

MEMOIRE

Présentée devant

L'UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA
FACULTE DES SCIENCE ET DES SCIENCES DE L'INGENIEUR
DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour Obtenir

LE DIPLOME DE MAGISTER EN CHIMIE

OPTION : SCIENCES DES MATERIAUX

Par

Samira BOUALI

**«SYNTHESE , CARACTERISATION PAR LA DIFFRACTION
DES RX ET ETUDE STRUCTURALE PAR LA METHODE DE
RIETVELD, DE LA PHASE RHOMBOEDRIQUE DE LA
SOLUTION SOLIDE DE ZIRCONATE-TITANATE DE
PLOMB»**

SOUTENUE LE 25 / 02 / 2004 DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN :

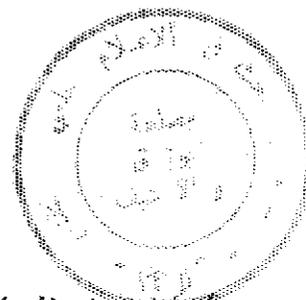
M. S. E. BOUAOUD
M. C. BOUDAREN
M. A. BOUTARFAIA
M. A. MEGHAZZI
M. H. MERAZIG

Professeur, Université de Constantine,
Maître de conférence, Université de Constantine,
Professeur, Université de Biskra,
Maître de conférence, Université de Biskra,
Maître de conférence, Université de Constantine,

Président
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur

2004.02.25

Avant-Propos



Ce travail a été effectué au sein du laboratoire des céramiques de l'université de MOHAMED KHIDER - BISKRA en collaboration avec le laboratoire de chimie moléculaire du contrôle de l'environnement et des mesures physico-chimique - Université MENTOURI- CONSTANTINE.

Je remercie vivement Monsieur C. BOUDAREN Maître de conférence à l'université de Constantine, de m'avoir confié et diriger ce travail avec beaucoup d'efficacité, et pour ces encouragements, qu'il soit assuré de mon estime et de ma reconnaissance. Je voudrais témoigner ici de sa compétence, sa disponibilité, de son immense qualité humaine et de sa bonne humeur permanente.

Je suis très honoré que Monsieur S. E. BOUAOUD, professeur à l'université de Constantine ait accepté la présidence de ce jury et je le remercie vivement.

J'adresse de sincère remerciement à Monsieur A. BOUTARFAIA professeur à l'université de Biskra, pour son aide, sa disponibilité et son encouragement.

Je tiens à remercier Monsieur A. MEGHEZZI maître de conférence à l'université de Biskra, et à Monsieur H. MERAZIG, maître de conférence à l'université de Constantine pour avoir accepté de juger ce travail.

Mes remerciements vont également à tous mes collègues et mes amis du laboratoire, plus particulièrement à M.LLE F. LEHRAKI qui m'a beaucoup facilitée la réalisation de ce travail, K. BOUNAB, A. BESSI, O. K. KRIBEE sans oublier I. CHEDLI, S. HASSOUNI, F. Z. SRITI et surtout à ma chère copine LEILA.

A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes très chers parents

A mes frères

Nacereddine,

Hassenne

&

Saadeddine

SOMMAIRE

Introduction générale	1
BIBLIOGRAPHIE	3

**CHAPITRE I : DIFFRACTION DES RAYONS X PAR LA
POUDRE**

I-1 Généralités	4
I-2 Technique de diffraction par poudre	4
I-2 -1 Caractéristiques d'une raie de diffraction	5
I-3 Application des méthodes de poudres	6
I-4 Techniques expérimentales	6
I-4-1 Diffractomètre D500 -SIEMENS (BRUKER)	6
I-5 Méthode de Rietveld	8
I-5-1 principe de la méthode	8
I-5-2 Méthode de Rietveld en pratique	9
I-6 Méthodes de fitting	10
I-6-1 Modélisation des raies de diffraction	11
I-6-2 Modélisation d'un diagramme de poudre	13
I-7- Analyse thermique	13
I-7-1 Généralités sur l'analyse thermique	13
I-7-2 Analyse calorimétrique différentielle DSC	13
I-7-3 Analyse thermique différentielle ATD et de thermogravimétrie ATG	14
I-8 Techniques d'analyse thermique	14
I-8-1 Analyseur couplé TG-DTA ou TG-DSC (Thermoflex RIGAKU)	14
BIBLIOGRAPHIE	16

CHAPITRE II : GENERALITES SUR LES CERAMIQUES

II-1 Introduction	17
II-2 Caractérisations des produits de bases	17
II-2-1 Oxyde de Zirconium ZrO_2	17

SOMMAIRE

II-2-2 Oxyde de Titane TiO_2	18
II-2-3 $TiO_2 - PbO$	19
II-2-4 $ZrO_2 - PbO$	19
II-3 Céramiques à base d'autres oxydes	19
II-3-1 MgO	20
II-3-2 $ZrO_2 - MgO$	20
II-4 Solution solide Zirconate -Titanate de plomb	20
II-5 Etapes de préparation des céramiques	21
II-5-1 Broyage	21
II-5-2 Calcination	21
II-6 Méthodes de préparation	22
II-6-1 Méthode céramique	22
II-6-2 Synthèse micro-onde	22
II-6-3 Méthode sol gel	23
II-6-5 Méthode de précurseur	23
II-6-6 Méthode hydrothermale	23
II-6-7 Méthode électrochimique	23
II-7 Rappel sur la structure Pérovskite	24
BIBLIOGRAPHIE	25

CHAPITRE III : ETUDE DU MECANISME REACTIONNEL

III-1 Introduction	26
III-2 Travaux antérieurs	27
III-3 Préparation de l'échantillon	28
III-4 Résultats Discussions	30
III-5 Conclusion	45
BIBLIOGRAPHIE	46