

DIPLÔME NATIONAL DE DOCTORAT

(Arrêté du 25 mai 2016)

Date de la soutenance : **04 décembre 2023**

Nom de famille et prénom de l'auteur : **Monsieur MECHICHE Youcef Charif**

Titre de la thèse : « *Contrôle des propriétés des alumines de transition par de nouvelles approches originales : découplage des phénomènes de frittage et de transition de phase* »



Résumé

L'alumine γ , obtenue par calcination de la boehmite (γ -AlOOH) à relativement basse température ~ 550 - 750°C , est utilisée comme support catalytique en raison de ses propriétés texturales remarquables. A des températures plus élevées, d'autres polymorphes peuvent être obtenus à partir de γ -Al₂O₃ suivant la transition de phase (γ - \rightarrow δ - \rightarrow θ - \rightarrow α -Al₂O₃). Cependant, ces transitions sont accompagnées du frittage de nanoparticules primaires, conduisant à de faibles propriétés texturales (volume poreux et surface spécifique). Dans cette thèse, nous proposons de découpler les phénomènes de « transition de phase » et de « frittage » utilisant une autre forme d'énergie d'activation (énergie transférée par choc mécanique à l'aide de broyage planétaire à billes).

Dans un premier temps, nous avons étudié les transitions de phase et l'effet de frittage sur les propriétés texturales de boehmites de taille et de morphologie différentes, par traitement thermique conventionnel. Ensuite, de manière comparative, nous avons étudié l'évolution de propriétés des produits des mêmes boehmites issus de broyage planétaire. Le broyage a conduit à des chemins de transitions de phase différents (γ -AlOOH \rightarrow χ - \rightarrow α -Al₂O₃ ou γ -AlOOH \rightarrow tohdite (Al₂O₃.0,2H₂O) \rightarrow κ - \rightarrow α -Al₂O₃) de celui obtenu par calcination. Puis, l'impact de conditions opératoires de broyage sur la transition de phase a été montré et rationalisé par un modèle de collision mécanique. In fine, nous montrons que trois paramètres principaux gouvernent la séquence de phases : l'énergie de choc, le nombre de choc mécanique, et la teneur en eau initialement contenue dans l'échantillon. L'évolution texturale s'est avérée toujours couplée à la transition de la phase cristallographique mais de manière différente à ce qui était observé via le traitement thermique. Par exemple, pour obtenir une alumine alpha avec une surface maximisée, nous avons montré qu'il faut privilégier des énergies, des nombres de chocs optimums, et minimiser l'eau du système. Nous sommes parvenus à obtenir des alumines alpha présentant des surfaces spécifiques allant jusqu'à 112 m²/g (issues d'une boehmite de 48 m²/g), contre 5 m²/g obtenue par calcination conventionnelle en partant de la même boehmite. Par ailleurs, les produits ont une texture différente (selon la classification IUPAC) de celles obtenues par calcination. Ainsi, une attention particulière a été portée à la caractérisation de la texture via la physisorption-azote, la porosimétrie-mercure, la SAXS, et d'autres logiciels de traitement de données (MicroActive et Plug Im).

Mots-clés : Alumine, boehmite, broyage planétaire, transition de phase, frittage, diagramme de phase