

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE
N° : PhMat 19/2019



DOMAINE : Sciences de la matière
FILIERE : Physique
OPTION : PHYSIQUE DES MATERIAUX

Mémoire de Fin d'Etudes
Présentée par
Malek Ibtissem
En vue de l'obtention du diplôme de
Master Académique en physique des matériaux

THEME

**Elaboration et caractérisation de polyester insaturé renforcé
par des particules de MgO**

Soutenu le 15 /07 /2019 devant le jury composé de:

Saadi BERRI	Université de Msila	Président
Miloud IBRIR	Université de Msila	Rapporteur
Djamal ABDELKBIR	Université de Msila	Co-Rapporteur
Fareh HAMRIT	Université de Msila	Examineur

Année universitaire : 2018/2019

Dédicace

Ce travail est dédié à:

Tous mes professeurs du département de physique

A toute ma famille, ma mère, mon père, mes frères et mes sœurs

À ma cousine et ma chère ami Assia

Ce travail est dédié à mon mari Ouhab Aissa

Remerciement

Tout d'abord, je voudrais remercier *Allah* de m'avoir donné la capacité, la patience et m'a guidé toutes mes années d'étude. Pour leur grand crédit en terminant ce travail.

Je voudrais aussi remercier mon professeur *Ibrir Miloud* d'avoir dirigé et suivi ce travail.

J'exprime ma profonde gratitude au Dr *Berri Saadi* et au Dr *Hamrit Fareh*

Reconnu grâce aux responsables de laboratoire de chimie, du laboratoire de biologie et du département de génie mécanique de la faculté des sciences et technologies à
l'université de M'sila

Un grand merci à tous les professeurs et administrateurs du département de physique

Un merci à tout particulier aux doctorants et également à mes meilleurs amis,
Chahra, zizou et Rihanna.

Sans oublier toute ma famille et mon mari, je vous remercie d'avoir été ma famille

SOMMAIRE

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
Chapitre I: Généralité sur les matériaux composites	2
I.1-Introduction.....	2
I.2-Définitions	2
I.3-Classification des matériaux composites.....	3
I.3.1-Classement suivant les matières matricielles	3
I.3.1.1- Composites à matrice organique.....	3
I.3.1.2- Composites à matrice	3
I.3.1.3- Composites à matrice minérale :	3
I.3.2– Classement suivant la phase des renforts	3
I.4- Les composants.....	4
I.4.1- Matrice	4
I.4.2- Renfort	5
I.5-Les additifs et les charges	7
I.6-Architecture de renforcement	7
Architecture des fibres	7
I.7-Architecture des matériaux composites.....	9
I.7.1- Monocouche	9
I.7.2- Stratifié.....	10
I.7.3- Sandwichs.....	10
I.8- La mise en œuvre des matériaux composites	11
I.8.1-Moulage au contact.....	11
I.8.2-Moulage par projection simultanée	11
I.8.2-Injection thermodurcissable BMC.....	12
I.8.3-Compression thermodurcissable SMC.....	12
I.8.4-Enroulement filamentaire (ou bobinage)	13
I.9- Les propriétés des matériaux composites	13
Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales	15
II.1-Matériaux utilisés.....	15
II.1.1-Matrice : (Résine polyester insaturés).....	15

II.1.2.1-Les caractéristiques de résine utilisée.....	15
II.1.2-Renfort : (particules de l'oxyde de magnésium MgO).....	16
II.2-Préparation du matériau composite.....	17
II.3-Les essais mécaniques.....	18
II.3.1-Test de flexion trois point	18
II.3.2-Essai de dureté Vickers HV	20
II.4- L`analyse de Diffractions des Rayons X.....	21
II.5-Test optique (spectrophotométrie).....	22
II.5.1-Principe du spectrophotomètre UV visible	22
II.5.2-Tauc Plot.....	23
Chapitre III : Résultats expérimentaux et discussion.....	24
III.1-Diffraction des rayons X.....	24
III.2-Propriétés mécaniques	25
III.2.1-Dureté Vickers.....	25
III.2.2-L`essai de flexion trois points.....	27
III.3-Mesures optiques (spectrophotométrie UV-Visible).....	29
Conclusion	32
Conclusion générale	33
Références bibliographiques	34

Introduction générale

Introduction générale

Les métaux et tous les alliages, sont solides et durables, mais ils ne sont pas légers, alors que les polymères sont des légers, mais ils manquent de résistance et de durabilité. L'invention des polymères composites a donc été la première étape pour obtenir les propriétés idéales souhaitées dans la plupart des industries.

Les utilisations générales et techniques des polymères dépendent dans une large mesure de leurs bonnes propriétés mécaniques, en particulier de leur résistance élevée et de leur capacité à se déformer sous l'influence de diverses forces. Cette duplication des propriétés des polymères est due à la nature de sa composition et aux liaisons secondaires entre molécules.

Afin d'obtenir des polymères avec une certaine spécification, nous pouvons ajouter des matériaux qui modifient certaines des propriétés importantes du polymère, appelé polymères composites, pour une utilisation dans d'autres domaines, comme notre objectif de cette mémoire, dans laquelle nous avons modifié certaines propriétés des polymères afin de les adapter aux besoins de Domaine d'utilisation.

La relation entre les propriétés du condensateur et de leurs composants permet ou offre une large gamme pour manipulation de ces propriétés si nous adaptons les composants à nos besoins, pour cela nous avons renforcé polyester par les particules d'oxyde de magnésium pour combler le condensateur, on peut affecter la capacité du condensateur, si on affecté à la distance entre les deux armateurs. Et dans le type de milieu isolant, on peut également affecter la valeur de l'isolation thermique et donc la température qui le condensateur perdure.

L'objectif de notre étude est de déterminer l'effet de l'addition d'oxyde de magnésium sur certaines propriétés physiques, mécaniques et optiques d'un matériau composite (polyester/MgO).

Notre recherche s'articule autour de trois chapitres:

Le premier chapitre présente une introduction générale sur les matériaux composites, leur classement, La mise en œuvre des matériaux composites et ainsi que les propriétés des matériaux composites.

Le deuxième chapitre est consacré à connaître les matériaux utilisés et ses caractéristiques, décrivons le protocole d'élaboration de matériau composite, et enfin les différentes techniques utilisées pour la caractérisation de nos échantillons.

Le dernier chapitre portera la discussion des résultats de nos échantillons obtenue à partir de différentes méthodes d'analyse. On termine notre travail par conclusion générale.

Chapitre I

Généralité sur les

matériaux composites

Chapitre I: Généralité sur les matériaux composites

I.1-Introduction

De fait que les matériaux composites possédant certaines propriétés qui conviennent a de nombreuse applications industrielles, ils ont acquise une position distinguée parmi différents matériaux d'ingénierie.

Etant donné que les matériaux composites combinent les propriétés de deux substance ou plus, ils dépassent les inconvénients de chaque matériau. En outre elle a la capacité de contrôler ses propriétés soit par le type ou les proportions de ses matériaux constitutifs, soit par la conception ou les méthodes de fabrication[1].

De nombreux matériaux sont un composé efficace. Cela est particulièrement vrai des matériaux biologiques naturels, qui consistent souvent en au moins deux composants. Par exemple, le bois est constitué de chaînes fibreuses de molécules de cellulose dans une matrice de lignine, tandis que les os et les dents consistent principalement en cristaux inorganiques solides (hydroxyapatite ou ostéones) dans une matrice composée de composés organiques solides appelés collagène[2].

I.2-Définitions

D'une façon générale on peut définir un matériau composite comme l'assemblage de deux au plusieurs matériaux, de nature et phase différentes, l'un étant renfort, la phase discontinue et l'autre un matrice, la phase continue. Ces constituants sont disposés selon une organisation géométrique, que confère au composites des propriétés supérieures à celles des constituant pris séparément[3].

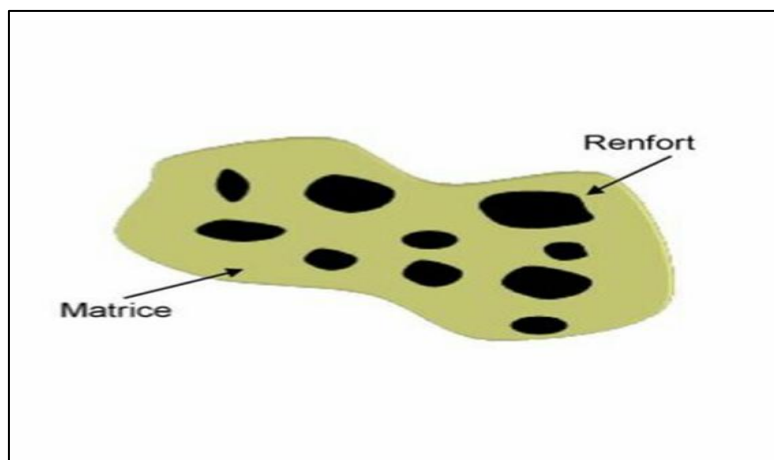


Fig. (I.1) : Matériaux composite [4].

I.3-Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant deux méthodes, les matières matricielles et la phase des renforts.

I.3.1-Classement suivant les matières matricielles [5]

Cette méthode est basée sur les matières matricielles qui comprennent, les polymères organiques, les métaux, les céramiques.

I.3.1.1- Composites à matrice organique : (résine, charges) avec :

- des fibres minérales: verre, carbone, etc.
- des fibres organiques: Kevlar, polyamides, etc.
- des fibres métalliques: bore, aluminium, etc.

I.3.1.2- Composites à matrice métallique : (alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium, de titane), avec :

- des fibres minérales: carbone, carbure de silicium (SiC);
- des fibres métalliques: bore;
- des fibres métal-minérales: fibres de bore revêtues de carbure de silicium (B SiC).

I.3.1.3- Composites à matrice minérale : (céramique), avec :

- des fibres métalliques: bore;
- des particules métalliques: cermets;
- des particules minérales: carbures, nitrures, oxydes réfractaires.

I.3.2- Classement suivant la phase des renforts

Cette autre méthode est basée sur la phase de renfort, qui a la forme de :

- Fibres
- Particules, les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines des propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité la tenue, la résistance à l'abrasion, la diminution de retrait etc. [6].
- Whisker

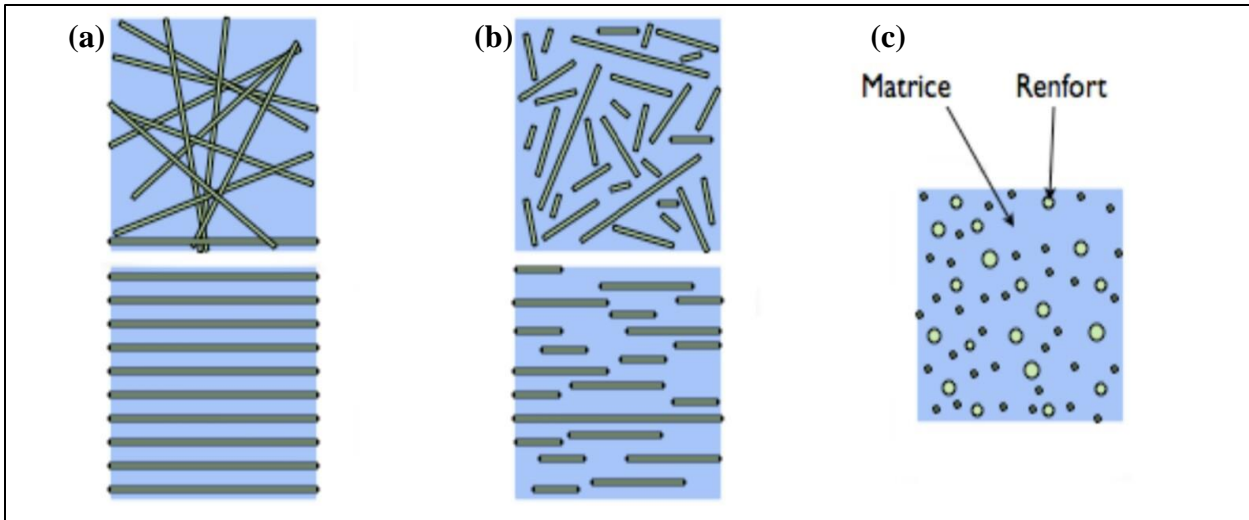


Fig. (I .2) : Les structures géométriques des composites :
 (a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules [7].

