

Caractérisation de matériaux argileux par microscopie électronique à balayage

Claire Peyratout
claire.peyratout@unilim.fr

Nadia Houta, Anthony De Marcos, Marianne Le Troedec, Fayza Gridi-Bennadji,
Léon Koffi Konan

Groupe d'Etudes des Matériaux Hétérogènes,
Ecole Nationales Supérieure de Céramique Industrielle
Centre Européen de la Céramique, Limoges

Sommaire

- La microscopie électronique à balayage au CEC
- Présentation des argiles
- Une famille d'argiles : les phyllosilicates, leur utilisation, leur mise en forme
- kaolinite et halloysite
- Contrôler la microstructure des matériaux phyllosilicatés : pourquoi et comment
- Exemple de matériaux phyllosilicatés texturés
- Exemples de matériaux (phyllo)silicatés poreux

La Microscopie Electronique à Balayage au CEC

Pourquoi ?

Analyser les surfaces, les poudres, les films minces,...

Pour quel type d'échantillons ?

Tous les échantillons conducteurs, supportant l'impact du faisceau électronique et l'observation dans une chambre sous vide.

La Microscopie Electronique à Balayage au CEC

L'équipe

Gilles TROLLIARD, responsable administratif de la plateforme

- Ariane MEGUEKAM SADO, responsable des microscopes *Philips XL30* et *Jeol 7400F*

- Yann LAUNAY, responsable du microscope *Cambridge stereoscan 260*

- Patrice DUPORT

- Pierre CARLES, responsable des microscopes *Jeol 2010* et *Jeol 2100f*

La Microscopie Electronique à Balayage au CEC

Les équipements

- ***Philips XL30 (salle RB 113)***

Microscope électronique à balayage conventionnel, rés. : 15 nm à 15 kV

analyse chimique (EDS), système d'étude des microstructures (EBSD)

- ***Cambridge Stereoscan 260 (salle RH 082)***

Microscope électronique à balayage conventionnel, rés. : 15 nm à 15 kV

Couplé avec une analyse chimique (EDS)

- ***Jeol 7400F (salle RB 116)***

Microscope électronique à balayage équipé d'une source à effet de champ, res. : 1 nm à 10 kV et 1.5 nm à 1kV

EDS, système cryogénique haute résolution

Présentation des argiles

Qu'est ce qu'une argile?

Définition en fonction de la taille

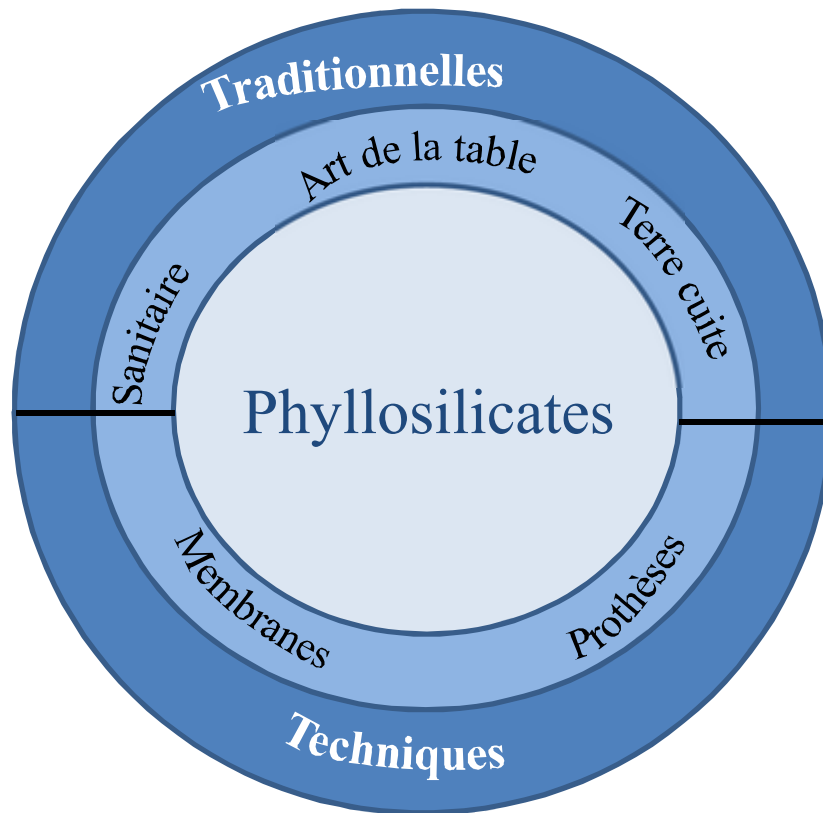
Définition en fonction de la composition chimique, de la structure

De nombreuses familles



Les phyllosilicates

Les phyllosilicates, leur utilisation



Bernardaud



Prothèse de hanche,
(E. Champion)



Maîtrise du procédé de mise en forme (plasticité, anisotropie des matériaux...)

Les phyllosilicates, leur structure (1)

