



# **ETUDE MICROSTRUCTURALE DE DIFFÉRENTES CÉRAMIQUES PAR MEB**

**Marie-Eline COUTURIER**

# PRÉSENTATION DE LA SFC

- Maison mère : SFC (91)
  - Laboratoire prestataire de services : analyse de tout type de matériaux
  - 3 départements techniques
  - 30 collaborateurs
- Filiale : ICAR-CM2T (Nancy)
  - Assistance à maîtrise d'œuvre pour matériaux haute température
  - 15 collaborateurs



# PRÉSENTATION DE LA SFC

## LC2M

- Pôle Chimie de spécialité : XRF, ICP-OES, ICP-MS...
- Pôle Microstructure : DRX, MO, MEB-EDS/WDS
- Pôle Physique : ATD-DSC-TG, IRTF...
- Pôle Préparation Logistique : concassage, broyage
- Pôle Contact Alimentaire : ICP-MS, GCMS...

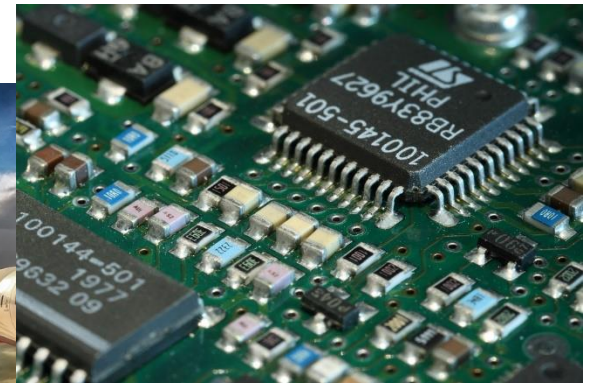
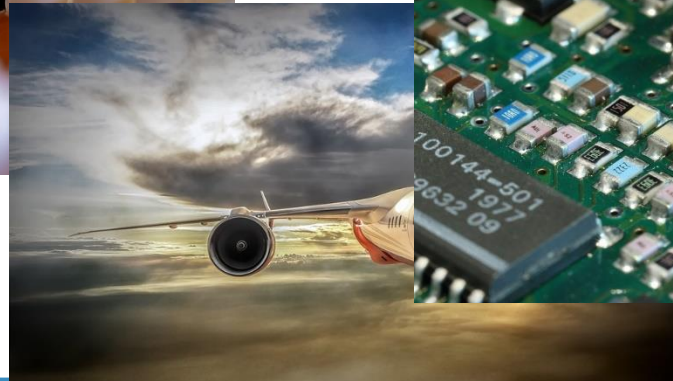
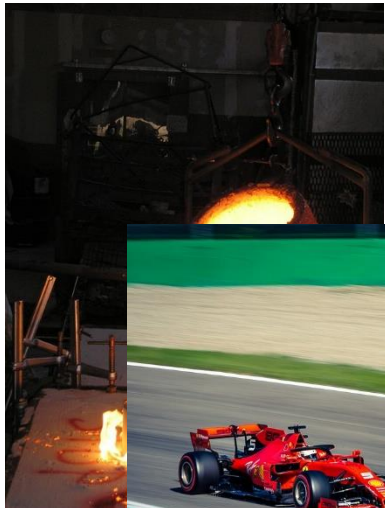
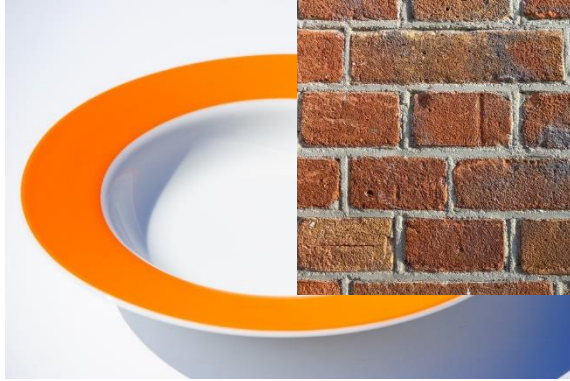
## CTIC

- Essais Thermiques (chocs thermiques, aptitude passage au four ou table de cuisson...)
- Essais Mécaniques (chocs mécaniques, rayures, torsion, abrasion...)
- Essais Chimiques (lave-vaisselle, corrosion métaux, taches, résistance chimique, nettoyabilité...)
- Essais Considérations esthétiques (couleur, brillance, translucidité, rugosité...)

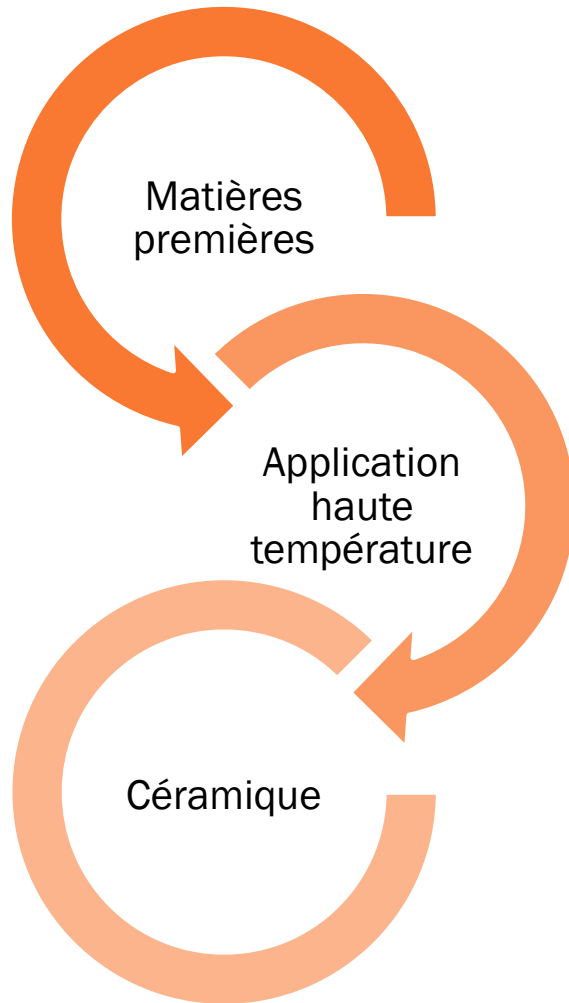
## R&D

- Développement des produits et process céramiques
- Service Veille scientifique & technique

# QU'EST-CE QUE LA CÉRAMIQUE ?



# QU'EST-CE QUE LA CÉRAMIQUE ?



Mise en forme de poudres (pressage, coulage, etc.)

Cuisson, frittage

Process irréversible

Développement des propriétés (forte dureté, résistance à l'usure, résistance haute température, isolants électriques et thermiques...)

Céramiques traditionnelles

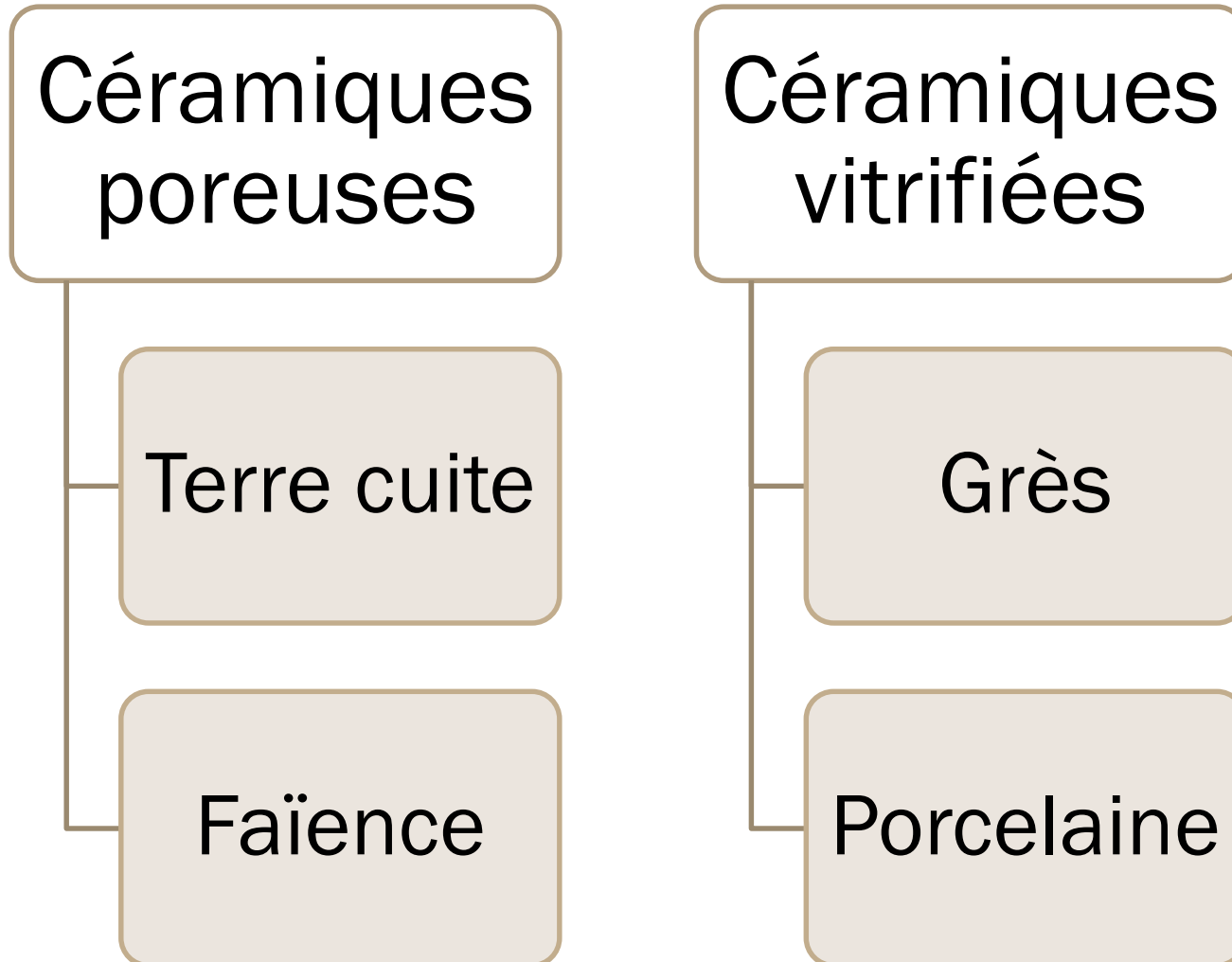
Céramiques techniques

# **CÉRAMIQUES TRADITIONNELLES**



# CÉRAMIQUES TRADITIONNELLES

A base d'argile(s) cuite(s) → Céramiques oxydes



**Matière(s) première(s) :**

- argile ferrugineuse (terre rouge) ou mélange argile + calcaire + silice + kaolin (terre blanche)

