الأساس PLZT بالطريقة الصلبة و دراسة تأثير سرعة التسخين على الخصائص البنيوية للمنتج المتحصل عليه. من أجل الخصائص البنيوية استخدمنا الأشعة السينية (DRX) و قد أظهرت النتائج المتحصل عليها بوضوح أن سرعة التسخين خلال المعالجة الحرارية (التكليس) لها تأثير بارز على تشكيل البنية البلورية للنواتج المتحصل عليها الخصائص البلورية الخاصة بها.

الكلمات الرئيسية : PLZT , التكليس , سرعة التسخين, البنيوية.



# *Introduction générale*

## **Introduction générale**

À travers l'histoire de l'humanité, les premières civilisations se sont construites grâce à des matériaux naturels : le bois, la pierre, le cuir, l'os, la corne, le lin ou le chanvre. Mais plus récemment, l'émergence des matières plastiques, puis des composites, dans le bâtiment, l'automobile l'aéronautique, le sport ou le secteur militaire. Un objet naturel ou en matière plastique dépend des caractéristiques de la matière qui le constitue. Mais progressivement, les chercheurs et les ingénieurs ont eu le besoin d'utiliser des matériaux comportant eux-mêmes leurs propres fonctions [1].

Les études théoriques et expérimentales de ce phénomène seront faites plus tard par les frères Pierre et Jaques Curie, à qui l'on attribue la preuve et la découverte de « l'effet piézoélectrique directe » et ses rapports avec les symétries cristallines, « l'effet piézoélectrique inverse » sera suggère théoriquement par le physicien Lippmann en 1881 et confirmé expérimentalement par les frères Curie dans la même année.

Quelques années plus tard (1950-1960), que de nouvelles céramiques donnent un deuxième souffle à la piézoélectricité. Les solutions solides de Zircono-Titanate de Plomb (PZT) de formule de base  $Pb (Zr_x Ti_{1-x}) O_3$  permettent de réaliser un saut important dans le monde de la technologie des céramiques.

Les céramiques de type PZT sont utilisées dans nombreuses applications telles que les générateurs d'impulsions, les capteurs et les actionneurs. Les matériaux piézoélectriques sont des composés particulièrement intéressants, pour ce type d'application les recherches s'orientent de plus en plus vers l'élaboration des solutions solides: Zirconate-Titanate de Plomb (PZT) qui ont présentées des propriétés électriques et électromécaniques très intéressantes, du fait de leur nature diélectriques et piézoélectriques (ferroélectriques, pyroélectricités) [2].

L'objectif de ce travail est synthétisé un matériau céramique de type piézoélectrique à base de PLZT selon la formule suivante : (0.5 PZS- 0.5PLZT) par voie solide. L'étude du l'effet de la vitesse de chauffage lors de calcination sur les propriétés structurales a été suivi par une analyse structurale de diffraction des rayons X à l'aide d'un diffractomètre des rayons X (DRX).

Ce mémoire se compose de trois chapitres :

- 🌈 Chapitre I: Consacré à des généralités sur les matériaux intelligents et leurs différents types suivis d'une généralité sur les céramiques piézoélectriques et leurs propriétés structurales et physiques.

- Chapitre II : Généralité sur les procédés de synthèse de céramique PLZT avec une synthèse bibliographique sur l'effet de la vitesse de chauffage sur la cinétique de formation de PZT, et les caractérisations structurales par DRX.
- Chapitre III : montre les étapes d'élaboration des échantillons, et les résultats obtenus avec discussion.

En termine par une conclusion générale.



# Chapitre I :

## *Matériaux intelligents et matériaux piézoélectriques*

## **I. Matériaux intelligents et matériaux piézoélectriques**

### **I.1. Introduction**

Les matériaux intelligents, nés au début des années 1980 de travaux menés principalement aux États-Unis dans le domaine de l'aérospatiale et qui concernent aujourd'hui tous les secteurs d'activités. Grâce aux matériaux intelligents les fonctions sont inscrites dans la forme et dans la matière. Les matériaux deviennent adaptatifs et évolutifs. Cette révolution pour le XXI<sup>e</sup> siècle marque le grand retour de la chimie. Les matériaux intelligents célèbrent aussi le rôle grandissant des modèles biologiques dans la conception de produits nouveaux. Copier les systèmes vivants, les micromachines moléculaires ou cellulaire, les membranes actives ou sélectives, permet d'explorer des voies d'applications nouvelles dans le domaine médical ou de l'informatique. Les matériaux intelligents s'imposent dans les secteurs les plus divers, allant du bâtiment aux équipements sportif en passant par la biomédecine, la robotique ou le secteur militaire [1].

### **I.2. Définition des matériaux intelligents**

Un matériau intelligent est sensible, adaptatif et évolutif. Ils possèdent des fonctions qui lui permettent de se comporter comme un capteur (détecter des signaux), un actionneur (effectuer une action sur son environnement) ou parfois comme un processeur (traiter, comparer, stocker des informations). Ce matériau est capable de modifier spontanément ses propriétés physiques, par exemple sa forme, sa connectivité, sa viscoélasticité ou sa couleur, en réponse à des excitations naturelles ou provoquées venant de l'extérieur ou de l'intérieur du matériau variations de température, contraintes mécaniques, champs électriques ou magnétiques. Le matériau va donc adapter sa réponse, signaler une modification apparue dans l'environnement et dans certains cas, provoquer une action de correction. Il devient ainsi possible de détecter des faiblesses de structures dans le revêtement d'un avion, des fissures apparaissant dans un bâtiment ou un barrage en béton, réduire les vibrations de pales d'hélicoptère, ou insérer dans les artères des filtres qui se déploieront pour réduire le risque de dispersion de caillots sanguins [1].

### **I.3. Structure intelligente**

#### **I.3.1. Définition d'une structure intelligente**

C'est une structure qui réagit à un ensemble de sollicitations en fonction de sensibilités qui lui seront proposées. Elle aura, par exemple, la possibilité de choisir la réponse la mieux

adaptée parmi un ensemble de solutions possibles si la structure du processeur le permet, d'où la notion d'intelligence. En fait, un matériau réellement intelligent n'existe pas car il serait alors capable d'intuition créative devant une situation inattendue [2].

### I.3.2. Types des structures intelligentes

➤ **Structure sensible**

Elle comprend des capteurs ou senseurs susceptibles d'apporter au système des informations sur l'environnement ou elle-même et de les transmettre à son utilisateur.

➤ **Structure adaptable**

Elle comprend des actionneurs pouvant modifier leurs caractéristiques. Ainsi, la structure s'adaptera à l'environnement.

➤ **Structure adaptative**

Le matériau est à la fois sensible et adaptable. Il réagit à un seul type de sollicitation suivant une loi de comportement bien définie. Ce type de réaction nécessite la présence d'un processeur assurant un lien entre la fonction capteur et la fonction actionneur.

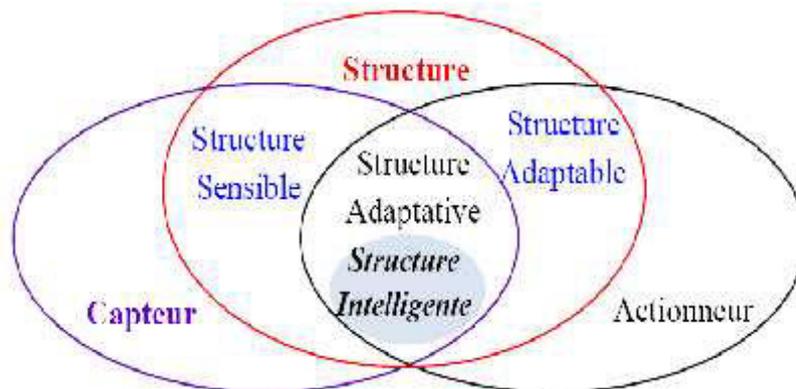


Figure I.1 : Structures intelligentes [2].

### I.3.3. Composants d'une structure intelligente

Les cinq composants fondamentaux d'une structure intelligente sont les suivants:

**A/ Acquisition des données (détection tactile)**

Ce composant sert à recueillir les données brutes nécessaires pour capter et surveiller correctement la structure.

