



UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA DE BOUMERDES FACULTE
DES SCIENCES DE L'INGENIEUR

DEPARTEMENT GENIE DES PROCEDES INDUSTRIELS

MEMOIRE DE MASTER

DOMAINE : Sciences et Techniques

FILIÈRE: Génie des Procédés

OPTION: Matériaux Polymères

Thème

Étude des propriétés mécaniques d'un composite PEBD à base d'une charge en céramique modifiée

Réalisé par:

Chalal Sid Ali

Soutenu le : 04/07/2017.

Devant le jury composé de

❖ M ^{me} OUSLIMANI.N	M.C.A (UMBB)	Présidente
❖ M ^{me} SERRIR	Pr (UMBB)	Examinatrice
❖ M ^{me} BELLOUL.Nabila	M.C.B (UMBB)	Examinatrice
❖ Mme K. LAOUBI	M.C.B (UMBB)	Promotrice

Dédicaces

J'ai l'honneur et le plaisir de dédier ce travail

*A Mes chers parents pour leur soutien et
leur encouragement*

A Mes sœurs et Mes frères

*A Tous les collègues surtout les
étudiants de master polymères*

Garçons et filles

A Tous mes proches de mon cœur

A Tous les personnes que j'aime Beaucoup

Remerciements

Je tiens à remercier Dieu qui m'a offert la force et la patience pour accomplir le présent travail.

J'exprime ma profonde gratitude à ma promotrice, M^{me}: K. LAOUBI, Maître de conférences à l'UMBB, pour l'aide qu'elle m'a apportée et pour la confiance qu'elle m'a accordée.

Je voudrai adresser mes vifs remerciements aux membres du jury qui ont bien voulu examiner ce travail et faire partie du jury de soutenance.

Je remercie, aussi, tout le personnel de l'unité Siscoplaste qui m'a permis de faire mes tests au sein de leur laboratoire.

Un remerciement particulier, au personnel du laboratoire des polymères : HAKIM, MERIEM, ILHEM et surtout mon ami foudil.

Je remercie tous mes collègues et mes amis.

Enfin, Un grand merci à tout le monde

SOMMAIRE

Sommaire	page
Dédicace	i
Remerciement	ii
Sommaire	iii
Liste des figures	vii
Liste des tableaux	x
Liste des abréviations	ix
Partie théorique	
Introduction générale	01
Chapitre I : Généralité sur les polymères	
I.1. Généralités sur le polymère	03
I.2. Les polyoléfines	03
I.2.1. Le polyéthylène basse densité (PEBD)	03
I.2.2. Historique	05
I.2.3. Structure	05
I.2.4. propriétés du PEBD	06
I.2.4.1. Propriétés mécaniques	06
I.2.4.2. Propriétés Physiques	06
I.2.4.3. Propriétés thermiques	07

I.2.4.4. Propriétés électriques	07
I.2.4.5. Propriétés chimiques	07
I.2.5. Différentes applications du PEBD	07
Chapitre II : Les céramiques	
II.1. Définition des céramiques	09
II.2. Caractéristiques des céramiques	09
II.3. Les domaines d'applications	10
II.4. L'élaboration et la mise en forme des céramiques	10
II.4.1. Les poudres	10
II.4.2. La préparation de la poudre	10
II.4.3. Caractérisation des poudres	11
II.4.4. Traitement de surface des charges	11
II.4.4.1. Traitement par les acides gras	11
II.4.4.2. Traitement par greffage de polymère à la surface de la nanoparticule	11
II.4.4.3. Traitement de surface par des agents de couplage	12
II.4.5. Mise en forme	12
II.4.5.1. Pressage	12
II.4.5.2. Frittage	13
II.5. Facteurs affectant les propriétés des nanocomposites	13
II.5.1. Facteurs concernant la charge	13
II.5.2. Facteurs concernant la matrice	13
II.5.3. Influence du procédé d'élaboration	14
II.6. Classification des céramiques	14
II.6.1. Classification traditionnelle	14

II.6.1.1. Céramiques traditionnelles	14
II.6.1.2. Céramiques techniques	14
II.6.2. Classification des céramiques selon la composition chimique	14
II.6.2.1. Céramiques feldspathiques	14
II.6.2.2. vitro-céramiques	15
II.6.2.3. Céramiques ou plutôt verres hydrothermaux	15
II.6.2.4. Céramiques à base d'oxyde de zirconium (zircone)	15
II.6.2.5. Céramiques alumineuses	15
II.7. Céramiques alumineuses	15
II.7.1 Alumine	15
II.7.1.1. Extraction de l'alumine	16
II.7.1.2. Transformation des aluminés métastables	16
II.7.1.3. Procédé Bayer	17
II.7.2. GIBBSITE	18
II.7.2.1. Définition	18
II.7.2.2. Structure cristallographique de la gibbsite	18
II.7.2.3. Synthèse de la gibbsite	19
II.7.2.4. Propriétés de la gibbsite	19
I I.7.2.4.1. Propriétés chimiques	19
II.7.2.4.2. Propriétés optiques	20
II.7.2.4.3. Propriétés physiques et apparence	20
II.8. Céramiques comme charges dans les polymères	20
II.8.1. Les charges Hydroxydes Doubles Lamellaires (HDL)	21
II.8.1.1 Définition générale	21
II.8.1.2. Hydroxyde double lamellaire à base des sels du lithium	22

II.8.1.3. Préparation des HDL	22
II.8.1.3.1. Méthode de coprécipitation	23
II.8.1.3.2. Échange anionique	23
II.8.1.3.3. Reconstruction	24
II.8.1.4. Applications de HDL	24
Partie expérimentale	
Chapitre III: matériaux et techniques utilisées	
III.1. L'objectif	25
III.2. Les matières premières utilisées	25
III.3. Organigramme	26
III.4. Mise en œuvre	27
III.4.1. Préparation des formulations	27
III.4.2. Préparation des échantillons	27
III.5. Techniques de caractérisation expérimentale	28
III.5.1. Caractérisations structurales	28
III.5.1.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	28
III.5.1.2. Description du fonctionnement d'un spectromètre (IRTF)	28
III.5.2. Caractérisations mécaniques	29
III.5.2.1. Détermination de la résistance au choc	29
III.5.2.2. Test de traction	31
III.5.3. Caractérisations rhéologiques	34
III.5.3.1. Mesure de l'indice de fluidité (IF)	34
III.5.4. Caractérisations thermiques	36

III.5.4.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)	36
III.5.4.2. Analyse thermique différentielle (ATD)	37
Chapitre IV : Résultats et Discussion	
IV. Résultats et discussions	38
IV.1. Caractérisation par la spectroscopie infrarouge (FTIR)	38
IV.1.1. Charge lamellaire à base de gibbsite	38
IV.1.1.1. Précurseur à base de LiBr	38
IV.1.1.2. Charge double hydroxyde lamellaire	39
IV.1.2. Polyéthylène basse densité vierge	40
IV.1.3. Composites polyéthylène basse densité avec la charge lamellaire (HDL)	41
IV.2. Analyse thermogravimétrique (ATG/ATD)	42
IV.2.1. Gibbsite brute et charge inorganique	42
IV.2.2. Composites PEBD/ HD	44
IV.3. Propriété rhéologique	46
IV.3.1. Indice de fluidité (IF)	46
IV.4. Propriétés mécaniques	48
IV.4.1. Résilience au choc des composites	48
IV.4.2. Test de traction des composites	49
IV.4.2.1. Contrainte à la rupture	50
IV.4.2.2. Déformation à la rupture	51
IV.4.2.3. Module d'élasticité	52
Conclusion	54
Références bibliographiques	65

	SOMMAIRE
Résumé	62

Liste des figures

Figure I.1 : Les différents types de PE.....	4
Figure I.2 : Structure de polyéthylène basse densité.....	5
Figure I.3 : Arrangement planaire en zigzag des chaines de polyéthylène dans une maillecristalline orthorhombique.....	6
Figure II.1 : Filiation des alumines de transition en fonction de la température.....	17
Figure II.2 : Schéma du procédé Bayer (source Rio Tinto Alcan).....	18
Figure II.3 : Structure d'un feuillet de gibbsite.....	19
Figure II.4 : Représentation schématique de l'hydroxyde double lamellaire(LDH).....	21
Figure II.5 : Schéma de structure de la gibbsite intercalée par le sel de lithium.....	22
Figure II.6 : Schéma des méthodes de synthèse usuelles des HDL(s).....	23
Figure II.7 : Divers domaines d'applications des LDHs.....	24
Figure III.1 : Schéma du principe du spectromètre Infrarouge.....	29
Figure III.2 : Schéma d'un Mouton-pendule de Charpy : essai Charpy-V et essai Izod....	30
Figure III.3 : Schéma de principe de l'essai de tractio.....	32
Figure III.4 : Grandeur.....	35
Figure IV.1 : Spectre infrarouge du précurseur ($\text{Li}(\text{OH})_3 + \text{LiBr}$).....	38
Figure IV.2 : Spectre infrarouge de charge lamellaire (précurseur + acide palmitique).....	39
Figure IV.3 : Spectres infrarouges du précurseur et précurseur + acide palmitique.....	40
Figure IV.4 : Spectre infrarouge du PEBD vierge.....	41

Figure IV.5 : Spectres infrarouges superpose de PEBD et de PEBD avec la charg	42
Figure IV.6 : L'analyse thermogravimétrique de la gibbsite brute.....	43
Figure IV.7 : L'analyse thermogravimétrique de la charge (HDL).....	44
Figure IV.8 : Analyse thermogravimétrique (ATG) des composites PEBD/ (HDL).....	45
Figure IV.9 : Courbe d'analyse thermogravimétrique (ATD) des composites PEBD/(HDL).....	45
Figure IV.10 : Représente la variation de l'indice de fluidité en fonction de taux de la charge HDL incorporée dans la matrice PEBD.....	47
Figure IV.11 : La variation de la résilience au choc Izod des composites (PEBD/HDL) en fonction de taux de la charge minéral HD.....	48
Figure IV.12 : Représente la variation de contrainte à la rupture des composites en fonction de taux du HDL.....	50
Figure IV.13 : La variation de déformation à la rupture des différentes composites en fonction de taux de la charge minérale.....	52
Figure IV.14 : La variation de Module d'élasticité des composites PEBD/HDL.....	53

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Dénomination des alumines.....	4
Tableau II .1 : Classification des polyéthylènes selon leurs densités.....	6
Tableau III.1 : Principales propriétés du PEBD.....	25
Tableau (IV.1) : Les valeurs de l'indice de fluidité de différentes compositions PEBD/HDL.....	46
Tableau(IV.2) : Les différentes valeurs des résiliences obtenues pour les différents hybrides PEBD / HD.....	47
Tableau (IV.3) : Les valeurs de la contrainte à la rupture des différentes hybrides PEBD / charge (HDL).....	49
Tableau (IV.4) : Les valeurs de la déformation à la rupture des différentes composites PEBD / charge (HDL).....	50
Tableau (IV.5) : Les valeurs de module d'élasticité des différentes composites PEBD / charge (HDL).	52

Liste des symboles

ρ : masse volumique (g / cm^3)

MPa : méga pascal

a_K : résilience au choc (izod)

a_{iU} : résistance au choc d'éprouvettes sans
entaille

a_{iN} : résistance au choc d'éprouvettes entaillées

E_c : énergie absorbée

b : largeur de l'éprouvette en mm.

b_{iN} : largeur sous entaille de l'éprouvette en mm.

h : épaisseur de l'éprouvette en mm.

σ_r : contrainte à la rupture

ϵ_r : déformation à la rupture

E : module d'élasticité

F : charge de traction supportée par l'éprouvette (N).

S : section initial (m^2)

(%) : pourcentage

$\Delta l = l - l_0$: déformation à la rupture.

l_0 : longueur initial de l'éprouvette.

L : longueur final de l'éprouvette.

T : température (°C)

M : charge nominale (kg)

m : masse (g).

Liste des abréviations

Al_2O_3 : Oxydes d'aluminium ou alumine

$\text{Al}(\text{OH})_3$: alumine tryhydraté (Gibbsite)

$\gamma\text{AlO}(\text{OH})$: Boehmite

$\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$: Diaspore

HDL : Hydroxyde Doubles Lamellaires

HT : Hydrotalcite

Li : Lithium

Al : Aluminium

PEBD : Polyéthylène basse densité

PEHD : Polyéthylène haute densité

PEMD : Polyéthylène moyenne densité

AP : Acide palmitique

LiX : sel de lithium

Br : Brome

UV : lumière ultraviolette

IRTF : infrarouge à transformation de Fourier

ATG : Analyse thermogravimétrique

ATD : Analyse thermique différentielle

IF:indicedefluidité

Partie théorique

Introduction générale

Introduction générale

Les céramiques sont définies comme étant des matériaux inorganiques (c'est à dire non polymériques et non métalliques). Aujourd'hui, les applications des céramiques ne sont pas seulement pour le domaine de la construction (lavabos, briques, ciments...), mais elles s'étendent aux domaines techniques (fibres optiques, capteurs piézoélectriques...) en raison de leurs propriétés exceptionnelles (résistance à haute température et à l'usure, inertie chimique, ténacité, propriétés électriques...) [1].

L'incorporation de charges dans les polymères est connue comme l'une des techniques permettant d'améliorer les propriétés des produits finis et d'élargir le domaine d'application des matières plastiques. De plus, elle est un moyen économique de développer un nouveau matériau pour répondre à des applications parfois biens spécifiques. Les charges minérales permettent souvent d'améliorer les propriétés électriques, la résistance à la chaleur et les propriétés mécaniques.

Les céramiques qui sont utilisées généralement comme matrice, peuvent être utilisés comme charge ou renfort, ce dernier prend de plus en plus une importance capitale dans la vie quotidienne. Parmi ces renforts à base de céramique on trouve : Les argiles anioniques sont connues sous le nom « Hydroxyde Double Lamellaire » (HDL). Ces matériaux présentent des propriétés d'échangeurs anioniques très importants d'intercalation, de conduction, et autres. Ouvrant sur de vastes domaines d'applications telles que la catalyse environnementale, médecine, industrie [2].

Dû à sa très large consommation, le polyéthylène basse densité (PEBD) est le matériau plastique le plus concerné par le renforcement. Sa modification par le mélange avec d'autres polymères, ou par l'ajout de charges renforçantes a permis d'améliorer les propriétés des produits finis et d'élargir le domaine d'application des matières plastiques. Le polyéthylène présente un faible coût et une facilité de transformation avec une excellente flexibilité et bonne résistance au choc [3].

Néanmoins, en service, plusieurs facteurs peuvent affecter ces propriétés, telles que les contraintes mécaniques, la température et l'agressivité de l'environnement. Ces facteurs ont limité l'usage de ce type de matériaux. Et afin d'augmenter la durabilité du matériau, les chercheurs ont pensé à l'incorporation de renforts dans la matrice en vue d'obtenir un composite plus fiable pendant l'utilisation ou le traitement [4].

Dans ce contexte, nous avons mené notre travail sur le polyéthylène basse densité (PEBD), en utilisant l'hydroxyde double lamellaire (HDL) à base de gibbsite comme charge avec une gamme de proportions de 2% à 10 %. Ainsi, nous avons étudié l'effet des particules de la charge HDL sur les propriétés structurales, rhéologiques et mécaniques des différents composites élaborés.

Ce travail comprend quatre chapitres :

Les deux premiers chapitres seront consacrés à une étude bibliographique comportant des généralités sur les céramiques et les polymères utilisés, en présentant leurs structures moléculaires, leurs principales propriétés et applications ainsi que leurs méthodes de synthèse. Dans le troisième chapitre seront présentés les matériaux utilisés, l'organigramme de la technique expérimentale, la mise en œuvre des matériaux ainsi que les techniques de caractérisation et les moyens utilisés.

Quand au quatrième chapitre, il sera consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Enfin ; le mémoire s'achève par une conclusion générale rassemblant la synthèse des principaux résultats obtenus.

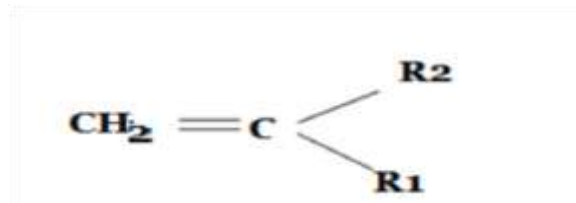
Chapitre I :

Généralités sur les polymères

II.1. Généralités sur les polymères

II.2. Les polyoléfines

Les polyoléfines sont des matériaux thermoplastiques semi-cristallins résultants de la polymérisation d'oléfines c'est-à-dire des monomères hydrocarbonés dont la formule générale est :



Où R1 et R2 sont des groupements tels que : H ; CH₃ ; -CH₂-CH-(CH₃)₂...

Les principales polyoléfines industrielles sont : les polyéthylènes (PE) ; les polypropylènes (PP) et les polyisobutylènes (PIB) [5].

II.2.1. Le polyéthylène basse densité (PEBD)

Le polyéthylène est un polymère thermoplastique semi-cristallin appartenant également à la famille des polyoléfines. Sa formule chimique générale est (–CH₂–CH₂–)_n [6]. C'est un polymère inerte, sous forme de granulés. Son nom vient du fait qu'il est le polymère obtenu par la polymérisation des monomères d'éthylène gazeux. En une structure complexe de formule générique [7], obtenu par [8] :

- 1) La déshydratation de l'alcool sur l'alumine.
- 2) L'hydrogénation de l'acétylène.
- 3) Le cracking des hydrocarbures aliphatiques.