Structure très organisée des **phyllosilicates**

de l'atome



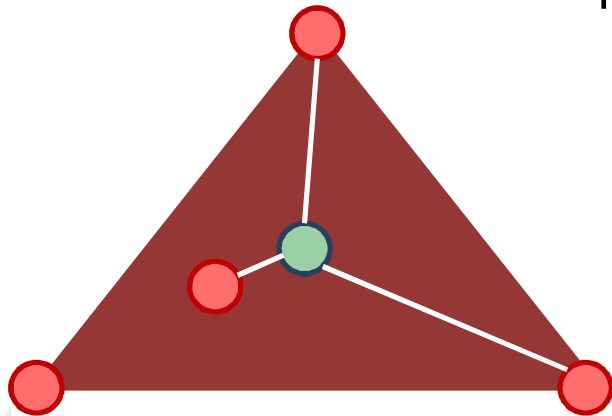
au grain

● Oxygène O^{2-}

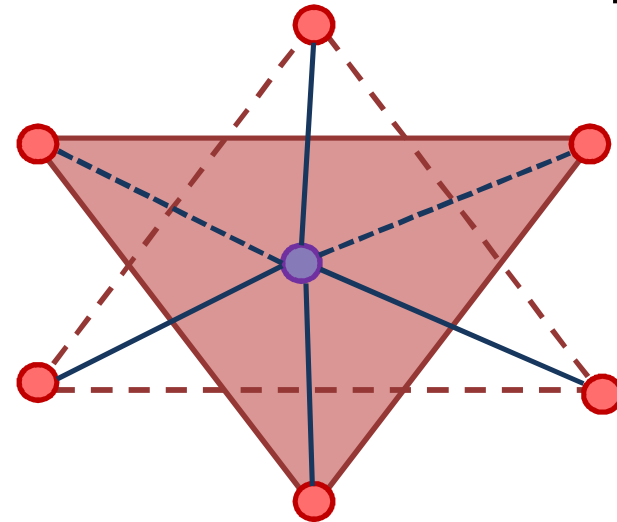
● Silicium Si^{4+}

● Aluminium Al^{3+}

silicium
environnement tétraédrique

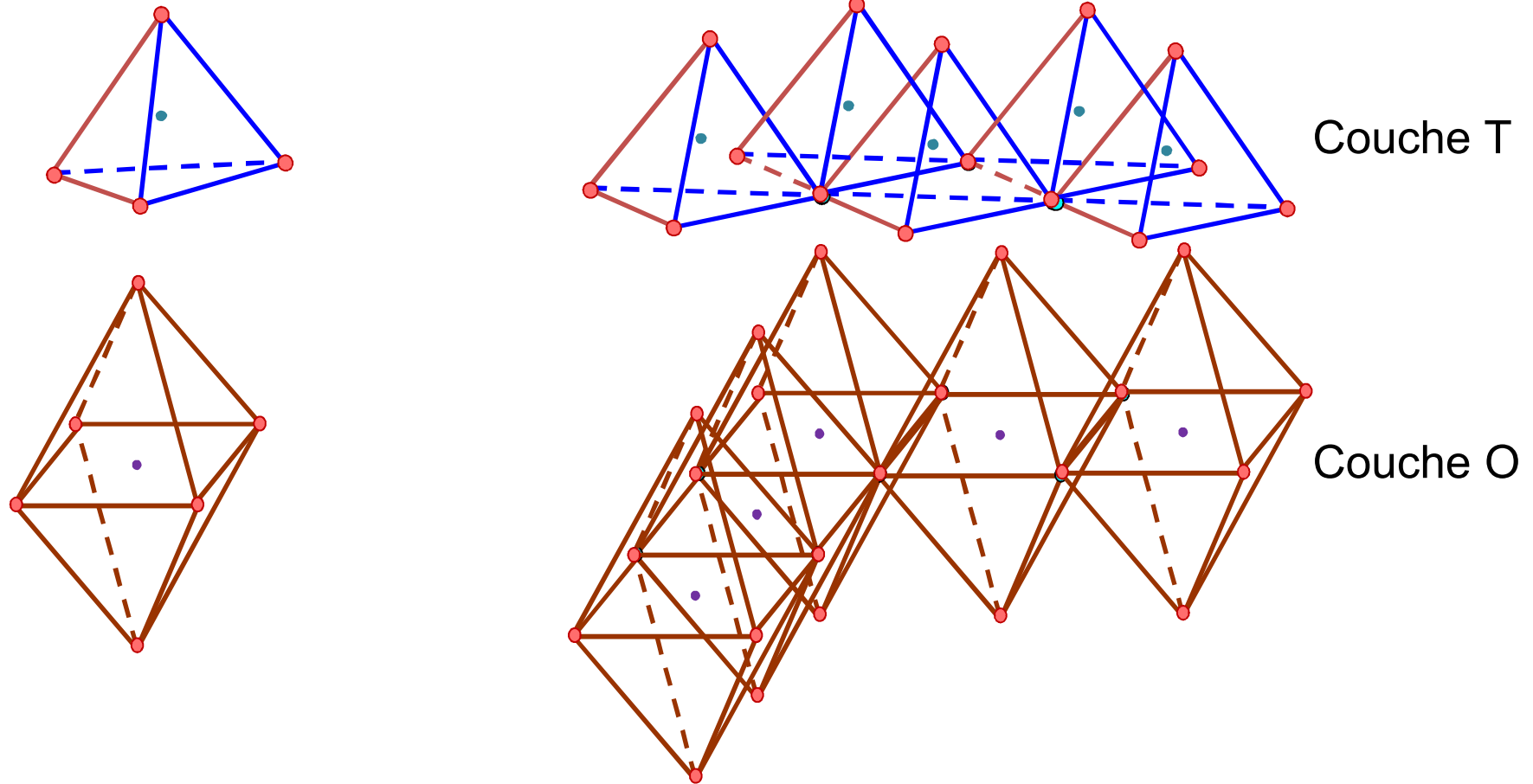


aluminium
environnement octaédrique

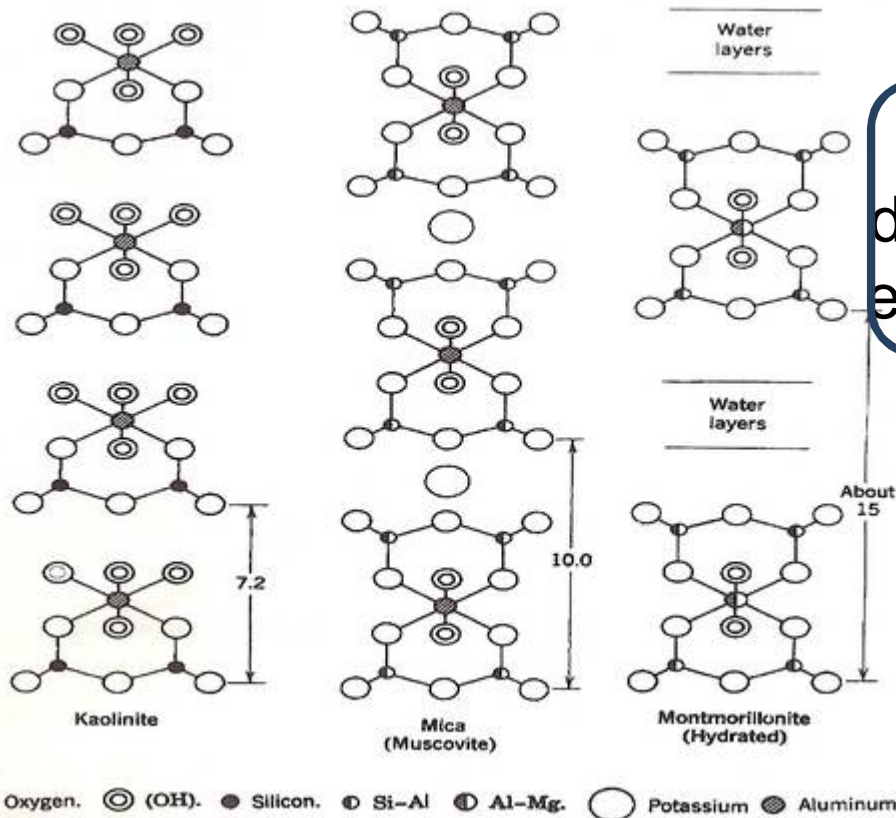


Les phyllosilicates, leur structure (2)

Électroneutralité: partage des atomes d'oxygène-organisation en couches
Structure bi dimensionnelle



Les phyllosilicates, leur structure (3)



Empilements
d'octaèdres alumineux (O)
et de tétraèdres siliceux (T)

kaolinite : feuillets OT

mica : feuillets TOT

montmorillonite : feuillets TOT

kaolinite
halloysite

mica montmorillonite

Les phyllosilicates, leur structure (4)