**B/ Transmission des données (nerfs sensitifs)**

Ce composant sert à envoyer les données brutes aux unités locales et/ou à l'unité centrale de commande et de contrôle.

**C/ Unité de commande et de contrôle (cerveau)**

Ce composant gère et contrôle l'ensemble du système en analysant les données, tire les conclusions convenables et décide des mesures nécessaires.

**D/ Instructions (nerfs moteurs)**

Ce composant transmet les décisions prises et les instructions connexes aux composants de la structure.

**E/ Dispositifs d'activation (muscles)**

Ce composant provoque une réaction en activant les dispositifs ou les unités de contrôle [3].

**I.4. Différents types des matériaux intelligents****I.4.1. Alliages à mémoire de forme**

Les alliages à mémoire de forme sont communément appelés AMF (en anglais SMA Shape Memory alloy). Ils sont de plus en plus connus et utilisés. Plusieurs applications ont vu le jour au cours des dernières décennies dans plusieurs domaines tels que, le domaine biomédical, l'aérospatiale, la robotique... etc. Dans tous ces domaines d'application, les AMF sont utilisés soit pour leur propriété de mémoire de forme, soit pour leur propriété super élastique, soit pour leur effet amortissant. Malgré le fait qu'ils soient de plus en plus connus et utilisés, ils demeurent coûteux comparativement aux autres matériaux plus communs. Par contre, dans certaines situations, ils peuvent devenir économiquement rentables puisqu'il est possible de remplacer des dispositifs très complexes par un simple dispositif d'AMF [4].

➤ Exemple :



**Figure I.2 :** Télescope Hubble lancé en avril 1990 [4].

### I.4.2. Matériaux magnétostrictif

Les matériaux magnétostrictifs peuvent se déformer sous l'action d'un champ magnétique. La déformation est proportionnelle au carré de la puissance du champ appliqué. Ces matériaux vont être capables de s'adapter automatiquement à l'environnement en prenant des formes utiles en réaction à des sollicitations extérieures d'ordre acoustique, vibratoire, mécanique ou thermique. L'effet magnétostrictif est, en général, moins important que l'effet piézoélectrique [5].

- Exemple :

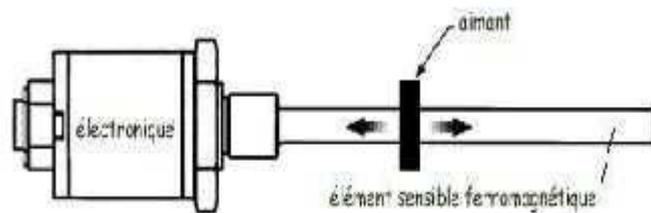


Figure I.3: Capteur magnétostrictif [4].

### I.4.3. Matériaux piézoélectriques

Parmi les différents types de matériaux piézoélectriques, on peut distinguer :

- **Céramiques :**

Une céramique est un matériau solide de synthèse qui nécessite souvent des traitements thermiques pour son élaboration. La plupart des céramiques modernes sont préparées à partir de poudres consolidées (mises en forme) et densifiées par un traitement thermique (le frittage). Ces céramiques sont des matériaux polycristallins [6].

- **Cristaux :**

Nous citerons seulement le quartz et certains cristaux à base de bismuth et de lithium (comme le niobate de lithium et le tantale de lithium) découverts en 1949. Ces matériaux sont très stables mais ont de faibles coefficients piézoélectriques. Il est actuellement possible de fabriquer de nombreux monocristaux de même composition que les céramiques citées précédemment mais les techniques mises en jeu sont délicate et coûteuses [6].

- **Polymères :**

Découverts en 1969, les films polymères semi-cristallins de type polyfluorure de vinilydène (PVDF) présentent des propriétés piézoélectriques lorsqu'ils sont étirés sous un champ électrique. Les premières applications comme filtres à ondes de surface sont apparues au début des années 80 [6].

➤ **Composites :**

Ce sont des céramiques massives découpées et noyées dans des résines. Des bâtonnets de céramique piézoélectrique sont intégrés dans un matériau polymère. La céramique et la résine sont choisies en fonction des caractéristiques souhaitées pour le matériau composite. La géométrie de la microstructure elle-même peut être adaptée [6].

### I.5. Avantages et inconvénients des matériaux intelligents

Il est intéressant de faire une comparaison qualitative des ces trois catégories afin d'en faire ressortir les avantages et les inconvénients, Le tableau I.1 résume les avantages et inconvénients de ces principaux matériaux intelligents [7].

**Tableau I.1 :** Comparaison des matériaux intelligents [7].

Matériaux	Avantages	Inconvénients
Alliage à mémoire de forme AMF	-Force importante. -Densité énergétique importante. -Résistance importante. -Grande élasticité.	-Basse fréquence. -Faible bande passante. -Variation de température limitée.
Matériaux magnétostrictifs	-Contrôle sans contact. -Hautes fréquences. -Hautes variations de température.	-Tension limitées. -Matériaux fragiles.
Matériaux piézoélectrique	-Densité énergétique importante. -Grande bande passante. -Hautes fréquences. -Faibles puissance de mise en action.	-Tension limitées. -Equipement auxiliaire nécessaire. -Matériaux fragiles. -Variation de température limitée.

## I.6. Propriétés générales des céramiques

Les propriétés des céramiques dépendent de la structure du matériau (nature des atomes et du type de liaison) et de la méthode de leur fabrication [6].

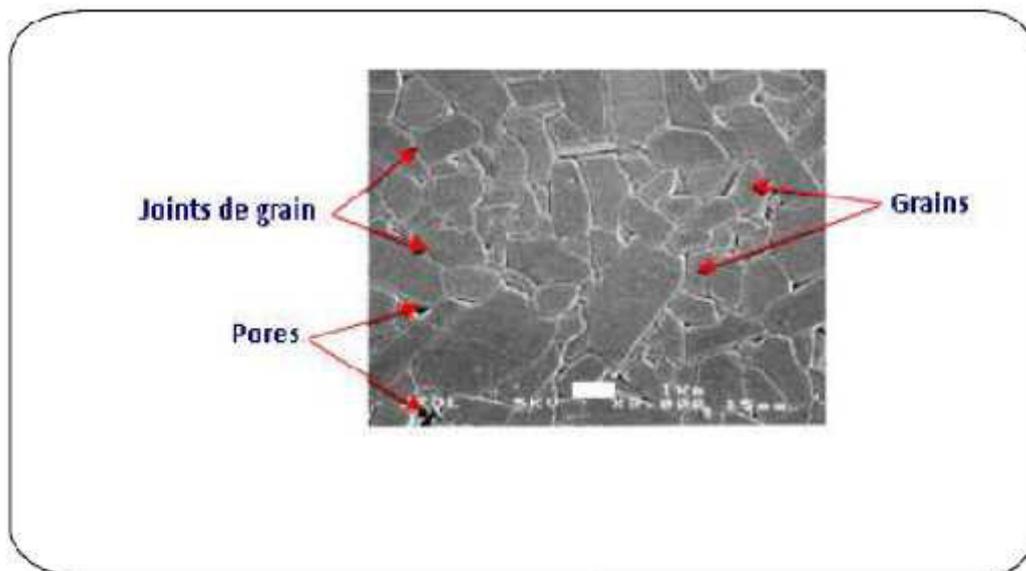
### I.6.1. Liaisons chimiques

Les éléments qui entrent dans la composition des céramiques sont liés entre eux par des liaisons fortes, covalentes ou ioniques, et forment des composés hétéros polaires (anion et cation). Les propriétés générales qui découlent de ces liaisons sont :

- Mauvaise conductivité de l'électricité et de la chaleur par les céramiques. Donc ils peuvent utilisés comme diélectriques et comme isolants thermiques.
- Les céramiques ont des températures de fusion très élevée due à la forte stabilité des liaisons ioniques et covalentes. Donc les céramiques sont utilisées largement comme matériaux réfractaires [6].

### I.6.2. Microstructure des matériaux piézoélectriques

Les céramiques cristallines forment des microstructures polycristallines de structure complexe de grains et de joints de grains (figure I.4) .Chaque grain est un monocristal plus ou moins parfait. La structure des joints de grains est plus complexe car les interactions électrostatiques entre les ions apportent des contraintes d'équilibre supplémentaire (les ions de même signe doivent toujours s'éviter). En conséquence une fraction de porosité est fréquemment rencontrée dans les céramiques [8].