Il existe de nombreux types de polyéthylènes et principalement trois grandes familles qui définissent en fonction de leur masse volumique :

- Polyéthylène basse densité ou PEBD.
- Polyéthylène haute densité ou PEHD.
- Polyéthylène moyenne densité ou PEMD.

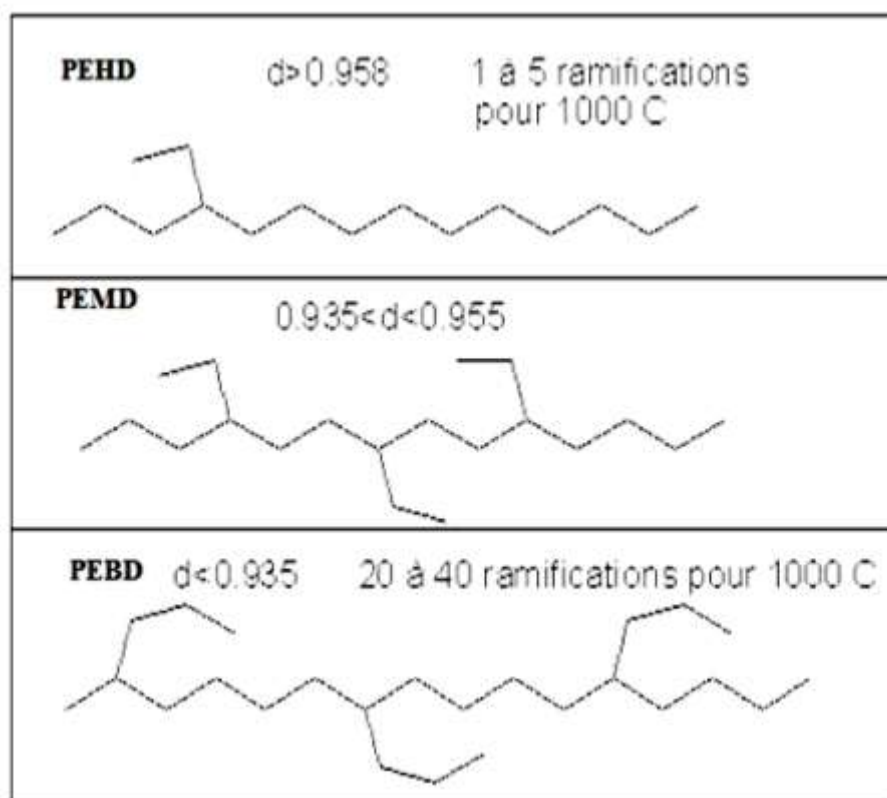


Figure (II.1): Les différents types de PE [9].

Tableau II .1: Classification des polyéthylènes selon leurs densités[9].

Type de PE		Densité (g/cm ³)
Basse		0.910 – 0.925
Moyenne		0.926 – 0.940
Haute		0.940 – 0.959
Homopolymère haut densité		Plus de 0.96

II.2.2. Historique

Le polyéthylène basse densité (PEBD) a été inventé en 1933 par les ingénieurs anglais E.W. Fawcett et R.O. Gibson de la société Imperial Chemical Industries (I.C.I) [10].

II.2.3. Structure

Le PEBD est produit sous haute pression (82-276MPa) et sous haute température (132-332°C) avec un initiateur de radical libre (tel que les peroxydes et l'oxygène). Dans le PEBD une chaîne complètement ramifiée du groupement $(-\text{CH}_2-)$. Cette structure donne une densité plus faible et une flexibilité plus grande à celle qu'on peut obtenir dans le cas de PEHD [11].



Figure II.2 : Structure de polyéthylène basse densité [12].

Les macromolécules du polyéthylène adoptent une conformation stable en zigzag plane (Fig. II.2.) qui correspond à un arrangement trans des liaisons C-C du motif de constitution. La présence des groupements latéraux peut perturber la conformation des chaînes, mais elle ne modifie pas la structure cristalline. La phase orthorhombique est la phase cristalline la plus courante du polyéthylène. Les paramètres de maille sont $a = 7,47 \text{ \AA}$, $b = 4,945 \text{ \AA}$ et $c = 2,547 \text{ \AA}$. Dans cette maille élémentaire, l'axe cristallographique c correspond à l'axe des chaînes.

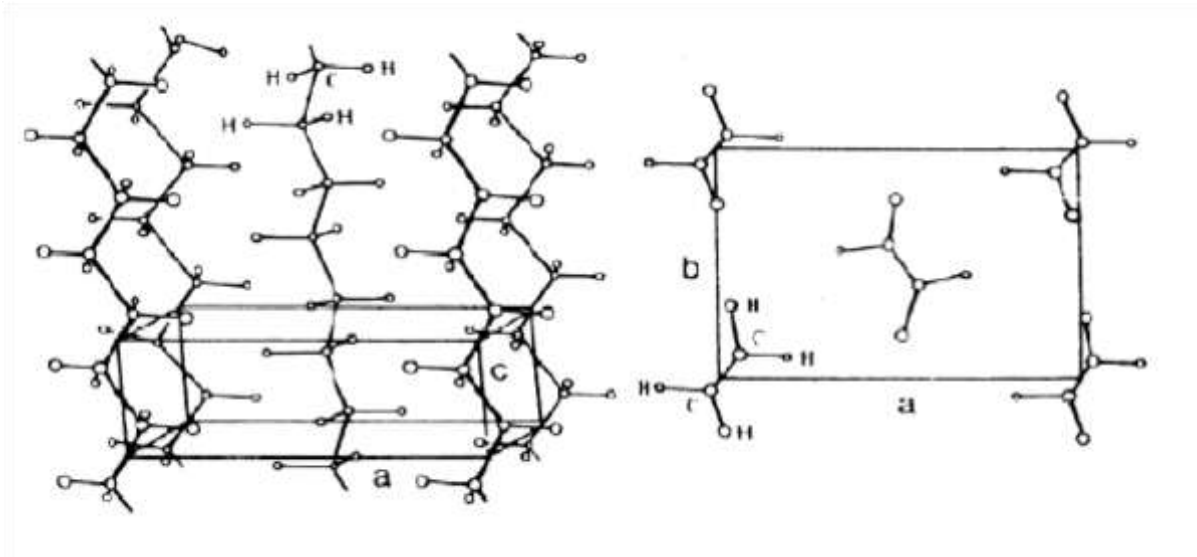


Figure II.3 : Arrangement planaire en zigzag des chaines de polyéthylène dans une maille cristalline orthorhombique [13]

II.2.4. propriétés du PEBD

II.2.4.1. Propriétés mécaniques

- Contrainte à la rupture : 9-12 MPa
- Déformation à la rupture : 400-600%
- Module d'élasticité: 200-300 MPa

II.2.4.2. Propriétés Physiques

- Masse volumique : 0.915-0.93 g/cm³
- Taux de cristallin : 65-70%
- Perméabilité aux gaz

La perméabilité varie à l'inverse de la masse volumique. Les PEBD sont peu perméables à la vapeur d'eau ; par contre, leurs propriétés barrières sont assez faibles pour d'autres gaz.

II.2.4.3. Propriétés thermiques

- Température de fusion : 110-125 °C
- Transition vitreuse (T_g) : -110 °C

II.2.4.4. Propriétés électriques

Le PEBD est une substance non polaire, caractérisée par une permittivité relative, un faible facteur de dissipation diélectrique et une rigidité diélectrique élevée. Il est largement employé en câblerie en tant qu'isolant.

II.2.4.5. Propriétés chimiques

En général, le PEBD présente une bonne résistance chimique du moment qu'il est :

- très résistant aux acides faibles ;
- résistant aux acides forts non oxydants ;
- très résistant aux bases faibles et fortes ;
- résistant aux solvants organiques au-dessous de 80 °C.

Le PEBD est sensible à la lumière et, de ce fait, pour des applications de longue durée (1 an), il doit être protégé par du noir de carbone (câblerie, films pour ensilage) ou par des adjuvants anti UV-IR (films pour couverture de serres) [14].

II.2.5. Différentes applications du PEBD

Le PEBD est utilisé sous différentes formes à savoir[15] :

- Films, sacs et sachets: Sacs grande contenance, Films agricoles,...
- Tuyaux et tubes
- Câblerie : Câbles d'énergie
- Corps creux : jouets

Récipients ménagers ou industriels : cuvettes, pots, bouteilles ...

Chapitre I :

Généralités sur les céramiques

I.1. Définition des céramiques

La racine grecque du mot céramique est kéramos qui signifie argile. Les céramiques sont des matériaux inorganiques, composés d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures. Les céramiques présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente. Elles sont mises en forme à partir d'une poudre de granulométrie adaptée qui est agglomérée. Dans une deuxième étape la densification et la consolidation de cet agglomérat sont obtenues par un traitement thermique appelé frittage. [16]

Selon la définition académie des sciences des États-Unis, les céramiques sont des matériaux non organiques, non métalliques formés ou consolidés à haute température [17].

Les céramiques sont parmi les matériaux les plus utilisés par l'homme, et sont obtenus par cuisson à haute température. Les céramiques sont formées d'un ensemble de grains consolidés à la suite d'un traitement thermique approprié [19]. Pendant des millénaires, elles ont été réalisées par application de règles et de recettes transmises par la tradition et améliorées peu à peu, elles ont gardé un « rôle passif » (briques réfractaires, récipients ou revêtements) jusqu'à l'apparition de la science des céramiques.

I.2. Caractéristiques des céramiques

Les produits céramiques présentent des propriétés fondamentales telles [20] :

- Température de fusion élevée ;
- Une excellente résistance à la compression ;
- La dureté très élevée ;
- Module d'élasticité élevé ;
- Une excellente inertie chimique ;
- Conservation des performances mécaniques dans un large domaine de température ;
- Résistance aux agents chimiques minéraux et organiques ;
- Bonne résistance à l'usure ;
- Propriétés physiques spécifiques (optique, électrique, magnétique...) ;
- Faible densité par rapport à celle de métal ;
- Faible conductivité thermique ;
- Faible conductivité électrique ;
- Bonne résistance la corrosion à haute température ;

- Comportement fragile et rupture sans déformation plastique.

I.3. Les domaines d'applications

L'ensemble de ces propriétés remarquables ne sont présentées par aucun autre matériau métallique ou organique, leur confèrent un large domaine d'applications [21] :

- En mécanique : leurs performances dans un large domaine de température par rapport à celle des métaux, de leurs alliages et des super alliages prennent une place grandissante l'exemple de disque à embariage.
- En électronique : pièces pour mémoire magnétiques.
- En médecine : des pièces pour les prothèses chirurgicales, par exemple : les prothèses de la hanche.

I.4. L'élaboration et la mise en forme des céramiques

I.4.1. Les poudres

Les céramiques sont utilisées directement sous forme de poudres : pour l'élaboration des pièces massives ou de revêtements céramiques, ou encore en dispersion de poudres (ou fibres) céramiques dans une matrice comme renfort [21].

I.4.2. La préparation de la poudre

C'est une étape importante et parfois un passage obligé pour la mise en œuvre d'une céramique massive ou d'une céramique utilisée comme renfort dans une matrice. Les propriétés de produit fini dépendent des caractéristiques de la poudre utilisée.

L'élaboration de la poudre à partir des précurseurs se fait selon deux méthodes soit par voie sèche (calcination, pyrolyse, broyage mécanique...) et de voie humide (précipitation à partir d'une solution, d'un sel fondu, coprécipitation, procédé sol-gel) [21].

I.4.3. Caractérisation des poudres

Les poudres sont caractérisées par des techniques traditionnelles de mesure de densité, granulométrie, surface spécifique, composition, structure cristallographique si nécessaire... mais aussi, selon la vocation ou les thèmes de recherches du laboratoire, par les mesures de propriétés physiques spécifiques, les propriétés magnétiques par exemple [21].

I.4.4. Traitement de surface des charges

I.4.4.1. Traitement par les acides gras

Différentes solutions ont été déjà proposées pour augmenter l'adhérence et pallier le manque d'affinité des charges chimiquement inertes vis-à-vis des matériaux comme les polymères, donc un traitement de surface est effectué pour améliorer la qualité des interfaces polymères charges et pour réduire l'adsorption de lubrifiants et des additifs dans les polymères.

Des procédés simples font appel à des agents de dispersion tels que les acides gras, les oligomères et d'autres produits organométalliques pour améliorer les propriétés de surface de la charge ainsi que les propriétés d'adhésion à l'interface polymère -charge.

L'excellent exemple est celui de l'acide stéarique qui est probablement l'agent de traitement de surface le plus utilisé pour les charges minérales. Son effet peut être décrit tout simplement par l'accroissement de la mouillabilité des particules de la charge au sein du polymère en assurant la compatibilité et la forte adhérence entre la surface et la charge. [22].

I.4.4.2. Traitement par greffage de polymère à la surface de la nanoparticule

Ce type de traitement est plus utilisé pour les nanocharges de type silice. Etant donné que les nanoparticules de cette charge ont la forme des agglomérats, il est très difficile de réduire leur taille durant la transformation à cause des fortes interactions entre les nanoparticules et les forces de cisaillements ainsi que par la viscosité élevée des polymères fondus. [23].

I.4.4.3. Traitement de surface par des agents de couplage

Les agents de couplages sont des composés d'adhérence créant une forte liaison à l'interface de la charge et la matrice [24].

I.4.5. Mise en forme.

Selon la structure géométrique du composant à réaliser. Le choix de la méthode de mise en forme se fait (coulage; extrusion; pressage isostatique) [25].

Il existe deux catégories principales de mise en forme des céramiques qui sont : Le pressage (d'une poudre sèche) et les méthodes humides, tels que coulage en barbotine ou coulage en bande (mise en forme d'une pâte ou dispersion de la poudre céramique avec un liquide-généralement de l'eau). Le choix de la méthode pour la fabrication d'un corps crus de poudre dépend de plusieurs facteurs comme des propriétés souhaitées, de la géométrie de la pièce, de sa taille, des tolérances dimensionnelles, des propriétés de surface et naturellement le coût et la productivité

Lors de l'utilisation des méthodes humides, la pièce céramique doit être séchée avant l'étape de cuisson ou de frittage.

I.4.5.1. Pressage

Le compactage est une technique de mise en forme à la fois dans les céramiques traditionnelles, (fabrication de carrelage), mais aussi dans les céramiques avancées, (diélectrique, combustible nucléaire et prothèses médicales). On distingue deux différentes techniques de pressage :

- Pressage uniaxial : la pression est appliquée dans une direction au moyen d'un piston.
- Pressage isostatique : la pression est appliquée dans toutes les directions au moyen d'un fluide.

La qualité du compactage influe non seulement sur la maniabilité, mais aussi sur le comportement du frittage and la qualité des pièces finies. Les défauts de compactage ne seront pas corrigés lors du frittage

I.4.5.2. Frittage

Le frittage consiste en la consolidation et la densification par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compacté avec ou sans fusion d'un de ses constituants. Le frittage transforme la poudre comprimée (corps crûs) en un solide cohérent par l'effet de la température. Des liaisons chimiques entre les particules sont formées et les vides ou pores entre les particules sont plus ou moins comblés. Les températures normalement appliquées sont inférieures à la température de fusion du constituant principal. Il y a souvent un constituant mineur qui forme une phase liquide et rend la diffusion de matière plus facile en accélérant le taux de frittage. Les propriétés d'une céramique frittée sont fortement liées aux défauts microscopiques tels que les pores (frittage incomplet), agglomérats (dus à la matière première ou au procédé de mise en forme) ou des impuretés chimiques (dans la matière première ou dues à une contamination dans le processus [26].

I.5. Facteurs affectant les propriétés des nanocomposites

I.5.1. Facteurs concernant la charge

Les principaux facteurs responsables de l'état de dispersion d'une particule dans une matrice polymérique sont :

- Son facteur de forme et ses dimensions.
- La nature des interactions particule/particule et particule/polymère [27].

I.5.2. Facteurs concernant la matrice

Le taux de cristallinité du polymère a un grand effet sur la dispersion des particules de la charge dans une matrice polymère. Les agrégats de la charge formée se concentrent dans la partie amorphe du polymère. Une augmentation du taux de cristallinité réduit le volume libre dans lequel les particules peuvent se disperser.

I.5.3. Influence du procédé d'élaboration

L'état de dispersion et les morphologies sont étroitement liés au procédé d'élaboration et aux conditions de mises en œuvre. Le choix du mode d'élaboration est guidé par la nature du polymère, la nature de la charge, l'affinité polymère/charge et les applications finales du matériau [28].

I.6. Classification des céramiques

I.6.1. Classification traditionnelle

On distingue deux grands types de céramiques : les céramiques traditionnelles des céramiques techniques.

I.6.1.a. Céramiques traditionnelles

Les céramiques traditionnelles sont généralement issues de matières premières naturelles (argile, kaolin, quartz), sont des matériaux largement disponibles et bon marché, l'on trouve dans notre environnement quotidien : arts de la table, sanitaires. Généralement leurs mises en œuvre par coulée (barbotine) [29].

I.6.1.b. Céramiques techniques

Sont les matériaux développés récemment dans les laboratoires de recherche, obtenues le plus souvent par frittage. Le frittage est un traitement thermique avec ou sans application de pression externe, lors duquel un ensemble de particules individuelles ou un corps poreux se densifie jusqu'à un état de compacité maximale [30].