de l'atome



au grain

Arrangement spatial autour des cations octaèdres, tétraèdres



Couches

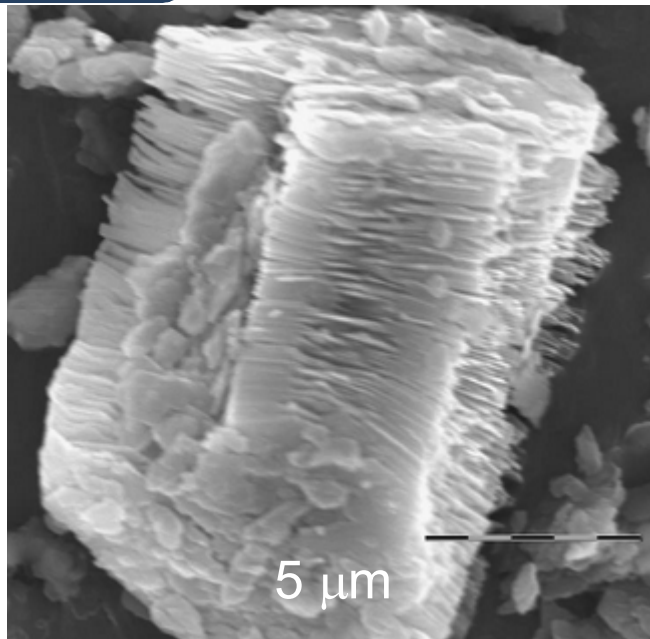


Feuillets



empilement de feuillets : plaquettes

Kaolinite
MEB

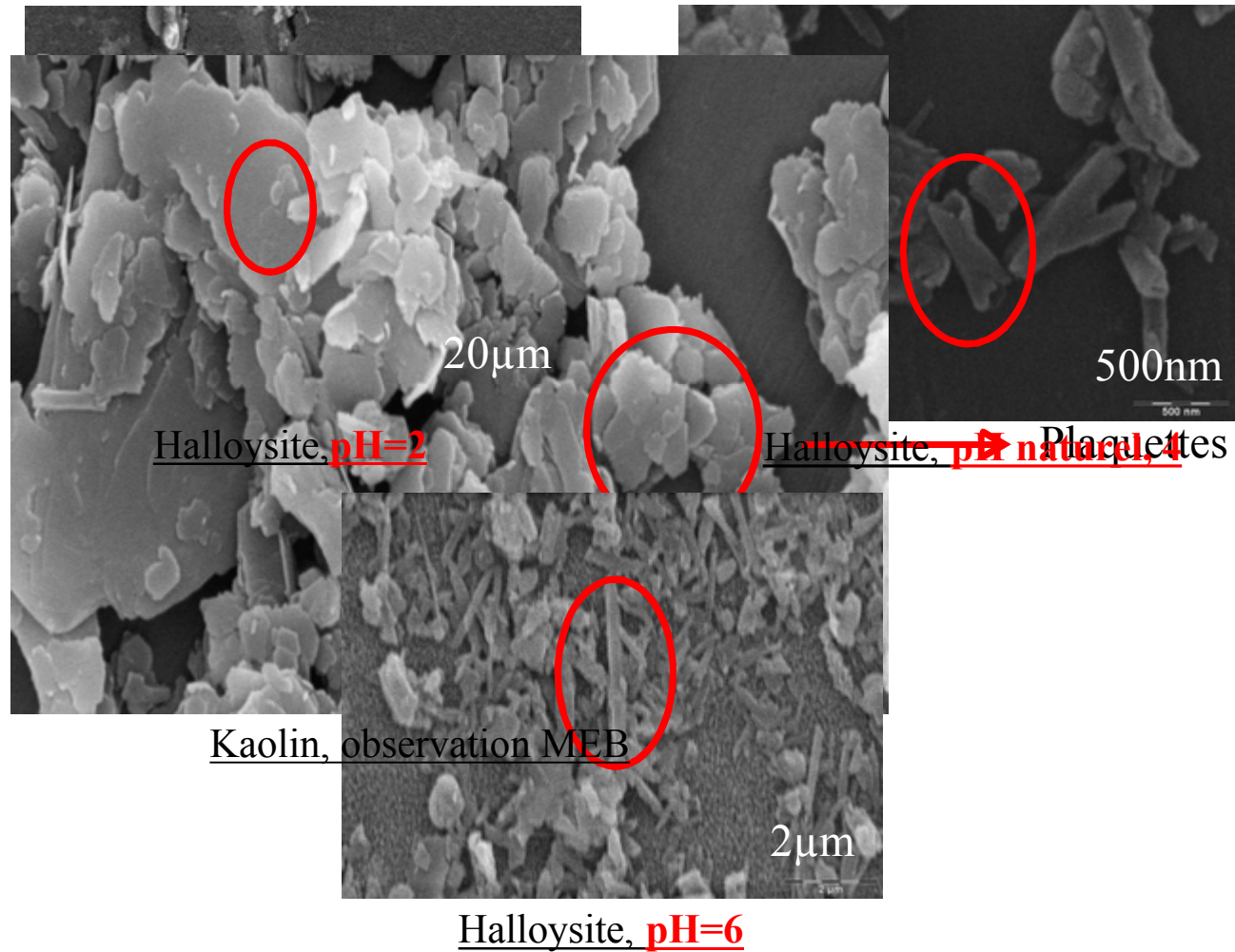


Konan et al., J. Coll. Int. Sci., 2009, 339, 103-109

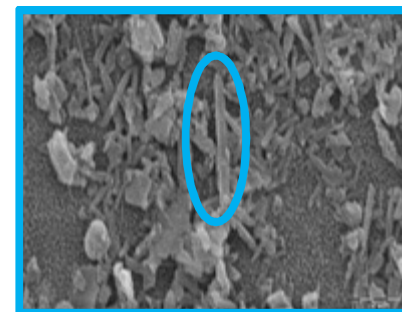
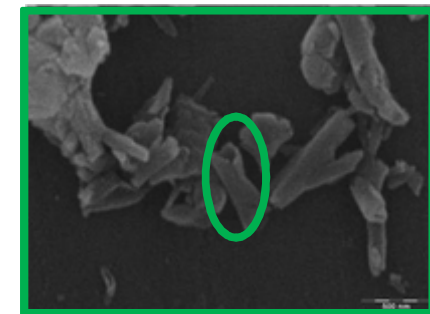
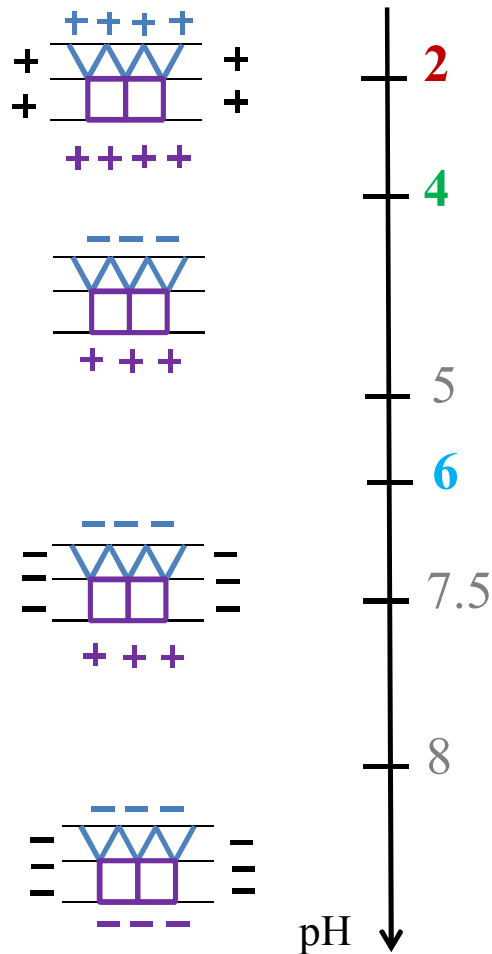
Anisotropie spatiale

Explication d'une partie du comportement rhéologique

Kaolin et Halloysite