**Figure I.4** : Microstructure d'une surface céramique polie [8].

## I.7. Propriétés physiques des matériaux piézoélectriques

### I.7.1. Phénomène de piézoélectricité

La propriété que possèdent certains matériaux (cristaux, céramiques, polymères ou composites) à pouvoir transformer une énergie électrique en une énergie mécanique. La charge électrique est proportionnelle à la contrainte mécanique imposée : c'est l'effet piézoélectrique direct (figure I.5). L'effet réciproque, encore appelé effet inverse (figure I.6), fait que l'application d'un champ électrique externe provoque une déformation mécanique du matériau [9].

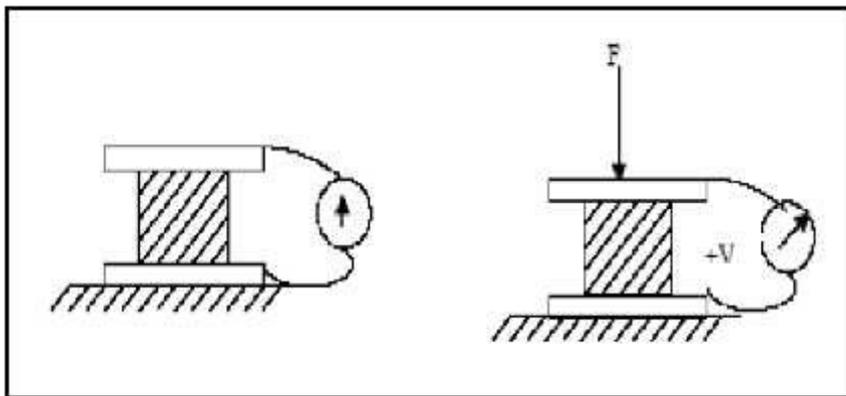


Figure I.5: Effet piézoélectrique direct [9].

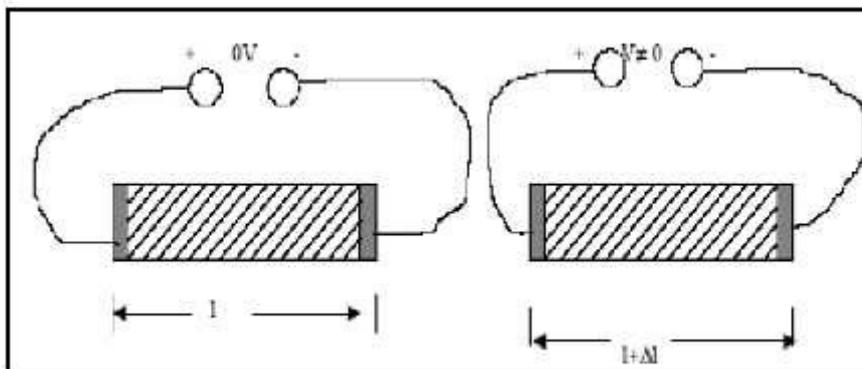


Figure I.6: Effet piézoélectrique inverse [9].

#### I.7.1.1. Pyroélectricité

Dix des vingt classes cristallines piézoélectriques présentent une polarisation naturelle selon au moins une direction, appelée aussi polarisation spontanée (ou moment dipolaire permanent). L'amplitude du moment dipolaire étant fonction de la température, pour observer

la variation de la polarisation spontanée de ces cristaux en mesurant les charges écoulées dans un circuit fermé extérieur il faut varier la température. Ce sont des cristaux pyroélectriques [9].

### I.7.1.2. Ferroélectricité

Les matériaux ferroélectriques forment un sous-groupe des matériaux pyroélectriques qui ont la particularité de pouvoir se polariser selon deux axes ou plus, pour lesquels l'axe polaire, est le support d'un dipôle permanent et mobile dans le réseau cristallin et ce sous l'influence d'un champ électrique extérieur [9].

## I.8. Céramiques piézoélectriques de type PZT

Les premiers matériaux piézoélectriques à base de zircono – titanates de plomb notés PZT ont été élaborés dès 1954. Ils se sont répandus très rapidement car leurs propriétés supplantent de loin celles de toutes les autres familles de composés. Les PZT sont préparés à partir d'un mélange binaire de  $\text{PbTiO}_3$  (ferroélectrique) et de  $\text{PbZrO}_3$  (anti-ferroélectrique). Il faut savoir que ce mélange est miscible en toutes proportions [10].

### I.8.1. Structure de la maille pérovskite

La structure de type pérovskite  $\text{ABO}_3$  cristallise dans sa forme la plus simple dans une maille cubique si (A) est pris comme origine de la maille. Dans cette structure, (A) est un cation bivalent de grand rayon et de coordinence douze. Huit cations (A) forment la maille cubique. Les ions oxygène sont au centre de chaque face et forment un octaèdre au centre duquel se trouve le cation (B) qui doit, de part le fait, avoir un rayon très faible. Il est tétravalent et de coordinence six. Dans le cas du PZT (figure I.7), le cation (A) est  $\text{Pb}^{2+}$  de rayon 119pm, le cation (B) est soit un ion  $\text{Zr}^{4+}$  (84pm), soit un ion  $\text{Ti}^{4+}$  (61pm) [9].

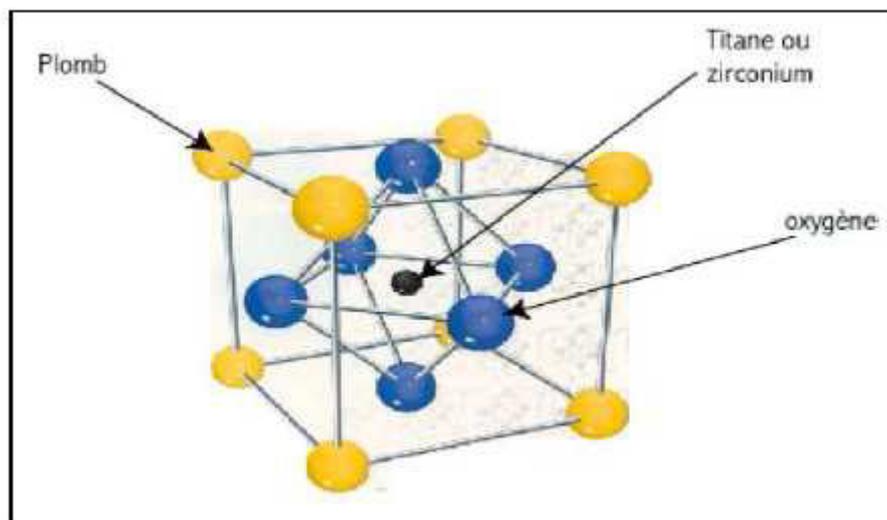
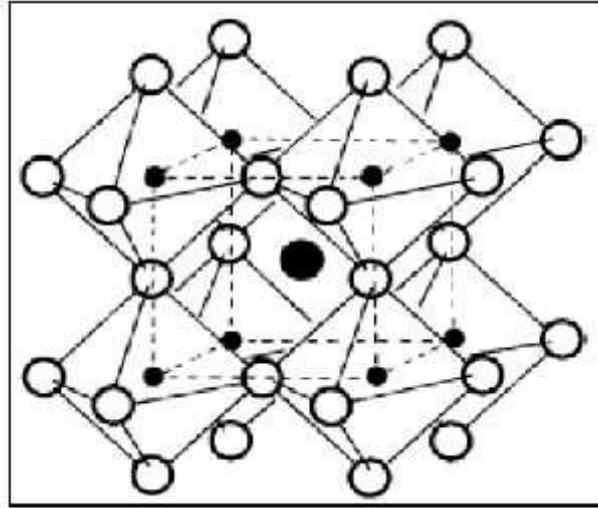


Figure I.7 : Maille cubique de PZT [9].

Le site octaédrique pouvant être occupé par des ions de tailles différentes, cela entraîne des distorsions de la maille pérovskite. Ce sont ces distorsions qui donnent un caractère ferroélectrique au matériau, puisque la maille cubique est para-électrique.