Les céramiques techniques peuvent être classées en plusieurs familles :

La famille des oxydes métalliques, Les carbures, Les nitrures, Les borures, Les sulfures...

I.6.2. Classification des céramiques selon la composition chimique

Présentation générale des 5 types de matériaux [31]:

I.6.2.a. Céramiques feldspathiques : ce sont les céramiques traditionnelles destinées à l'émaillage des coiffes céramo-métalliques. De nouvelles céramiques feldspathiques à haute teneur en cristaux de leucite, ont une résistance mécanique améliorée et un coefficient de dilatation thermique augmenté. Elles peuvent être, dans certaines situations cliniques, utilisées sans armature.

I.6.2.b. vitro-céramiques : Ce sont des matériaux mis en forme à l'état de verre puis traité thermiquement pour obtenir une cristallisation contrôlée et partielle.

I.6.2.c. Céramiques ou plutôt verres hydrothermaux :

Ce sont des matériaux monophasés, (sans phase cristalline), dans la structure desquels, des ions OH ont été incorporés. Ils possèderaient un comportement de surface (dureté) plus proche de celui de l'émail des dents naturelles.

I.6.2.d. Céramiques à base d'oxyde de zirconium (zircone).

I.6.2.e. Céramiques alumineuses : leur constituant principal est l'alumine (Al_2O_3).

I.7. Céramiques alumineuses

Elles contiennent une proportion importante d'alumine dans le but de les renforcer.

Plusieurs types de matériaux ont été successivement développés.

I.7.1 Alumine

Les oxydes d'aluminium ou alumine (La famille des oxydes métalliques): ont de formule Al_2O_3 sont des céramiques de type oxyde présentent des avantages remarquables de leurs propriétés thermiques, chimiques et physiques lorsque l'on compare aux différents matériaux céramiques. on la trouve à l'état naturel dans la bauxite, sous forme hydratée: monohydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})$) et trihydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})_3$). On la trouve aussi comme minerai sous forme de corindon ou alumine- α ($\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$) [32].

L'alumine cristallise sous différentes formes ($\alpha, \gamma, \delta, \theta, \kappa, \epsilon, \eta, \chi$). ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) est stable, l'autres métastables. Hydroxydes d'aluminium peuvent exister sous quatre formes bien définies : le monohydrate AlOOH , comme boehmite (-monohydrate), diaspoire (-

monohydrate), le trihydrate $\text{Al}(\text{OH})_3$, comme gibbsite (-trihydrate) et bayerite (-trihydrate). [33]

Tableau I.1 : Dénomination des alumines[33].

Dénomination minéralogique	Composition chimique	Dénomination cristallographique
Bayérite	Trihydroxyde d'aluminium	$\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$
Nordstrandite	Trihydroxyde d'aluminium	$\beta\text{-Al}(\text{OH})_3$
Gibbsite ou Hydrargillite	Trihydroxyde d'aluminium	$\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$
Diaspore	Oxyhydroxyde d'aluminium	$\alpha\text{-AlOOH}$
Boehmite	Oxyhydroxyde d'aluminium	$\gamma\text{-AlOOH}$
Corindon	Oxyde d'aluminium	$\alpha\text{-AlO}_3$

I.7.2. Extraction de l'alumine :

Un procédé chimique qui permet d'extraire l'oxyde d'aluminium appelé alumine contenu dans la bauxite. L'alumine est la principale matière première qui permettra la fabrication de l'aluminium métal par un procédé d'électrolyse.

La mise au point du procédé a été faite au cours de la deuxième moitié du XIX^e siècle. Plusieurs procédés ont été élaborés : le procédé Deville, le procédé Peniakoff Sapeck, le procédé Petersen Haglund. C'est finalement le procédé inventé par Karl Josef Bayer qui sera universellement utilisé. Le procédé Orbite semble offrir une alternative moins polluante au procédé Bayer, mais doit faire ses preuves dans l'industrie.

I.7.3. Transformation des alumines métastables

La transformation des alumines de transition est un sujet de recherche qui a déjà donné lieu à une grande production de littérature [34, 35]. Sous l'action de chaleur, $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$ suit une série de transformations polymorphiques. La séquence des transformations de phase peut varier selon la méthode d'élaboration du polymorphe, la présence des impuretés et des dopants.

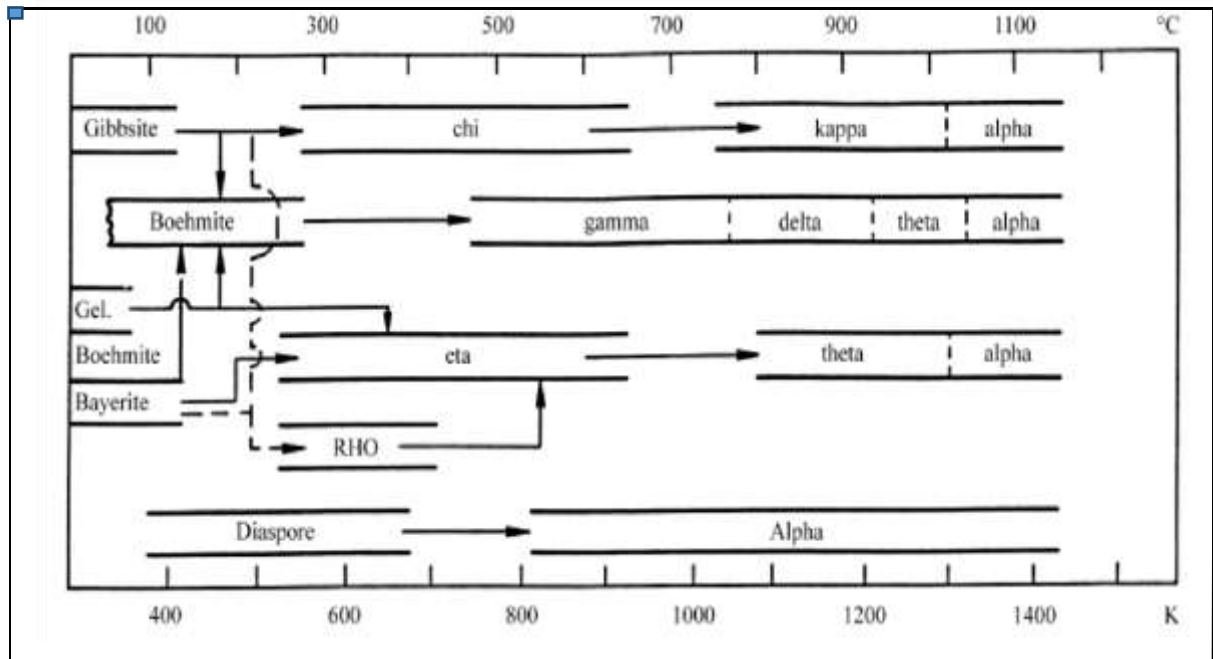


Figure I.1 : Filiation des alumines de transition en fonction de la température[35].

I.7.4. Procédé Bayer

Comme montre la figure I.2, l'extraction de l'alumine par le procédé Bayer passe par cinq étapes et est basée sur la dissolution de l'alumine provenant de la bauxite par de la soude [36].

- **Le broyage:** la bauxite est broyée en fines particules pour faciliter l'extraction
- **L'attaque:** la bauxite est mélangée avec de la soude et de la chaux dans des réacteurs à haute température et à haute pression.
- **La décantation:** on sépare la phase liquide, riche en aluminium, de la phase solide dans des clarificateurs. Les résidus sont lavés plusieurs fois et forment les "boues rouges". Leur couleur est due à leur forte concentration en oxyde de fer.
- **La précipitation:** la liqueur est refroidie et diluée pour faire précipiter l'aluminium sous forme d'hydrate d'alumine ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$).
- **La calcination:** l'alumine est chauffée à plus de 1000°C pour la déshydrater.

Le produit obtenu en fin de cycle est une poudre blanche d'alumine (Al_2O_3).

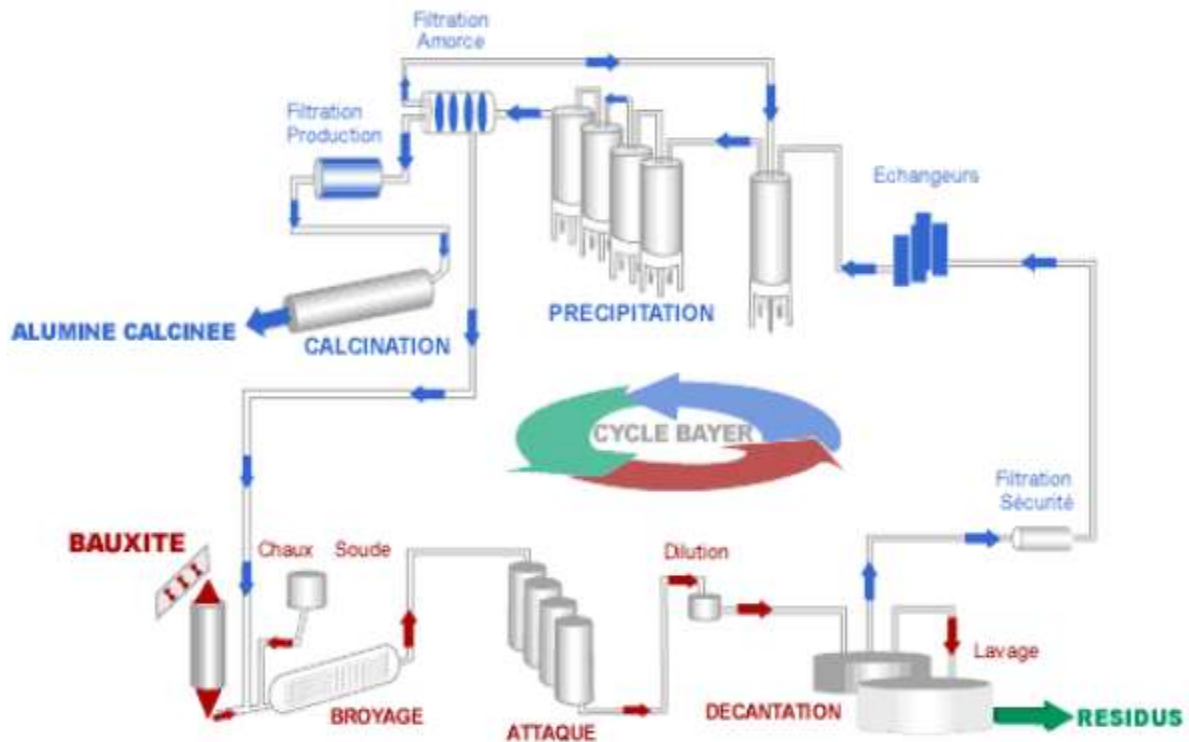


Figure I.2 : Schéma du procédé Bayer (Source: Rio Tinto Alcan)[36]

I.7.2. GIBBSITE

I.7.2.1. Définition :

La gibbsite (hydrargillite) est un hydroxyde d'aluminium de formule chimique $\text{Al}(\text{OH})_3$ et l'un des constituants essentiels des bauxites. Le minéral le plus abondant et le plus stable de la famille des hydroxydes d'aluminium. La gibbsite a été baptisée du nom George Gibbs (1776 1833), collectionneur américain de minéraux, dont la collection a été rachetée au cours du XIXe siècle par l'université Yale [37].

I.7.2.2. Structure cristallographique de la gibbsite:

La structure de la gibbsite est analogue à la structure de base des micas. La gibbsite cristallise dans le système monoclinique avec les paramètres de maille : $a = 8.684 \text{ \AA}$, $b = 5.078$

$\text{\AA}$, $c = 9.736 \text{ \AA}$ et $\beta = 94.54^\circ$. Sa structure a été déterminée initialement par Megaw (1934) puis confirmée par Saalfeld et Wedde (1974). Elle est formée d'empilements de feuillets d'octaèdres d'hydroxydes d'aluminium, suivant la séquence d'empilement ABBAAB-BA....

Les octaèdres sont constitués d'un ion d'aluminium au centre qui est entourée par six atomes d'oxygène. La cohésion entre chaque feuillet de gibbsite est assurée par des liaisons d'hydrogène. Ce type de liaisons n'existant pas pour les séquences d'empilements relatifs de la bayerite et la nordstrandite, ce qui rendent la gibbsite le plus stable thermodynamiquement de la famille des hydroxydes d'aluminium (voir figure .I.1) [38].

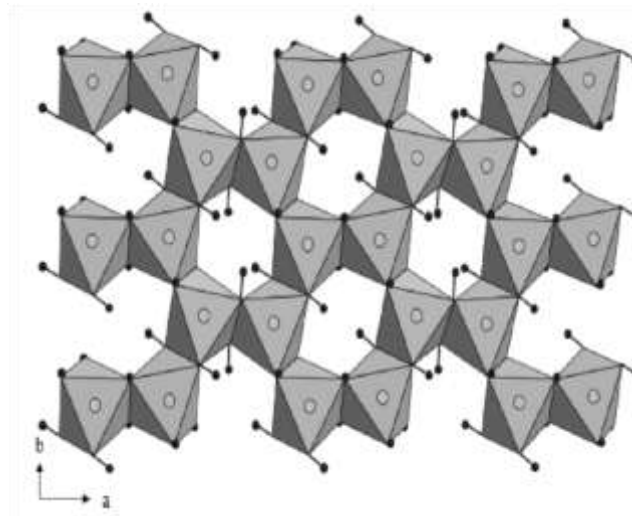


Figure I.3 : Structure d'un feuillet de gibbsite .les sommets d'octaèdres sont occupés par les atomes d'oxygène (non présentés) ; les atomes d'aluminium ($\odot$) sont situés au centre de ces octaèdres ; ($\bullet$) : atomes d'hydrogènes [39].

I.7.2.3. Synthèse de la gibbsite :

La synthèse de la gibbsite est proposée dans la littérature (Pascal, 1961;posito, 1989) selon deux méthodes par précipitation en milieu acide d'un sel d'aluminium suivi d'une procédure de dialyse et par cristallisation en milieu basique à partir d'une solution sursaturée d'aluminate [29].

I.7.2.4. Propriétés de la gibbsite [40]

I.7.2.4.1. Propriétés chimiques

- Classe chimique : Hydroxydes
- Sous-classe chimique : Hydroxydes et hydrates
- Formule chimique : $\gamma \text{ Al (OH)}_3$ □ Impuretés : traces Fe et Ga.

I.7.2.4.2. Propriétés optiques

- Propriétés optiques et autres : Translucide - Transparent - Luminescent, fluorescent
- Tenace - Macles possibles
- Indice de réfraction : de 1,56 à 1,58
- Angle axial $2V \approx 0^\circ$

I.7.2.4.3. Propriétés physiques et apparence [41]

- Morphologie : tabulaire; pseudo hexagonal; massif; stalactitique; terreux; croute; fibreux; écaille; radie; sphéroïdal; enduit; compact;
- Dureté : de 2,50 à 3,50
- Densité : 2,40
- La couleur est blanche ou incolore avec des nuances de gris, bleu et vert.
- Eclat du minéral : vitreux; nacré;
- Trace : blanc
- Cassure : écailleuse
- Clivage : oui

I.8. Céramiques comme charges dans les polymères

Les céramiques sont des matériaux inorganiques obtenus par frittage, ce procédé transforme une poudre à haute température et à forte pression, leurs introductions dans une matrice comme renfort sont nécessaires pour certaines applications, l'un des solutions du problème d'usure. Possèdent des avantages de leur grande inertie chimique provient des liaisons fortes (covalentes ou ioniques), des propriétés tribologiques qui sont excellentes par rapport à celle de métal ou polymères (polyéthylène) grâce à sa grande dureté et aux faibles rugosités, résistance à l'abrasion et couleur (le composite dentaire). Outre Sont incorporées dans les polymères afin que diminuer les coûts et diminuer la dilatation thermique (les thermoplastiques et les matériaux d'enrobage). Cependant certaines propriétés mécaniques restent leurs points de faiblesse la résistance à la rupture, fragilité. Parmi les céramiques : l'alumine Al_2O_3 , zircon ZrO_2 [42].