**Température de cuisson :**

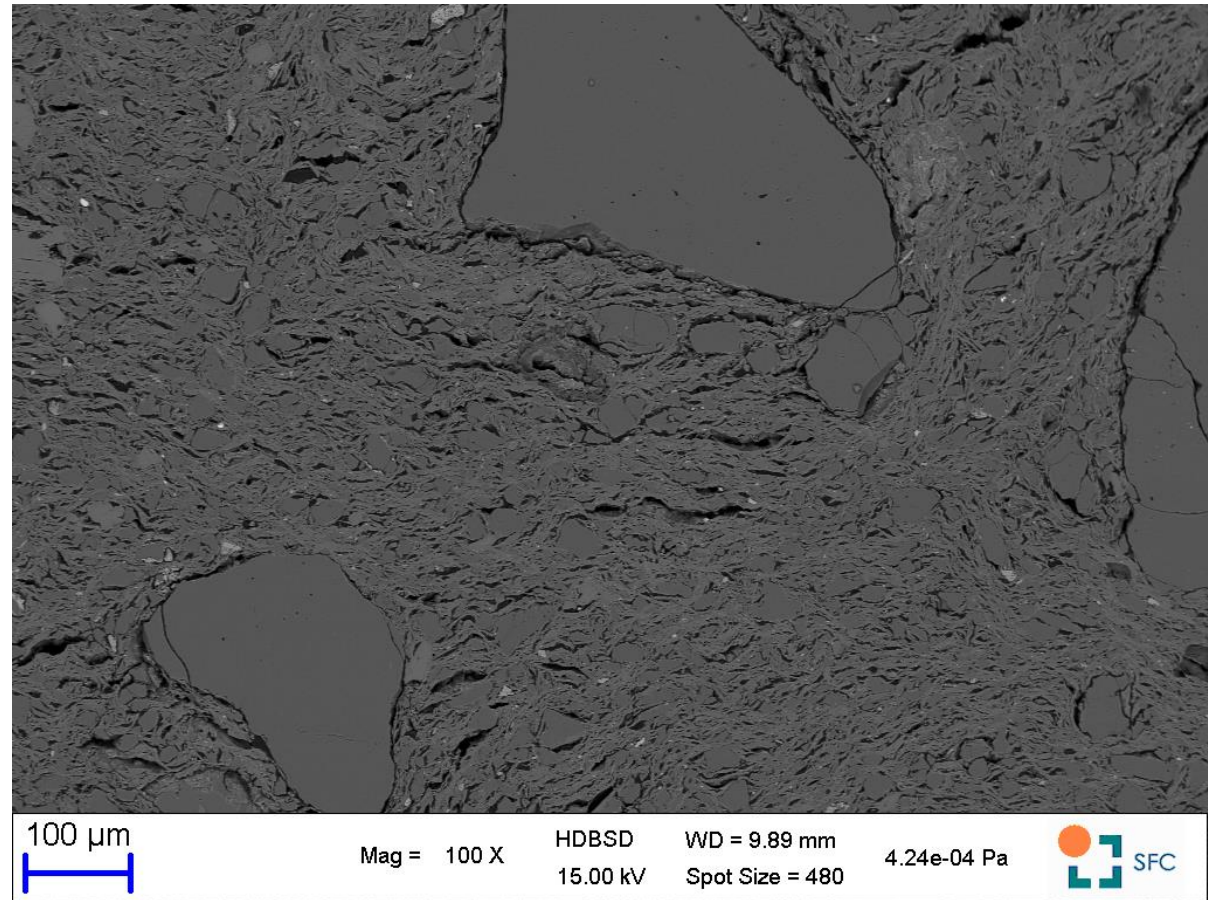
- entre 800 et 1000°C

**Propriété de la céramique :**

- poreuse, faible densité

**Domaine d'application :**

- art de la table, bâtiment, décoration



**Taux de porosité totale :** 22,9 % vol.

**Morphologie :** pores très étirés et très fins



## **Matière(s) première(s) :**

- argile ferrugineuse (terre rouge) ou mélange argile + calcaire + silice + kaolin (terre blanche)

## **Température de cuisson :**

- entre 800 et 1000°C

## **Propriété de la céramique :**

- poreuse, faible densité

## **Domaine d'application :**

- art de la table, bâtiment, décoration

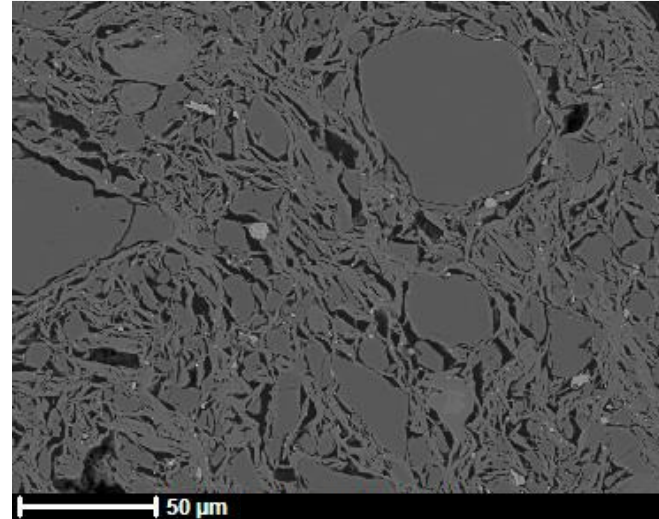


Image MEB en électrons rétrodiffusés

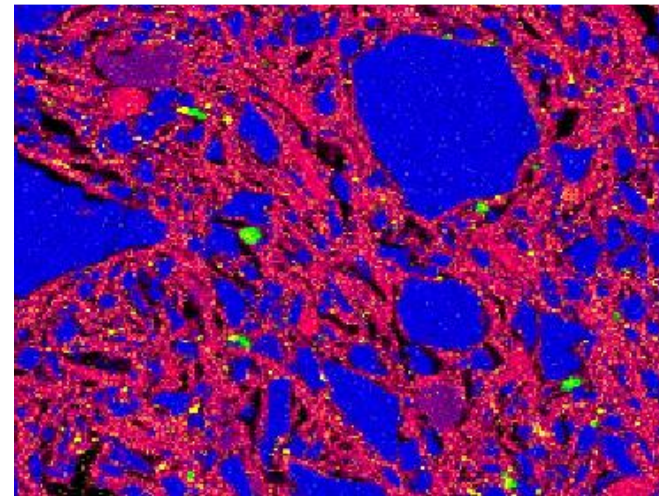


Image X recombinée :

**ALUMINIUM, SILICIUM, FER, TITANE**

## **Matière(s) première(s) :**

- Pâte argileuse + émail

## **Température de cuisson :**

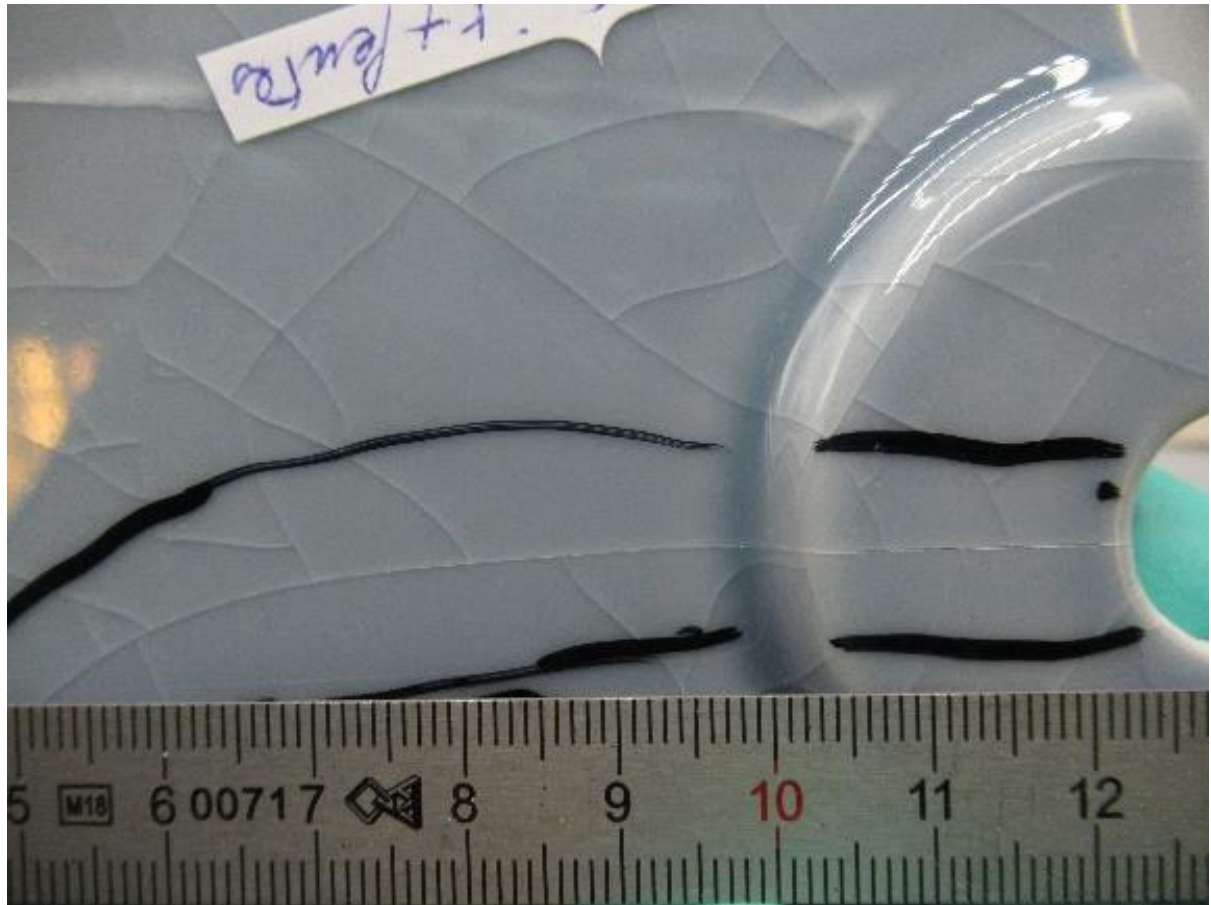
- 2 cuissons (biscuit + fixation émail)
- entre 800 et 1050°C
- puis  $\approx 900^{\circ}\text{C}$

## **Propriété de la céramique :**

- poreuse, « tendre »