**Figure I.8:** Représentation du réseau tridimensionnel d'octaèdres [9].

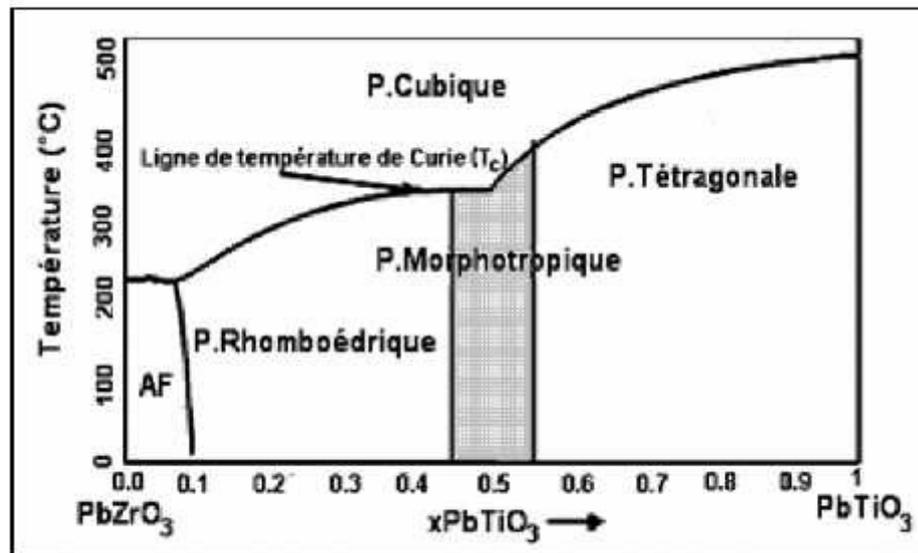
### I.8.2. Diagramme de phase de l'oxyde ternaire $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$

Au-dessus de la température de Curie ( $T_C$ ), c'est dans la phase cubique que le PZT cristallise, en dessous de cette température  $T_C$ , différentes structures deviennent possibles en fonction du rapport de Zr et de Ti. Nous pouvons classer ces structures en fonction du taux de Zirconium noté "x" dans la formule générique :  $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ .

Pour  $x > 0,55$ , nous sommes dans le domaine riche en zirconium et la phase de cristallisation présente une structure rhomboédrique. Le PZT possède un moment dipolaire permanent.

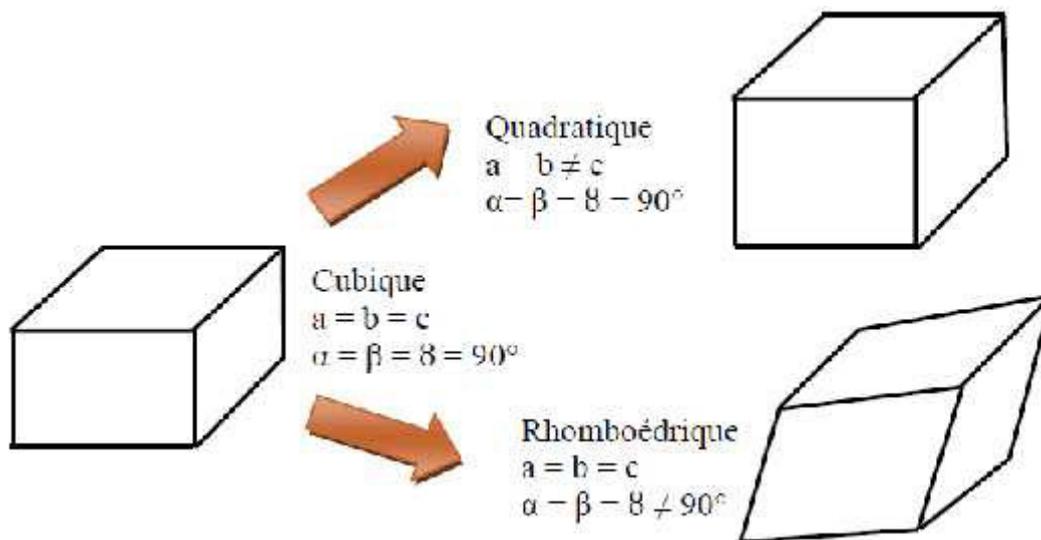
Pour  $x < 0,45$ , nous sommes dans le domaine riche en titane et cette fois la phase de cristallisation présente une structure quadratique.

Pour une valeur de x comprise entre 0,45 et 0,55, nous avons un mélange des deux structures, nommée phase morphotropique. Dans cet intervalle les propriétés piézoélectriques du PZT sont les meilleures. La (figure I.9) donne le diagramme de phase du PZT en fonction du pourcentage de Titanate de Plomb en solution solide dans le Zirconate de Plomb, les deux étant miscibles en toute proportion. Nous pouvons noter qu'une petite zone correspondant à une céramique pauvre en titane est anti-ferroélectrique (notée AF), la partie grise est la zone morphotropique [9].



**Figure I.9 :** Diagramme de phase du  $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$  tiré de Jaffe et al [9].

Les deux phases ferroélectriques sont obtenues par déformation de la maille cubique para-électrique, et présentent alors un moment dipolaire permanent. Pour la phase quadratique, un côté du cube est allongé pour donner l'axe (c) alors que les deux autres côtés sont comprimés pour donner l'axe (a) quadratique. Pour la phase rhomboédrique, le cube est étiré suivant une diagonale qui traverse entièrement la maille (figure I.10) [10].



**Figure I.10:** Distorsions de la structure pérovskite [10].

### I.8.3. Effet du dopage dans les céramiques de PZT

Les propriétés physiques des céramiques PZT dépendent fortement des substitutions cationiques (dopage) en site A ou en site B de la maille pérovskite. Généralement, on peut classer les PZT en deux grandes familles selon la valence du dopant et celle de l'ion substitué:

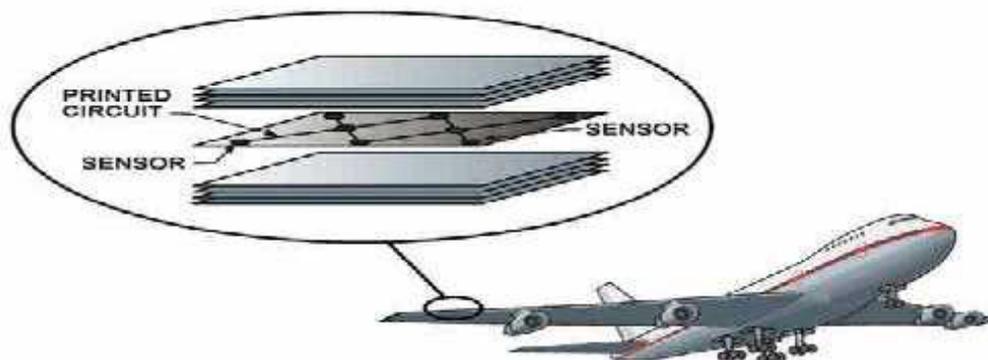
-Dans les PZT durs, les dopants sont de valence inférieure à celle de l'ion substitué. Ce sont des ions accepteurs ( $\text{Na}^+$  et  $\text{K}^+$ ) en site A ou ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{3+}$  et  $\text{Ni}^{2+}$ ) en site B).

-Dans les PZT doux, les dopants sont de valence supérieure à celle de l'ion substitué. Ce sont des ions donneurs ( $\text{La}^{3+}$  en site A ou  $\text{Nb}^{5+}$ ,  $\text{Sb}^{5+}$  et  $\text{W}^{6+}$  en site B) [5].