I.4- Les composants

Les composants élémentaires constitutifs d'un composite peuvent être classés en deux genres, matrice et agent de renforcement [8].

I.4.1- Matrice

Le rôle de la matrice (ou liant) est plus complexe. Les fibres ne peuvent être utilisées seules: il est nécessaire de les placer dans un produit d'emballage, la matrice.

Les résines les plus utilisées sont [9] :

- Résines thermoplastiques, il s'agit alors de granulaires solides, qui l'on chauffe pour les ramollir avant les mettre en forme.
- Résines thermodurcissables, il s'agit alors de précurseurs liquides qui, après l'ajout d'un catalyseur, réagissent pour formes la matrice, ce qui entraîne une solidification.

Les résines thermodurcissables les plus utilisées dans la fabrication des matériaux composites sont :

- Résine polyester : (c'est la résine utilisée dans notre étude)
- Résine phénolique
- Résine polyamide
- Résine époxyde

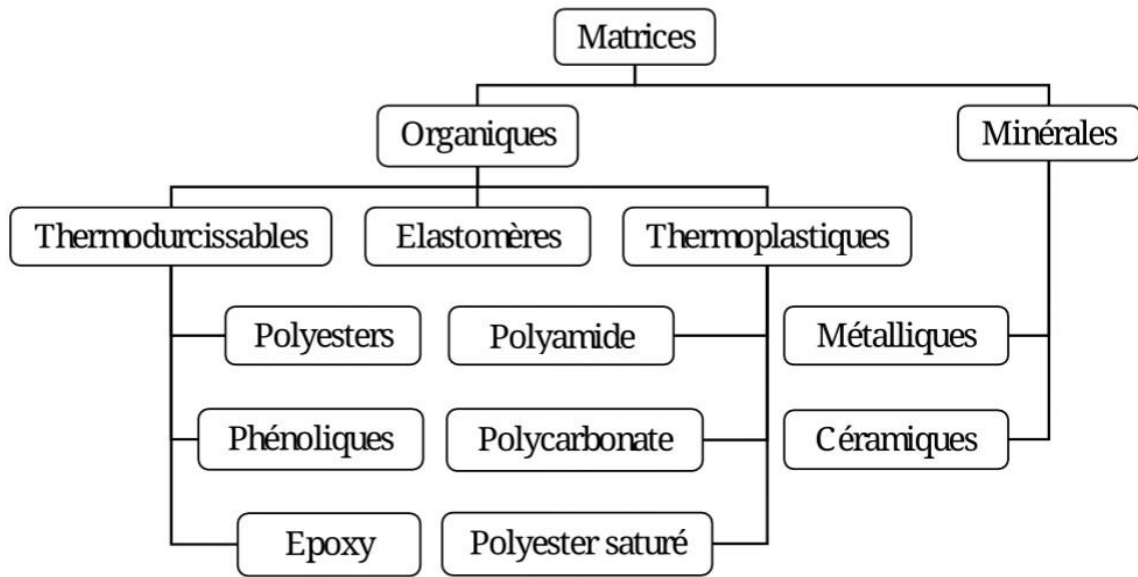


Fig. (I.3) : Différents familles de matrice[10].

I.4.2- Renfort

Le renfort a pour mission de supporter l'essentiel de l'effort mécanique appliqué au matériau composite et permettent également d'améliorer certaines propriétés physiques [11].

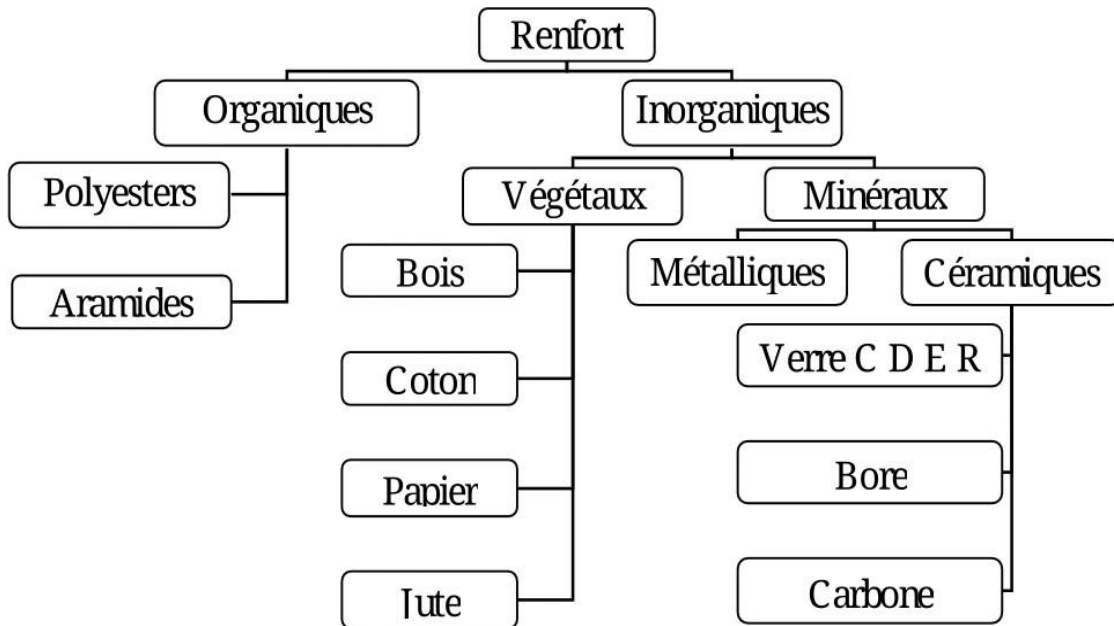


Fig. (I.4) : principaux materieux de renfort [10].

- Les fibres utilisées comme renfort dans les matériaux composites à matrice polymère sont principalement des fibres synthétiques comme les fibres de carbone ou de verre. Ces fibres présentent de très bonnes propriétés mécaniques et géométriques [12].

-Fibre de verre

Dans les matériaux composites, les fibres de verre sont généralement associées à des polymères.

Les fibres de verre permettent de réduire le poids des matériaux, tout en améliorant leurs performances. Elles sont notamment appréciées pour leurs propriétés d'inertie chimique, de résistance aux chocs et d'isolation.

Les principales utilisations de ces matériaux composites sont, par ordre d'importance :

- les bâtiments et les infrastructures (29%)
- les transports (25%) : avions, TGV
- l'électricité et l'électronique (16%)
- les sports et loisirs (14%) : perches d'athlétisme, skis et planches de surf
- les équipements industriels (11%)

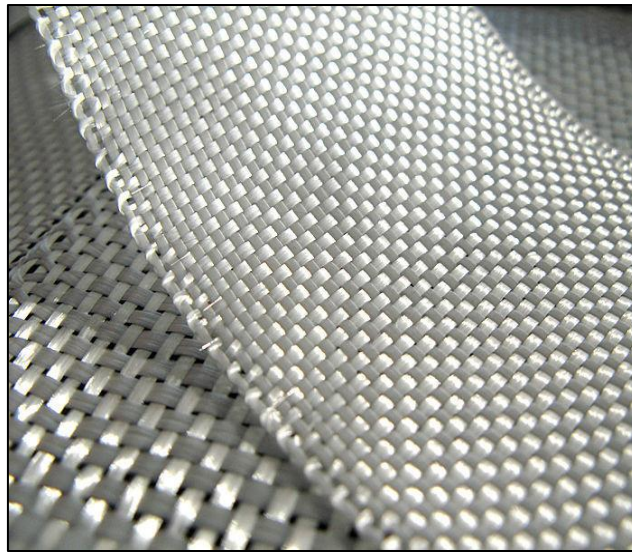


Fig. (I.5) : Fibre de verre

-Fibre de carbone

Les composites (fibres de carbone)/ (résines) constituent des composites à très hautes performances. Leur résistance à la rupture, leur rigidité, leur résistance à la fatigue et à la corrosion sont plusieurs fois supérieures à celles des aciers et des alliages légers, tandis que, simultanément, leur densité est deux à cinq fois plus faible. De plus, leur coefficient de dilatation est pratiquement négligeable et très inférieur à celui des métaux.



Fig. (I.6) : Fibre de carbone

I.5-Les additifs et les charges

-Les additifs sont ajoutés avec une faible quantité quelque % en masse, pour améliorer certaines propriétés du composite. (Catalyseur, Accélérateur, Durcisseur) Pour améliorer les réactions chimiques et augmenter le rendement, et favoriser la réticulation des chaînes, Stabilisant: destinés à retarder, ralentir ou inhiber les processus responsables d'altération de la structure. Ex : colorant.

-Les charges : On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques.

I.6-Architecture de renforcement

Architecture des fibres

Ensembles linéaires :(unidirectionnelle)

1-Fil de base : est obtenu par juxtaposition des Fibres (parallèles ou retordues), il constitue l'élément de construction des stratifiés et des retors.

2-Fils retors: Ensemble des fils retordus

3-Stratifiés: ensemble des fils de base parallèles groupés sans torsion

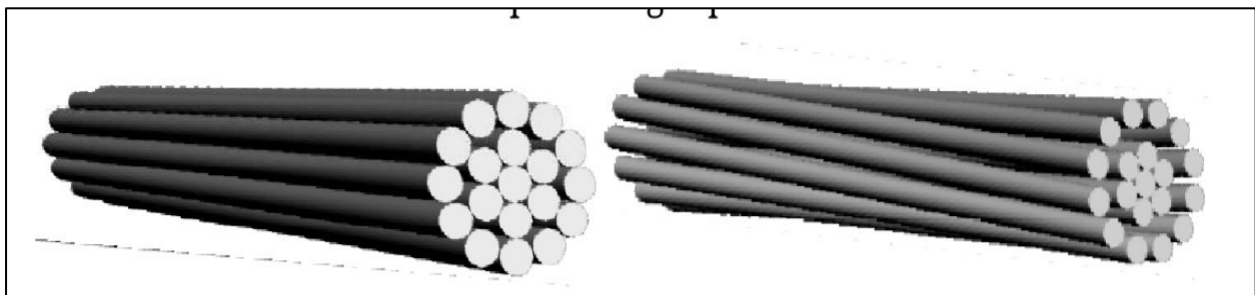


Fig. (I.7) : Ensembles des fibres linéaire

❖ **Ensembles surfaciques :(bidirectionnelle)** Trois Ensembles principaux

- 1- **Les mats :** sont des nappes des filaments discontinus sans orientation préférentielle maintenus ensemble par un liant soluble ou non dans les résines (Matrice). Ils sont largement utilisés dans des différentes applications (boites électriques, navires....).



Fig. (I.8) : Ensemble surfacique (les mats)

- 2- **Les tissus :** ils sont fabriqués par entrecroisement des fils (mèches) dans deux directions perpendiculaires (chaine et trame). Selon la mode de tissage il existe plusieurs architectures, (taffetas, satin, sergé...).

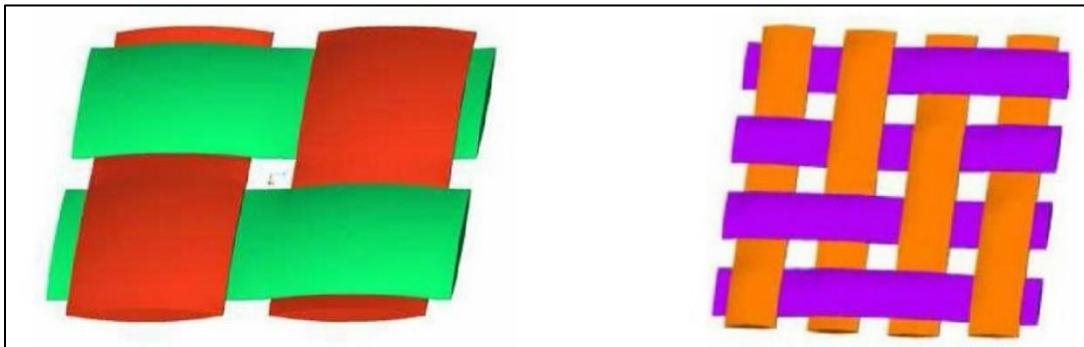


Fig. (I.9) : Ensemble surfacique (les tissus)

- 3- **Les tricots :** sont formés par bouclage d'un ou plusieurs fils et ils sont caractérisés par leur très grande déformabilité.