## **Domaine d'application :**

- art de la table, bâtiment (carrelage, sanitaire), décoration



## **Matière(s) première(s) :**

- Pâte argileuse + émail

## **Température de cuisson :**

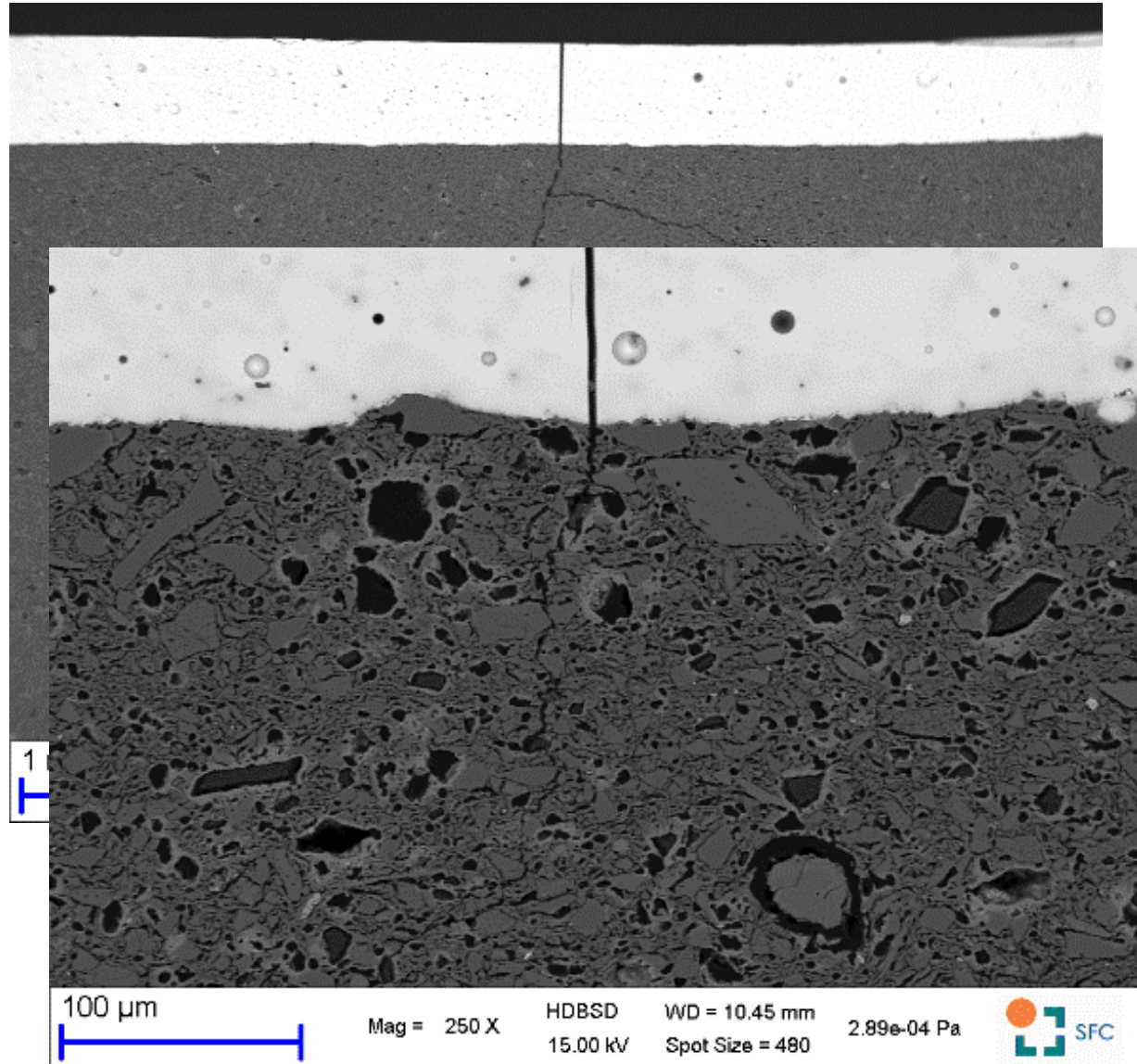
- 2 cuissons (biscuit + fixation émail)
- entre 800 et 1050°C
- puis  $\approx 900^\circ\text{C}$

## **Propriété de la céramique :**

- poreuse, « tendre »

## **Domaine d'application :**

- art de la table, bâtiment (carrelage, sanitaire), décoration





## Matière(s) première(s) :

- Pâte argileuse + émail

## Température de cuisson :

- 2 cuissons (biscuit + fixation émail)
- entre 800 et 1050°C
- puis  $\approx 900^\circ\text{C}$

## Propriété de la céramique :

- poreuse, « tendre »

## Domaine d'application :

- art de la table, bâtiment (carrelage, sanitaire), décoration

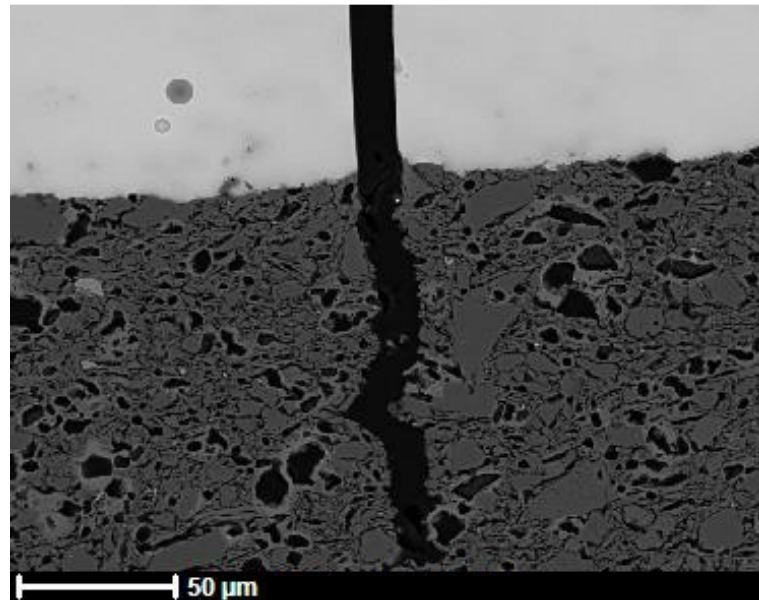


Image MEB en électrons rétrodiffusés

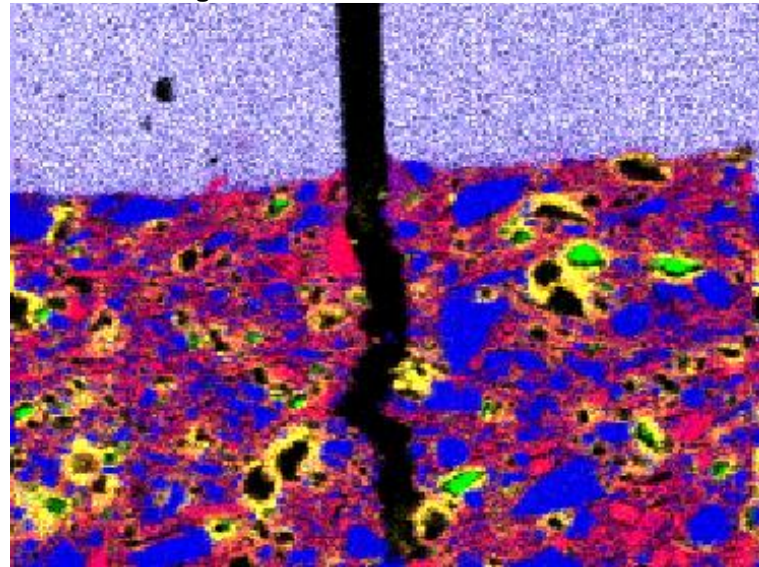


Image X recombinée :

ALUMINIUM, SILICIUM, CALCIUM, MAGNESIUM, PLOMB (blanc)

**Matière(s) première(s) :**

- forte proportion de silice partiellement vitrifiée

**Température de cuisson :**

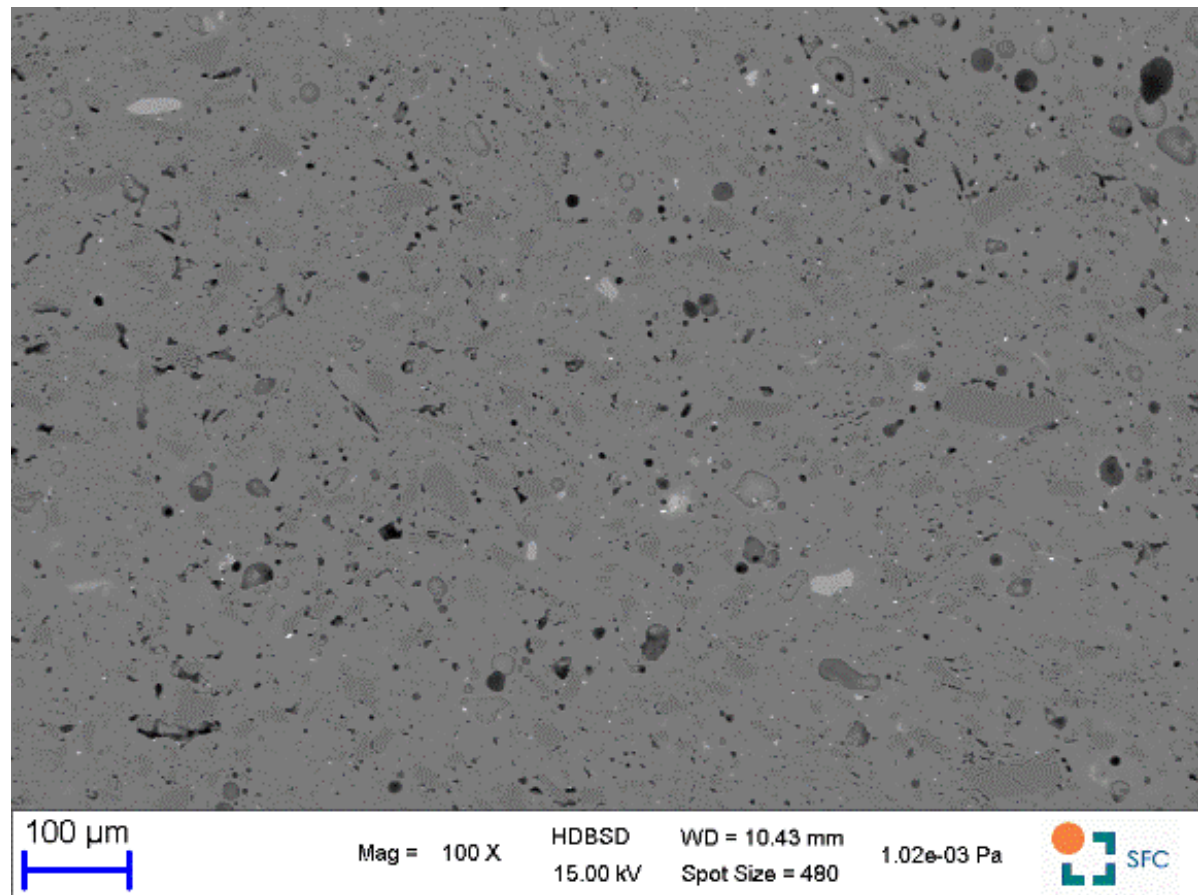
- entre 1200 et 1400°C

**Propriété de la céramique :**

- très grande dureté, résistance chimique et thermique

**Domaine d'application :**

- art de la table, bâtiment (carrelage, sanitaire), décoration



**Microstructure :** grains divers enchâssés dans une phase liante

**Porosité :**

- Morphologie : plutôt sphérique
- Porosité totale : 9,0 % vol.