Charges de surfaces : halloysite



Contrôle de la microstructure : pourquoi et comment ?

- Modifier la texture, la microstructure :

Propriétés améliorées ex: propriétés thermiques

Comment diminuer la conductivité thermiques des matériaux
(phyllo)silicatés?

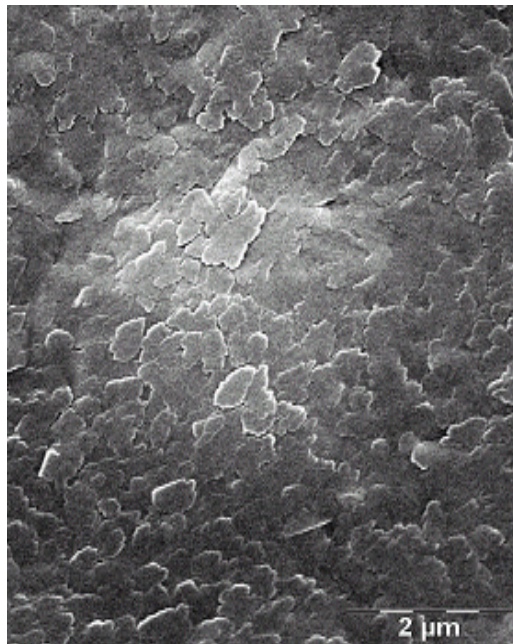


Introduction d'air
-Contrôler la porosité

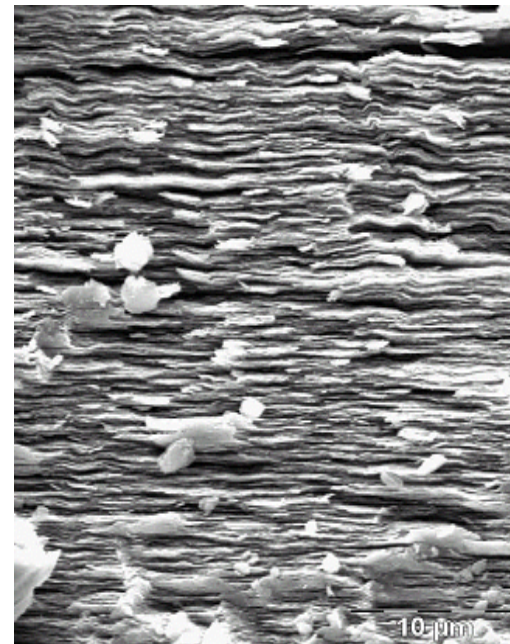
Matériaux texturés

Bennadji-Gridi et al., Mat. Sci. Eng. B., 2006, 130, 132-136

Films obtenus à partir de suspensions de bentonite avec 10 % de HMPP et séchés à 60°C