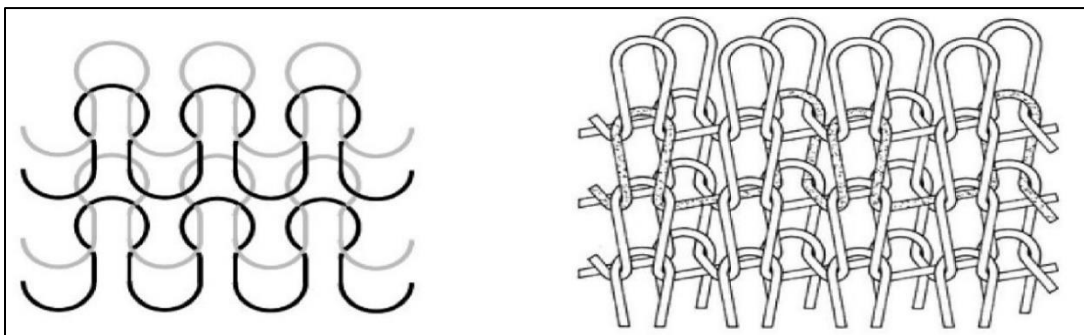


Fig. (I.10) : Ensemble surfacique (les tricots)

❖ Ensembles multidirectionnels

1-Tresses : tissage cylindrique avec des entrecroisements réguliers des fils. (Fabrication des pales d'avions).

2-Tissage 3D: Consiste à orienter les mèches dans des plusieurs axes non coplanaires.

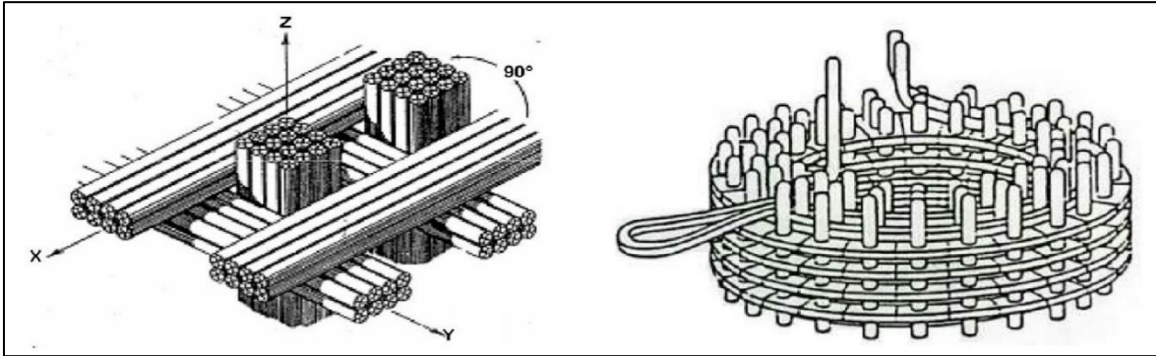


Fig. (I.11) : Ensembles multidirectionnels

I.7-Architecture des matériaux composites [10]

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types :

- Les monocouches
- Les stratifiées
- Les sandwiches

I.7.1- Monocouche

Les monocouches représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres continue, à fibres courtes, fibres tissés et mat.

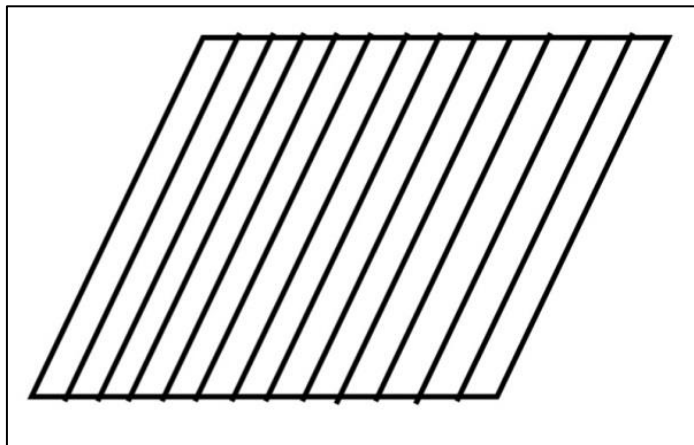


Fig. (I.12) : Couche de composite [10]

I.7.2- Stratifié

Les stratifiés sont constitués de couches successives (appelées parfois plis) de renforts (fils, stratifiles, mat, tissus, etc.) imprégnés de résines.

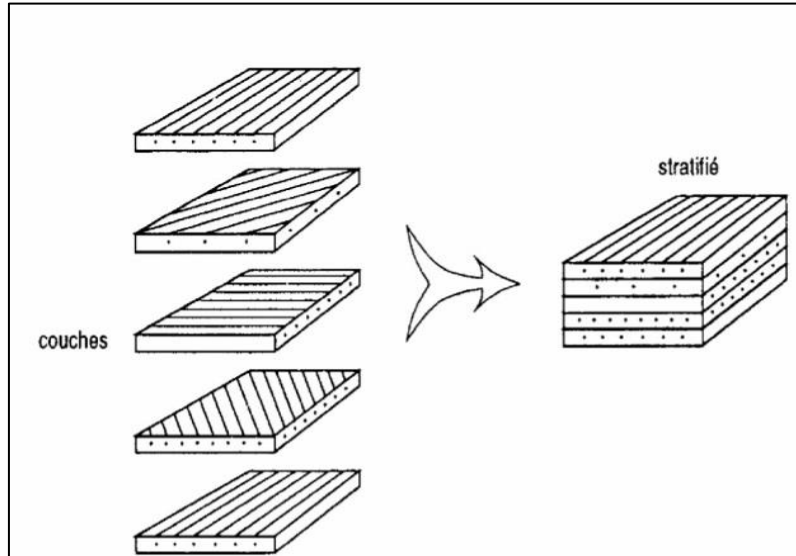


Fig. (I.13) : Constitution d'un stratifié [10]

I.7.3- Sandwichs

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande rigidité en flexion et c'est un excellent isolant thermique.

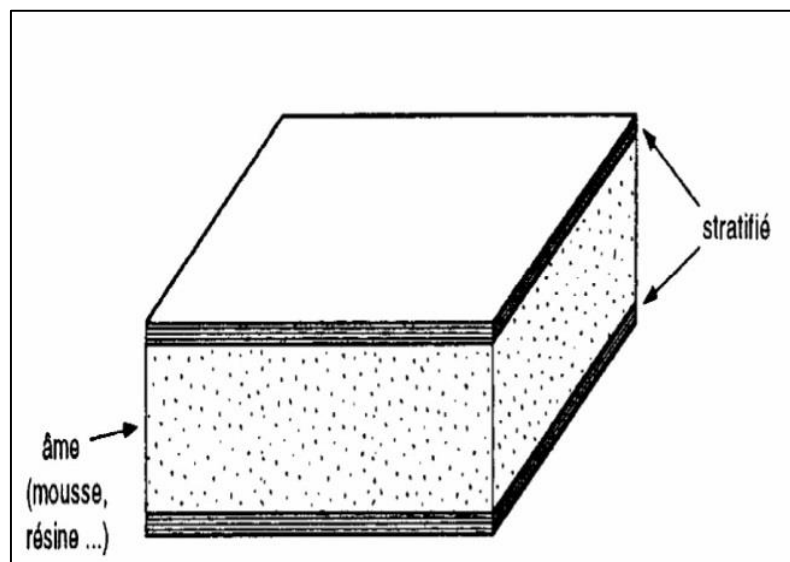


Fig. (I.14) : Matériaux sandwichs à âmes pleines [10]

I.8- La mise en œuvre des matériaux composites [10]

Les procédés les plus importants sont :

- Moulage par contact
- Moulage par projection simultanée
- Injection thermodurcissable BMC
- Compression thermodurcissable SMC
- Enroulement filamentaire (ou bobinage)

I.8.1-Moulage au contact

Le Principe consiste à disposer dans un moule les renforts (sous forme de mat ou de tissu) imprégnés manuellement d'une matrice thermodurcissable.

Les pièces de formes quelconques peuvent être réalisées avec une cadence très faible.

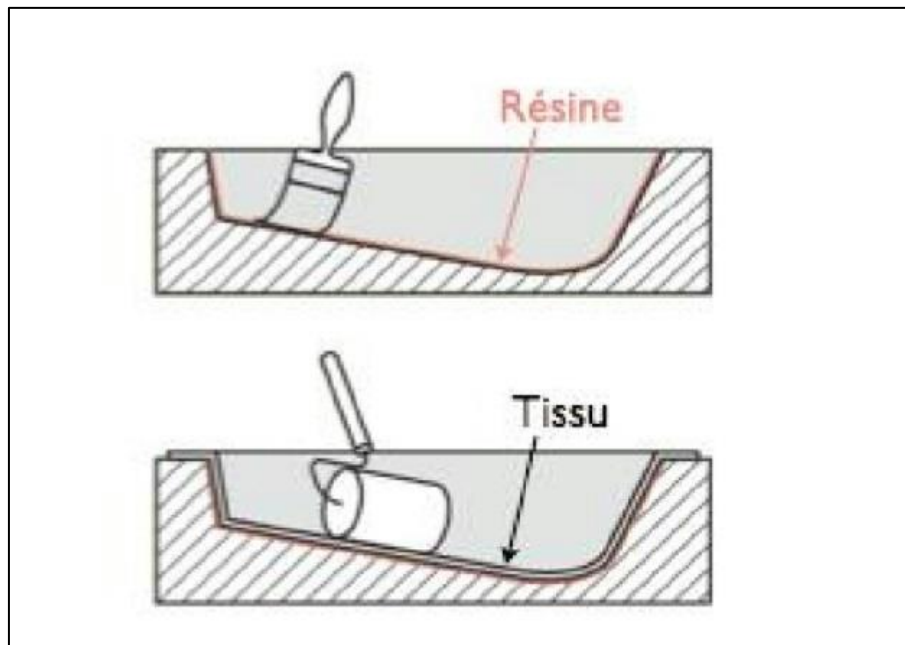


Fig. (I.15) : Moulage par contact [9]

I.8.2-Moulage par projection simultanée

Le moulage est effectué par projection simultanée de fibres coupées et résine catalysée sur un moule. L'équipement à projeter est constitué d'une machine à couper le stratifile et d'un pistolet projetant la résine et les fibres coupées, l'ensemble fonctionnant par air comprimé. La couche de fibres imprégnées de résine est ensuite compactée et ébullée au rouleau cannelé.

Le moulage par projection permet d'obtenir de grandes séries de pièces, avec un bas prix de revient.

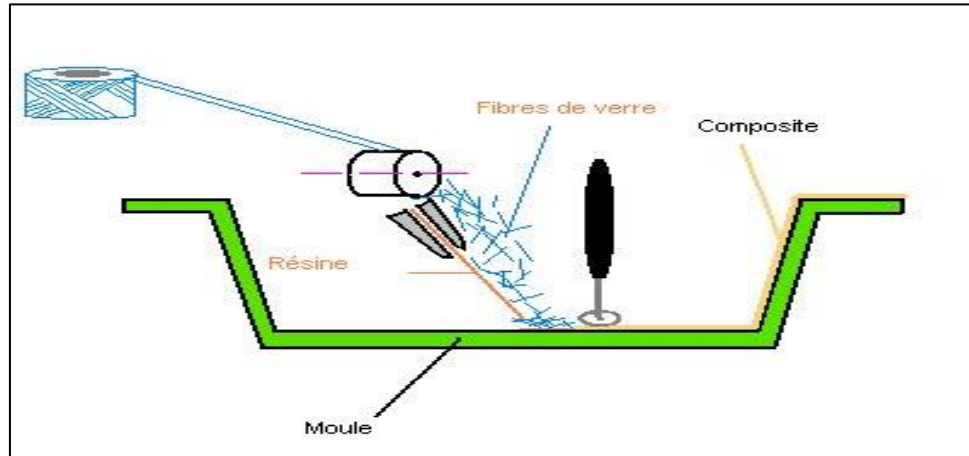


Fig. (I.16) : Moulage par projection simultané

I.8.2-Injection thermodurcissable BMC

(Bulk Molding Compound) Le moulage du compound est réalisé entre moule et contre moule chauffé à température entre 140 à 170°C sous une pression de 50 à 100 bars.