### I.9. Applications des matériaux intelligents et structure intelligente

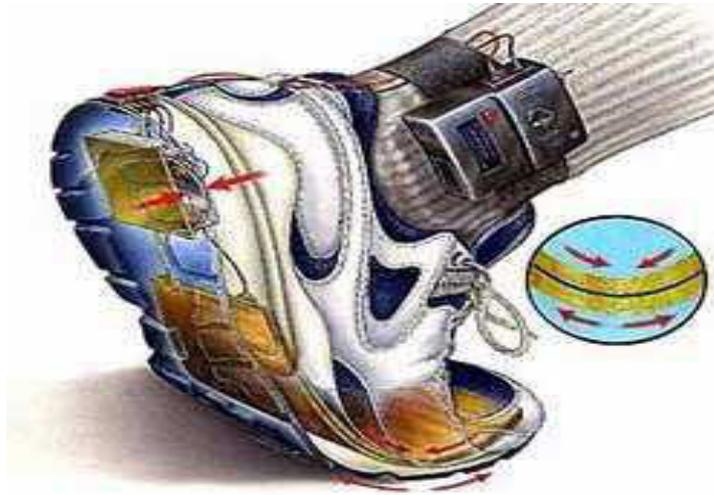
Dans la plupart de matériaux intelligents, les techniques d'évaluation de l'évolution des propriétés structurales se basent sur l'intégration de capteurs à l'intérieur ou en surface du matériau susceptible de se dégrader. Le développement de telles technologie est d'ores et déjà mis en œuvre dans des plusieurs secteurs comme [5]:

- Industrie aéronautique et aérospatiale



**Figure I.11** : Contrôle de santé des ailes d'avion par éléments piézoélectriques [5].

- Sport de haute compétition (structure sensible utilisant des éléments piézoélectriques) [5].



**Figure I.12 :** Pastilles piézoélectriques intégrées dans une chaussure [5].

- Une application parmi les plus familières est le briquet: dans un briquet la force exercée sur le cristal piézo-électrique produit une tension électrique qui se décharge brutalement sous forme d'étincelles [11].



**Figure I.13:** Briquet [11].

- Le Capteur de pression piézoélectrique est une application industrielle notamment utilisés pour l'automobile (mesure de la pression des pneus...), l'aéronautique (mesure de la pression dans les tuyères...), ainsi que pour les mesures de niveau [11].



**Figure I.14:** Capteur de pression piézoélectrique [11].

- La piézo-électricité est également utilisée en acoustique pour transformer des ondes acoustiques en signal électrique : microphones, haut-parleurs... [11].



**Figure I.15:** Microphones [11].



# Chapitre II :

*Synthèse d'une céramique*

*PLZT et l'effet*

*de la vitesse de chauffage*

## II. Synthèse d'une céramique PLZT et l'effet de la vitesse de chauffage

### II.1.Introduction

La préparation des poudres est une étape importante des procédés de mise en forme. L'objectif est d'obtenir une poudre qui permet d'une part, l'obtention de la microstructure recherchée (généralement dense et homogène pendant la mise en forme) et d'autre part, qui assure une densification satisfaisante au frittage [1].

Les différents procédés de fabrication de ces céramiques peuvent être classés en deux catégories :

- ✓ Les procédés par voie liquide ou chimique.
- ✓ Les procédés par voie solide.

Le procédé le plus importante de fabrication de céramique est le dernier parce qu'il est facile à mettre en œuvre et peu coûteux. C'est la méthode la plus directe pour la préparation des solutions solides de PZT [2].

### II.2. Procédés de synthèse de PZT

#### II.2.1.Synthèse par voie liquide

Le procédé par voie liquide ou chimique est connu par sa fiabilité concernant l'homogénéité chimique. La poudre de PZT, obtenue dès 600°C est homogène et formée de grains de faible taille ayant une distribution granulométrique étroite. Les principales techniques de fabrication apparentée à cette méthode sont énumérées ci-dessous.

- ✓ Synthèse par voie hydrothermale.
- ✓ Synthèse par atomisation « spray drying ».
- ✓ Synthèse par « spray pyrolysis ».
- ✓ Méthode du Sels fondu.
- ✓ Procédé sol-gel.
- ✓ Synthèse par « freeze drying » ou lyophilisation.

La plupart de ces méthodes chimiques ne sont pas différentes du processus de l'état solide dans le terme des étapes réactionnels. De plus, ces méthodes contiennent des produits chimiques sensibles à l'environnement comme l'humidité et la lumière, mettant le processus difficile à traiter avec ces produits [2].

### \* Synthèse par voie hydrothermale

La synthèse hydrothermale est caractérisée par un traitement thermique sous pression dans un autoclave contenant une solution aqueuse en présence d'oxydes ou d'hydroxydes. Typiquement, la réaction se produit vers 350°C et la pression à l'intérieur de l'autoclave peut atteindre 15 MPa. La synthèse hydrothermale de poudre de céramiques possède deux avantages principaux :

- l'élimination ou la minimisation de toute étape à haute température.
- l'utilisation de matières premières relativement peu coûteuses.

Ce procédé est particulièrement approprié pour préparer les poudres de PZT.

### \* Synthèse par atomisation (spray drying)

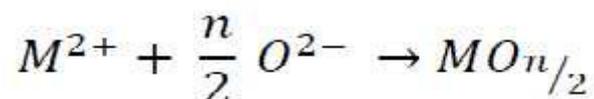
Synthèse par « spray drying » ou atomisation. Le procédé par atomisation est basé sur une pulvérisation d'un jet vertical d'une solution contenant les éléments métalliques désirés. Cette méthode permet d'obtenir par refroidissement des poudres de précurseurs à grains fins. Cependant les particules (agglomérats) séchées au vaporisateur sont relativement grandes (2 à 3 mm) et doivent être calcinées sous atmosphère contrôlée.

### \* Synthèse spray pyrolysis

Cette technique diffère du séchage par atomisation et de la méthode de lyophilisation par l'absence de refroidissement de la solution de départ. La solution est pulvérisée dans une série de réacteurs puis séchée et calcinée à haute température pour former l'oxyde final.

### \* Méthode des sels fondus

Ce procédé utilise comme solvant des sels fondus (KCl par exemple) au lieu de l'eau pour former l'oxyde. Pour se former, l'oxyde final doit être thermodynamiquement plus stable que les oxydes de départ. Le composé désiré se forme grâce au transfert d'ions  $O^{2-}$  dans le milieu.



La réaction apparaît lors de la sursaturation des oxydes de départ dans le bain de sels fondus. La mobilité des espèces en présence dans le liquide et les petites distances de diffusion rendent la réaction relativement rapide. La vitesse de la réaction est contrôlée par la solubilité des oxydes dans les sels fondus et par les propriétés de transfert des ions en phase liquide.

Le produit final est récupéré après dissolution en phase aqueuse du sel, filtration et séchage du résidu solide. Ce procédé a été employé pour élaborer des poudres de PZT en utilisant un mélange NaCl-KCl comme solvant. La réaction a lieu à 1000°C pendant une heure mais elle est inachevée car une analyse par RX montre la présence d'un peu de  $ZrO_2$  dans le produit final. Cependant cette technique permet de bien contrôler la morphologie des poudres et a été utilisée pour préparer les poudres aciculaires de PZT [3].

### ✱ Procédé sol-gel

Le terme sol-gel est utilisé pour qualifier l'élaboration des matériaux à partir d'une solution organométallique, la solution de départ ou sol évolue suivant divers mécanismes vers un gel qui lui-même, après le traitement thermique, il donne le matériau final. Cette méthode est utilisée pour élaborer plusieurs types des céramiques et plus utilisée ces dernières années pour élaborer des couches minces à base de PZT [4].

### ✱ Synthèse par lyophilisation (freeze drying)

Le procédé par freeze drying utilise les propriétés de sublimation de la solution de départ préalablement congelée. L'étape de congélation s'effectue lentement, sous vide et à basse température. Elle permet le passage du solvant à l'état solide. Cette méthode conduit à la synthèse de poudres de précurseurs sphériques avec une grande surface spécifique. Ensuite les poudres devront être calcinées pour former les oxydes. Ces deux techniques sont d'excellentes méthodes pour contrôler la composition et produisent des poudres fines et homogènes [3].

## II.2.2.Synthèse par voie solide

C'est le mode de préparation le plus classique, très utilisé dans l'industrie. Il consiste à faire un mélange de plusieurs oxydes solides à une température inférieure à leurs températures de fusion respectives de telle sorte que la réaction s'effectue à l'état solide. Une telle réaction se produit d'abord à l'interface entre les grains des solides, puis se poursuit par diffusion des réactifs du cœur vers l'interface réactionnelle.