I.8.1. Les charges Hydroxydes Doubles Lamellaires (HDL)

I.8.1.1 Définition générale :

Les Hydroxydes doubles Lamellaires (HDL) forment une famille de composés lamellaire hydroxylés et hydratés. Connus également sous le nom d'hydrotalcite (HT) ou encore des argiles anioniques possèdent la formule générale suivante :

$[M^{II}_{1-x}M^{III}_x(OH)_2]^{x+}[X^{m-}_{x/m},nH_2O]^{x-}$ où $M^{(II)}$ et $M^{(III)}$ sont des cations respectivement divalents (Mg^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}) et trivalents (Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+}), X : anion intercalé, et x : taux de substitution du cation trivalent. Leur structure est schématisée à la figure(I.2) : [43]

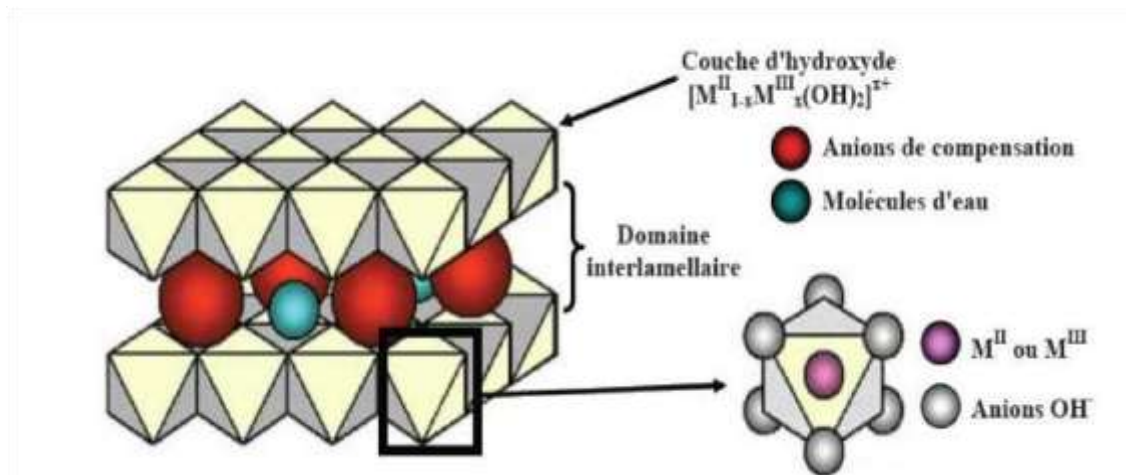


Figure I.4 : Représentation schématique de l'hydroxyde double lamellaire(LDH) [44].

Ces composés lamellaires sont caractérisés par une structure bidimensionnelle formée par un empilement de feuillets de type brucitique dans lesquels des cations métalliques divalents sont remplacés par des cations trivalents. Ce qui entraîne un excès de charge positive dans le feuillet. La charge positive ainsi générée est compensée par la présence des anions hydratés dans le domaine interlamellaire.

La cohésion des atomes dans les feuillets est assurée par des liaisons iono-covalentes relativement fortes, tandis que les interactions entre les plans sont assurées par des interactions de van der Waals ou liaisons d'hydrogène qui sont plus faibles. Ceci se donne à la matrice HDL des propriétés d'échangeurs anioniques très importants [45].

I.8.1.2. Hydroxyde double lamellaire à base des sels du lithium :

La structure est constituée de l'empilement de feuillets de type $(\text{Li}^{+3}, \text{Al}^{+3}) (\text{OH})_6$ formé d'octaèdre $(\text{Li}, \text{Al})(\text{OH})_6$ à arrêtes communes. Les petits cations (Lithium, le magnésium, les métaux de transition) se maintiennent à partir de vide qui n'a pas occupé par les ions d'aluminium. Afin d'assurer la neutralité électrique, des espèces anionique X^- sont alors intercalées dans l'espace interfeuillets, conjointement à des molécules d'eau. La cohésion de la structure résulte, d'une part d'intercalations électrostatiques entre les feuillets métalliques oxygénés et les anions, d'autre part d'un réseau de liaisons hydrogène s'établissant entre les molécules d'eau, les anions interlamellaires et groupements hydroxyles de feuillets (voir figure I.3) [46].

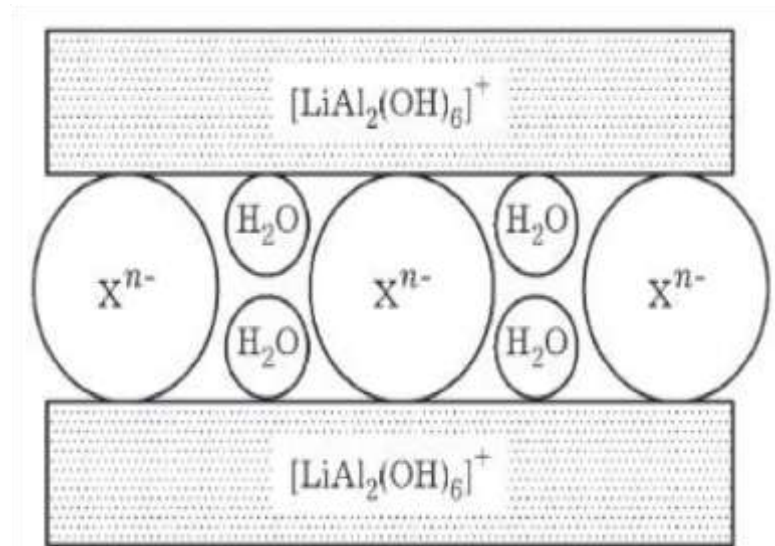


Figure I.5 : Schéma de structure de la gibbsite intercalée par le sel de lithium [47].

I.8.1.3. Préparation des HDL

De nombreuses méthodes d'obtention de la phase HDL ont été développées, Seules les trois voies de synthèse les plus utilisées sont détaillées ici, et schématiquement représentées sur la figure (I.4) [48].

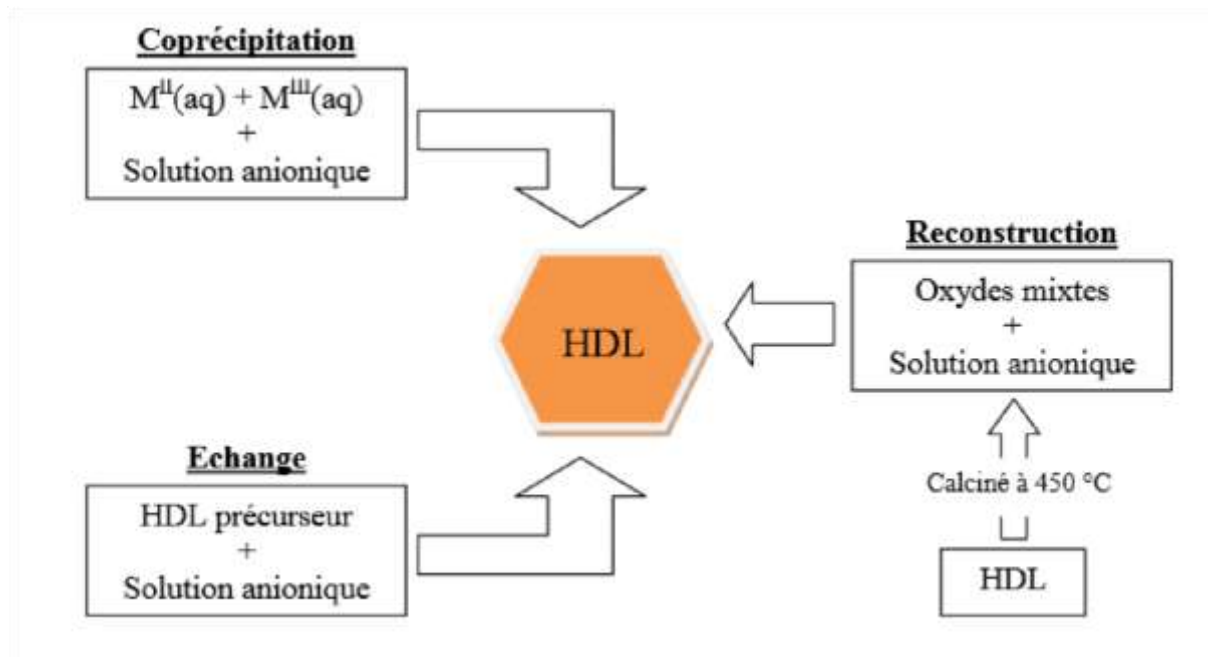


Figure I.6 : Schéma des méthodes de synthèse usuelles des HDL(s) [48].

I.8.1.3.1. Méthode de coprécipitation :

C'est la méthode la plus utilisée pour la préparation des hydroxydes doubles lamellaires, consiste à provoquer la précipitation simultanée des cations métalliques. Elle est basée essentiellement sur l'addition lente d'une solution des sels des métaux divalent ou trivalent en proportion adéquates dans un réacteur contenant de l'eau. La préparation se fait sous atmosphère exempte de CO_2 , à fin d'éviter la formation d'une phase ions carbonate intercalée. Le PH de coprécipitation est optimisé à chaque système dans le but d'obtenir le maximum de quantité et que le matériau soit cristallisé mieux que possible. Le solide formé est maintenue en suspension par agitation mécanique durant toute la réaction. Parfois des traitements complémentaires sont utilisés pour améliorer la cristallisation. Cette méthode est limitée et certains HDL(s) ne peuvent pas être obtenus à cause de la complication des métaux présents dans la solution [49].

I.8.1.3.2. Echange anionique :

Cette méthode utilisée est l'une des principales propriétés des HDL(s). Elle est utile lorsque la méthode de coprécipitation n'est pas applicable. Elle est basée sur les propriétés des anions interfeuillet, elles ont tendances à échanger avec des charges négatives et remplacés dans l'espace interfoliaire ceux dont le niveau de charge est inférieur. Les échanges s'effectuent facilement à partir des phases contenant des anions nitrate qu'à partir des phases contenant des anions de carbonates ou chlorures intercalées, car l'affinité des ions

NO_3^- est moindre que celles de Cl^- et CO_3^{2-} . Plus que l'affinité avec la matrice de HDL est faible plus de chance que l'échange s'effectue [50].

L'affinité avec la matrice HDL est la suivant : $\text{CO}_3^{2-} > \text{HPO}_4^{2-} > \text{SO}_4^{2-}$; $\text{OH}^- > \text{F}^- > \text{Cl}^- > \text{Br}^- > \text{NO}_3^- > \text{I}^-$.

I.8.1.3.3. Reconstruction:

La méthode de reconstruction se base sur une propriété très intéressante des HDL(s) dénommée « effet mémoire ». Cette propriété donne au matériau HDL le pouvoir de se régénérer après leur calcination et formation d'oxydes mixtes [51].

I.8.1.4. Applications de HDL

Les LDHs, tels quels ou après décomposition thermique, trouvent place dans beaucoup d'applications industrielles, et probablement d'autres encore dans le futur.

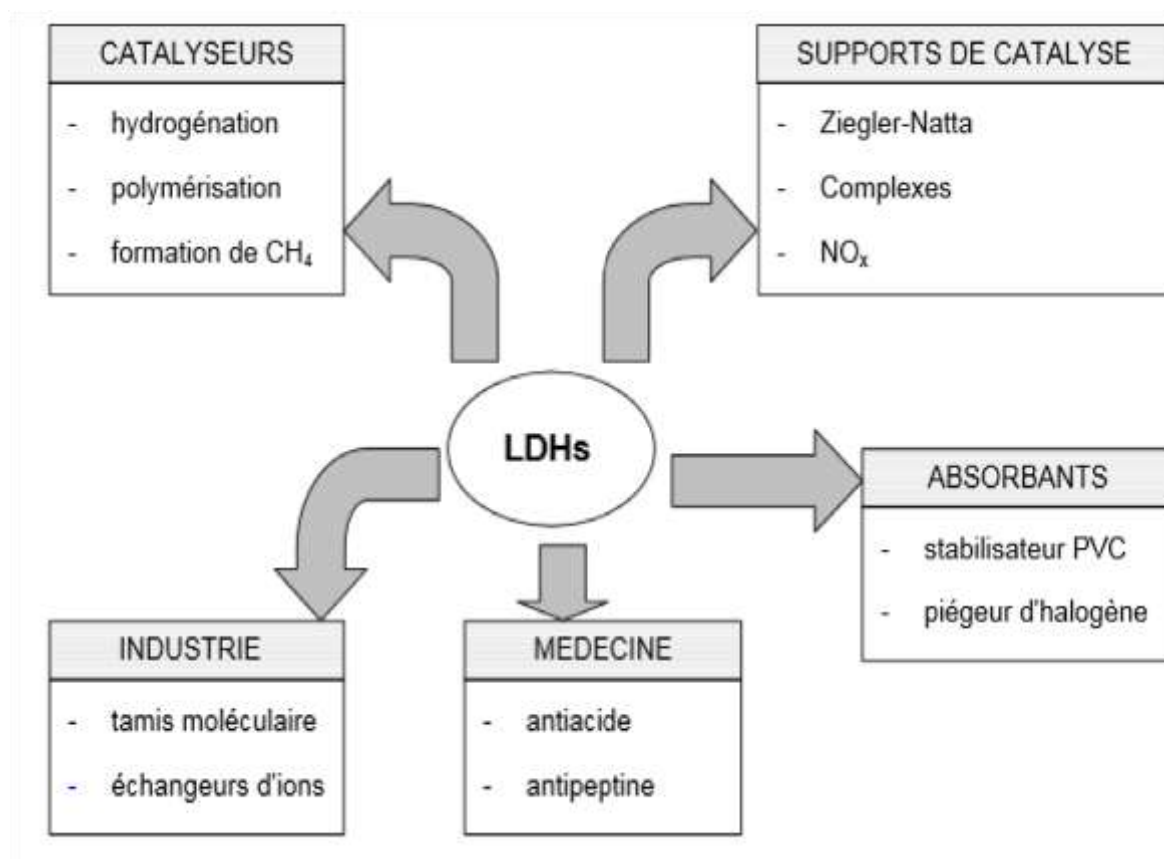


Figure I.7 : Divers domaines d'applications des LDHs [52].

Partie Expérimentale

Chapitre III :
Matériaux et techniques utilisée

III.1. L'objectif

Ce chapitre a pour objectif de présenter :

- préparation des échantillons.
- Elaboration et synthèse la charge hydroxyde double lamellaire (HDL) intercalé par sel de Lithium.
- Les techniques de mise en œuvre et de caractérisation physico-chimique et structurale des nanocomposites élaborés Les composants de base (les produits commerciaux) qui ont été initialement utilisés pour la.

III.2 Les matières premières utilisées

1. Polyéthylène basse densité :

La matrice polyéthylène basse densité (PEBD) utilisée dans cette étude est un produit commercialisé sous le nom Sabic, de l'Arabie Saoudite. Marque PEBD, B.M 3715-1, et sous forme de granulés. Le tableau (III.1) résume quelques propriétés de PEBD.

Tableau III.1:Principales propriétés du PEBD

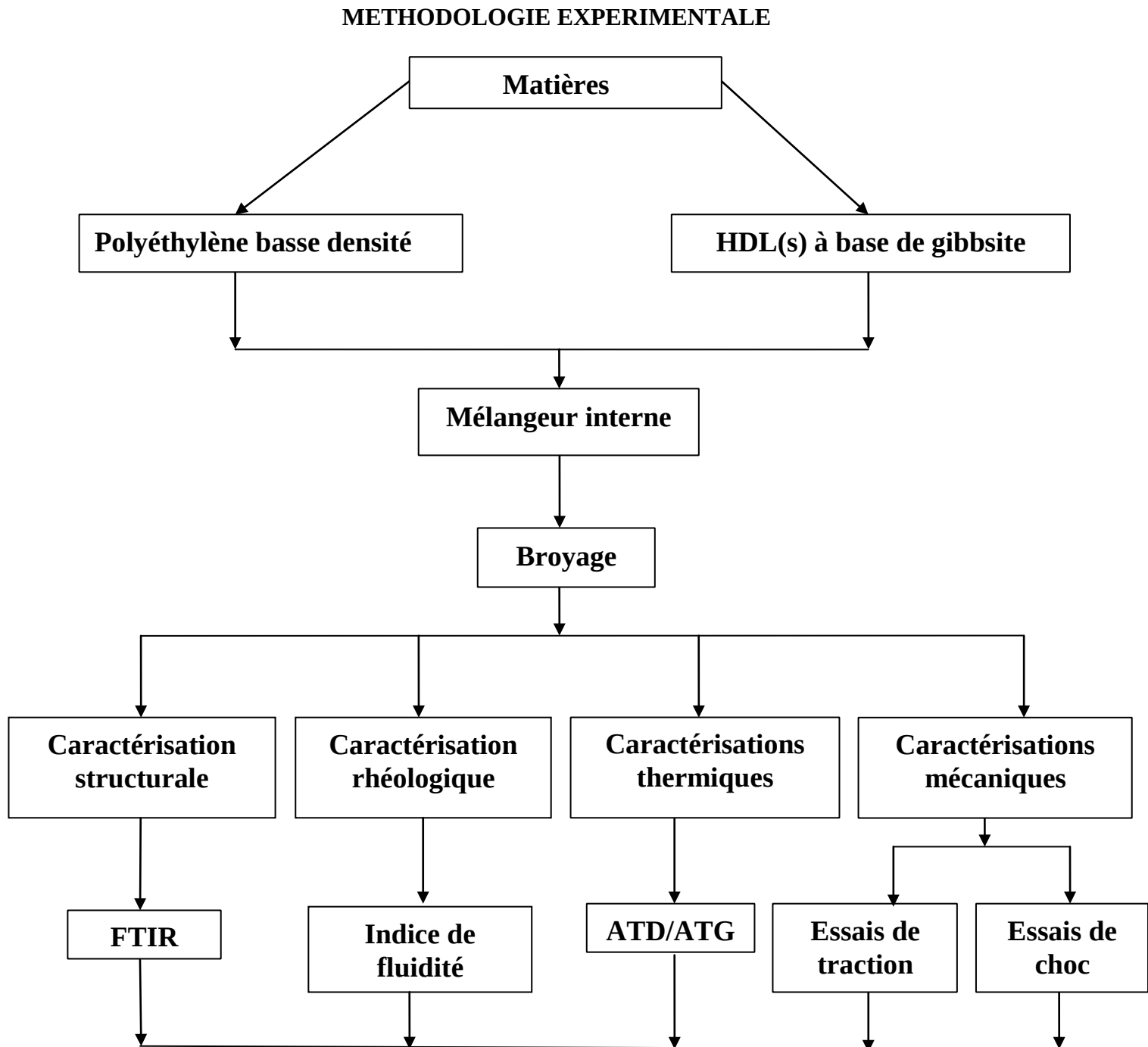
PROPRIETES	VALEUR
<i>Indice de fluidité (g/10 min)</i>	0.8
<i>Densité (g/cm³)</i>	0.923
<i>Point de ramollissement Vicat (°C)</i>	95
<i>Limite d'élasticité (MPa)</i>	12
<i>Impact IZOD (Kj/ m²)</i>	20
<i>Dureté Shore D</i>	66

2. La gibbsite : est une charge de céramique de formule $\text{Al}(\text{OH})_3$, sous forme de poudre blanche, de provenance industrielle, commercialisé par la société algérienne (Diprochim). Cette poudre contient 61.31% Al_2O_3 , 0.64% SiO_2 , 02.42% CaO , 00..30% MgO , 00.16% Fe_2O_3 et plus de 34% de l'eau de structure. La taille moyenne de cette poudre est égale

45 μm , sa densité volumique est de l'ordre de 3,106 g/cm³.