Les avantages : réalisation de grandes séries, peu de finition. Le compound : c'est de la résine, du fibre coupé et de la charge.

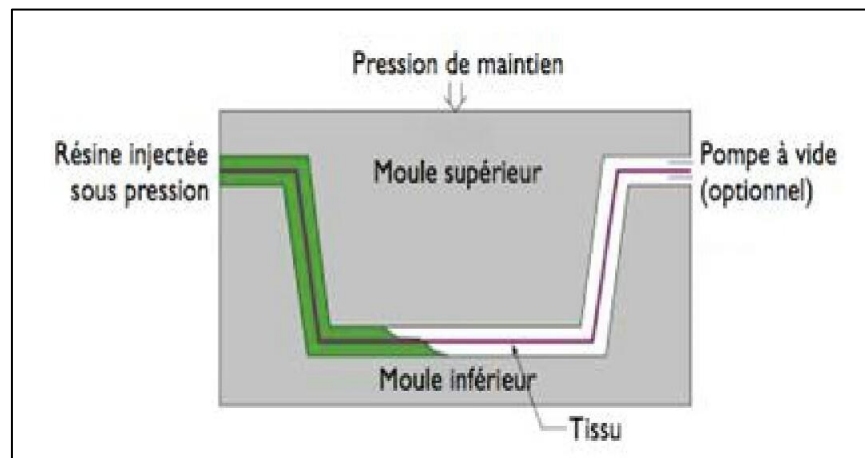


Fig. (I.17): Injection thermodurcissable BMC [9]

I.8.3-Compression thermodurcissable SMC

(Sheet Molding Compound) Le principe consiste à déposer des feuilles de préimprégnés dans un contre moule chauffé, de comprimer le matériau avec un moule chauffé, polymérisation puis éjection de la pièce.

Les avantages: coût matière, propriétés mécaniques et thermiques. Les limites sont l'aspect, le dimensionnement des presses et la finition.

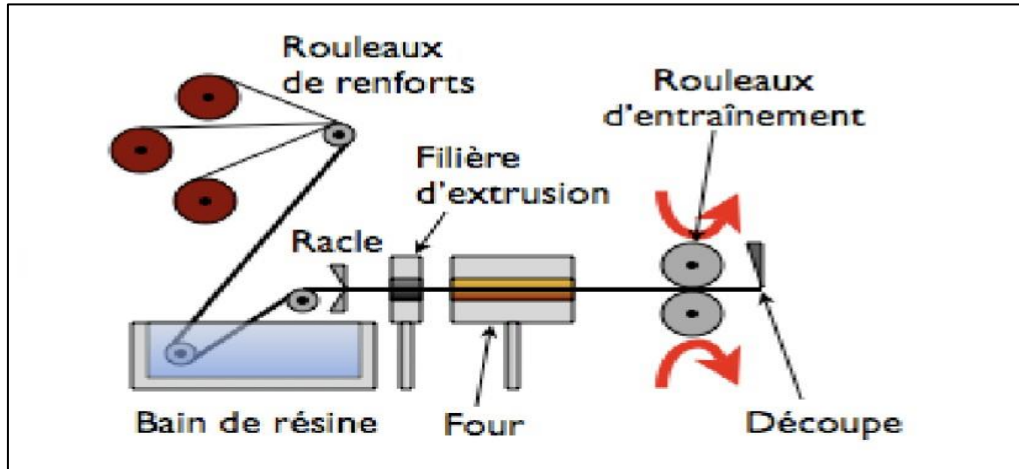


Fig. (I.18) : Compression thermodurcissable SMC [9]

I.8.4-Enroulement filamentaire (ou bobinage)

Technologie pour les HP. Le principe consiste en un enroulement sous tension sur un mandrin tournant autour de son axe de fibres continues préalablement imprégnées d'un liant. Les avantages sont la disposition optimale des renforts, les très bonnes propriétés mécaniques, possibilité de réaliser des pièces de grandes dimensions avec des surfaces internes lisses.

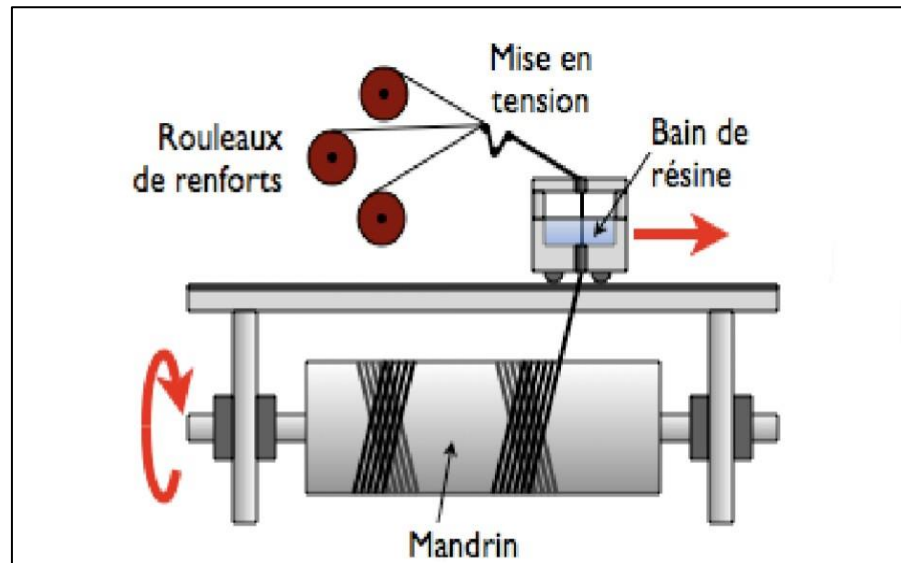


Fig. (I.19) : Enroulement filamentaire (ou bobinage) [9]

I.9- Les propriétés des matériaux composites [13]

L'analyse des propriétés des matériaux composites montre qu'elles dépendent à :

1- Des propriétés des composants individuels.

2- La quantité relative de différentes phases.

3-L'orientation de divers composants, le degré de liaison entre la matrice et les renforts.

4-La taille, la forme et la répartition de la phase discontinue.

Les matériaux impliqués peuvent être des matières organiques, des métaux ou des céramiques. Par conséquent, un large éventail de libertés existe et les matériaux composites peuvent souvent être conçus pour répondre à un ensemble souhaité de propriétés et de caractéristiques techniques.

Chapitre II

Matériaux et méthodes

expérimentales

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales

Dans ce chapitre, nous montrons les techniques et les outillages utilisés pour étudier certaines propriétés mécaniques et optiques de la résine polyester insaturé renforcé par les particules de l'oxyde de magnésium, nous avons élaboré d'abord le matériau composite, mais avant tout, il faut connaître les matériaux utilisés et ses caractéristiques

II.1-Matériaux utilisés

Dans cette étude, nous avons utilisé deux composants essentiels :

II.1.1-Matrice : (Résine polyester insaturés)

Les résines polyesters insaturés appartiennent à la catégorie des thermodurcissables, ils sont obtenus par réaction d'un diacide insaturé sur un dialcool. Lors de leur fabrication, elles sont généralement additionnées de 30% à 40% de solvant pour les chaînes du pré polymère.

Cette opération permet de durer longtemps dans un état liquide et les entreposer pour une période de temps déterminée.

Ces résines sont les plus anciennes et les moins chères. Elles sont les plus répandues dans la fabrication de pièces en matériaux composites.

II.1.2.1-Les caractéristiques de résine utilisée

Le polyester utilisé est un polyester commercial, liquide visqueux de couleur rose et à spéciale forte odeur, et d'autres caractéristiques sont :

Tableau. (II.1): Différents caractéristiques de polyester utilisé

Version	Non accélérée, non thixotrope
Technologie de moulage	Coulées
Utilisation	Usage général, sanitaire, construction navale et gelcoat
Viscosité 23°C	400~600 Cps
Teneur en styrène	39~41 %
Indice d'acide	max 30 KOH /g
Gel time a 25°C	5~10 minutes
Temps de durcissement	20~30 minutes
Densité	1.09~1.11 kg/ dm ³
Résistance en traction	40~60 Mpa
Résistance en flexion	80~100 Mpa

II.1.2-Renfort : (particules de l'oxyde de magnésium MgO)

L'oxyde de magnésium MgO est un matériau céramique d'intenses études expérimentales et théorique avec diverses applications industrielles grâce à ces propriétés physiques et en particulier les propriétés optiques. Il appartient à la famille des oxydes métalliques alcalinoterreux. Ce sont des cristaux ioniques possédant des températures de fusion élevées~2800°C. Il possède une structure cristalline cubique à face centrées type NaCl, constituée de deux sous réseaux cubiques à faces centrées de (Mg) et de (O) imbriqués l'un dans l'autre.

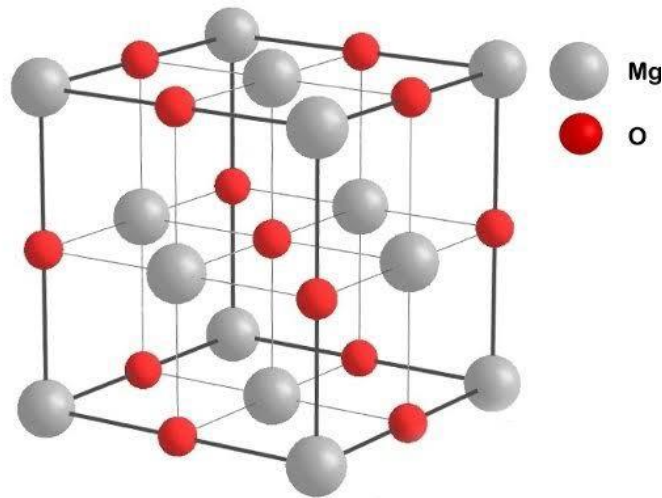


Fig. (II.1) : Maille élémentaire de MgO

Parmi les applications du MgO, on trouve :

- ✓ Son utilisation comme substrat pour la production des couches minces et en particulier les couches supraconductrices.
- ✓ Il est utilisé aussi dans les emballages d'isolement des déchets d'installation nucléaires.
- ✓ Trouve un intérêt particulier dans la technologie surtout dans la filière d'optoélectronique.
- ✓ On trouve son intérêt principal dans l'enregistrement optique sur le disque compact enregistrable.

L'oxyde de magnésium utilisé est une poudre blanche hygroscopique. De masse molaire $M= 40,30$. Il peut être obtenu par calcination de la brucite, $Mg(OH)_2$.

II.2-Préparation du matériau composite

Dans notre étape de préparation de matériau composite, nous sommes basées sur le mélange manuel de résine polyester insaturé renforcée par différents pourcentages de la poudre d'oxyde de magnésium. Ensuite, nous ajoutons 2% de durcisseur qui agit avec du polyester, puis nous versons le mélange dans le moule, le moule de dimensions qui montre dans la **fig. (II.2)**.

Chaque fois, nous avons pris 80 g de polyester et la masse d'oxyde de magnésium équivalente pour chaque pourcentage a été prélevée à l'aide de fraction massique.

Les pourcentages d'oxyde de magnésium sont de : 0%, 0.3%, 0.5%, 0.7%, 1%, 5% et 15%.