**Matière(s) première(s) :**

- forte proportion de silice partiellement vitrifiée

**Température de cuisson :**

- entre 1200 et 1400°C

**Propriété de la céramique :**

- très grande dureté, résistance chimique et thermique

**Domaine d'application :**

- art de la table, bâtiment (carrelage, sanitaire), décoration

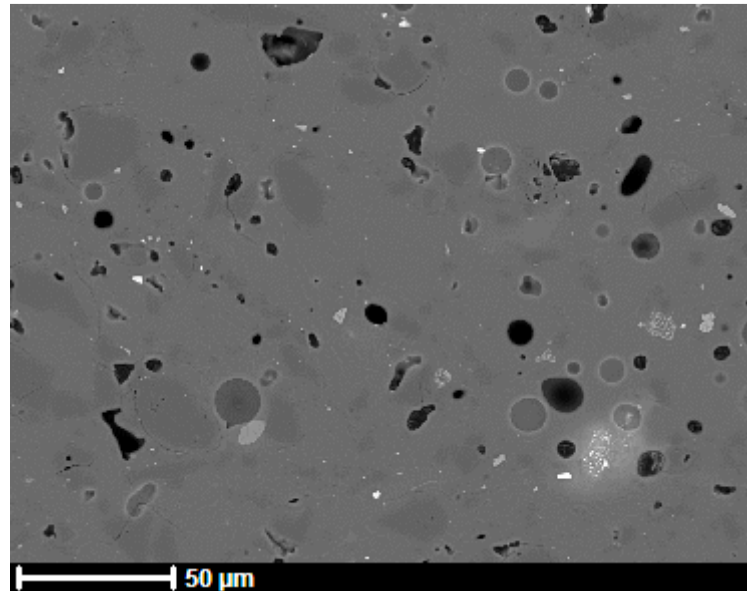


Image MEB en électrons rétrodiffusés

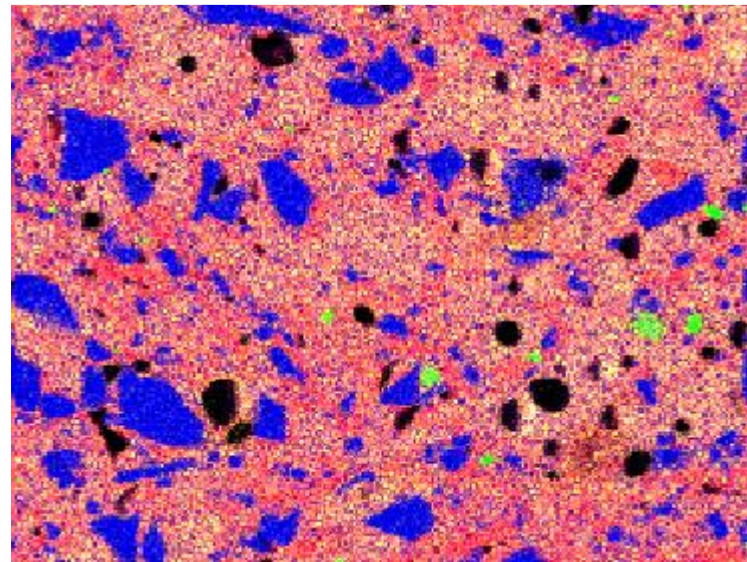


Image X recombinée : **ALUMINIUM**, **SILICIUM**,  
**SODIUM**, **TITANE**

## **Matière(s) première(s) :**

- Kaolin

## **Température de cuisson :**

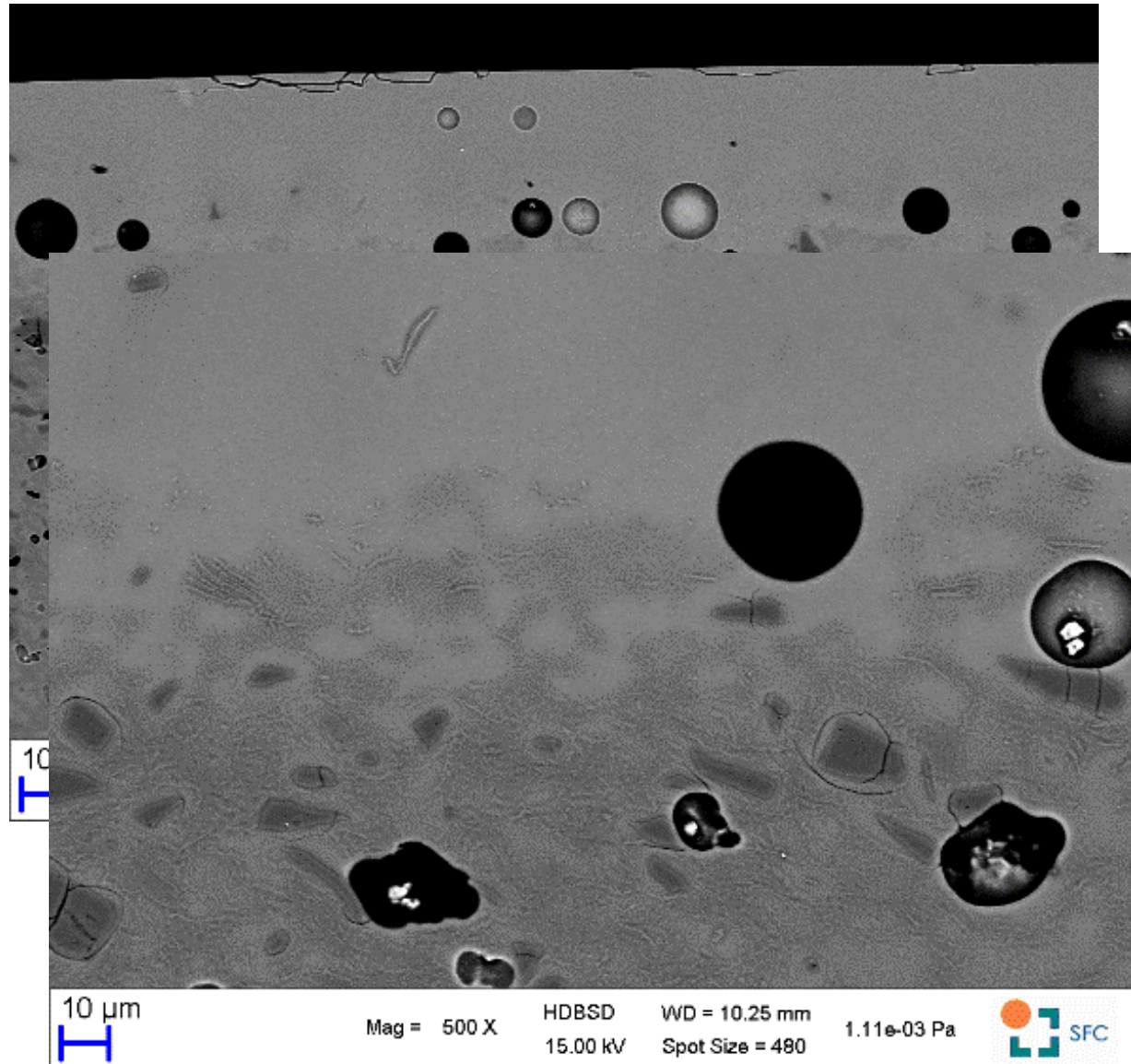
- 2 cuissons (dégourdi + cuisson finale)
- entre 800 et 900°C
- puis entre 1250 et 1400°C

## **Propriété de la céramique :**

- très grande dureté, translucidité

## **Domaine d'application :**

- art de la table, décoration



### Matière(s) première(s) :

- forte proportion de silice partiellement vitrifiée

### Température de cuisson :

- entre 1200 et 1400°C

### Propriété de la céramique :

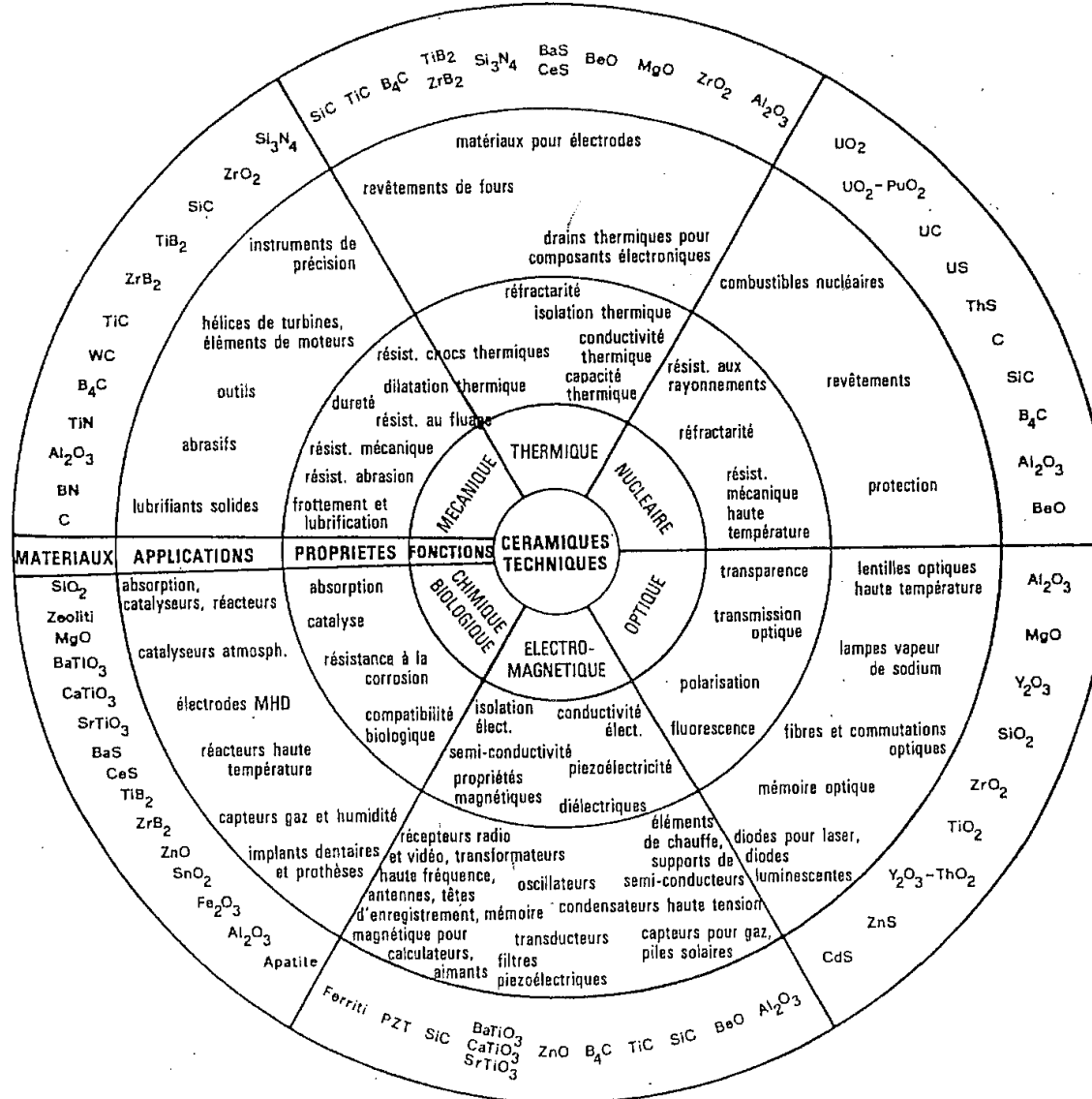
- très grande dureté, résistance chimique et thermique

### Domaine d'application :

- art de la table, bâtiment (carrelage, sanitaire), décoration

Teneurs massiques (%)	Tesson				Email			
	Phase liante		Grains		Matrice		Cristallisations	
	M	ET	M	ET	M	ET	M	ET
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ND	-	ND	-	ND	-	ND	-
Na <sub>2</sub> O	0,7	0,1	Tr	-	0,5	< 0,1	Tr	-
MgO	0,2	< 0,1	Tr	-	2,8	0,3	1,3	0,5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	28,9	3,4	1,1	1,4	13,4	0,6	6,9	2,4
SiO <sub>2</sub>	65,6	2,8	98,4	1,8	72,8	1,1	86,1	4,9
K <sub>2</sub> O	4,0	0,5	Tr	-	2,9	0,1	1,5	0,6
CaO	0,3	0,1	Tr	-	7,4	0,4	3,7	1,3
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,4	0,1	Tr	-	0,2	< 0,1	Tr	-
Total	100,0	-	100,0	-	100,0	-	100,0	-
M = moyenne – ET = écart-type Elément dosé en WDS Tr : traces inférieures à 0,2 % – Tr : traces inférieures à 0,5 %								