3. Sel de lithium : structure chimique LiX ($\text{X} = \text{Br}^-$)

4. Acide palmitique : structure chimique $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$, de masse moléculaire 256.43 g/mole.

III.3.Organigramme :**III.4. Mise en forme**

III.4.1 Préparation des formulations

Dans un premier lieu nous avons préparé la charge minéral, pour cela nous avons utilisé une poudre d'alumine commerciale trihydraté de couleur blanche. Sa formule chimique est $(\text{Al}(\text{OH})_3)$. La synthèse de ce type de charge, elle est basée sur le principe suivant :

L'intercalation a été réalisée en mettant une certaine quantité de la gibbsite dans un solvant contenant 200 ml d'eau désionisée avec un excès molaire de quatre fois de sel de lithium LiX ($\text{X} = \text{Br}^-$) à une température de 90 °C sous agitation pendant 48 heures (circulation d'eau sans cesse) sous une atmosphère azoté. En deuxième étape ; la filtration de la matière, qui l'on obtient après la précipitation. Puis lavé par l'eau désionisée (4 fois), et enfin séchée dans une étuve à 90 °C pendant 2 heures, pour donner aux échantillons la composition idéalisée.

Traitement de surface a été réalisé par l'addition d'un acide palmitique, ou la réaction d'échange se passe entre l'acide et l'échantillon pendant 24 heures, afin d'obtenir une phase de charge lamellaire (HDL) à base de gibbsite, après lavage avec l'eau désionisée et séchage.

La préparation des formulations se fait par l'incorporation de la charge lamellaire à différents pourcentages avec notre polymère dans un mélangeur interne (Brabender) de type HAAK Rheomix 600 P a une température 180 °C avec une vitesse de 30 tr/ min pendant 10 min, temps de malaxage.

III.4.2. Préparation des films :

- Les mélanges préalablement préparés ont été broyé puis transformés en films fins de 1mm d'épaisseur utilisés pour le test d'analyse structurale la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), nous avons utilisé une presse manuelle Polylab, sous les conditions de travail suivantes :

□Température des plateaux : 180°C;

□Temps de préchauffage : 3 min;

□Temps de dégazage : 1 min;

□Temps de compression : 2 min;

□Refroidissement à l'air libre.

- En éprouvettes pour les tests d'analyse mécaniques (essai de choc et de traction), nous avons utilisé la presse hydraulique du type Davenport sous les conditions de travail suivantes :

□Température des plateaux : 180°C;

□Pression 200 kg / cm²

□Temps de préchauffage : 5 min;

□Temps de dégazage : 1 min;

□Temps de compression : 5 min;

□Refroidissement à l'air libre.

III.5. Techniques de caractérisation expérimentale

III.5.1. Caractérisation structurale

III.5.1.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Les analyses infrarouges (IR) permettent de déterminer la nature des liaisons chimiques dans les matériaux. Cette analyse est basée sur l'excitation des liaisons moléculaires d'un échantillon par des radiations infrarouges (2.5 à 50 μm) de fréquences comprises entre 4000 et 200 cm^{-1} . Des absorptions spécifiques situées dans cette gamme de fréquence permettent d'obtenir des informations riches sur la structure des composés. Lorsque la fréquence du rayonnement est égale à celle des vibrations moléculaires rencontrées, toute ou une partie de l'énergie de la radiation émise sera transmise à la liaison. Les bandes de transmission sont alors caractéristiques des vibrations d'élongation (symétrique ou asymétrique) et des vibrations de déformation angulaire : rotation plane (rocking), cisaillement (scissoring), balancement (wagging) et torsion (twisting) [53].

III.5.1.1.1. Description du fonctionnement d'un spectromètre (IRTF):

Le principe consiste à transmettre un rayonnement IR (Figure III.1), qui se décompose en deux faisceaux équivalents, dont l'un focalisé sur une cellule de référence (faisceau de référence) et l'autre sur une cellule contenant l'échantillon (faisceau de mesure), ce dernier traverse alors le compartiment échantillon, la recombinaison avec faisceau de référence ce fut grâce à un miroir à secteur tournant. Ce faisceau recombinaison passe ensuite par la fente du monochromateur à réseau. Qui est le pouvoir de focaliser chaque longueur d'onde l'une après l'autre sur un détecteur afin de transformer les variations de température en variation d'intensité. Enfin, L'acquisition des interférogrammes et leurs transformations en spectres à l'aide d'un mini-ordinateur incorporé au spectromètre [54].

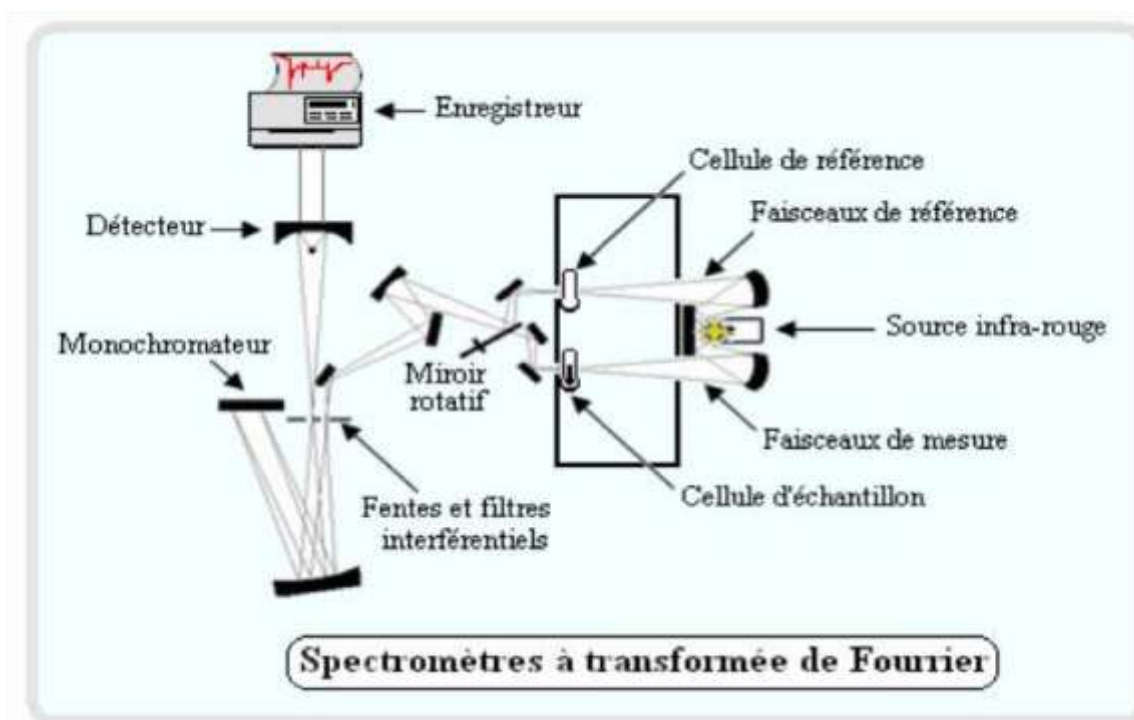


Figure III.1 : Schéma du principe du spectromètre Infrarouge [54].

L'analyse spectrale de films des formulations préparées a été réalisée au moyen d'un spectrophotomètre infrarouge à doubles faisceaux et à transformée de Fourier du type Perkin Elmer 1000. Nous avons analysé, sous forme de pastille dans le KBr, la gibbsite et le précurseur et sous forme de films minces le PEBD et les composites.

III.5.2. Caractérisations mécaniques

III.5.2.1. Détermination de la résistance au choc

Essai de choc est l'énergie nécessaire pour casser une éprouvette préalablement entaillée ou non par un seul choc. La résilience est définie par la lettre K (Joules/cm²), l'essai se réalise sur une machine appelée mouton-pendule rotatif. On mesure la résistance au choc du matériau [55].

A) Principe de l'essai de choc (Figure III.2). [55]

- Au départ, le pendule est placé à une hauteur
- Le pendule est libéré, ce qui grâce à son propre poids, provoquera un choc. L'éprouvette encaissera une partie du choc, mais elle sera brisée.
- Le pendule continuera dans son élan jusqu'à une certaine hauteur, ce qui permettra de mesurer l'énergie absorbée par l'éprouvette.
- L'énergie absorbée est calculée.

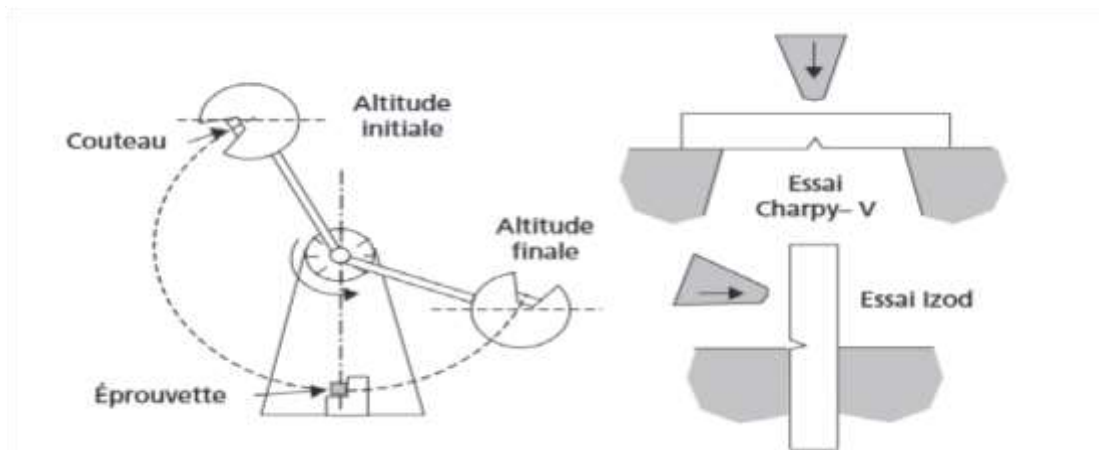


Figure III.2 : Schéma d'un Mouton-pendule de Charpy : essai Charpy-V et essai Izod. [56]

B) Calcul et expression des résultats. [57]

1. Résistance au choc

Eprouvette lisse (sans entaillée):

$$a_{iU} = E_c / b.h \dots\dots\dots \text{III.1}$$

Eprouvette entaillée :

$$b_{iN} = E_c / b_N.h \dots\dots\dots \text{III.2}$$

a_{iU} : résistance au choc d'éprouvettes lisses en kJ/m².

a_{iN} : résistance au choc d'éprouvettes entaillées en kJ/m².

E_c : énergie absorbée par le choc en joules.

b : largeur de l'éprouvette en mm.

b_{iN} : largeur sous entaille de l'éprouvette en mm.

h : épaisseur de l'éprouvette en mm.

2. Sensibilité relative à l'entaille.

Très utilisé pour les thermodurcissables, la sensibilité relative à l'entaille est exprimée par la formule suivante :

$$S = b_{iN} / a_{iU} \dots\dots\dots \text{III.3}$$

Dans cette étude, les essais ont été réalisés à l'aide d'un appareil de marque CEAST et de type (RESIL IMPACTOR) de dispositif Izod, qui consiste fondamentalement en un module lourd portant à son extrémité libre un marteau, un emplacement pour éprouvette, ainsi qu'un cadran indicateur de l'énergie absorbée au cours du choc. L'entaille que l'on introduit pour concentrer les contraintes et fragiliser l'éprouvette est de 0.5 mm. Le choc est donné au centre de l'éprouvette par un marteau de 7,5 Kg.

III.5.2.2. Test de traction :

L'essai de traction est un essai mécanique utilisé pour déterminer la capacité de matériau à se déformer, soumis à un effort variable. Ce type de test est nécessaire pour prédire le

comportement du matériau dans les conditions réelles d'utilisation. Ce test consiste à appliquer sur une éprouvette un effort F et à mesurer l'allongement correspondant Δl ou inversement imposé allongement Δl et de mesurer l'effort F . Il permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées, comme la contrainte σ et la déformation ϵ .

Δl et F : sont des grandeurs physiques liées à la structure de l'éprouvette
[58].

A). Principe de l'essai : [59]

Cet essai destructif consiste à imposer une déformation croissante à vitesse constante et à mesurer l'effort nécessaire pour imposer cette déformation. Cet essai appliqué à température ambiante

La figure (III.3) schématise le principe de fonctionnement de cet appareil.

Les essais de traction ont été effectués à une vitesse de 30 mm/min sur une machine de type JINGMI AP 007 au niveau du laboratoire de l'unité G.K .Plast.

Les propriétés en traction (module d'élasticité E , contrainte à la rupture σ_r , déformation à la rupture ϵ_r) sont évaluées à partir des courbes contrainte-déformation.

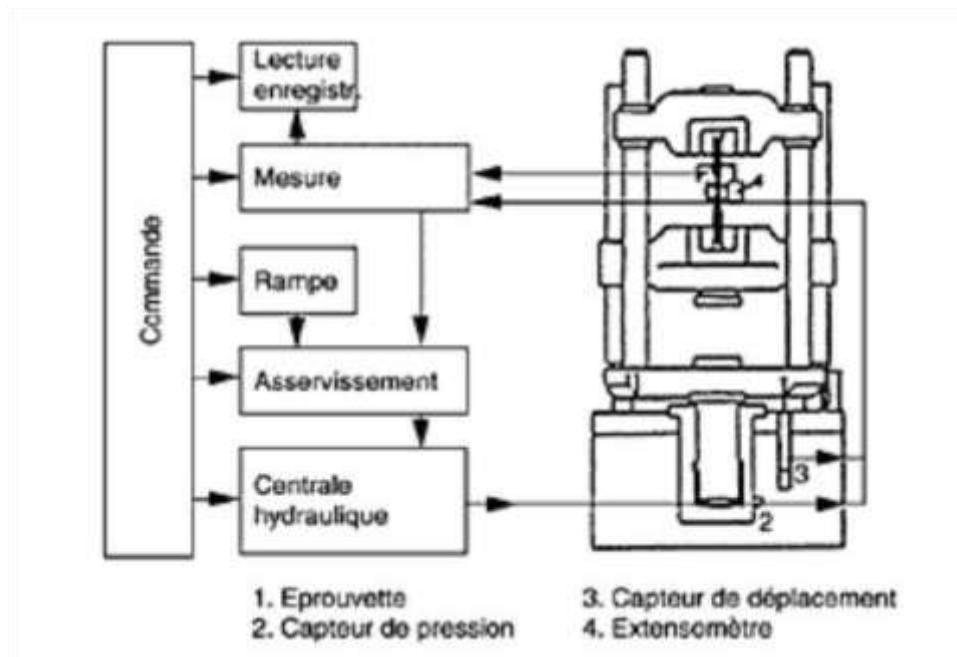


Figure III.3 : Schéma de principe de l'essai de traction

[59].

B). Module d'élasticité : le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit :

$$E = \sigma / \epsilon \text{ (N/m}^2\text{)} \dots\dots\dots\text{III.4}$$

E: module d'élasticité.

σ : contrainte (N/m²).

ϵ : Allongement (déformation).

C). Contrainte à la rupture: la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface, elle est donnée par l'expression suivante :

$$\sigma = F / S \text{ (N/m}^2\text{)} \dots\dots\dots \text{III.5}$$

F: charge de traction supportée par l'éprouvette (N).

S: section initial (m²)

D). Allongement à la rupture: ou la déformation est le changement de longueur par rapport à la longueur initiale, il est indiqué en pourcentage sous la forme suivante : $\epsilon = \Delta l / l_0 \dots\dots\dots \text{III.6}$

$\Delta l = l - l_0$: déformation à la rupture. l_0 :

longueur initial de l'éprouvette.

L: longueur final de l'éprouvette.

III.5.3. Caractérisation rhéologique**III.5. 3.1. Mesure de l'indice de fluidité (IF)**

Le Melt Flow Index (MFI), également connu sous les noms Melt Flow Rate (MFR) et Melt Index (MI), mesure la masse écoulee à travers une filière d'une matière thermoplastique à l'état « fondu » (état fluide ou déformable), dans des conditions définies de température et de pression. Cet indice de fluidité, également appelé grade, fournit des informations sur les possibilités de transformation de la matière. La quantité de la matière thermoplastique qui traverse une filière donnée sous l'action d'une masse constante, pendant un temps donné et à une température constante.