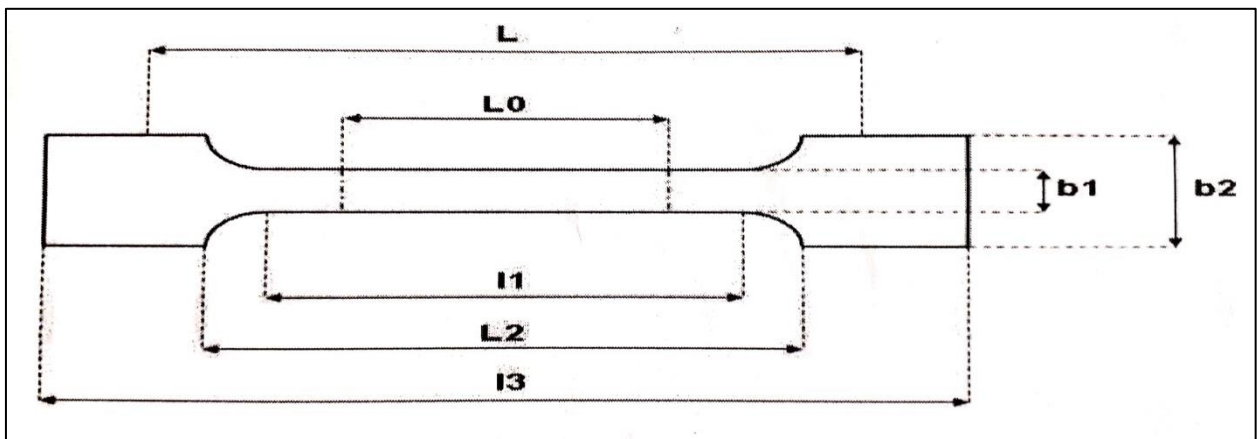


Fig. (II.2) : forme et dimension du moule utilisé

L0 = Longueur de référence

L = Ecartement entre outillages

L1 = Longueur de la partie calibrée étroite

L2 = Ecartement entre les parties parallèles larges

L3 = Longueur totale

b2 = Largeur dans la zone d'épaulement

b1 = Largeur dans la zone de la longueur de référence

h = épaisseur de l'éprouvette

Tableau. (II.2) : Les normes des éprouvettes utilisées

Norme	Type	l_3	l_1	b_2	b_1	H	L_0	L	Forme
ISO 527-2	1A	>150	80±4	20±0.2	10±0.2	4±0.2	50±0.5	115	Haltère

Après 24 heures, nous démouler les échantillons pour être prêts pour nos propres tests.

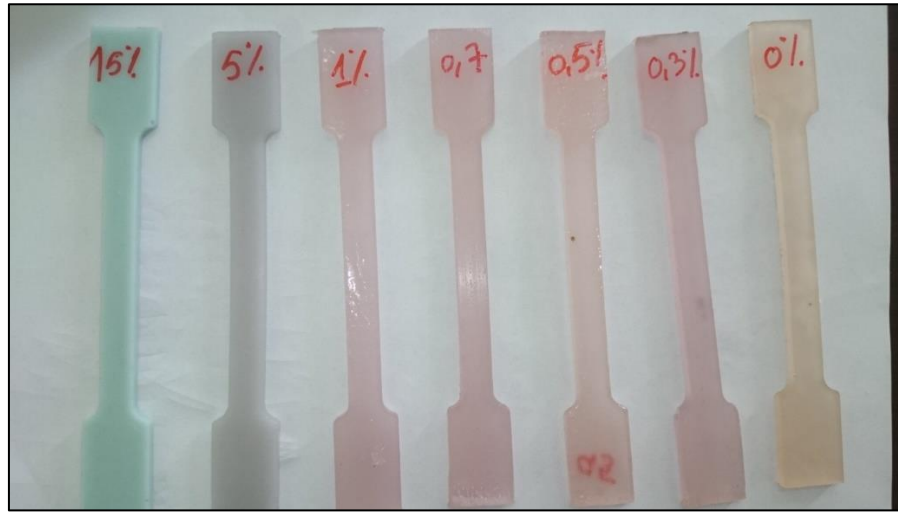


Fig. (II.3) : échantillons le matériau composite polyester-MgO, a différents pourcentage de l'oxyde de magnésium

II.3-Les essais mécaniques

II.3.1-Test de flexion trois point

L'essai de flexion 3 points permet de mesurer la résistance à la rupture d'un matériau. Une barrette du matériau à tester est placée sur deux appuis et l'on applique au centre de la barrette une force croissante jusqu'à rupture. L'essai de flexion ne permet généralement pas d'atteindre la rupture des matériaux ductiles. L'essai de flexion est surtout adapté aux matériaux fragiles. Cet essai se caractérise par la simplicité du montage de l'éprouvette et sa géométrie simple (peu ou pas d'usinage).



Fig. (II.4) : Test de flexion trois point

Notre test de flexion trois points a été effectué au niveau de l'entreprise **Maghreb Pipe Industries**, à l'aide d'instruments **YLE**, à température ambiante 25°C et vitesse de 2mm/min, avec les démentions de les éprouvettes suivante :

Tableau. (II.2) : Les dimensions des éprouvettes utilisées

L`ajout de MgO%	Longueur (mm)	Largeur b_1 (mm)	Epaisseur h (mm)
0%	90	9.85	4.27
0.3%	90	10.11	4.48
0.5%	90	10.06	4.42
0.7%	90	9.93	4.21
1%	90	9.92	4.32
5%	90	9.88	4.32
15%	90	10.20	5.26



Fig. (II.5) : la machine de l'essai de traction

II.3.2-Essai de dureté Vickers HV

L'essai consiste à appliquer une force F (100 N) sur une pyramide à base carrée en diamant d'angle au sommet 136° . Il faut maintenir la pression pendant 10 s et enfin mesurer la diagonale de l'empreinte d de la forme carré dans le matériau étudié produite par la pyramide. Une formule donne

alors la valeur de l'indice de dureté Vickers. $d = \frac{d_1+d_2}{2}$

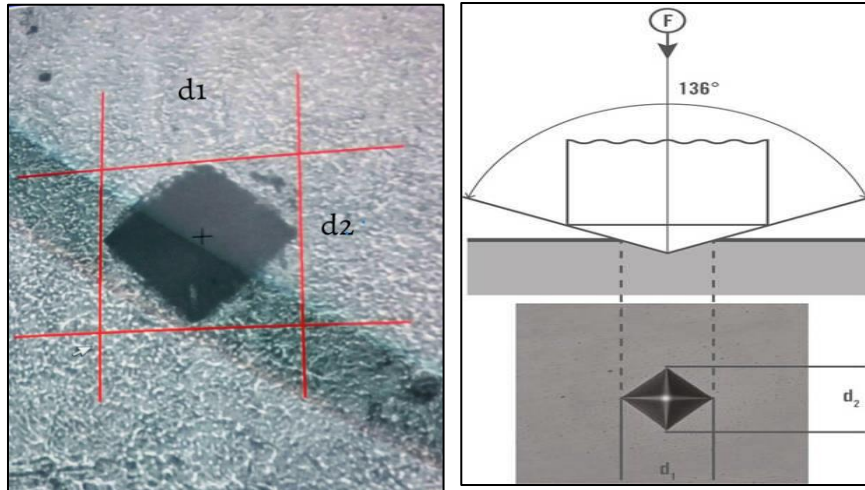


Fig. (II.6) : Empreint de dureté Vickers

La dureté Vickers HV est déterminée suivant la formule :

$$HV = \frac{2p \cdot \sin\left(\frac{136}{2}\right)}{d^2} = 1.8544 * \frac{p}{d^2} \left(\frac{N}{mm^2}\right)$$



Fig. (II.7) : Machines de dureté Vickers

II.4- L`analyse de Diffractions des Rayons X

La diffractomètre des rayons X permet à la fois de démontrer la nature cristalline ou amorphe d'échantillons, ainsi qu'à en déterminer les différentes phases cristallines.

Le principe de la DRX consiste à faire diffracter les rayons X sur l'échantillon par Panalytical X`PERT Pro avec l'anticathode de cuivre, La diffraction se fait suivant la loi de Bragg lorsqu'il existe une organisation des atomes dans le solide suivant des plans cristallins

Loi de Bragg : $n \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta$

Avec :

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X.

d_{hkl} : distance de deux plans réticulaires.

θ : angle d'incidence des rayons X.

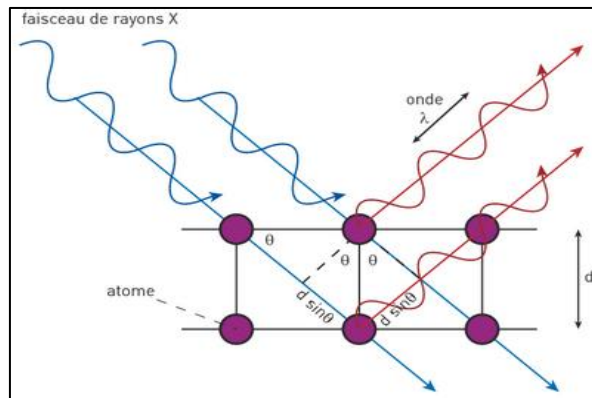


Fig. (II.8) : Principe de DRX



Fig. (II.9): Panalytical X`PERT Pro

II.5-Test optique (spectrophotométrie)

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative et qualitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la transmission d'une substance chimique donnée. A température ambiante nous plaçons l'échantillon dans un spectrophotomètre UV visible SHIMADZU UVmini-1240, dans la gamme spectrale 200 nm à 1100 nm, ce qui nous donne une courbe des changements de longueur d'onde en fonction de l'absorption ou la transmission.

II.5.1-Principe du spectrophotomètre UV visible

Dans le spectrophotomètre, l'échantillon est traversé par un faisceau lumineux et un détecteur mesure, pour chaque longueur d'onde, l'intensité avant et après absorption (I_0 et I). Le spectre UV visible est constitué par le courbe $\log(I/I_0) = f(\lambda)$, λ étant exprimé en nm. Il se présente sous la forme de larges bandes que l'on caractérise par leurs longueurs d'onde au maximum d'absorption (λ_{\max}) et leurs coefficients d'absorbance (ϵ). C'est une spectroscopie quantitative, qui est régie par la loi de Beer-Lambert:

A : absorbance ; ϵ : coefficient d'absorbance ($\text{mol}^{-1} \cdot \text{L} \cdot \text{cm}^{-1}$) (ou coefficient d'extinction molaire)

$$\text{Log}(I/I_0) = A = \epsilon LC$$

I : longueurs de la cuve en cm ; **C**: concentration de la solution en mol. L⁻¹

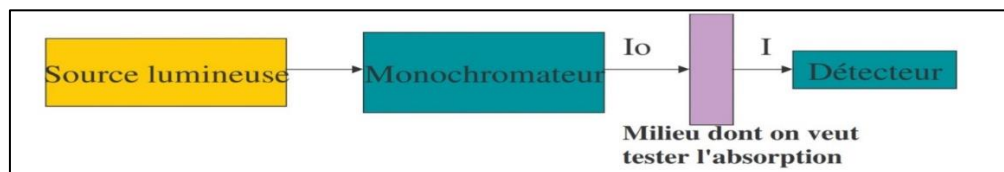


Fig. (II.10) : illustration graphique d'un spectrophotomètre



Fig. (II.11) : spectrophotomètre SHIMADZU UVmini-1240

L'objectif de ce test est déterminer le gap énergétique par la méthode Tauc Plot

II.5.2-Tauc Plot

Un tracé de Tauc est une méthode permettant de déterminer la bande interdite optique dans les semi-conducteurs.

Le carré du produit du coefficient d'absorption et de l'énergie des photons - $(\alpha E)^2$ - est tracé en fonction de l'énergie des photons.

La courbe devrait avoir une section de ligne droite. Si étendu sur l'axe des x, l'interception x de cette ligne donne la bande interdite optique.

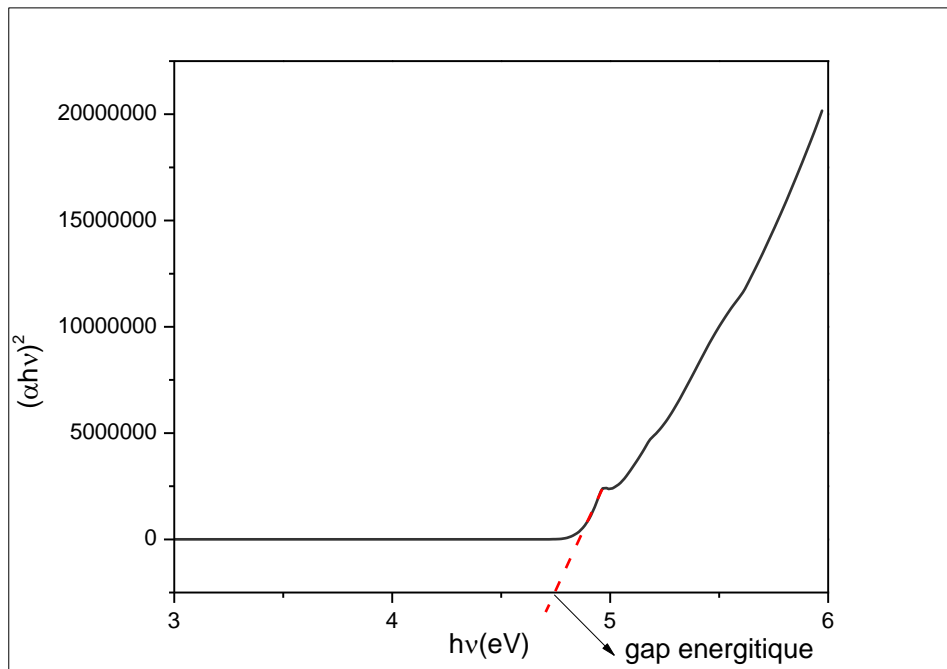


Fig. (II.12) : Tauc plot

Chapitre III

Résultats expérimentaux et discussion

Chapitre III : Résultats expérimentaux et discussion

Ce chapitre, est une synthèse des résultats de l'étude structurale, mécanique et optiques, des échantillons polyester insaturé renforcé par des particules de l'oxyde de magnésium (MgO).