# CÉRAMIQUES TECHNIQUES





# CÉRAMIQUES TECHNIQUES

Très variées. Applications très diverses

Céramiques étudiées  
dans cette présentation :

Céramiques  
oxydes

Alumine

Alumine  
chromée

Dioxyde  
de titane

Céramiques  
non-oxydes

SiAlON

## Matière(s) première(s) :

- Bauxite

## Température de cuisson :

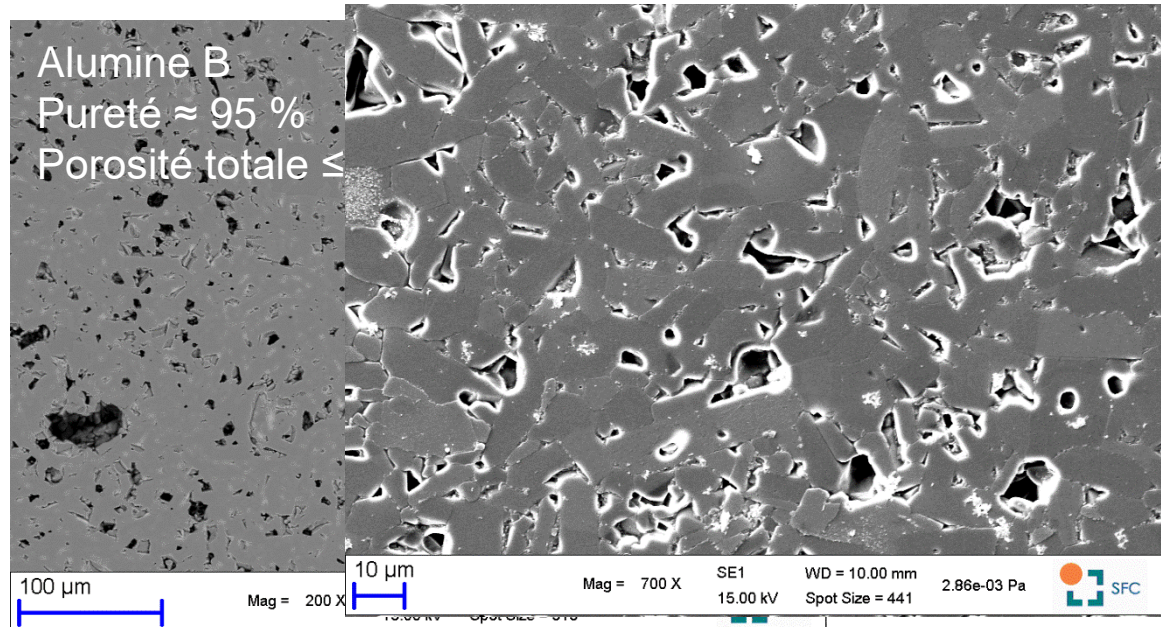
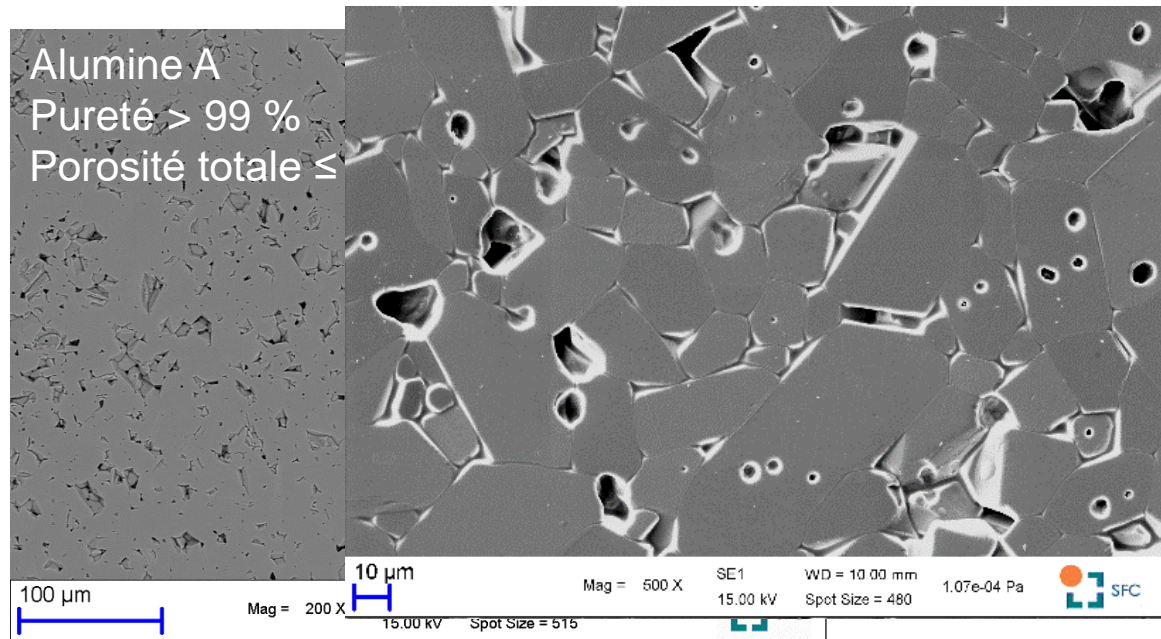
- frittage  $\geq 1600^{\circ}\text{C}$

## Propriété de la céramique :

- bonne tenue mécanique aux températures élevées, bonne conductivité thermique, grande résistivité électrique, grande dureté, bonne résistance à l'usure, inertie chimique

## Domaine d'application :

- isolateurs électriques, supports d'éléments chauffants, protections thermiques, éléments de broyage, composants mécaniques, bagues d'étanchéité, prothèses dentaires



## Matière(s) première(s) :

- Bauxite

## Température de cuisson :

- frittage  $\geq 1600^{\circ}\text{C}$

## Propriété de la céramique :

- bonne tenue mécanique aux températures élevées, bonne conductivité thermique, grande résistivité électrique, grande dureté, bonne résistance à l'usure, inertie chimique

## Domaine d'application :

- isolateurs électriques, supports d'éléments chauffants, protections thermiques, éléments de broyage, composants mécaniques, bagues d'étanchéité, prothèses dentaires

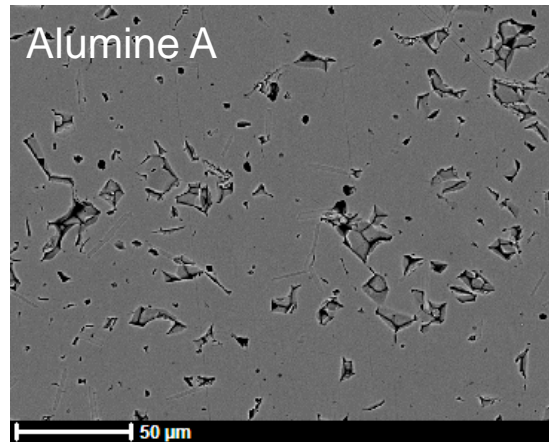


Image MEB à cœur (vue en coupe)

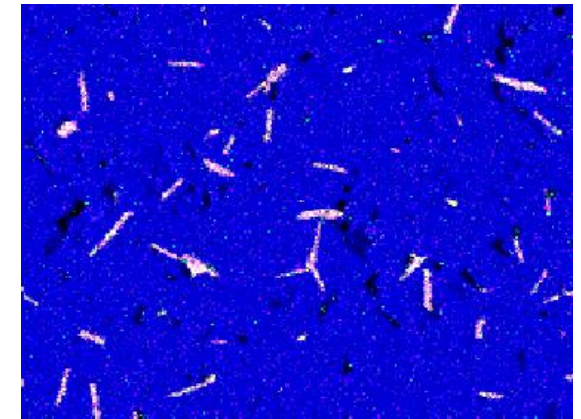


Image X recombinée : ALUMINIUM +  
MAGNESIUM + SODIUM + CALCIUM

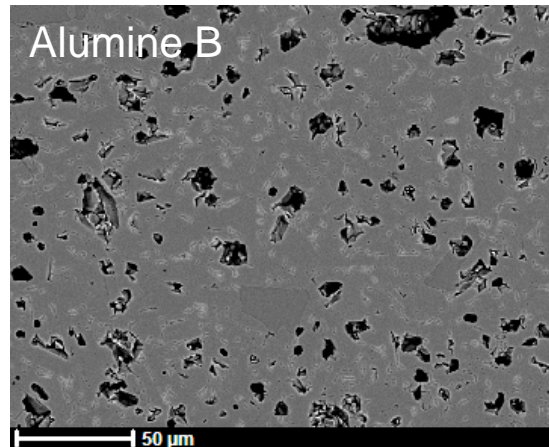


Image MEB à cœur (vue en coupe)