L'indice de fluidité à chaud (IF) est donné, en grammes durant le temps de référence, par la formule : [60, 61]

$$\text{IF (T, M)} = (\text{S} \times \text{m}) / \text{t} \dots\dots\dots \text{III.7}$$

- T : température d'essai (°C)
- M : charge nominale (kg)
- S : temps de référence (s)
- m : masse moyenne des extrudats obtenus (g).
- t : intervalle de temps (s) entre les deux coupes d'un extrudat.

A) Appareillage :

L'appareillage se compose principalement d'un viscosimètre à filière thermorégulé. La matière thermoplastique contenue dans un réservoir cylindrique régulé thermiquement est extrudée à travers une filière sous la pression exercée par un piston chargé (Figure III.4) [62].

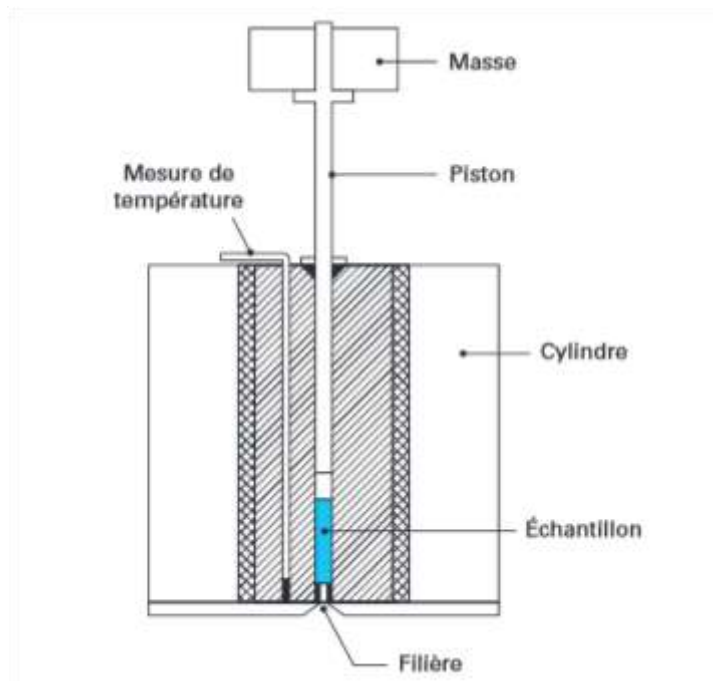


Figure III.4 : Grandeur [62].

B) Mode opératoire [62]

- Positionner la filière à l'intérieur de l'appareil
- Attendre que l'appareil ait atteint la température de consigne
- Peser 3 à 8g de granulés (étuvage éventuel)
- Introduire les quelques grammes de matière dans le cylindre chauffé
- Laisser la matière dans le cylindre pendant 4 minutes.
- Comprimer la matière à l'aide du piston (chargé ou non, selon le matériau).
- Poser la masse normalisée
- Relâcher le piston.
- Couper les extrudas.
- Peser les extrudas.

Le test a été effectué en utilisant l'appareil MELT INDEXER modèle 5. Environ 5 g de l'échantillon caractérisé sont introduits dans le réservoir possédant un diamètre de quelques millimètres. Les conditions de travail utilisées étaient 180 °C, 2.16 kg, en utilisant une filière de 2.09 mm de diamètre et 8 mm de longueur.

Pour calculer l'indice de fluidité (IF), l'équation III.7 a été utilisée.

III.5.4 Caractérisation thermique

III.5.4.1 Analyse thermogravimétrique (ATG).

L'analyse thermogravimétrique permet de déterminer les pertes de masse que subit la matière au cours de son chauffage [63].

Le principe de (ATG) consiste à traiter une quantité convenable de substance à analyser, pour en isoler à état pur. L'élément ou le groupe d'élément à dose sous forme d'un composé défini qu'est pesé.

Ce composé est obtenu à partir d'une prise d'essai exactement pesée de substance à analyser, la masse du produit formé est calculée en fonction de la connaissance de la réaction chimique utilisée.

Un dosage gravimétrie comprend en général les quatre phases suivantes :

- la mesure de la prise d'essai.
- le traitement de la substance à analyser par voie physique ou chimique afin d'un isoler l'élément ou le groupe d'éléments à doser, en totalité sous forme d'un composé défini stable.
- la pesée du composé ainsi obtenu.
- Les calculs.

Type d'appareil utilisé: ANALYSEUR. SETARAM85, sous air, vitesse de chauffe 5°C/min.

III.5.4.2 Analyse thermique différentielle (ATD)

L'analyse thermique différentielle est basée sur l'étude de la chaleur dégagée ou absorbée par la matière qu'elle subit des transformations physico-chimiques.

Un couple thermoélectrique est placé à l'intérieur de la vitesse d'échauffement de l'échantillon par rapport à celle du four. Ces variations permettent de déceler l'effet exothermique ou endothermique. Le principe de l'analyse se produit sous forme d'analyse thermique différentielle en mesurant la différence de température entre l'échantillon et le four. À partir des phénomènes thermiques au sein de la matière à analyser, se traduisent des différences de températures qui se traduisent par deux types de pics [64].

- un pic endothermique est défini par l'absorption de l'échantillon d'une quantité de chaleur à une température connue.
- un pic exothermique est défini par dégagement d'une énergie lors des réactions chimiques à une température donnée.

Type d'appareil utilisé :

Analyseur. SETARM 85, sous air, vitesse de chauffe 5°C/min.

Chapitre IV :
Résultats et discussions

IV. Résultats et discussions

Au terme de la partie précédente relative aux techniques et caractérisations des différentes composites PEBD-charge minérale, il nous paraît important de rappeler et de mettre en relief l'essentiel des résultats obtenus dans ce chapitre, et qui sont présentées et discutées tout en évoluant les caractéristiques mécaniques et morphologiques en fonction le taux de la charge additionnée.

IV.1. Analyse par la spectroscopie infrarouge (FTIR) :

IV.1.1. Charge lamellaire à base de gibbsite

IV.1.1.1. Précurseur à base de LiBr:

L'étude bibliographique réalisée sur des articles très récents ne nous a pas permis de trouver une interprétation cohérente et fiable sur les bandes et les pics d'absorption pour notre matériau, soit pour gibbsite vierge ou modifié par le LiBr. Toutefois, nous allons dans ce point essayer d'identifier le maximum de bande à partir de quelques références existantes:

Le spectre de FTIR de précurseur représenté dans la figure (IV-1).

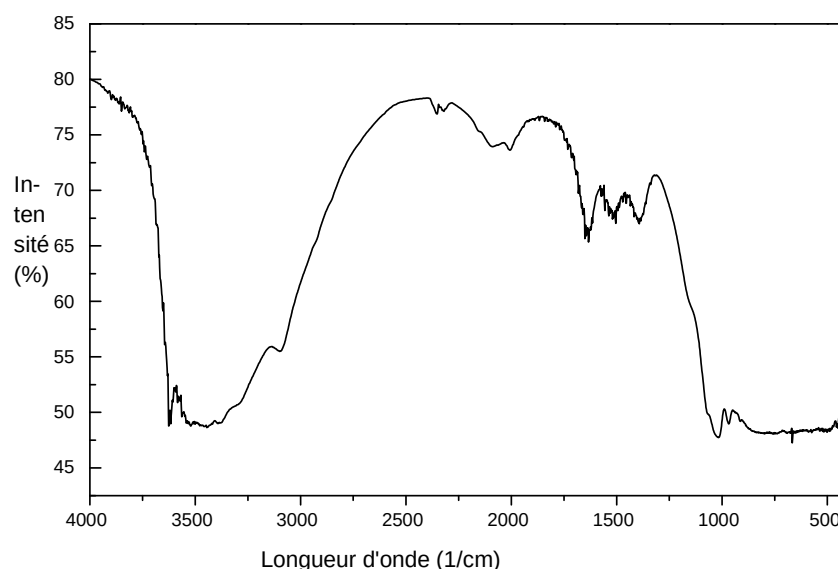


Figure IV.1 : Spectre infrarouge du précurseur $(\text{Li}(\text{OH})_3+\text{LiBr})$.

Dans ce spectre, on cite l'ensemble de bandes suivantes :

- L'apparition d'une bande absorption située à 3623 cm^{-1} correspond les liaisons O-H libres.
- L'apparition d'une bande absorption située entre 3550 cm^{-1} et 3300 cm^{-1} correspond à l'élongation des liaisons OH.
- L'apparition d'une bande absorption située à 1636 cm^{-1} correspond à la vibration de déformation des molécules de l'eau (H-O-H).

IV.1.1.2. Charge double hydroxyde lamellaire :

Plus que les bandes, qui ont été trouvé dans le spectre du précurseur. On observe pour la charge lamellaire (réaction d'échange entre le précurseur et l'acide palmitique) de nouvelles bandes qui apparaissent (Figure IV.2):

- Une bande située à 2920 cm^{-1} correspond à la liaison C-H élongation asymétrique
- Une bande située à 2850 cm^{-1} correspond à la liaison C-H élongation symétrique
- Une bande située à 1710 cm^{-1} correspond à la liaison C=O
- Une bande située à 1470 cm^{-1} représentant la vibration de déformation (C-H) pour le groupement (CH_2) du l'acide palmitique
- Une bande située à 1020 cm^{-1} représentant la vibration de déformation (O-H)

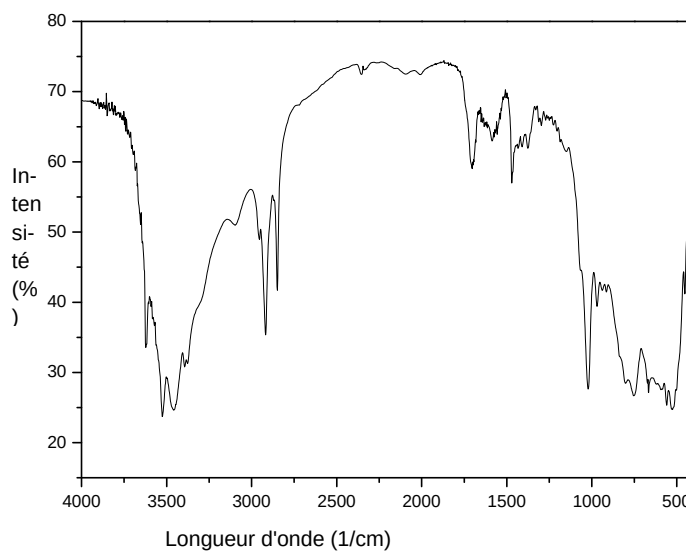


Figure IV.2 : Spectre infrarouge de la charge lamellaire (précurseur + acide palmitique).

Le spectre suivant résume les différents spectres de FTIR obtenus au niveau de chaque phase de la synthèse d'un double hydroxyde lamellaire à base de gibbsite.

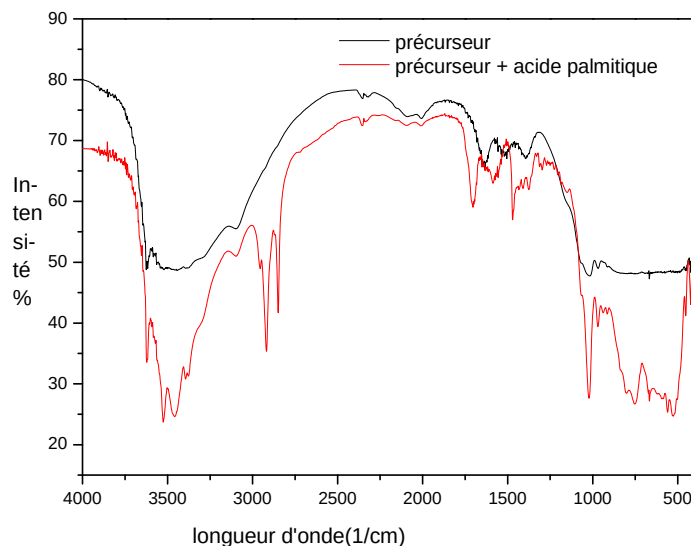


Figure IV.3 : Spectres infrarouges du précurseur et précurseur + acide palmitique.

D'après ce spectre FTIR, qui résume les différentes étapes de la synthèse d'un HDL. L'apparition des groupements fonctionnels par rapport à la gibbsite vierge, confirme le mécanisme réactionnel entre la gibbsite les différents additifs. Cela est bien estimé par des molécules tensioactives (acide palmitique) dans le matériau inorganique. Ceci montre en effet, l'apparition de nouvelles bandes d'absorption dans le matériau, qui sont attribuées à ces molécules tensioactives anioniques utilisées.

IV.1.2. Polyéthylène basse densité vierge :

A partir de spectre FTIR de PEBD, on observe les bandes caractéristiques suivantes :

- Dans la zone $2800 - 3000 \text{ cm}^{-1}$, la présence du large pic qui caractérise la vibration d'élongation (C-H) du polyéthylène.
- Le pic qui se trouve vers 1470 cm^{-1} représentant la vibration de déformation (C-H) pour le groupement (CH_2) du polyéthylène
- La zone $700-750 \text{ cm}^{-1}$ représentant la vibration de rotation (CH_2) du polyéthylène.

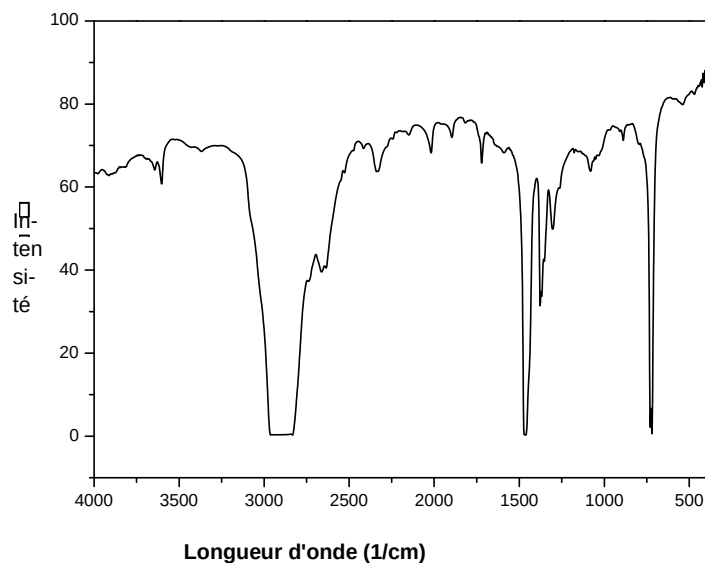


Figure IV.4 : Spectre infrarouge du PEBD vierge

IV.1.3. Composites polyéthylène basse densité avec la charge lamellaire (HDL) :

Les différentes bandes adsorption pour les différents hybrides étudiés sont représentées dans le spectre suivant :

- L'apparition des nouvelles bandes caractéristiques du groupement OH :

Élongation intense et très large dans la zone $3600 - 3500 \text{ cm}^{-1}$, correspondant à l'eau interlamellaire et à des OH participant à une liaison hydrogène entre eux ou plus probablement avec les groupements polymères intercalés. Cette dernière interprétation se base sur l'absence de la bande à 3660 cm^{-1} qui associée aux groupements OH libres.

- L'apparition des nouvelles bandes caractéristiques des groupements $\text{C}=\text{O}$ d'élongation forte dans la zone 1710 cm^{-1} confirme que c'est un acide.
- De nombreuses bandes d'absorption qui caractérisent l'alumine apparaissent dans la région de 500 cm^{-1} , celle-ci attribuée les liaisons Al-O qui sont difficilement identifiables.

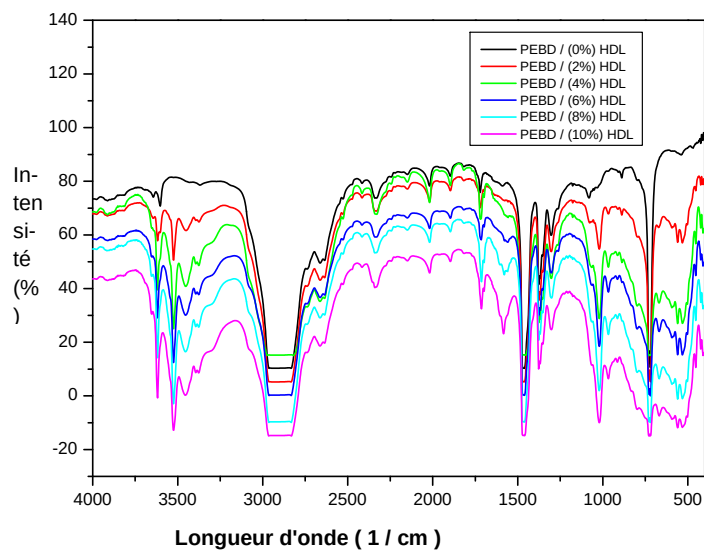


Figure IV.5 : Spectres infrarouges superpose de PEBD et de PEBD avec la charge lamellaire HDL.

IV.2. Analyse thermogravimétrique (ATG/ATD)

IV.2.1. Gibbsite brute et charge inorganique.

La figure (IV.6) présente le thermogramme d'analyse thermogravimétrique (ATG/ATD) de la poudre de gibbsite brute a différentes températures de calcination qui varie entre 100°C-800°C. D'après cette analyse on observe les phénomènes suivants:

1. le premier phénomène, se manifestant vers 200°-300°C, il montre un grand dégagement d'eau, qui est du à la déshydratation de l'alumine trihydratée qui se transforme en monohydrate, pour une évaluation en masse de l'ordre de 20%.
2. le deuxième phénomène, qui varie entre 300°C-500°C, avec une perte de masse de l'ordre de 5%, cette perte est causée par la déshydratation totale des alumines monohydrates.
3. On observe clairement d'après le thermogramme de la dérivée (% en masse/Température), que ce matériau perd la partie majeure de l'eau structurale au-dessus de 282.7°C, (déshydratation thermique) cela se traduise par un pic endothermique.