Surface



Section droite

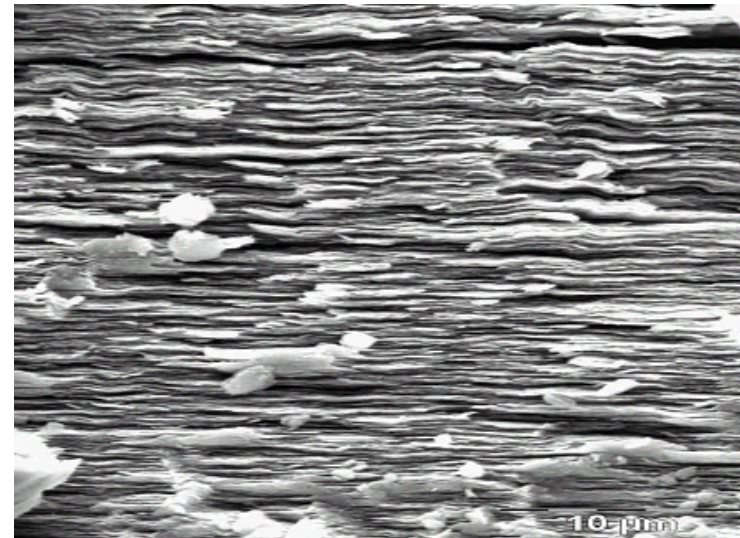
$$e = 143 \mu\text{m} \longrightarrow \sigma = 124 \text{ MPa}$$

Matériaux texturés

Bennadji-Gridi et al., Mat. Sci. Eng. B., 2006, 130, 132-136

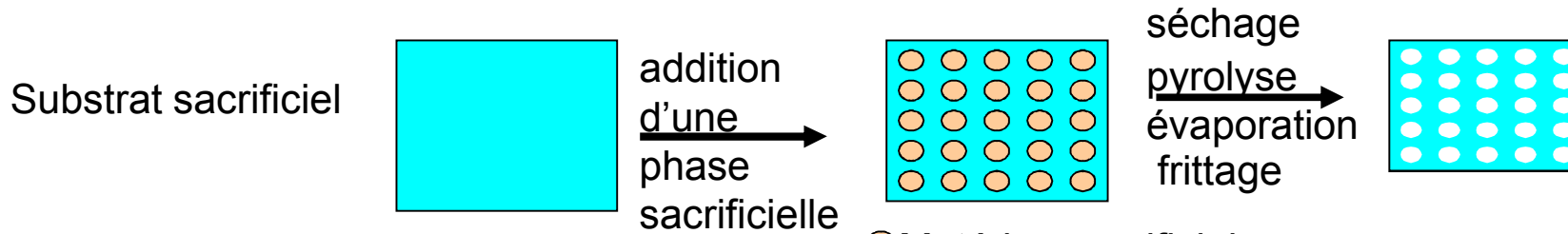
Nacre

Films obtenus à partir de suspensions de bentonite avec 10 % de HMPP et séchés à 60°C



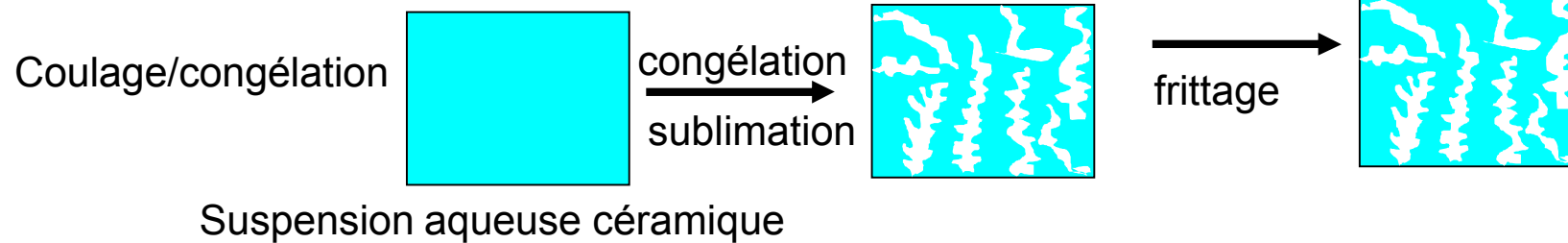
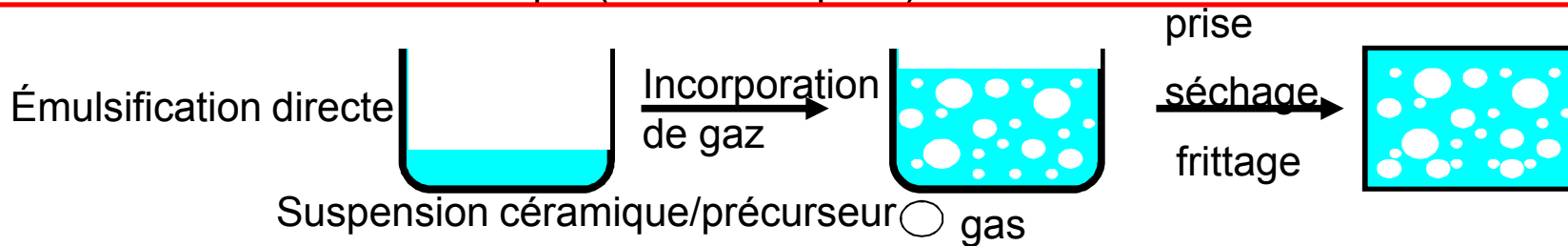
Même taille de section