III.1-Diffraction des rayons X

La Figure (III.1) représente les Diffractogrammes DRX de matériaux composites polyester insaturé renforcé par des particules de l'oxyde de magnésium (MgO). Le Diffractogrammes des rayons X de la poudre initiale de MgO est présent les pics de Bragg (carte N° 01-089-7746), où le MgO cristallise sous forme cubique (Space groupe 225), Le paramètre de la maille est $a=4.2198 \text{ \AA}$. L'oxyde de magnésium a une structure cristalline bien définie donnant des pics à $37,21^\circ$, $43,12^\circ$, $62,41^\circ$, $74,74^\circ$ et $78,42^\circ$ avec les valeurs des indices de Miller (111), (200), (220), (311) et (222) respectivement, des pics similaires ont été rapporté dans la littérature) [14]. En ce qui concerne le Diffractogrammes du polyester insaturé, on peut voir que a une structure amorphe distinguée par un halo centré à $2\theta = 19,68^\circ$, ce halo est conforme par [15]. Quand on se mélange le polyester et le MgO, le Diffractogrammes DRX de matériaux composites montre que les pics de MgO n'apparaît qu'après 1% (% massique), et il n'y a pas d'interaction entre le polyester et le MgO (il n'y a pas des nouvelles phases formées).

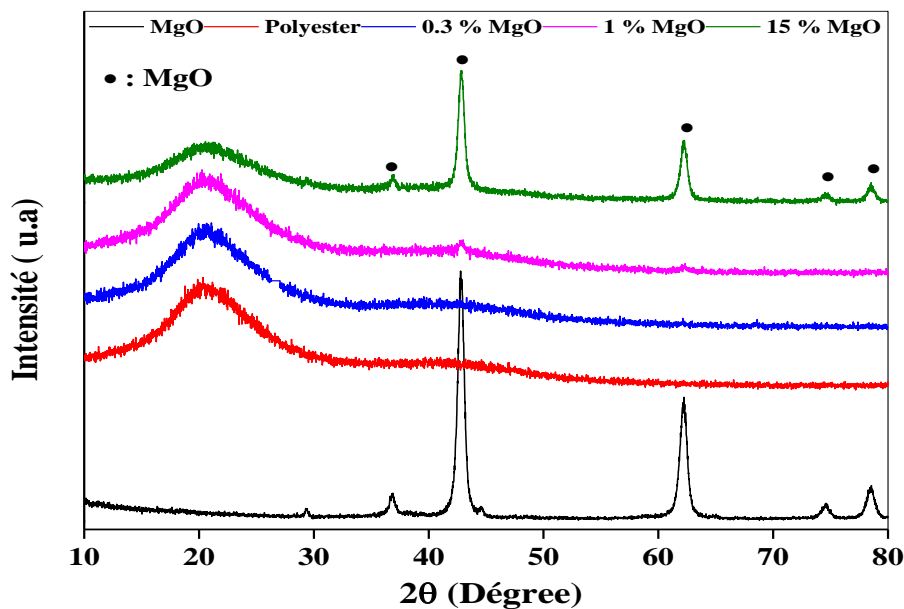


Figure (III.1) : Diffractogrammes DRX de matériaux composites (polyester/MgO)

III.2-Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des polymères composites sont caractérisées par une très grande diversité apparente. On peut trouver des polymères composites qui sont rigides, fragiles, ductiles, soit caoutchoutiques. Ainsi, on peut retrouver un grand nombre de types de comportement : visco élastique, visco plastique, hyper élastique, durcissant, endommageable. Cette diversité se retrouve, pour un même polymère, si l'on fait varier certaines de ses caractéristiques, ou simplement ses conditions d'utilisation. Il peut être rigide fragile, ductile ou élastique etc. Ceci ne veut pas dire que le comportement d'un polymère composite est variable, voire incontrôlé. Ce sont les paramètres contrôlant son comportement et les processus élémentaires envisageables qui sont nombreux. Alors, si déformer un polymère revient donc à provoquer des changements de conformations locales, qui, en étant plus ou moins coopératifs, induiront des changements de conformation globale et/ou une modification des arrangements inter chaînes. Ces changements de conformations locales sont pilotés par des termes énergétiques d'interaction entre atomes non liés (van der Waals ou autres) et par les potentiels de torsion sur les cônes de valence pour les atomes liés. Donc la réponse du polymère composite dépend donc de la chaîne elle-même et du type de matériau de renforcement.

III.2.1-Dureté Vickers

D'une façon générale et quel que soit le type de comportement, une augmentation de la porosité a pour conséquences une diminution du module d'Young, une augmentation de la déformation seuil et une densification se produisant pour une déformation plus forte. La figure (III.2) représente la dureté de Vickers et le pourcentage de porosité en fonction de pourcentage massique de l'oxyde de magnésium, on observe que avec l'augmentation de l'oxyde de magnésium, il y a une diminution de dureté Vickers. C'est parce que l'oxyde de magnésium forme des lacunes qui augmente en augmentation la quantité d'oxyde de magnésium ajouté. Le comportement mécanique de matériau composite dépend de sa porosité.

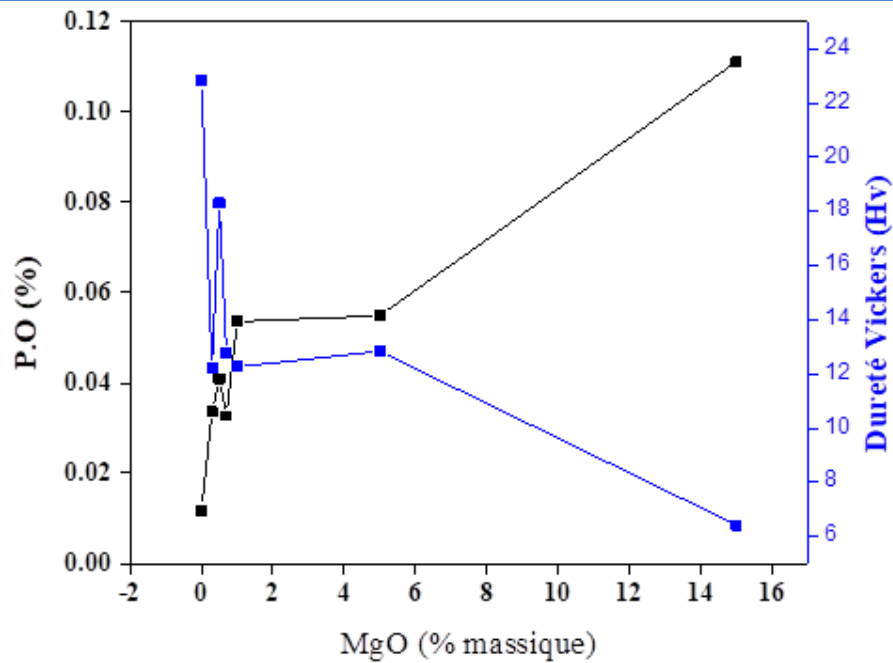


Figure (III.2) : dureté de Vickers et le pourcentage de porosité en fonction de MgO

La figure (III.3) montre la variation de la différence de masse des échantillons, avant et après l'émeriscent dans l'eau distillée pendant 24 heures. Elle montre clairement que le pourcentage de porosité augmente avec l'augmentation de MgO.

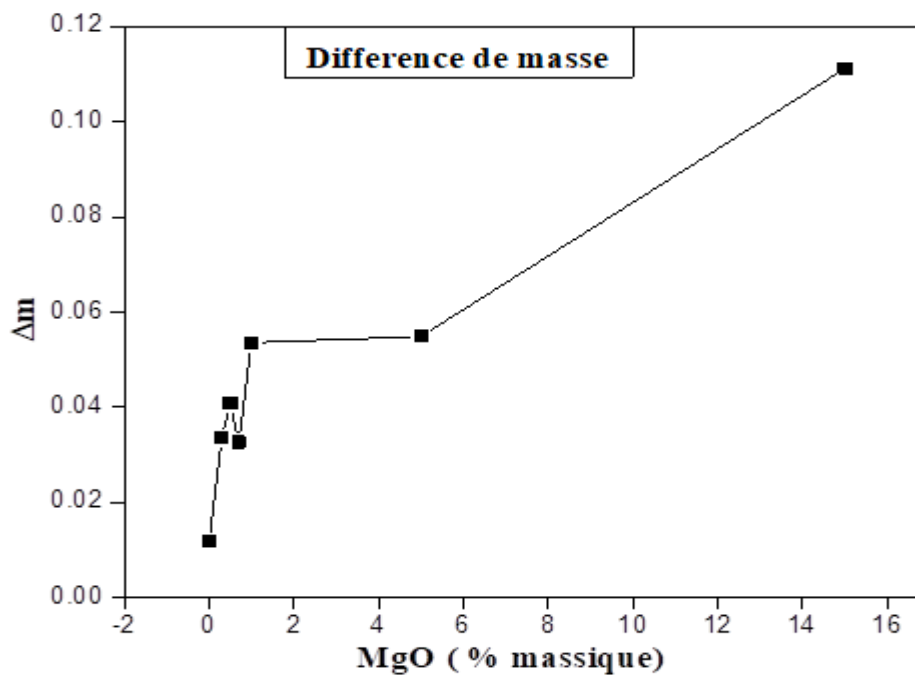


Figure (III.3) : La différence de masse en fonction du pourcentage massique de MgO

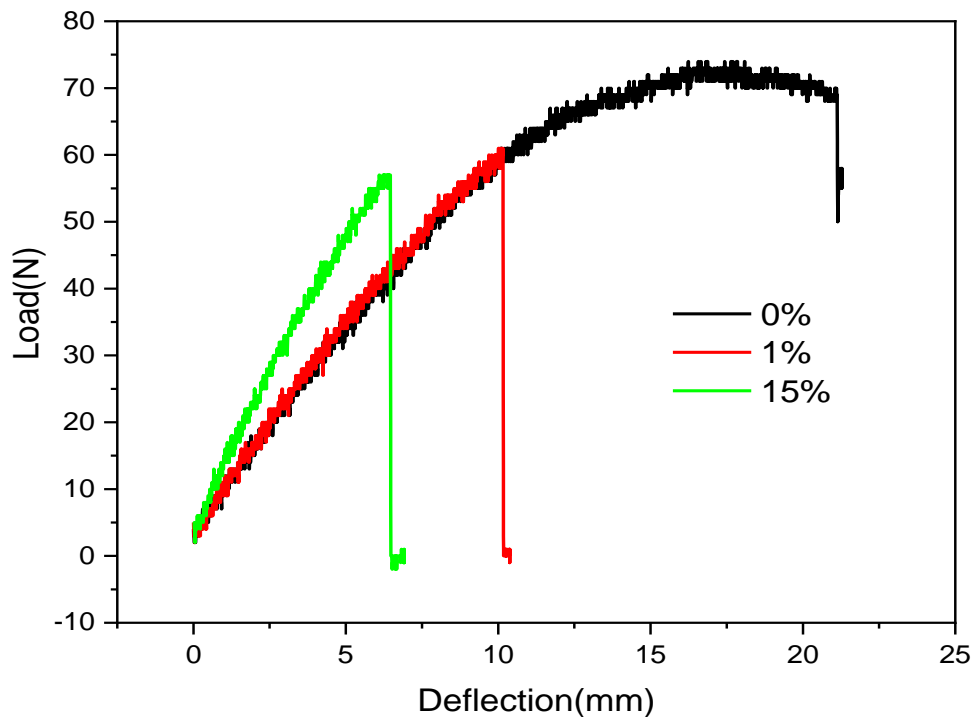
III.2.2-L`essai de flexion trois points

La flexion est la déformation d'un matériau sous l'action d'une charge. Elle se traduit par une courbure. Dans notre cas (matériau composite), elle tend à rapprocher ses deux extrémités. Dans le cas d'une plaque, elle tend à rapprocher deux points diamétralement opposés sous l'action. On utilise la flexion dite « trois points ». La Figure (III.4) représente l'évolution de la charge en fonction du déplacement pour les trois matériaux de cœur sollicités en flexion trois points:

- Polyester pure (0%)
- Polyester + 1% wt MgO
- Polyester + 15% wt MgO

Cette évolution se déroule en trois étapes:

- au début de l'essai la force P augmente linéairement avec le déplacement.
- on note ensuite un comportement non linéaire pour atteindre la charge maximale.
- la phase finale correspond à une diminution de la charge jusqu'à la rupture de l'éprouvette



(III.4) : Influence de MgO sur le comportement en flexion de structures composites.