4. En outre, quand la température de calcination est plus élevée, on observe des changements graduels dans la courbe, qui signifie que la structure de la gibbsite change sans interruption.

Cette décomposition conduit à la formation de plusieurs phases d'alumine de transition qui sont des alumines de structure cristallographique intermédiaire entre l'hydrate et l'alumine α .

Les différents résultats d'analyse thermogravimétriques (ATG) des différentes PEBD chargés sont représentés dans les courbes précédentes.

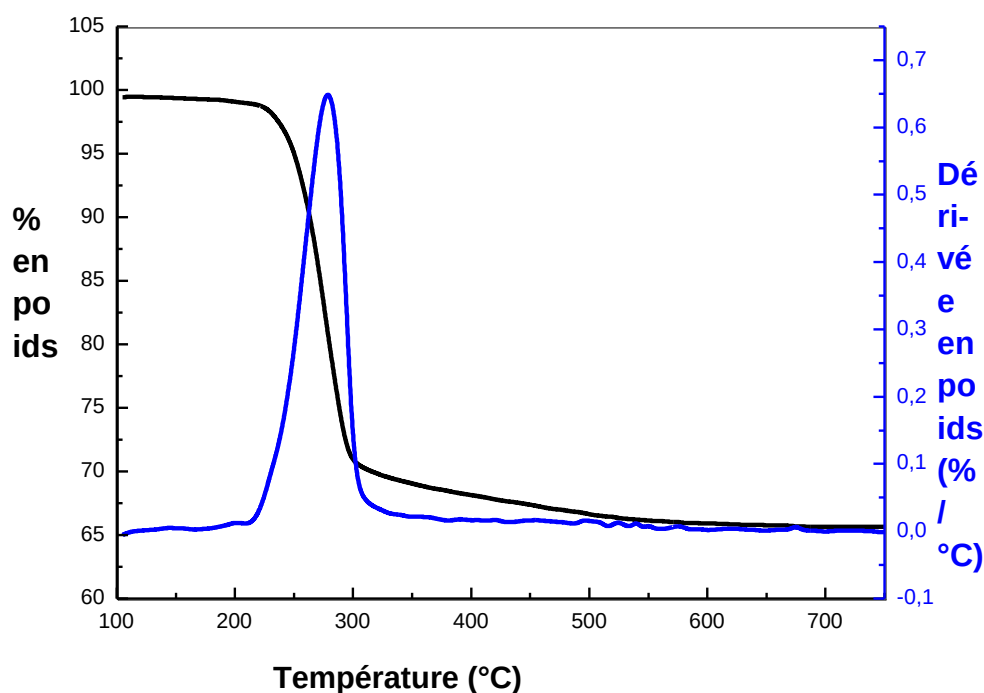


Figure IV.6 : L'analyse thermogravimétrique de la gibbsite brute.

La figure (IV.7) présente le thermogramme de l'analyse thermogravimétrique pour la charge double hydroxyde lamellaire : Deux pics endothermiques qui se suivent aux alentours de 150°C et 300°C qui sont liés au dégagement simultanés de l'eau située dans le domaine interlamellaire, ainsi la grande perte se traduit par le dégagement de l'eau de la structure et comme ça peut être attribuable aux départs de l'anion de compensation. Par contre le taux de perte en masse presque identique à celui de la gibbsite brute.

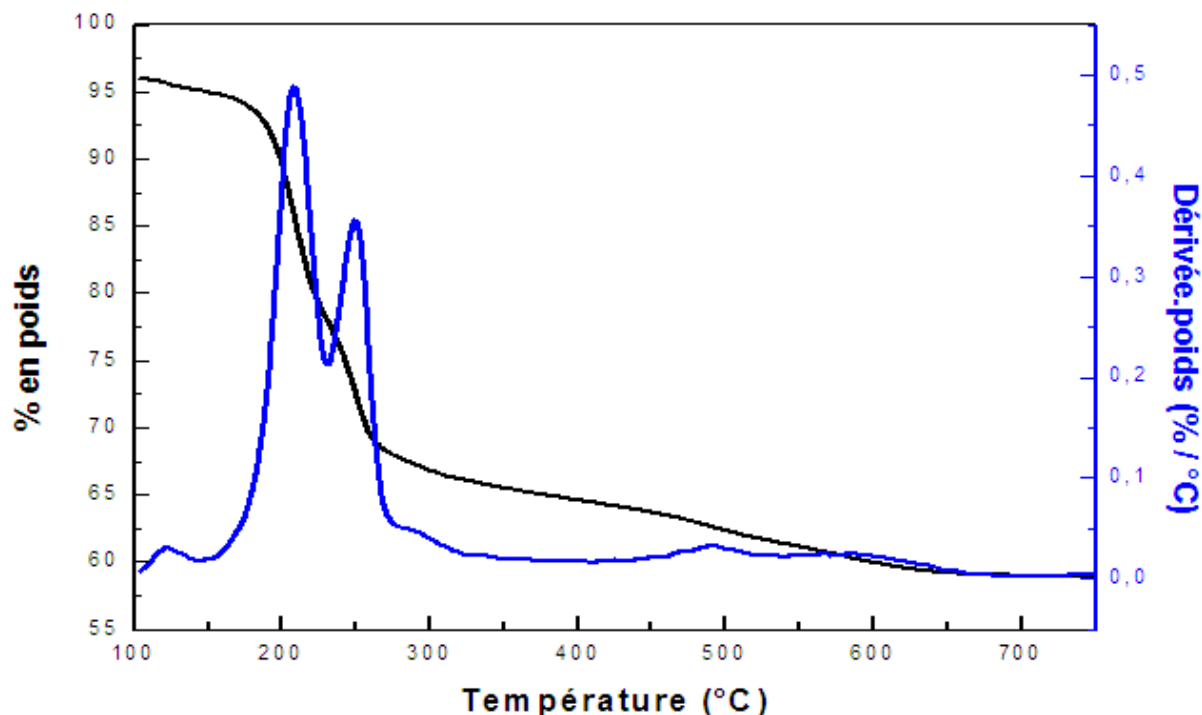


Figure IV.7 : L'analyse thermogravimétrique de la charge (HDL).

IV.2.2. Composites PEBD/ HD

Les Figures (IV.8 et IV.9) représentent les courbes (ATD/ATG) des différents échantillons étudiés.

Les courbes ATD de toutes les matrices chargées montrent globalement des allures similaires. Ils indiquent clairement leurs très grandes stabilités thermiques même à des températures très élevées ont les comparants avec la matrice vierge.

Pour le PEBD vierge, un pic endothermique localisé vers 420 °C, plus intense et bien visible, par contre, le deuxième pic plus faible aux alentours de 480 °C. En effet, les thermogrammes des composites utilisées présentent en général le même effet de nature endothermique aux environs de 450 °C.

Ces pics se traduisent toujours par la perte de l'eau d'hydratation hygroscopique (dés-hydratation) et montre encore une fois le caractère hydrophile de ces matériaux en parfait accord avec les résultats de la spectroscopie IRTF.

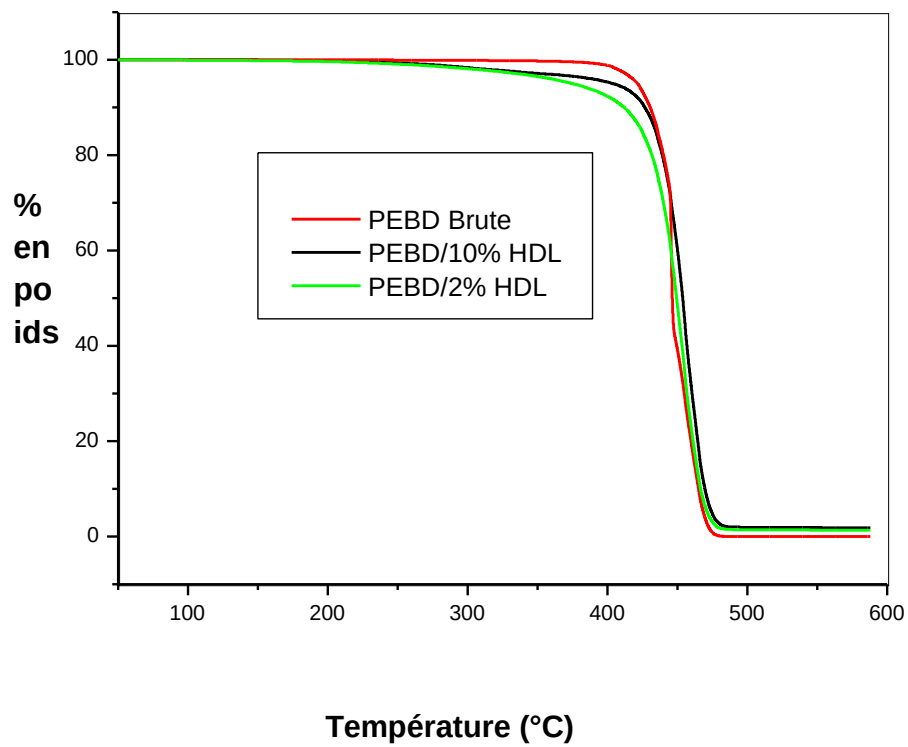


Figure IV.8 : Analyse thermogravimétrique (ATG) des composites PEBD/ (HDL).

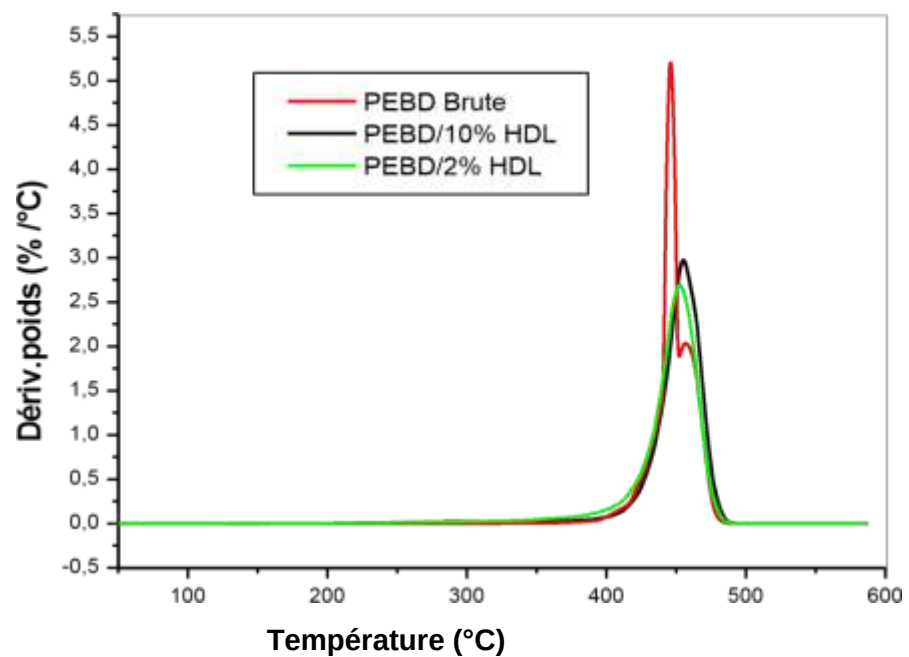


Figure I9 : Courbe d'analyse thermogravimétrique (ATD) des composites PEBD/ (HDL).

Le profil des courbes thermogravimétriques ATG est identique à ceux obtenus sur le PEBD vierge. Il montre des pertes de masse localisées entre 400 °C- 500 °C. Ces pertes de masse observées, plus importantes dans les échantillons les moins chargés et qui correspondent, en général, à la destruction des molécules et au départ du dioxyde de carbone CO₂.

En général, la dégradation débute aux environs 380°C, devient importante vers 450°C et le PEBD est entièrement dégradé 480°C.

IV.3. Propriété rhéologique :

IV.3.1. Indice de fluidité (IF)

Pour étudier l'influence de particules de la gibbsite sur la transformabilité des matériaux composites, l'indice de fluidité a été mesuré. Les résultats sont présentés dans le Tableau (IV.1)

pour les différents échantillons préparés, ils ont été calculés selon l'équation (III.7) du chapitre précédent. Dans notre mesure la température d'essai est de 180°C et la charge nominale M=2.16 kg.

Ces valeurs sont schématisées dans la figure (IV.10), qui représente la variation de l'indice de fluidité des différents composites (PEBD/HDL) en fonction de la teneur de la charge lamellaire

(HDL). Comme prévu, l'addition des particules de la gibbsite dans un polymère résulte en une augmentation de leur indice de fluidité.

L'ajout de la charge lamellaire HDL diminue la viscosité du mélange, ce qui entraîne un flux de matière important et donc un indice de fluidité plus important. Cette diminution de la viscosité ainsi que la masse molaire moyenne du polymère, est due aux présences des molécules d'eau dans l'espace interfoliaire qui peuvent jouer le rôle d'un plastifiant. Ces résultats confirment les différents résultats trouvés par le test de choc et de traction.

Tableau (IV.1) : Les valeurs de l'indice de fluidité de différentes compositions PEBD/HDL.

Taux de charge HDL (%)	t (s)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	m ₄ (g)	m _{moy} (g)	IF (g/10min)
0	239	0.28	0.28	0.31	0.28	0.287	0.72
2	206	0.25	0.27	0.26	0.23	0.252	0.734
4	187	0.24	0.27	0.24	0.23	0.241	0.773
6	178	0.25	0.25	0.24	0.26	0.250	0.842
8	150	0.23	0.24	0.25	0.25	0.242	0.968
10	142	0.23	0.24	0.23	0.24	0.235	0.993

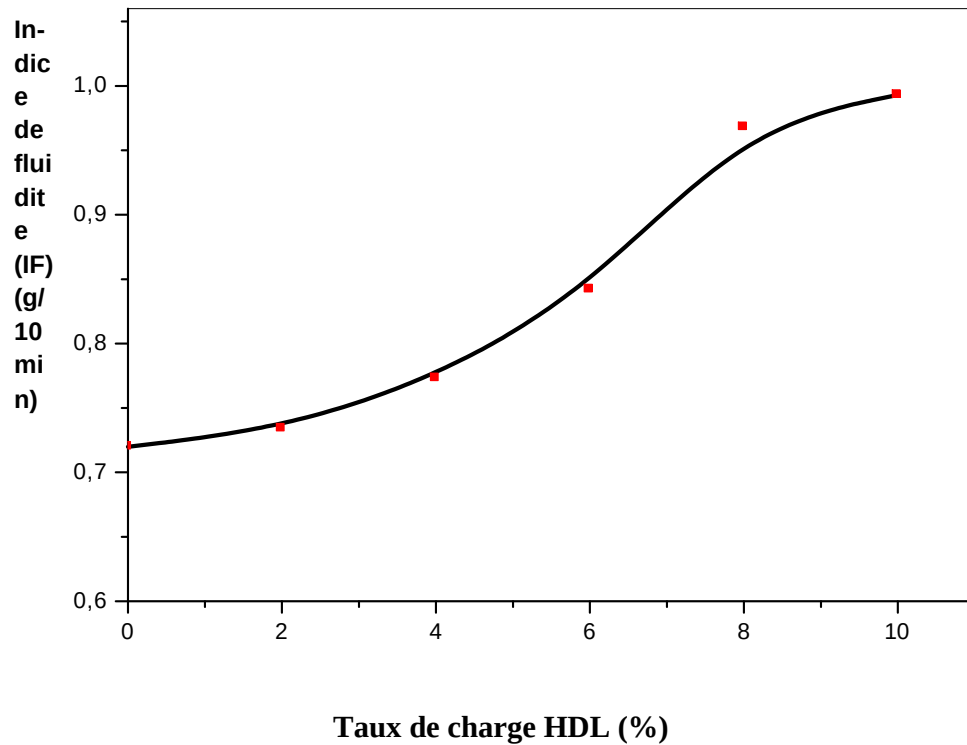


Figure IV.10 : Représente la variation de l'indice de fluidité en fonction de taux de la charge HDL incorporée dans la matrice PEBD.

IV.4. Propriétés mécaniques.

IV.4.1. Résilience au choc des composites.

Les valeurs de la résistance au choc des échantillons PEBD/ HDL à différents taux de charge sont regroupées sur le tableau (IV.2) et illustrées dans la figure (IV.11) qui représente la variation de la résistance au choc (Izod) des différents échantillons PEBD/charge HDL entaillés en fonction du taux de la charge minéral qui varie de 2% à 10%.

Tableau(IV.2) : Les différentes valeurs des résiliences obtenues pour les différents hybrides PEBD / HDL.

Taux de HDL(%)	Résilience au choc a_K (KJ /m ²) Composite (PEBD / HDL)
0	74.43
2	67.58
4	50.31
6	45.26
8	41.55
10	28.76

On observe une diminution de la résistance au choc pour les composites élaborés par rapport à la valeur de la résistance au choc de la matrice polyéthylène vierge. Cette diminution est due au manque d'interaction charge/matrice, ce qui favorise beaucoup plus l'interaction particule/particule et entraîne une augmentation dans la taille des particules. Dans ce cas, une force externe plus faible peut causer le décollement matrice/charge conduisant à une diminution des propriétés et la fragilisation du composite.