Matériaux poreux

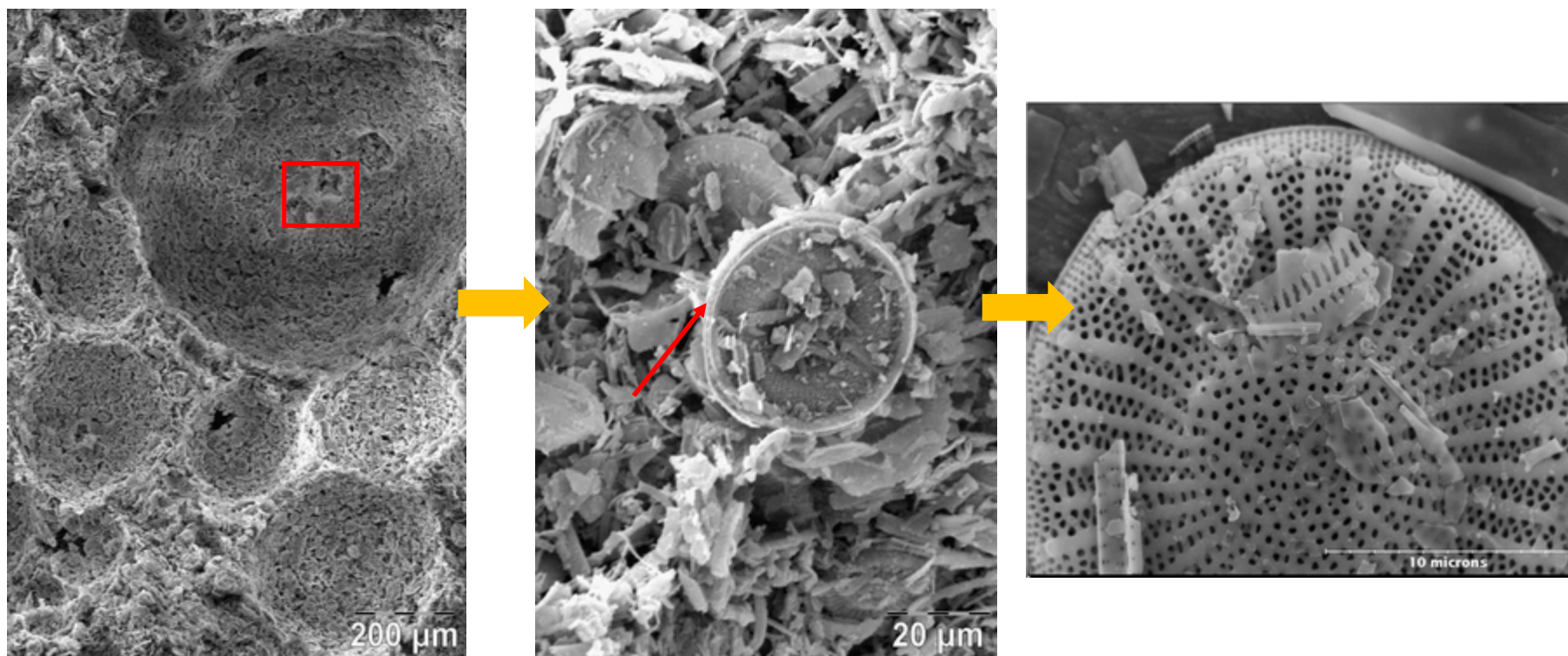


● Matériau sacrificiel

Précurseur céramique (solide ou liquide)



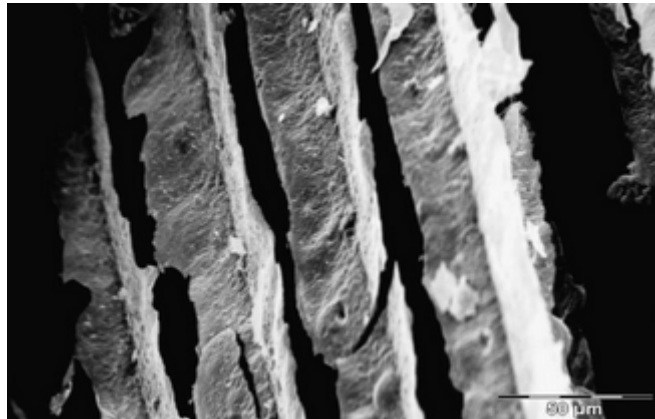
Porosité par émulsification



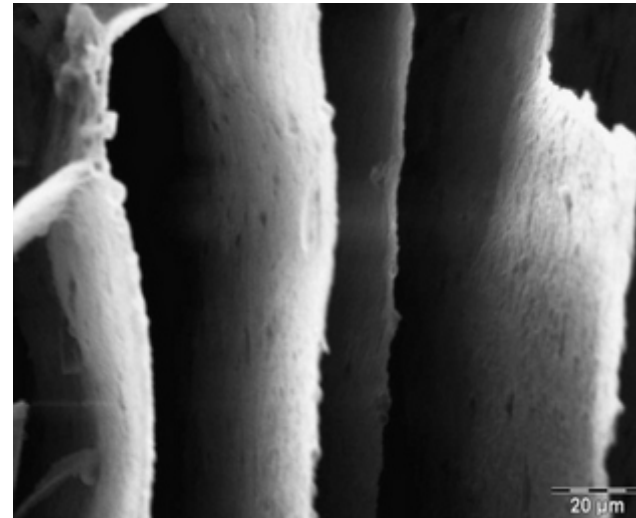
Porosité multi-échelle

Porosité contrôlée

Influence de la vitesse de congélation sur la microstructure d'échantillons de céramiques



Microstructure d'un échantillon contenant 35%*m* d'alumine, congelé à $60 \mu\text{m}\cdot\text{sec}^{-1}$



Microstructure d'un échantillon contenant 6%*m* de bentonite, 7,5 %*m* HMPP, congelé à $35 \mu\text{m}\cdot\text{sec}^{-1}$