La variation de l'allongement à la rupture (elongation at break) en fonction de la concentration d'oxyde de magnésium est illustrée à la figure (III.5). L'allongement à la rupture des composites diminue lorsque la concentration de MgO augmente.

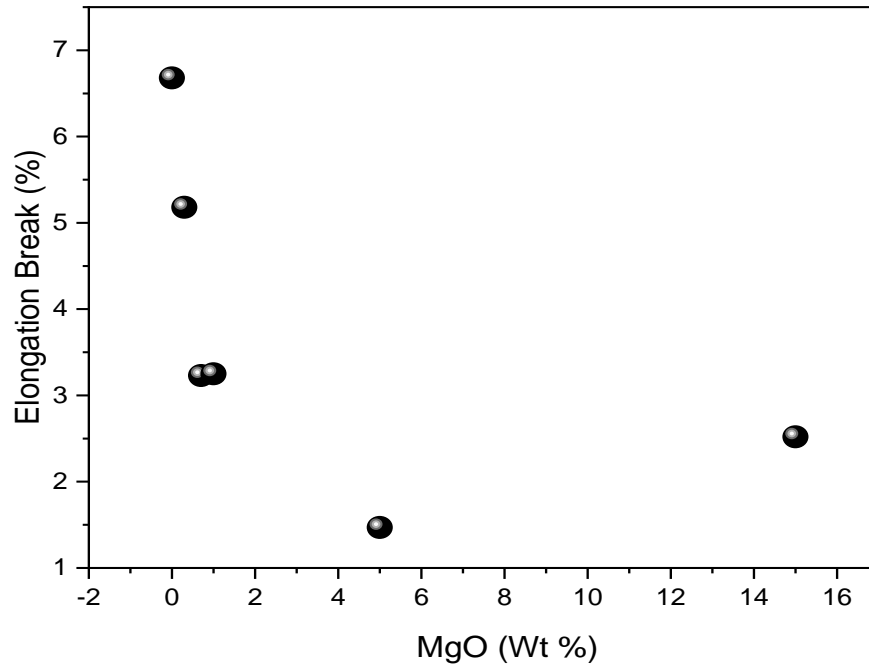


Figure (III.5) : Allongement à la rupture (elongation at break) en fonction de la concentration d'oxyde de magnésium

La figure (III.6) représente la variation de la charge appliquée (Load) en fonction du temps à différentes concentrations de MgO. La figure montre que la réponse des matériaux composites (1 et 15 %) est linéaire avec un temps plus grand avant la rupture surtout pour 1%.

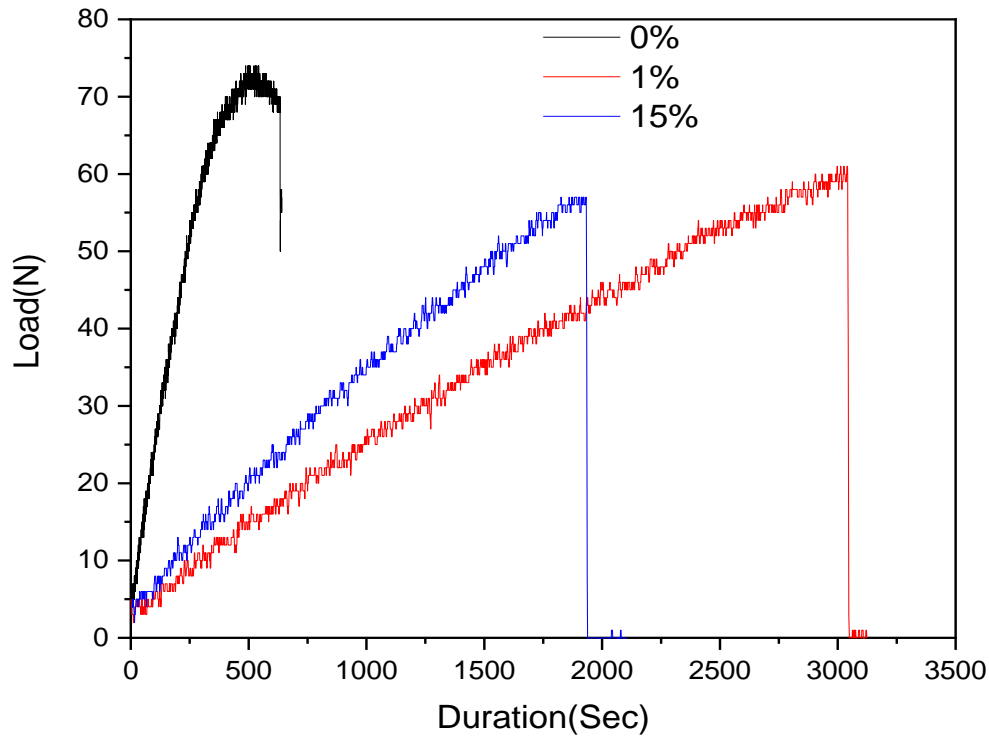


Figure (III.6) : Variation de la charge appliquée (Load) en fonction du temps à différentes concentrations de MgO

III.3-Mesures optiques (spectrophotométrie UV-Visible)

La figure (III.7) montre la variation de l'absorbance avec la longueur d'onde λ dans le domaine UV-Visible pour 7 échantillons de concentrations en MgO différentes. On observe une différence entre le spectre de l'échantillon pure et les échantillons renforcés par MgO. Cette différence confirme le résultat de la caractérisation par les rayons X sur la présence des cristallites du MgO après 1%. On remarque que le bord d'absorption est déplacé vers les grandes longueurs d'onde par rapport à celui du polyester pur.

Le coefficient d'absorption a été calculé à partir des valeurs mesurées de l'absorbance et de l'épaisseur d , et en utilisant la méthode de Tauc plot Figure (III.8) pour calculer le gap énergétique.

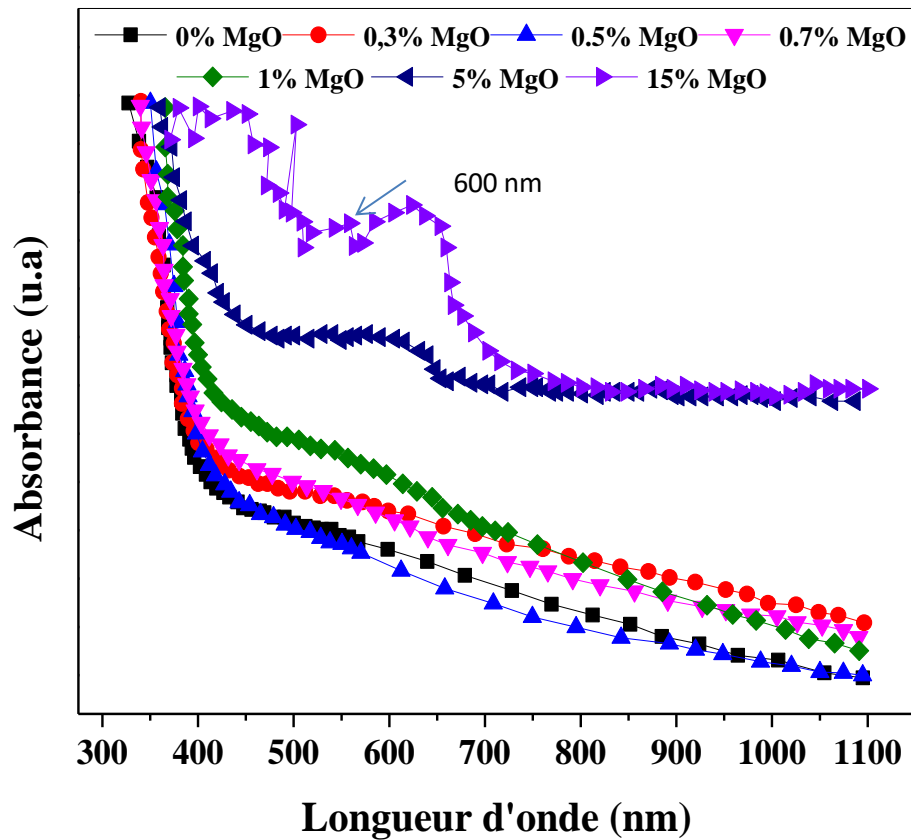


Figure (III.7) : Spectre d'absorption de polyester renforcé par MgO en fonction de la longueur d'onde

La courbe représentée à la figure (III.9), corrélant la variation de gap énergétique en fonction du pourcentage massique de MgO. L'augmentation du pourcentage massique de MgO incorporée dans notre composite engendre la diminution de E_g . En effet le MgO provoque la création des niveaux énergétiques superposé au fur et au mesure que sa pourcentages massique augment, ce qui ce qui diminué l'énergie de gap.

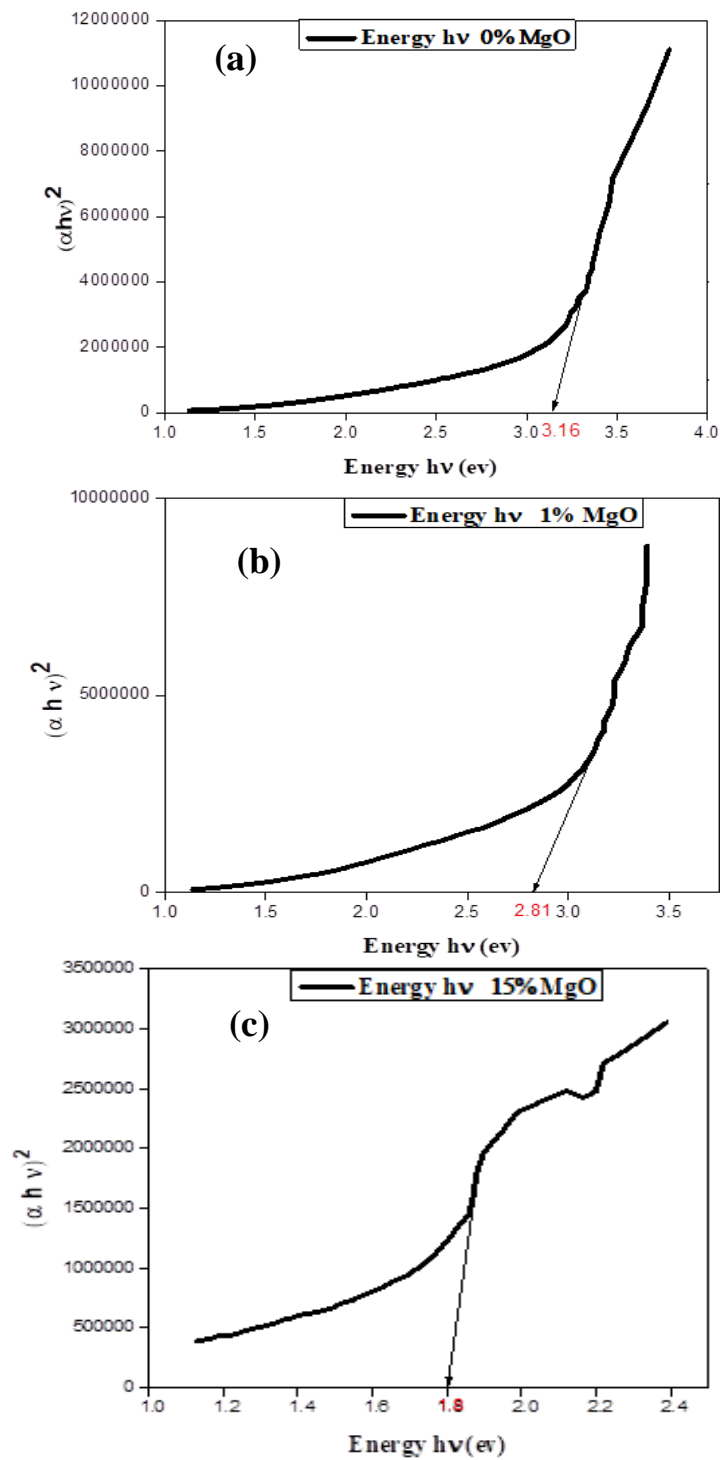


Fig. (III.8) : Tauc plot pour les échantillons polyester avec (a) : 0%, (b) : 1% et (c) : 15% de MgO