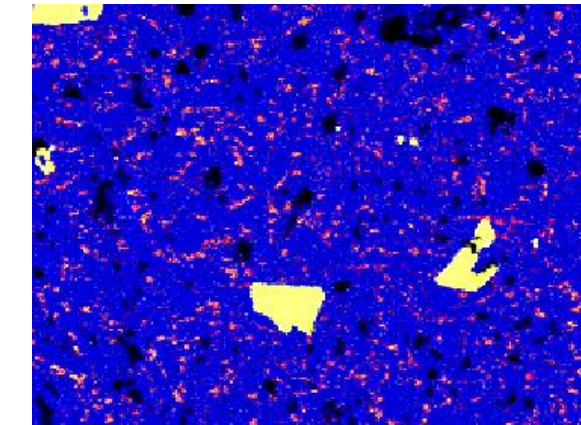


Image X recombinée : ALUMINIUM +  
MAGNESIUM + SILICIUM





SFC

# L'ALUMINE CHROMÉE

## Matière(s) première(s) :

- fusion d'alumine calcinée de haute pureté et d'oxyde de chrome

## Température de cuisson :

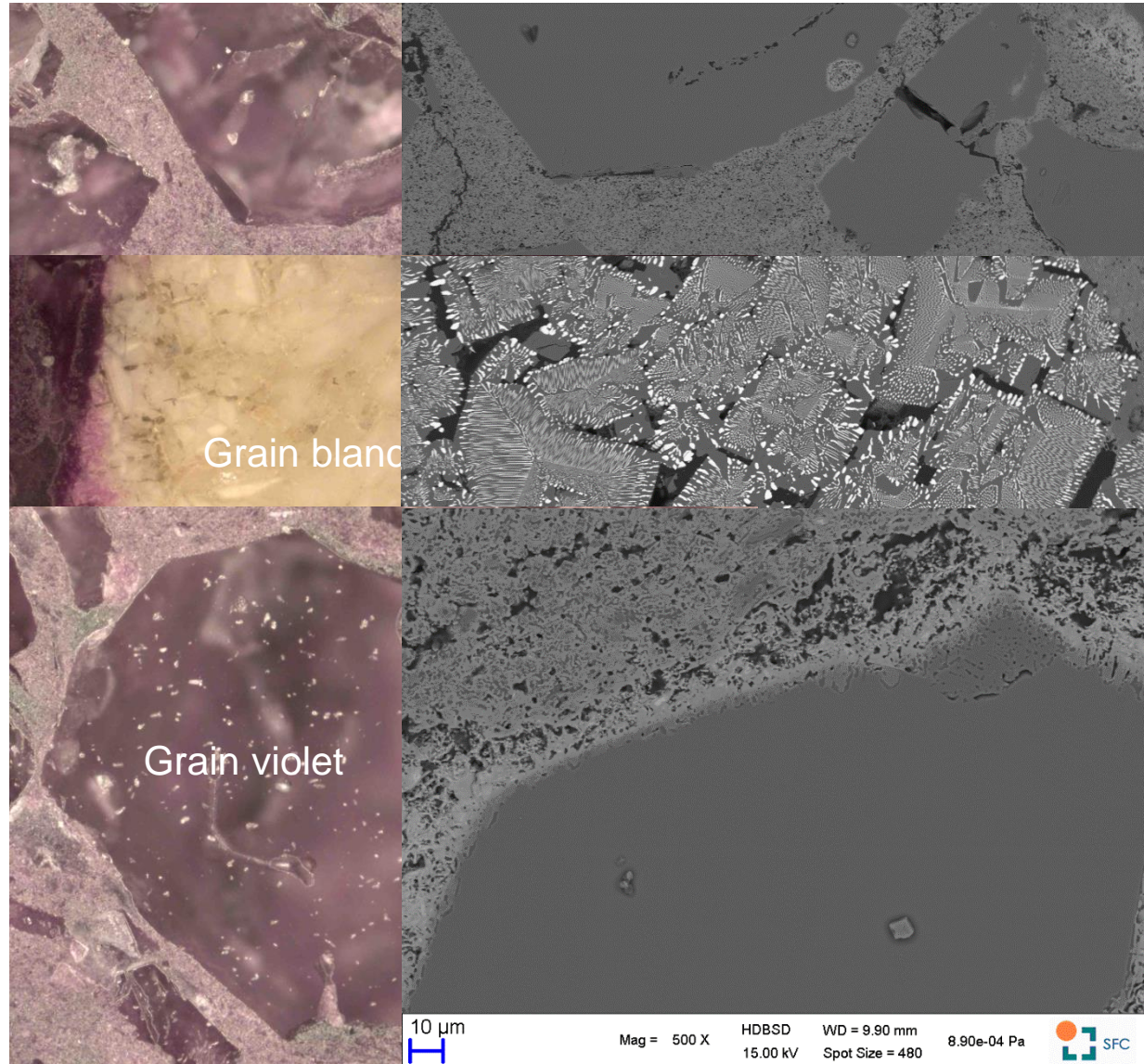
- frittage  $\geq 1400^{\circ}\text{C}$

## Propriété de la céramique :

- résistance à l'usure, excellente résistance thermique et chimique

## Domaine d'application :

- réfractaires pour les fours, abrasifs, carreaux, briques, isolateurs électriques, pigments roses et rouges, supports de catalyseur, revêtements résistants à l'usure, implants dentaires







# L'ALUMINE CHROMÉE

SFC

## Matière(s) première(s) :

- fusion d'alumine calcinée de haute pureté et d'oxyde de chrome

## Température de cuisson :

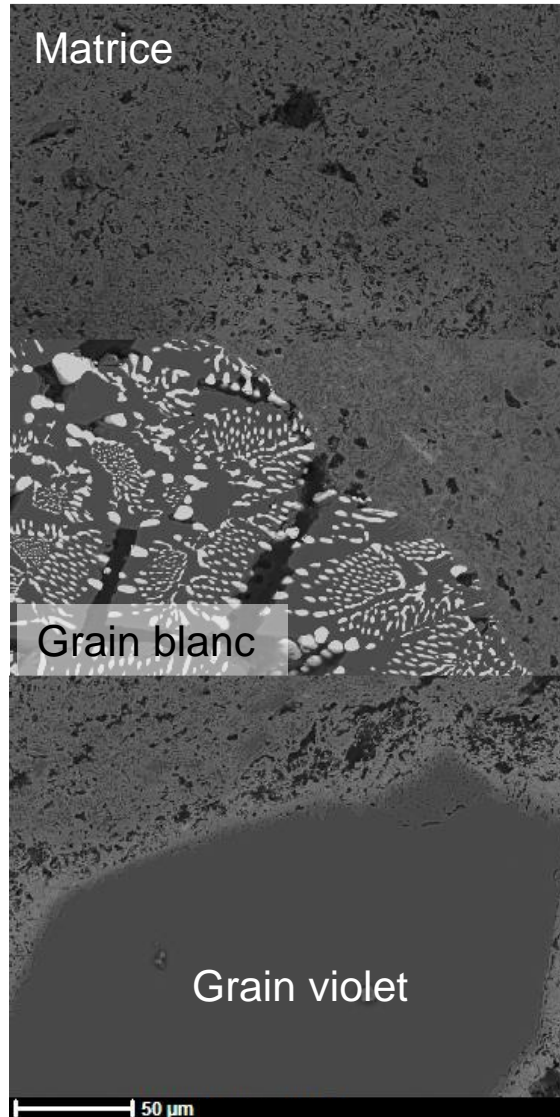
- frittage  $\geq 1400^{\circ}\text{C}$

## Propriété de la céramique :

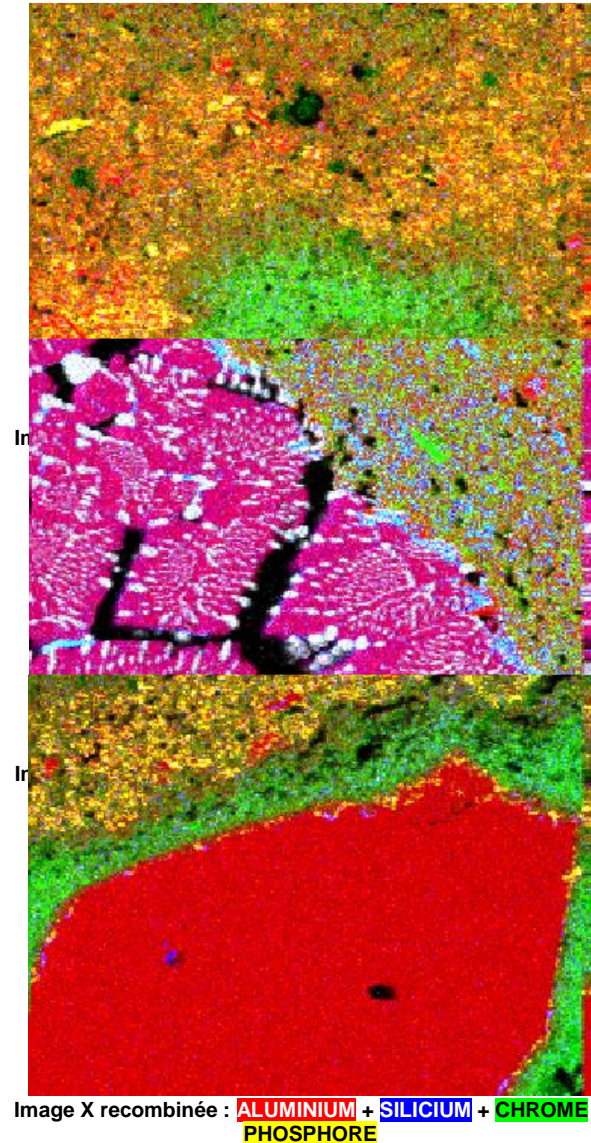
- résistance à l'usure, excellente résistance thermique et chimique

## Domaine d'application :

- réfractaires pour les fours, abrasifs, carreaux, briques, isolateurs électriques, pigments roses et rouges, supports de catalyseur, revêtements résistants à l'usure, implants dentaires



Observation MEB







SFC

# LE DIOXYDE DE TITANE

## Matière(s) première(s) :

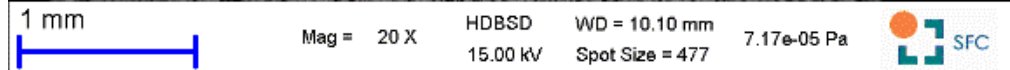
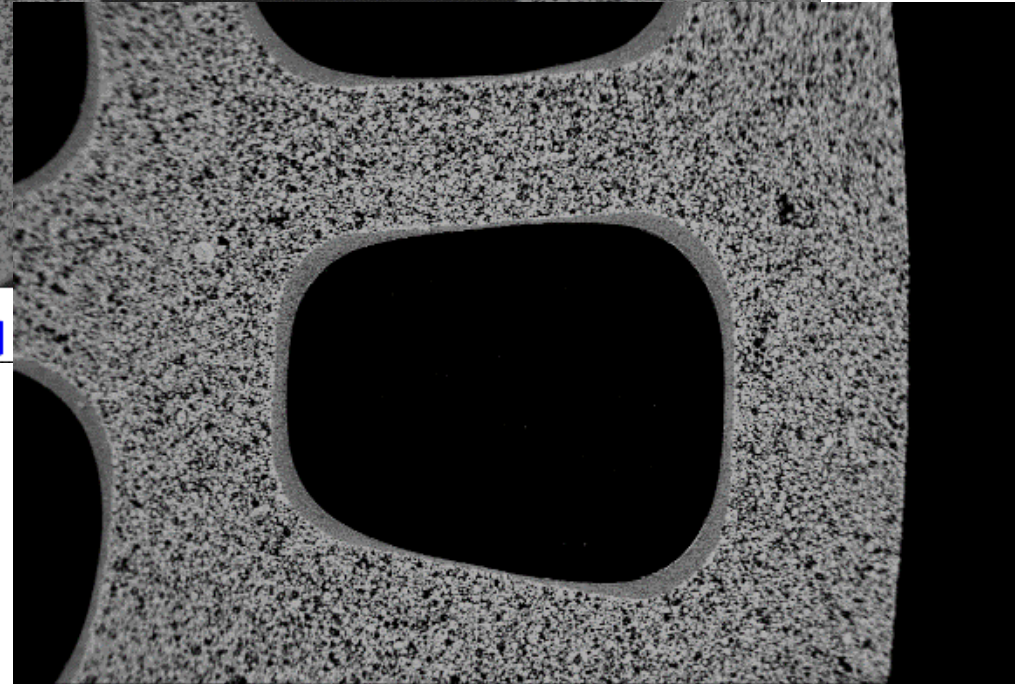
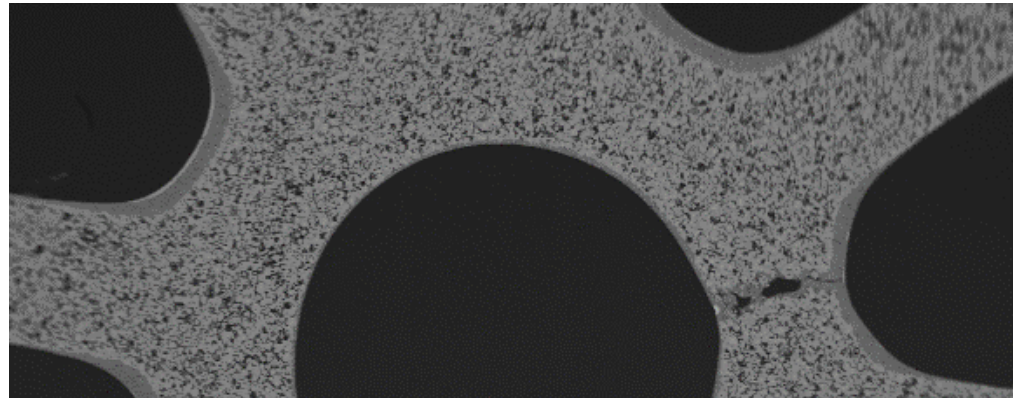
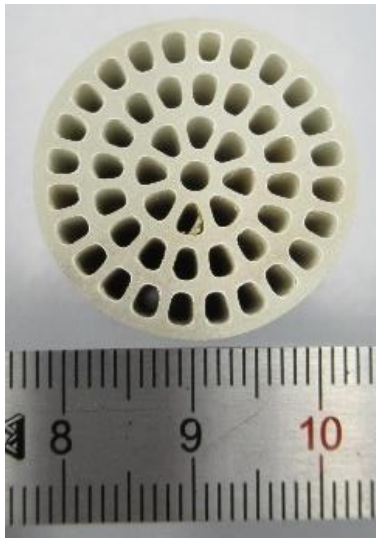
- principalement anatase + rutilé