Variation au niveau de la taille des pores

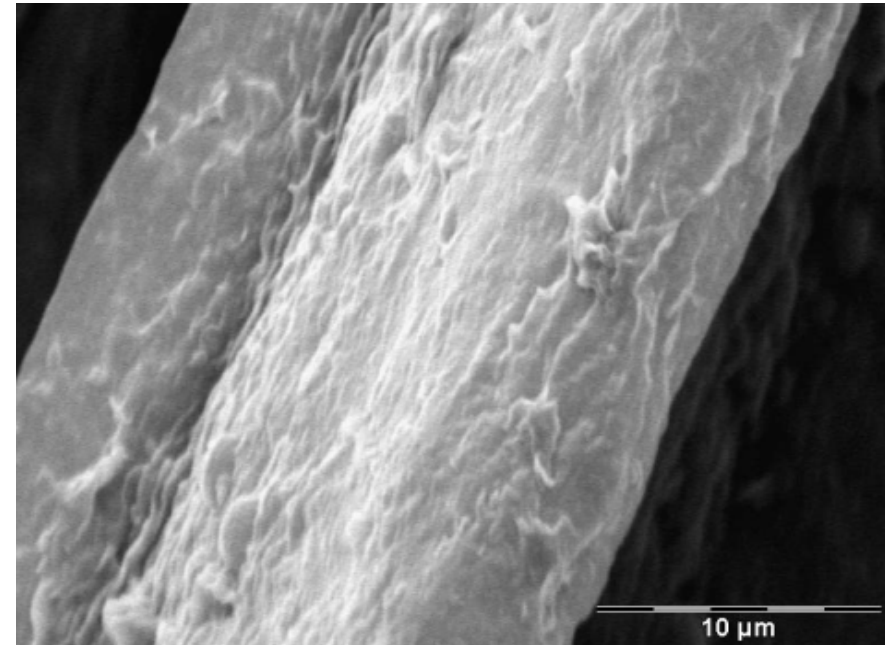
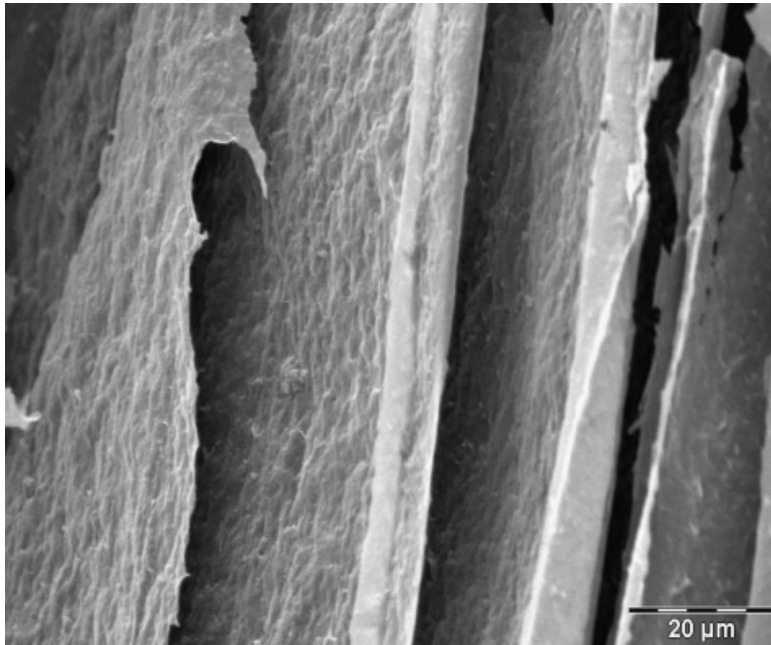
Espaces inter lamellaires diminuent lorsque la température de congélation baisse

Pas de création de macroporosité à basses températures

Anthony de Marcos

Porosité contrôlée

Influence de la vitesse de congélation sur la microstructure d'échantillons de bentonite :



Microstructure d'un échantillon contenant 6% m de bentonite, 7,5 % m HMPP, congelée à $820 \mu\text{m}\cdot\text{sec}^{-1}$

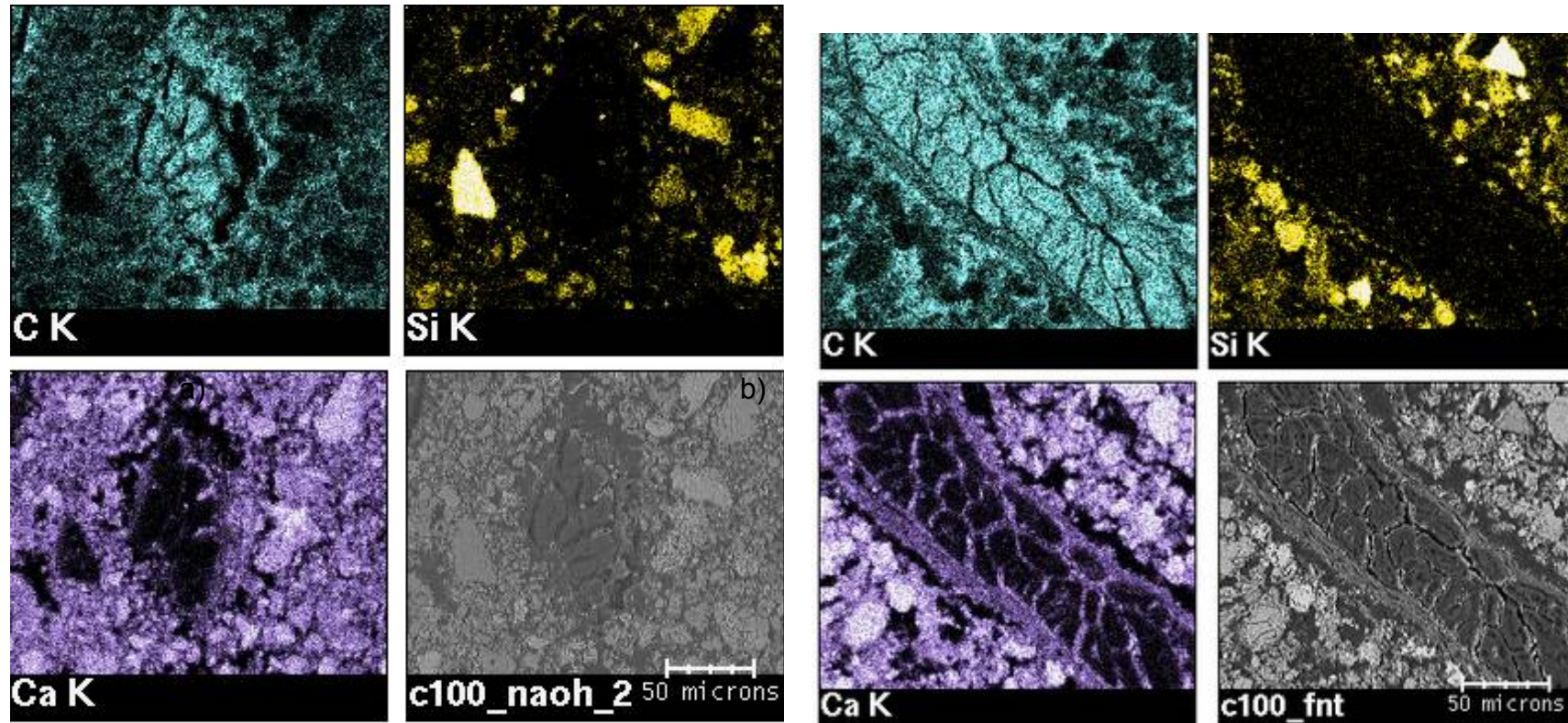
Variation au niveau de la taille des pores