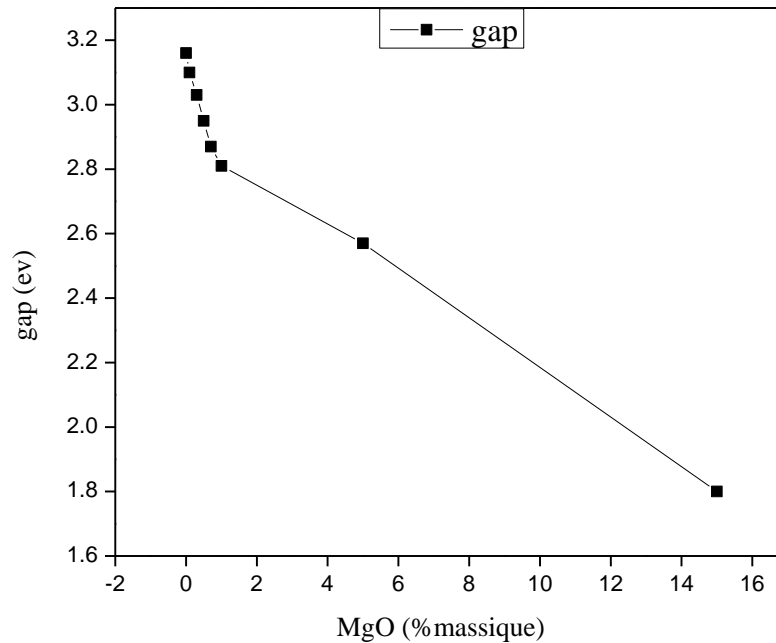


Fig. (III.9) : Gap optique en fonction de pourcentage massique de MgO

Conclusion

L'analyse des résultats expérimentaux par DRX montre une structure amorphe distinguée par un halo centré à $2\theta = 19,68^\circ$ pour polyester pur. Alors que pour les matériaux composites les pics de MgO n'apparaissent qu'après 1% (% massique).

L'analyse des résultats expérimentaux en flexion 3 points nous a permis de caractériser le comportement de polyester insaturé sous chargement en fonction du pourcentage massique de MgO. La poudre de MgO engendre en général une amélioration de la résistance au choc du polyester mais conduit la plupart du temps à une diminution de sa résistance à la rupture en flexion statique.

Ainsi que à l'essai de dureté Vickers, les résultats montre une diminution des valeurs de dureté Vickers HV, plus que pourcentage massique de MgO a augmenté.

L'analyse des résultats expérimentaux par UV-Vis montre que le bord d'absorption est déplacé vers les grandes longueurs d'onde par rapport à celui du polyester pur avec une diminution de gap optique.

Conclusion générale

Conclusion générale

Notre travail basé sur la synthèse et la caractérisation des matériaux composites (polyester/MgO). L'élaboration a été faite par la méthode de moulage polyester insaturé renforcé par des particules de l'oxyde de magnésium dans moule sous forme de l'éprouvette de traction

Nous avons chaque fois adopté 80 g de polyester insaturé, renforcés par différents pourcentages massiques de MgO. Elle est la suivante : 0%, 0.3%, 0.5%, 0.7%, 1%, 5% et 15%.

Après on a Déterminé l'effet de l'addition d'oxyde de magnésium sur certaines propriétés physiques, mécaniques et optiques d'un matériau composite (polyester/MgO) par : Diffraction des rayons X, essai de dureté Vickers HV, essai de flexion et texte optique (spectrophotométrie UV-Visible), et les résultats elle est comme suite :

L'analyse des résultats expérimentaux par DRX montre une structure amorphe distinguée par un halo centré à $2\theta = 19,68^\circ$ pour polyester pur. Alors que pour les matériaux composites les pics de MgO n'apparaissent qu'après 1% (% massique). Et il n'y a pas des nouvelles phases formée.

L'analyse des résultats expérimentaux en flexion 3 points nous a permis de caractériser le comportement de polyester insaturé sous chargement en fonction du pourcentage massique de MgO. La poudre de MgO engendre en général une amélioration de la résistance au choc du polyester mais conduit la plupart du temps à une diminution de sa résistance à la rupture en flexion statique.

Ainsi que à l'essai de dureté Vickers, les résultats montre une diminution des valeurs de dureté Vickers HV, plus que pourcentage massique de MgO a augmenté.

L'analyse des résultats expérimentaux par UV-Vis montre que le bord d'absorption est déplacé vers les grandes longueurs d'onde par rapport à celui du polyester pur avec une diminution de gap optique.

References bibliographies

References bibliographies

- [1]. Weeton, J.W., K.L. Thomas, and D.M. Peters, Engineers' guide to composite materials. 1987: American Society of Metals.
- [2]. Currey, J., Handbook of Composites, Vol. 4. Chapter, 1983. 9.
- [3]. Dal Maso, F. and J. Meziere, Calcul des propriétés élastiques des tissus utilisés dans les matériaux composites. Revue de l'institut Français du pétrole, 1998. 53(6): p. 857-870.
- [4]. Laurin, F. Introduction générale sur les matériaux composites. in Colloque Aussois MECAMAT, Aussois. 2011.
- [5]. ROKBI, M., Comportement a la rupture et caractérisation mécanique de composites polyester-fibres de verre. 2001, Université de M'Sila-Mohamed Boudiaf.
- [6]. Rouam, K., Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles. 2015.
- [7]. Gendre, L., Matériaux composites et structures composites. ENS Cachan-Université Paris-Saclay, 2011.
- [8]. Bibeau, B., Développement d'un composite polypyrrole-nanocellulose. 2017, Université du Québec à Trois-Rivières.
- [9]. Daghia, F. and L. Gendre, Quelques procédés de mise en forme des composites. Site DESCO Sciences de l'Ingénieur, 2011.
- [10]. Djebbloun, Y., Etude de la rupture en mode i d'ouverture des matériaux composites. 2004, Université Mohamed Khider Biskra.
- [11]. Manaa, S., Etude numérique du flambage mécanique des plaques rectangulaires en matériaux composites stratifiés. 2005, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [12]. BELKACEMI, C. and B. Bezzazi. Caractérisation mécanique en fatigue d'un composite stratifié jute/polyester. in Conférence Internationale sur le Soudage, le CND et l'Industrie des Métaux, IC-WNDT-MI'14. 2014.
- [13]. Bagherpour, S., Fibre reinforced polyester composites, in Polyester. 2012, InTechOpen.
- [14]. Rao KG, Ashok CH, Venkateswara Rao K, Shilpa Chakra CH. Structural properties of MgO Nanoparticles: Synthesized by Co-Precipitation Technique, International Journal of Science and Research, 2014, 43-46.

[15]. Ding P, Qu B. Synthesis and characterization of exfoliated polystyrene/ZnAl layered double hydroxide nanocomposite via emulsion polymerization, *Journal of Colloid and Interface Science*, 291, 2005, 13-18.

يستند هذا العمل إلى تحضير و دراسة بعض خواص المواد المركبة بولي استر الغير مشبع والمدعم بدقائق اكسيد المغنيسيوم بالنسب الوزنية التالية: 0, 0.3%, 0.5%, 0.7%, 1% و 5% و 15%.

يظهر تحليل النتائج التجريبية بواسطة XRD بنية غير متبلورة تتميز بهالة تتمركز عند $2\theta = 19.68^\circ$ بالنسبة للبوليستر النقي في حين أن المواد المركبة، لا تظهر قمم MgO إلا بعد زيادة 1% من نسبة MgO. مكننا تحليل النتائج التجريبية في الانحناء 3 نقاط من وصف سلوك البوليستر غير المشبع تحت التحميل كدالة للنسبة الوزنية من MgO. يؤدي مسحوق MgO بشكل عام إلى تحسن في مقاومة تأثير البوليستر، ولكن في معظم الأوقات يؤدي إلى انخفاض في مقاومته لكسر الانحناء الثابت. وكذلك في اختبار صلابة Vickers، أظهرت النتائج انخفاضاً في قيم صلابة Vickers HV، كلما زادت النسبة الوزنية من MgO. يوضح تحليل النتائج التجريبية بواسطة UV-Vis أن حافة الامتصاص يتم إزاحتها نحو الأطوال الموجية الطويلة مقارنةً بالبوليستر النقي مع انخفاض الفجوة البصرية. **الكلمات المفتاحية:** بولي استر الغير مشبع، مادة مركبة، بودرة اكسيد المغنيسيوم، الخصائص الميكانيكية، الخصائص الضوئية.

Elaboration et caractérisation de polyester insaturé renforcé par des particules de MgO

Résumé

Ce travail est basé sur la synthèse et la caractérisation des matériaux composites polyester insaturé renforcé par les particules de MgO, avec les pourcentages massiques suivantes: 0%, 0,3%, 0,5%, 0,7%, 1%, 5% et 15%.

L'analyse des résultats expérimentaux par DRX montre une structure amorphe distinguée par un halo centré à $2\theta = 19,68^\circ$ pour polyester pur. Alors que pour les matériaux composites les pics de MgO n'apparaissent qu'après 1% (% massique).

L'analyse des résultats expérimentaux en flexion 3 points nous a permis de caractériser le comportement de polyester insaturé sous chargement en fonction du pourcentage massique de MgO. La poudre de MgO engendre en général une amélioration de la résistance au choc du polyester mais conduit la plupart du temps à une diminution de sa résistance à la rupture en flexion statique. Ainsi que à l'essai de dureté Vickers, les résultats montre une diminution des valeurs de dureté Vickers HV, plus que pourcentage massique de MgO a augmenté. L'analyse des résultats expérimentaux par UV-Vis montre que le bord d'absorption est déplacé vers les grandes longueurs d'onde par rapport à celui du polyester pur avec une diminution de gap optique.

Mots-clés : polyester insaturé, MgO, matériau composite, propriétés mécaniques, propriétés optiques.

Elaboration and characterization of unsaturated polyester reinforced with MgO particles

Abstract

This work is based on the synthesis and characterization of the unsaturated polyester composites reinforced with MgO particles, with the following mass percentages: 0%, 0.3%, 0.5%, 0.7%, 1%, % and 15%.

The analysis of the experimental results by XRD shows an amorphous structure distinguished by a halo centered at $2\theta = 19.68^\circ$ for pure polyester. Whereas for composite materials, MgO peaks only appear after 1% MgO, The analysis of the experimental results in 3-point bending enabled us to characterize the behavior of unsaturated polyester under loading as a function of the mass percentage of MgO. The MgO powder generally gives rise to an improvement in the impact resistance of the polyester, but most of the time results in a decrease in its resistance to static bending fracture. As well as at the Vickers hardness test, the results show a decrease in Vickers HV hardness values, more than mass percentage of MgO increased. The analysis of the experimental results by UV-Vis shows that the absorption edge is displaced towards the long wavelengths compared to that of the pure polyester with a decrease in optical gap.

Keywords: unsaturated polyester, MgO, composite material, mechanical properties, optical properties.