## Propriété de la céramique :

- activité photocatalytique

## Domaine d'application :

- catalyseur





# LE DIOXYDE DE TITANE

SFC

## Matière(s) première(s) :

- principalement anatase + rutilé

## Propriété de la céramique :

- activité photocatalytique

## Domaine d'application :

- catalyseur

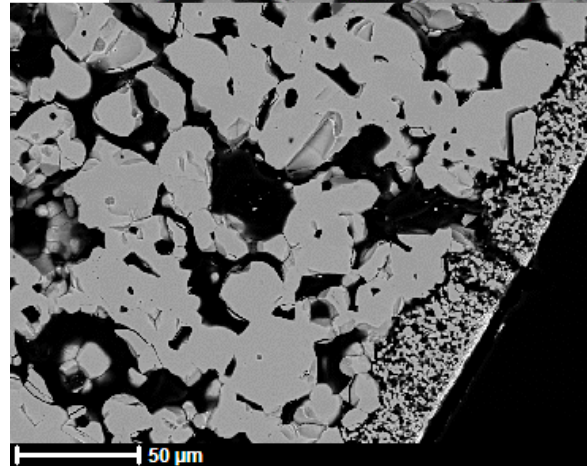
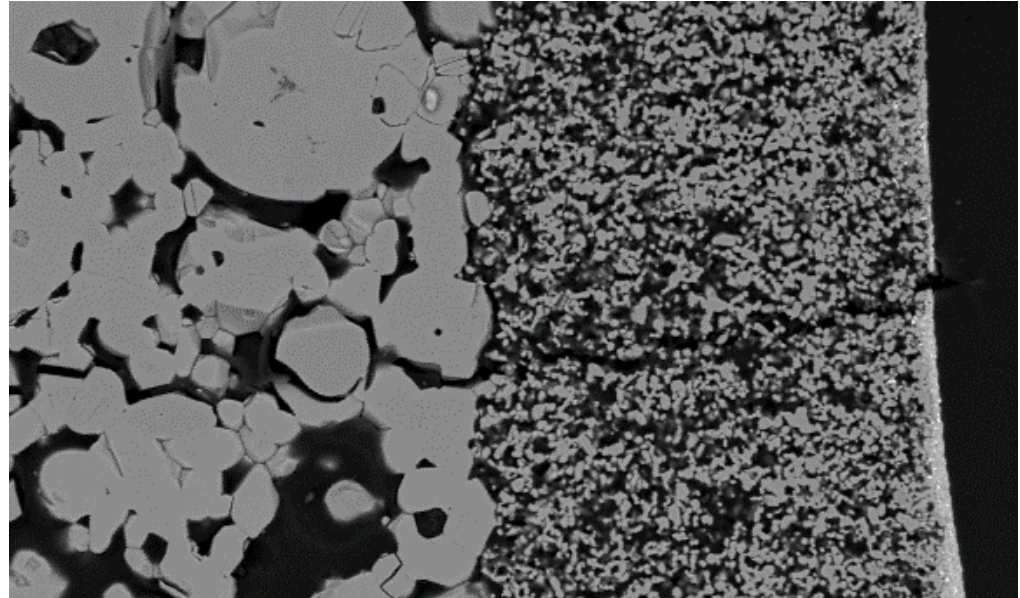
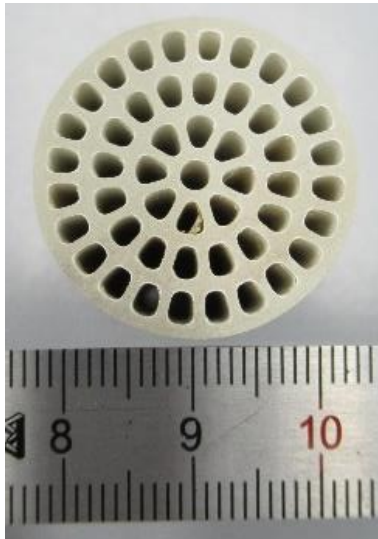


Image MEB en électrons rétrodiffusés

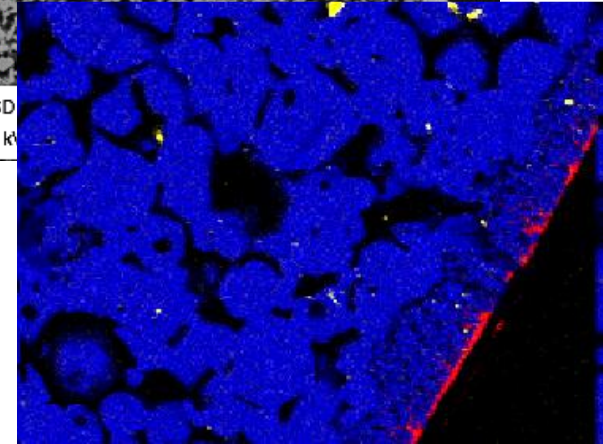


Image X recombinaée :

**TITANE** + **ZIRCONIUM** + **ALUMINIUM**





SFC

# LE DIOXYDE DE TITANE

## **Matière(s) première(s) :**

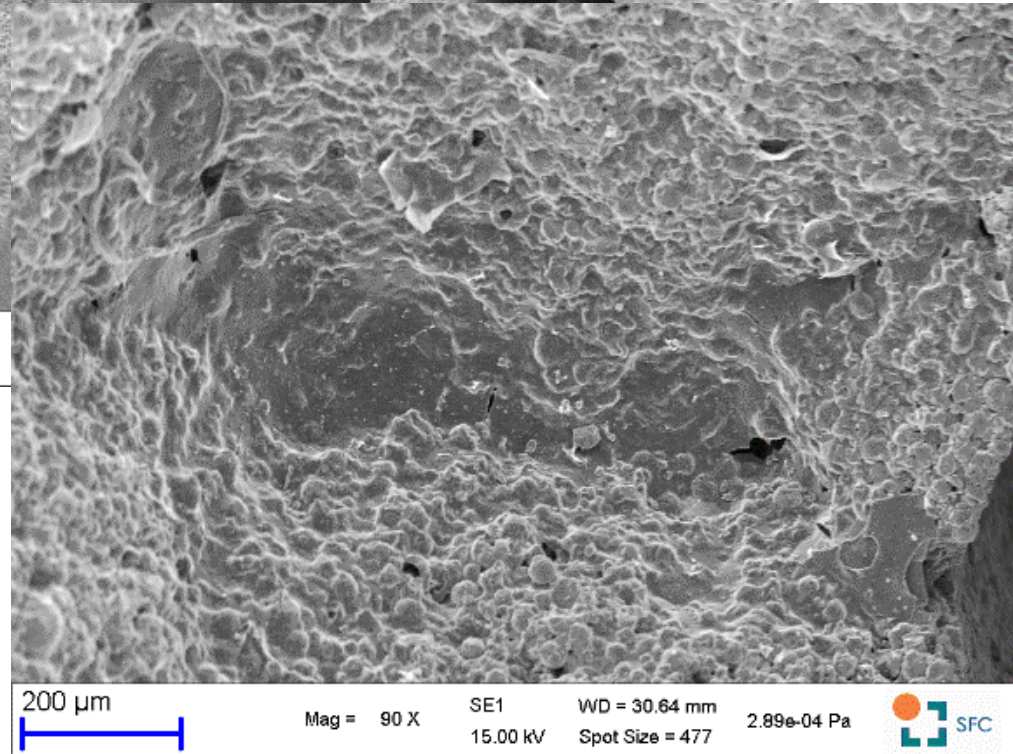
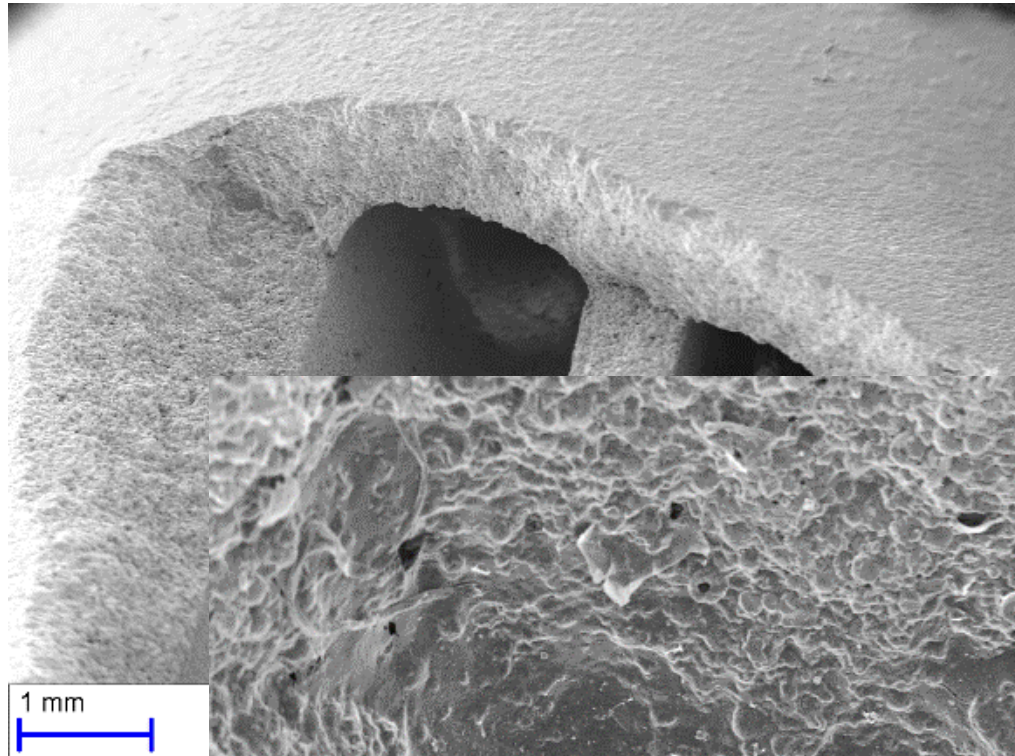
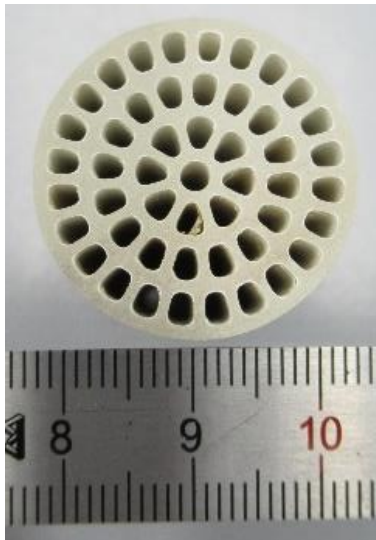
- principalement anatase + rutile