Espaces inter lamellaires diminuent lorsque la température de congélation baisse

Pas de création de macroporosité à basses températures

Anthony de Marcos

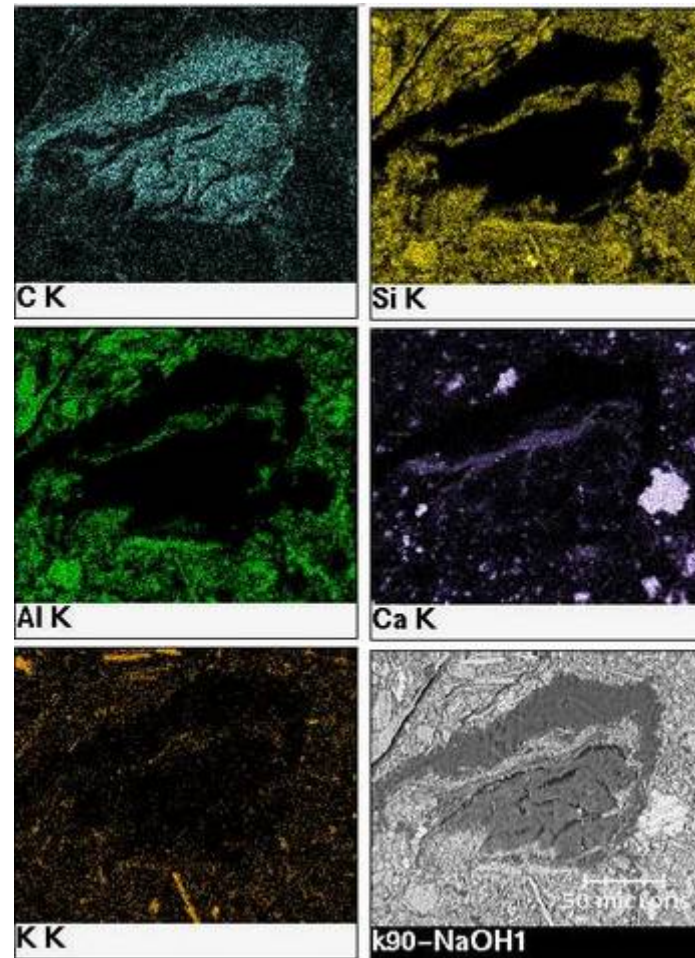
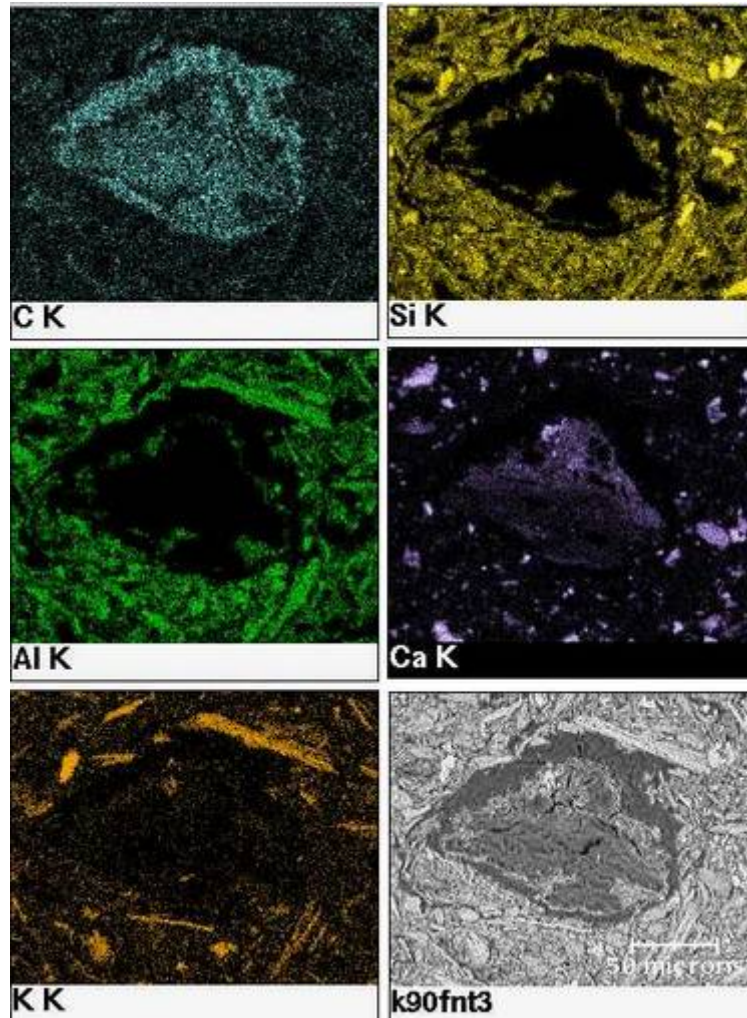
Composite chaux/ chanvre/argile



Etude de l'interface- Caractérisation des espèces chimiques

Marianne Le Troedec, Thèse, Université Limoges, 2009

Composite chaux/ chanvre/argile



Marianne Le Troedec, Thèse, Université Limoges, 2009

Conclusions

MEB :

Outil important pour l'étude structurale et microstructurale des matériaux argileux