L'élévation de la température accélère ce processus de diffusion à travers le solide. Cette diffusion est souvent l'étape limitant. En dépit d'une utilisation très répandue. Elles peuvent être présentées en deux méthodes:

- ✓ La voie solide par calcination.
- ✓ La voie solide par activation mécanique ou broyage sec (sans présence d'un liquide) [5].

### II.2.2.1. Voie solide par calcination

Ce procédé consiste à faire une réaction à haute température d'un mélange composé par des oxydes ou des carbonates, il peut se décomposer en des étapes suivantes :

#### ❖ Mélange

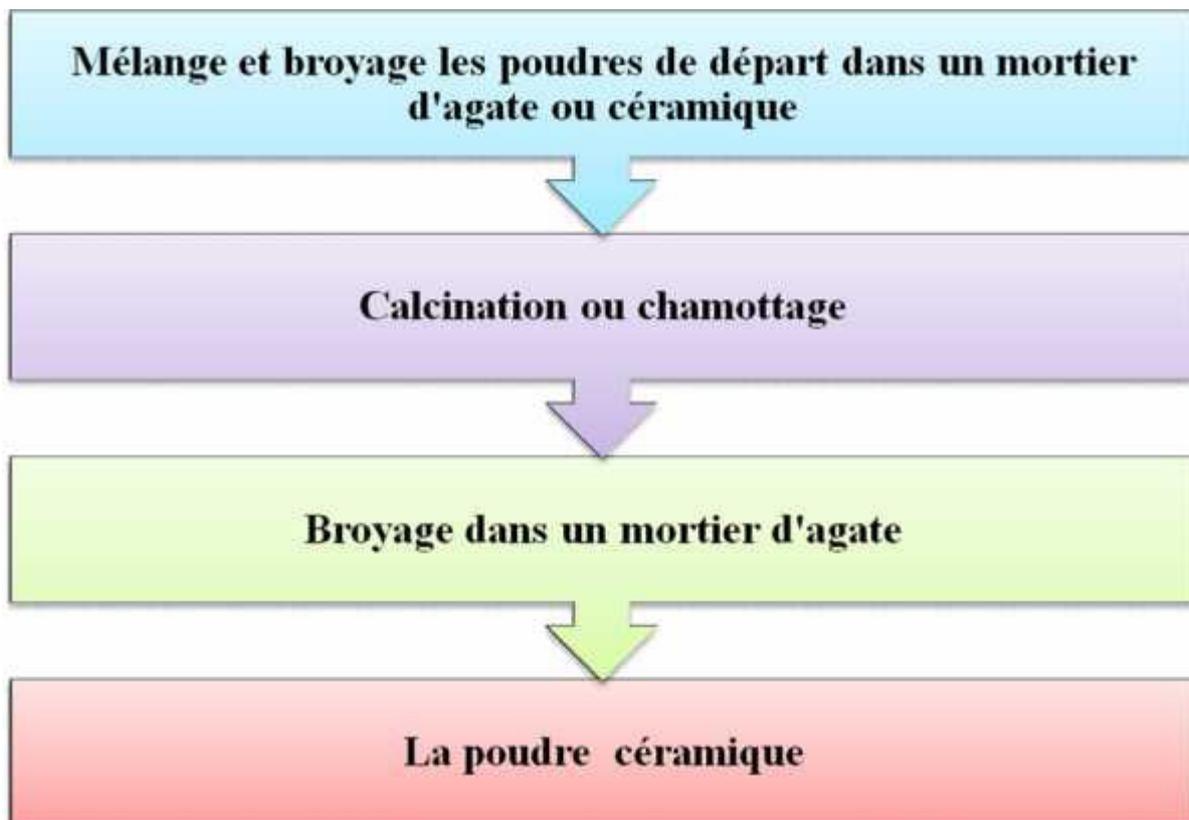
Le mélange d'oxydes de départ ou de précurseurs s'effectue en milieu alcoolique dans des jarres d'agate à l'aide d'un broyeur. Les produits de départ sont généralement l'oxyde de plomb ( $PbO$ ), l'oxyde de zirconium ( $ZrO_2$ ) et l'oxyde de titane ( $TiO_2$ ).

#### ❖ Réaction à l'état solide

Le traitement thermique est réalisé à  $900^\circ C$  pendant plusieurs heures. On observe d'abord la formation de  $PbTiO_3$  vers  $450^\circ C$  puis la formation du PZT vers  $700^\circ C$ , par réaction de  $ZrO_2$  sur  $PbTiO_3$ .

#### ❖ Broyage

Les grains formés à haute température se présentent sous formes d'agrégats qui devront être broyés [1].



**Figure II.1:** Organigramme pour l'élaboration de poudres céramiques par voie solide par calcination [1].

Un certain nombre de problèmes liés à cette technique peuvent survenir, ils sont énumérés dans le (tableau II.1) [4]

**Tableau II.1:** Problèmes causés par la calcination [4].

<b>Problèmes possibles</b>	<b>Causes</b>
<b>Défauts d'homogénéité</b>	Mélange mal préparé, particules de trop grande taille, mauvaise diffusion.
<b>Taille de grains trop élevée dans la chamotte</b>	Apparition d'une phase liquide (température trop élevée), cristallisation des grains avec Grossissement.
<b>Nombreuses phases parasites (impuretés)</b>	Défaut de précision des pesées, réaction incomplète (maintien en température trop bref ou température trop basse)
<b>Mauvaise distribution des constituants</b>	Mauvaise homogénéité du mélange, broyage inefficace
<b>Impuretés extrinsèques</b>	Pollution par le broyeur où la nacelle, four pollué par des oxydes volatils (Pb, Bi, Li) etc.) ou réaction avec l'humidité atmosphérique

### II.2.2.2. Voie solide par activation mécanique (broyage sec)

La préparation de poudre de type PZT par les méthodes précédentes (par voie liquide ou par voie solide) nécessite l'étape de calcination, mais il y a une autre méthode appelée activation mécanique, dans cette technique l'opération de calcination est négligée et le produit est récupéré par le broyage sec de mélange des oxydes.

La technique d'activation mécanique ou broyage sec a été de grand succès pour la synthèse des poudres à base de plomb comme PMN, PZN et PZT, cette technique est apparue en 1999. Elle est formée de la même étape que la synthèse par voie solide et utilise les mêmes matières premières, mais dans cette technique le mélange des poudres après séchage est soumis à un broyage sec de plusieurs heures (> 25 heures), dans un broyeur planétaire à des billes vibrantes, cette opération s'appelle activation mécanique d'après Lee et Kong, ces derniers ont montré que les deux avantages principaux de cette méthode sont:

- ❖ la première est la transformation de mélange des poudres en matériau PZT de structure pérovskite que se fait directement sans passage par les phases intermédiaires :  $\text{PbTiO}_3$ ,  $\text{PbZrO}_3$ .

- ❖ Le deuxième avantage est que la réaction entre les oxydes est complète et la poudre obtenue à des particules très fines [1].

La synthèse par voie solide présente quelques inconvénients :

- ❖ La réaction est parfois incomplète et la poudre calcinée contient généralement des agglomérats.
- ❖ Le broyage sec de mélange peut engendrer des défauts de contamination.
- ❖ Mauvaise distribution des constituants : mauvaise homogénéité du mélange, broyage inefficace [1].



**Figure II.2:** Organigramme pour l'élaboration de poudres céramiques par voie solide par activation mécanique [1].

### II.3.Frittage

Il faut noter que le frittage est l'ultime étape du cycle de préparation d'un matériau céramique de base PZT. Le frittage peut être définie comme la consolidation par action de la chaleur d'une agglomération granulaire plus ou moins compacte, avec ou sans fusion d'un ou plusieurs de ses constituants il minimise de l'énergie libre de surface d'un solide et fait intervenir plusieurs mécanismes de transfert de matière comme le montre la (Figure II.3) [6].