## **Propriété de la céramique :**

- activité photocatalytique

## **Domaine d'application :**

- catalyseur



# L'OXYNITRURE DE SILICIUM ET D'ALUMINIUM (SiAlON)

## Matière(s) première(s) :

- dérivé du nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  par substitution de certaines liaisons Si-N par des liaisons Al-N et Al-O

## Température de cuisson :

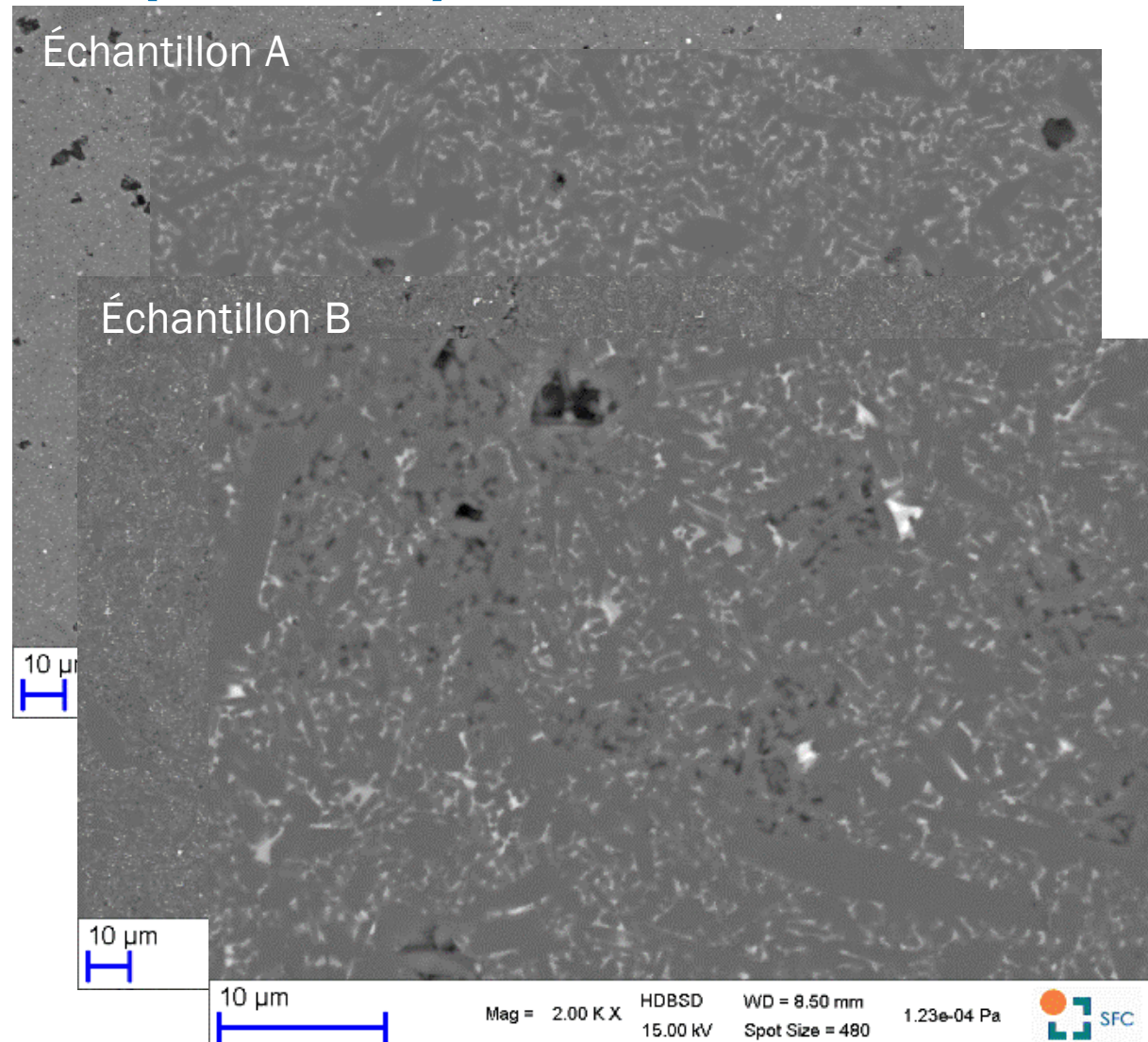
- frittage entre 1600°C et 1750°C

## Propriété de la céramique :

- bonne résistance aux chocs thermiques, excellente résistance à la corrosion par les métaux non ferreux en fusion, bonne résistance à l'usure, faible coefficient de dilatation thermique, bonne résistance à l'oxydation

## Domaine d'application :

- application d'usure sévère, outils de coupe, pièces d'usure





# L'OXYNITRURE DE SILICIUM ET D'ALUMINIUM (SiAlON)

SFC

## Matière(s) première(s) :

- dérivé du nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  par substitution de certaines liaisons Si-N par des liaisons Al-N et Al-O

## Température de cuisson :

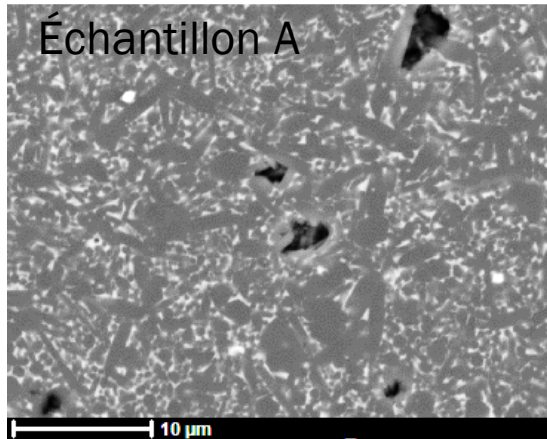
- frittage entre 1600°C et 1750°C

## Propriété de la céramique :

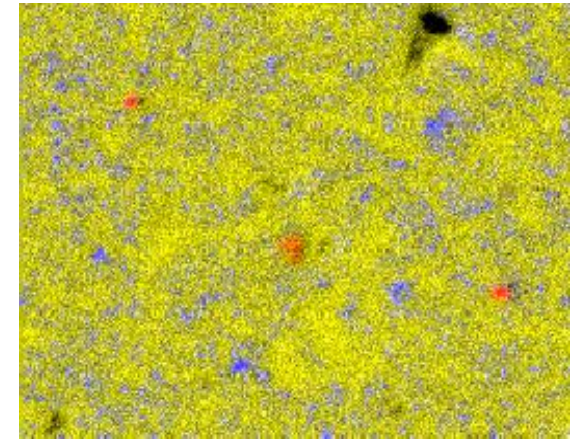
- bonne résistance aux chocs thermiques, excellente résistance à la corrosion par les métaux non ferreux en fusion, bonne résistance à l'usure, faible coefficient de dilatation thermique, bonne résistance à l'oxydation

## Domaine d'application :

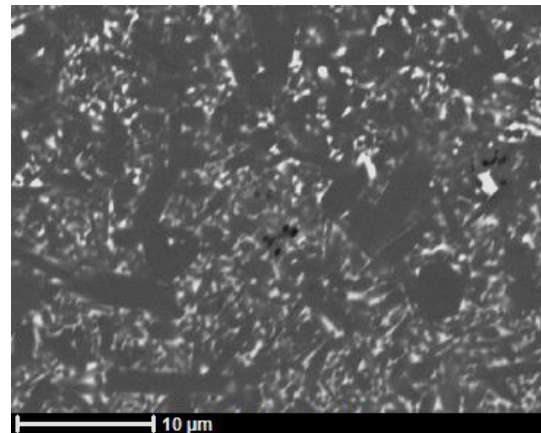
- application d'usure sévère, outils de coupe, pièces d'usure



Images MEB en électrons rétrodiffusés

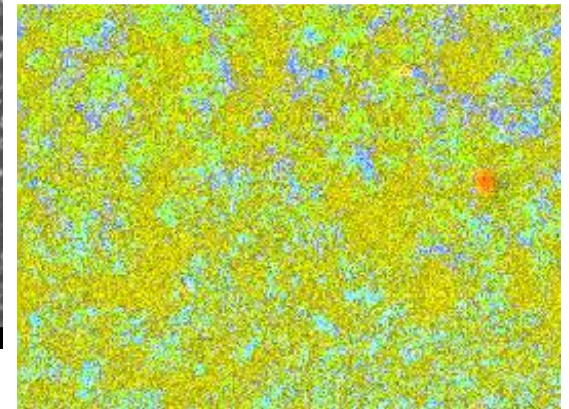


Images X recombinaées : SILICIUM + YTTRIUM + FER



Images MEB en électrons rétrodiffusés

## Échantillon B



Images X recombinaées : SILICIUM + YTTRIUM + MAGNESIUM + FER + YTTRIUM + MAGNESIUM



# **PRÉPARATION ET ANALYSE DE CÉRAMIQUES**

## 1. Découpe :

- Matériaux durs et fragiles
- Découpe par voie humide avec meule diamantée

## 2. Enrobage :

- Matériaux souvent poreux
- Enrobage de préférence avec une résine fluide sous vide

## 3. Polissage :

- Abrasion sur disques SiC
- Polissage en plusieurs étapes (généralement 3) avec suspensions diamantée jusqu'à 1  $\mu\text{m}$
- Défauts de préparation les plus communs : arrachements, effets de bords

## **4. Révélation des grains :**

- Attaque chimique ou attaque thermique (haute température)

## **5. Évacuation des électrons de la surface d'analyse :**

- Matériaux non conducteurs
- Métallisation nécessaire

# ANALYSE AU MEB DE CÉRAMIQUES

Des éléments légers aux éléments lourds :

- Adapter la tension d'analyse
- Utilisation EDS et ou WDS
- Etc.

1 H	Des éléments légers aux éléments lourds :																2 He
3 Li	4 Be											5 B	6 C	7 N	8 O	9 F	10 Ne
11 Na	12 Mg											13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 V	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	36 Kr
37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	53 I	54 Xe
55 Cs	56 Ba		72 Hf	73 Ta	74 W	75 Re	76 Os	77 Ir	78 Pt	79 Au	80 Hg	81 Tl	82 Pb	83 Bi	84 Po	85 At	86 Rn
87 Fr	88 Ra		104 Rf	105 Db	106 Sg	107 Bh	108 Hs	109 Mt	110 Ds	111 Rg	112 Cn	113 Nh	114 Fl	115 Mc	116 Lv	117 Ts	118 Og
		57 La	58 Ce	59 Pr	60 Nd	61 Pm	62 Sm	63 Eu	64 Gd	65 Tb	66 Dy	67 Ho	68 Er	69 Tm	70 Yb	71 Lu	
		89 Ac	90 Th	91 Pa	92 U	93 Np	94 Pu	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es	100 Fm	101 Md	102 No	103 Lr	

- Adapter la tension d'analyse
- Utilisation EDS et ou WDS
- Etc.



**Des questions ?**

**Merci pour votre attention**

**Marie-Eline COUTURIER**  
**Responsable Analytique Microstructure**  
**LC2M – Pôles Microstructure & Physique**  
**01.56.56.70.92**  
**[couturier.sfc@ceramique.fr](mailto:couturier.sfc@ceramique.fr)**



Rose de porcelaine  
(Etlingera elatior)