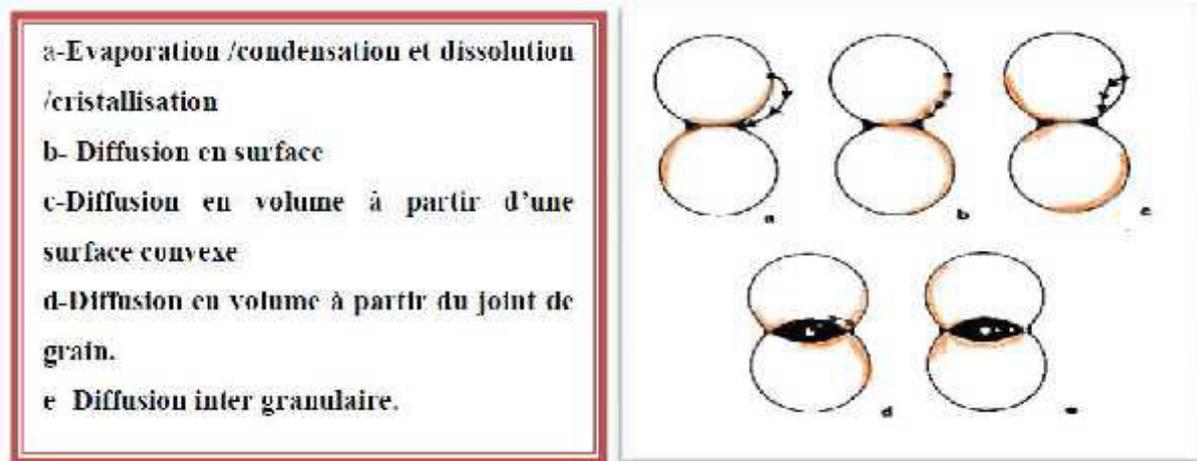


Figure II.3 : Les mécanismes de transfert de matières [6]

### II.4.Effet de la vitesse du chauffage

La méthode voie solide comporte deux étapes importantes du traitement thermique : la calcination et le frittage. Plusieurs chercheurs sont intéressés à étudier l'effet de la vitesse du chauffage lors du traitement thermique sur la cinétique de formation et les propriétés des céramiques piézoélectriques. La volatilité du PbO empêche la densification des matériaux traités thermiquement et rends le control de la composition plus difficile, et cela influe sur les propriétés structurales et électromécaniques [7].

### II.5.Caractérisation structurale

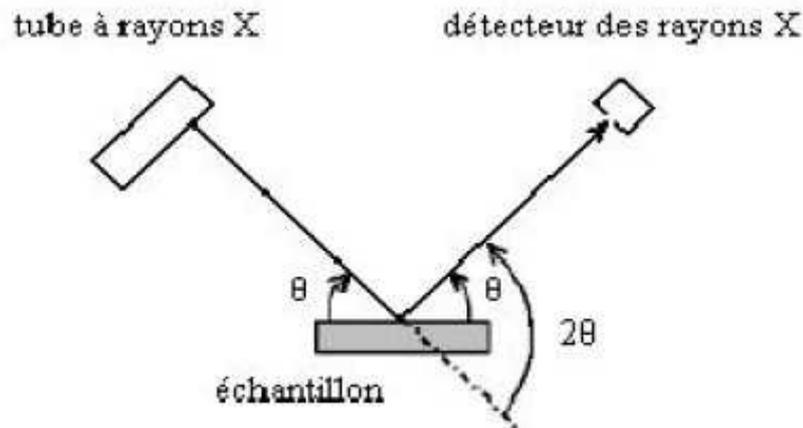
#### II.5.1. Définition diffraction des rayons X

Cette analyse permet d'obtenir un certain nombre d'information sur les caractéristiques structurales telles que les phases en présence, leur proportion et leur structure cristalline [8].

#### II.5.2. Technique de diffraction des RX

La technique de diffraction des RX est employée pour identifier les différentes phases formées et déterminer leurs structures cristallines sur des poudres et des céramiques frittées (pour différentes compositions) à l'aide d'un diffractomètre en configuration Bragg- Brentano

$2\theta$  équipé d'un monochromateur arrière utilisant le rayonnement  $K\alpha$  ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ) d'une anticathode de cuivre.



**Figure II.4:** diffraction rayon X

Dans la configuration dite  $2\theta$ , le tube à rayons X et le détecteur bougent symétriquement en faisant chacun un angle  $\theta$  (variable) avec la surface horizontale de l'échantillon. Lorsqu'un angle correspondant à une famille de plans (hkl) dans les conditions de Bragg est atteint, le détecteur enregistre une augmentation de l'intensité diffractée. On obtient ainsi des diffractogramme ( $I = f(2\theta)$ ) lesquels sont comparés aux spectres de diffraction X des matériaux références en poudre rassemblés dans la base de données cristallographiques JCPDS, permettant de connaître la ou les phases sous laquelle l'échantillon a cristallisé. La loi de Bragg est une loi empirique qui rend compte des interférences constructives entre les faisceaux diffusés ; elle permet de relier la périodicité du réseau aux angles pour lesquels les maxima de diffraction sont observés [6] :

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

$d_{hkl}$  : La distance réticulaire caractéristique des plans atomiques (hkl).

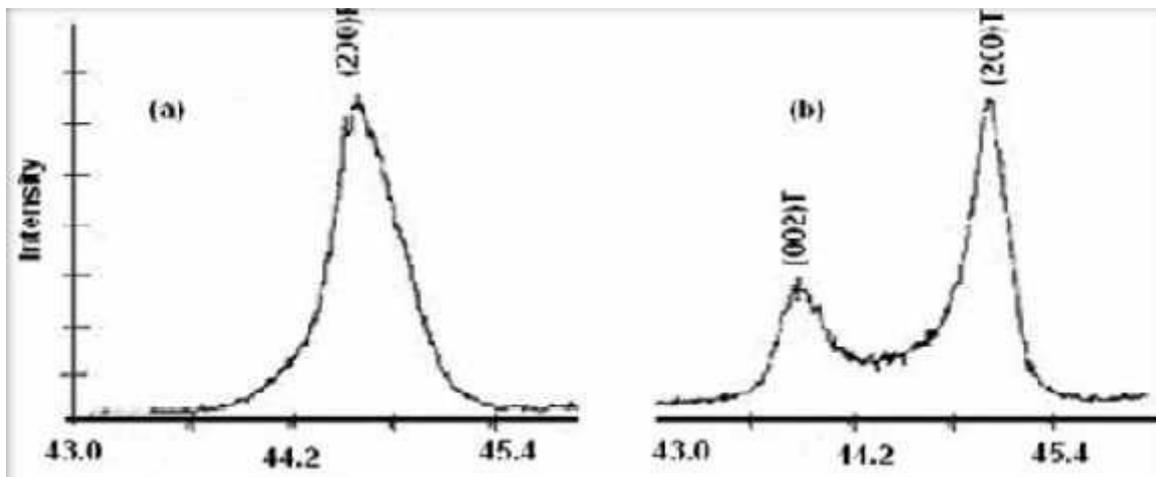
$n$  : L'ordre de l'interférence (nombre entier).

$\lambda$  : La longueur d'onde de rayonnement.

$\theta$  : est l'angle d'incidence du rayonnement X sur le plan réticulaire (hkl).

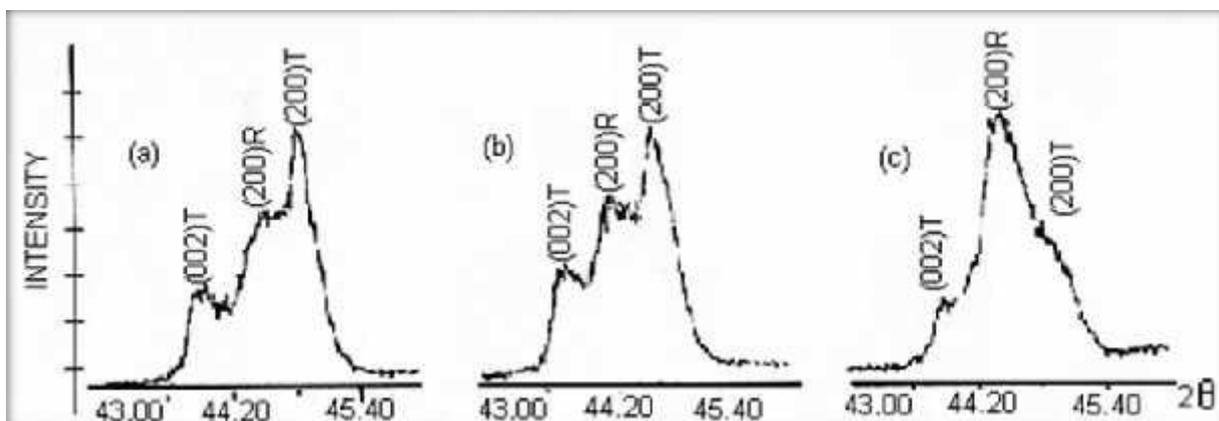
### II.5.3. Spectres typiques de DRX

La figure (II.5) montre les spectres DRX typiques de la phase rhomboédrique (R) et la phase tétragonale (T), au-dessous de la température de Curie la structure de la céramique piézoélectrique de type PZT, se présente sous la forme de deux phases, l'une tétragonale (T) correspondant à la composition riche en  $\text{PbTiO}_3$ , l'autre rhomboédrique (R) correspondant à la composition riche en  $\text{PbZrO}_3$ . Dans la structure rhomboédrique (R), la raie (200) reste inchangé (Figure II.5.a), alors que dans la structure tétragonale, la raie (200) se dédouble en deux raies (200) et (002) (Figure II.5.b) [1].



**Figure II.5 :** Spectres typiques de DRX des phases: a) Rhomboédrique (R) ;  
b) Tétragonale (T) [1].

La zone de la coexistence des deux phases (T+R) est caractérisée par des spectres qui résultent d'une superposition des spectres de deux phases. Les différentes allures qui caractérisent la frontière morphotropique de phase peuvent être représentées par 3 types de diagramme de diffraction selon la (Figure II.6) [1].



**Figure II.6:** Spectres typiques de DRX des phases Tétragonale +Rhomboédrique (T+R) [1].





# *Conclusion générale*

## *Conclusion générale*

Ce travail comporte deux parties essentielles : la première partie est consacré à synthétiser un matériau céramique à base de PLZT selon la formule suivante: (0.5 PLZT-0.5 PZS) bien sur après la vérification des conditions de stabilité de la structure pérovskite et avec différentes vitesses de chauffage. La deuxième partie est réservée à la caractérisation structurale des échantillons.

D'après les résultats on peut conclure :

- ✿ La synthèse du matériau céramique piézoélectrique à base de PLZT par voie solide est réussie d'après les phases structurales obtenues.
- ✿ La vitesse de chauffage influe sur la cinétique de formation PLZT.
- ✿ La caractérisation structurale par la diffraction des rayons X de nos échantillons montre d'une façon générale une transition structurale d'une phase tétragonale à une vitesse de chauffage (2,6 et 8 °C/min) vers une phase Rhomboédrique pour des vitesses de chauffage (4 et 10 °C/min).

## Références

- [1] A. Sakri, « Etude du système  $(1-x)\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}, \text{Sb}_{2/3})\text{O}_3 - x\text{Pb}_{0.98}\text{La}_{0.02}(\text{Zr}_{0.48}, \text{Ti}_{0.52})\text{O}_3$  Stabilité de la structure pérovskite et propriétés électromécaniques », thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2015).
- [2] S. Hadjadj ; « Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau céramique piézoélectrique  $(1-x-y)\text{Pb}(\text{Nd}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3 - x\text{PbZrO}_3 - y\text{PbTiO}_3$  » ; mémoire de magister ; Université de Kasdi Merbah ; Ouargla ; Algérie (2012).

## *Références*

- [1] Joël de Rosnay, « les matériaux intelligents », 278<sup>ème</sup> conférence de l'université de tous les savoirs (CNAM), France (2000).
- [2] kH. Reteri, « comportement dynamique des structures intelligentes : poteaux-poutre en tenant compte de l'effet de l'interaction sol-structure », mémoire de magister, Université Aboubekr Belkaid, Tlemcen, Algérie (2013).
- [3] G. Akhras, « des matériaux intelligents et des systèmes intelligents pour l'avenir », revue militaire canadienne, Canada (2000).
- [4] S.Chetouh, « Caractérisation mécanique des matériaux intelligents de type magnétostrictifs et leur application », mémoire de magistère, Université Mentouri, Constantine, Algérie (2010).
- [5] A. Sakri, « Etude du système  $:(1-x)\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}, \text{Sb}_{2/3})\text{O}_3 - x\text{Pb}_{0.98}\text{La}_{0.02}(\text{Zr}_{0.48}, \text{Ti}_{0.52})\text{O}_3$  Stabilité de la structure pérovskite et propriétés électromécaniques », thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2015).
- [6] S. Aoubid, « effet de la température de calcination sur la cinétique de formation d'une céramique industrielle », mémoire de master, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2015).
- [7] Mohamed.L.Sahli, « modélisation et hybrides a propriétés adaptables : matériaux intelligents sous l'effet des efforts extérieurs », thèse de doctorat, Université Mentouri, Constantine, Algérie (2009).
- [8] A. Meklid, « Étude de la transition de phase de la solution solide de céramiques piézoélectrique dans le système ternaire  $:(0.80-x)\text{Pb}(\text{Cr}_{1/5}, \text{Ni}_{1/5}, \text{Sb}_{3/5})\text{O}_{3-x}\text{PbTiO}_3$   $0.20\text{PbZrO}_3$  », mémoire de magistère, Université de Kasdi Merbah, Ouargla, Algérie (2011).
- [9] F. Kahoul, « Élaboration et caractérisation de céramiques PZT dopé et détermination de la frontière morphotropique (FMP) », thèse de doctorat, Université Mohamed khider, Biskra, Algérie, (2013).

- [10] H.Louanes, « Etude des propriétés diélectriques et piézoélectriques dans le système ternaire :  $\text{Pb}_{0.98}\text{Ca}_{0.02} [(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})_{0.98} (\text{Cr}^{3+}_{0.5}, \text{Ta}^{5+}_{0.5})_{0.02}] \text{O}_3$  effet de dopage », thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2013).
- [11] H.Kholladi, « Synthèse et caractérisation d'une céramique industrielle de type PLZT », mémoire de master, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2015).

---

## Références

- [1] Ch. Amara, « Effet de la température de frittage sur les propriétés structural d'une céramique industrielle », mémoire de master, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2015).
- [2] H.Louanes, « Etude des propriétés diélectriques et piézoélectriques dans le système ternaire :  $\text{Pb}_{0.98}\text{Ca}_{0.02} [(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})_{0.98} (\text{Cr}^{3+}_{0.5}, \text{Ta}^{5+}_{0.5})_{0.02}] \text{O}_3$  effet de dopage », thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2013).
- [3] H.Kholladi, « Synthèse et caractérisation d'une céramique industrielle de type PLZT », mémoire de master, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2015).
- [4] A. Khariief, « Synthèse, caractérisations et étude structural des céramiques PZT de type pérovskite  $\text{Pb}_{1-x}\text{La}_z\text{Ca}_x [(\text{Zr}_Y \text{Ti}_{1-Y})_{0.75} (\text{Sb})_{0.25}] \text{O}_3$  », mémoire de magistère, Université Mentouri, Constantine, Algérie (2012).
- [5] I. Redjimi et R. Boulanouar, « Synthèse de nouveaux matériaux de type PZT accordables pour applications industrielles », mémoire de master, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2013).
- [6] A. Sakri, « Etude du système  $:(1-x)\text{Pb} (\text{Zn}_{1/3}, \text{Sb}_{2/3}) \text{O}_3 -x\text{Pb}_{0.98} \text{La}_{0.02} (\text{Zr}_{0.48}, \text{Ti}_{0.52}) \text{O}_3$  Stabilité de la structure pérovskite et propriétés électromécaniques », thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie (2015).
- [7] J.Ryu et al , « Effect of Heating Rate on the Sintering Behavior and the Piezoelectric Properties of Lead Zirconate Titanate Ceramics », School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, 902–904, Korea (2001).
- [8] F. Kahoul, «Élaboration et caractérisation de céramiques PZT dopé et détermination de la frontière morphotropique (FMP) », thèse de doctorat, Université Mohamed khider, Biskra, Algérie, (2013).