Ceci est bien remarquable pour les composites avec un taux de charge plus élevé, qui ont des valeurs de la résistance au choc plus faible. Donc La charge de HDL qui a une rigidité supérieure à celle du polyéthylène augmente considérablement la rigidité du matériau composite, ce qui provoque également une diminution de la résistance au choc. En outre cette diminution entraîne la formation d'agrégats, menant ainsi à une faible résistance du matériau au choc.

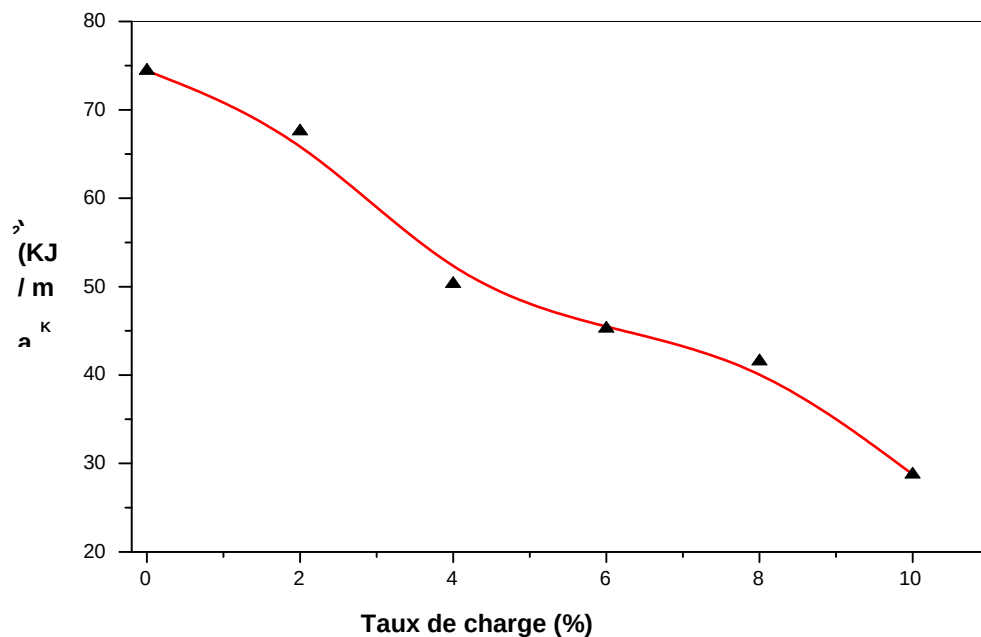


Figure IV.11 : La variation de la résilience au choc Izod des composites (PEBD/HDL) en fonction de taux de la charge minéral HDL.

IV.4.2. Test de traction des composites

Les résultats obtenus à partir du test de traction nous a permis de mieux évaluer le type des interactions créées entre la matrice polymérique et la charge minérale et qui se traduit généralement par une variation de la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module d'élasticité.

IV.4.2.1. Contrainte à la rupture

Les valeurs de la contrainte à la rupture de mélanges PEBD/charge inorganique lamellaire (HDL) sont présentées sur le tableau (IV.3).

Tableau (IV.3) : Les valeurs de la contrainte à la rupture des différentes hybrides PEBD / charge (HDL).

Taux de HDL (%)	Contrainte à la rupture σ_r (MPa)
0	8.884
2	8.694
4	8.512
6	7.993
8	7.846
10	6.832

La figure (IV.12) représente la variation de contrainte à la rupture des différents composites.

La courbe montre clairement que par suite de l'incorporation de HDL, une nette diminution de la contrainte à la rupture des composites qui peut être de à l'amélioration résultante de l'incorporation de la charge dans la matrice polymérique, Ceci confirme un comportement rigide de notre matériau, souvent les nanoparticules augmentent la rigidité et la dureté des matériaux car l'interface établit est plus grande par rapport à l'interface dans le cas des charges classique du à la diminution de la distance inter-particulaire;

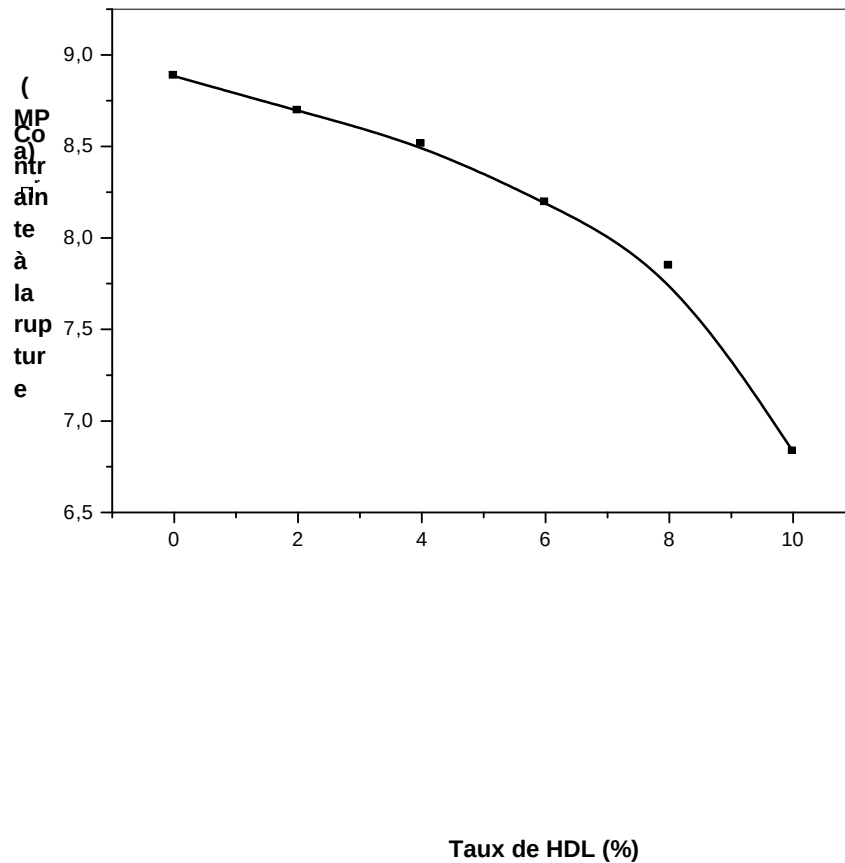


Figure IV.12 : Représente la variation de contrainte à la rupture des composites en fonction de taux du HDL.

IV.4.2.2. Déformation à la rupture

Tableau (IV.4), représente les différentes valeurs de la déformation à la rupture de PEBD chargé avec différentes teneurs de la charge inorganique lamellaire (HDL).

Tableau (IV.4) : Les valeurs de la déformation à la rupture des différentes composites PEBD / charge (HDL).

Taux de HDL (%)	Déformation à la rupture ϵ_r (%)
0	114,036
2	103,357
4	72,65
6	56,32
8	39,127
10	28,321

D'après la figure (IV.13), donnant la variation de la déformation à la rupture avec l'incorporation du HDL. La courbe montre que plus l'incorporation de HDL la déformation à la rupture des composites est diminuant. Ceci est expliqué par l'augmentation de la rigidité des composites avec l'incorporation de HDL.

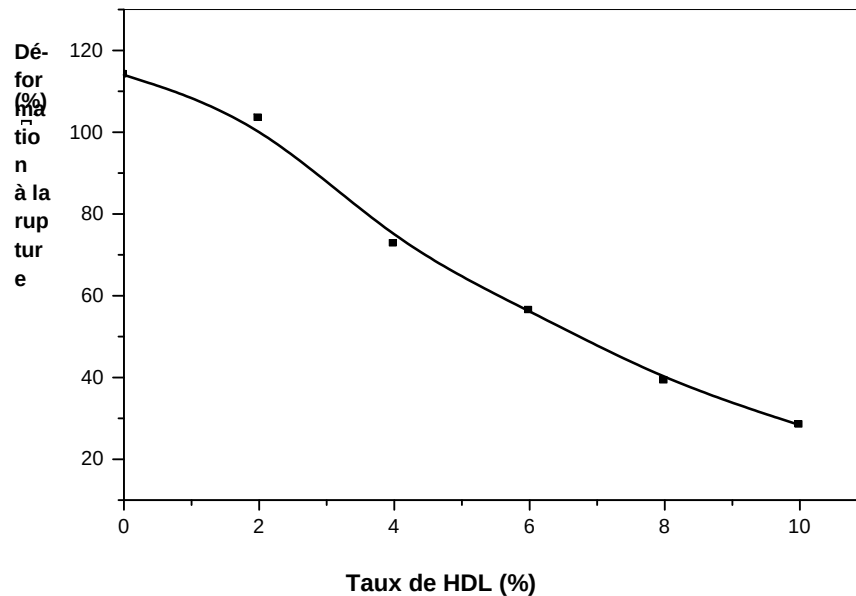


Figure IV.13 : La variation de déformation à la rupture des différents composites en fonction de taux de la charge minérale.

IV.4.2.3. Module d'élasticité

Ces matériaux composants sont le siège de plusieurs mécanismes de déformations à différentes échelles d'observation tel que le module d'élasticité. Le tableau (IV.5) résume les valeurs de ce module pour différentes compositions PEBD/HDL.

La courbe suivante (Figure IV.14), représente la variation de module d'élasticité des composites PEBD chargé à différents taux de HDL. On observe une remarquable augmentation de module d'élasticité avec l'augmentation le taux de HDL. La rigidité est responsable de cette augmentation.

Tableau (IV.5) : Les valeurs de module d'élasticité des différentes composites PEBD / charge (HDL).

Taux de HDL (%)	Module d'élasticité E (MPa)
0	631,599
2	857,835
4	819,352
6	1103,96
8	1288,324
10	1171,666

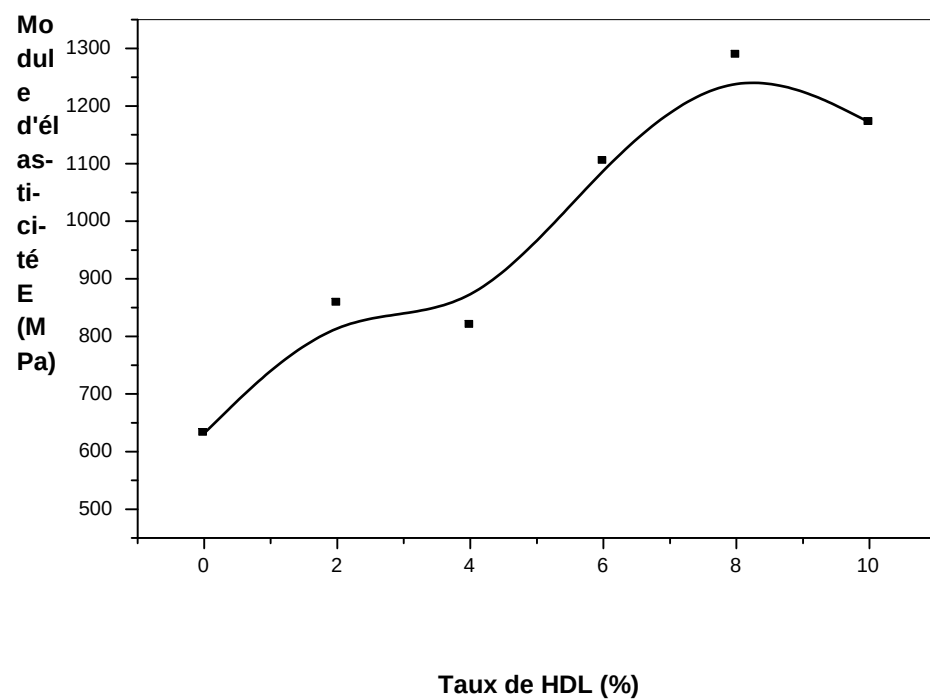


Figure IV.14 : La variation de Module E des composites PEBD/HDL.

Conclusion générale

Conclusion Générale

L'objectif de notre travail était d'élaborer un matériau composite de PEBD avec une charge inorganique lamellaire (HDL) à base de gibbsite et d'évaluer d'une part l'effet du taux de HDL sur le comportement structural, thermique, mécanique, et rhéologique du matériau composite.

D'après la structure similaire aux composés hydrotalcite « structures doubles couches » ou hydroxydes doubles lamellaires (HDLs), la gibbsite peut être synthétisée par fixation des différents sels de lithium, afin d'obtenir une structure lamellaire, qui peuvent jouer le rôle d'une charge mise en présence des résultats obtenus par différentes méthodes de caractérisations utilisées permet d'obtenir une vision plus complète des propriétés de ces matériaux et de comprendre l'origine de leurs activités.

D'après cette étude, on peut conclure les points suivants :

- Les résultats obtenus en infrarouge ont montré, la présence de la charge HDL dans la matrice se confirme par l'apparition des bandes caractéristiques, ainsi l'augmentation de l'adsorption avec l'augmentation de la charge additionnée.
- L'analyse rhéologique par mesure l'indice de fluidité des différentes compositions des composites a montré que l'incorporation de charge a entraîné une augmentation de l'indice de fluidité des composites PEBD/HDL, par conséquent la diminution la viscosité et la masse moléculaire moyenne.
- Les effets induits par suite de l'incorporation d'un double hydroxyde lamellaire(HDLs), sur les propriétés thermiques, une nette amélioration de ces propriétés pour des pourcentages plus élevés.
- L'étude des propriétés mécaniques des composites en fonction du taux de la charge inorganique permis dégager les constatations suivantes :
- ❖ Les résultats de l'essai de choc ont montré que la résilience a diminué avec l'augmentation du taux de charge HDL due ou formation des agrégats de particules dans la matrice.

- ❖ D'autre part les résultats du test de traction, ont montré une diminution de la contrainte à la rupture et de la déformation à la rupture des composites en fonction du taux de charge.

Mais il y a une certaine amélioration de module d'élasticité.

D'une façon générale, en voie que les comportements mécaniques et les analyses microstructurales au cours des différents stades d'analyse permettent d'établir la corrélation entre les propriétés mécaniques et les micromécanismes de déformation de polymère qui constitue des phases cristallines et amorphes. L'idée de cette étude est de favoriser une réactivité avec les chaînes de polymère, en les immobilisant et ainsi améliorer les propriétés mécaniques.

PERSPECTIVES

Comme perspectives à ce travail, il nous paraît important de développer les points suivants :

- Effectuer une caractérisation structurale par Diffraction des Rayons X (DRX) de la Charge Hydroxyde Double Lamellaire (HDL) et des composites PEBD/HDL. ➤
Faire une étude morphologique par la microscopie électronique à balayage (MEB);
- L'utilisation d'autres types d'agents de couplage et de traitement de surface.

Références bibliographiques

- [1] H.Belhouchet, « élaboration et caractérisation d'un composite a dispersion des a base d'alumine et de zircon », thèse de doctorat, Optique et mécanique de précision, Université Ferhat Abbas-Sétif UFAS (Algérie), 11/06/2008, P184.
- [2] Kosuri, Divya, Polyethylene-layered double hydroxide and montmorillonite nanocomposites: Thermal, mechanical and flame retardance properties. Master of Science (Materials Science and Engineering), May 2008, P107.
- [3] P.Blaszczak, W.Brostow, T.Datashvili, H.E. H.Lobland, Rheology of Low-Density Polyethylene + Boehmite Composites, polymer composites, 2010, DOI 10.1002/pc, 1909-1913.
- [4] S. C. Nwanonenyi, M.U Obidiegwu, G.C Onuegbu, Effects of Particle Sizes, Filler Contents and Compatibilization On The Properties Of Linear Low Density Polyethylene Filled Periwinkle Shell Powder, The International Journal of Engineering And Science (IJES), 2013, Vol 2,1-8.
- [5] J.P.Trotignon, J.Verdu, A.Dobrazczynski, M.Piperaud, « matières plastiques structures-propriétés, mise en œuvre normalisation », 1^{er} éditions Nathan, Paris, P 53.
- [6] H .Boulhaia, Elaboration d'un matériau nanocomposite à base de polyoléfines et étude de l'effet du traitement sur les différentes propriétés, Mémoire de Magister, Génie des polymères, Université Ferhat ABBAS, Sétif-1, (2011).
- [7] M. Ragoubi, Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, (2010).
- [8] J. Bost, Matières plastiques, Tome I, Chimie Applications, 2ème édition, *Lavoisier*, (1985).
- [9] "comparaison entre les polyéthylènes hauts et basse densité", [en ligne]. Disponible sur : « www.polyéthylène haute densité ». consulté le 25 / 3/ 2016.
- [10] M. Carreg, Matières plastiques, 2 ème édition, *Dunod*, (2007).

- [11] A. Mouhoub et K. Bedjaoui, Compatibilisation d'un mélange à base de PP/PEBD par extrusion réactive, Mémoire d'Ingéniorat, Faculté de Technologie, Département Génie des Procédés Université Ferhat ABBAS, Sétif-1, (2010).
- [12] M.Triaki, « Influence du taux d'argile sur la stabilité thermique et le comportement des mélanges polyéthylène haute densité/polystyrène », Mémoire de Magister Université M'hamed Bougara-Boumerdes, 2012, P.53.
- [13] H .Boulhaia, Elaboration d'un matériau nanocomposite à base de polyoléfines et étude de l'effet du traitement sur les différentes propriétés, Mémoire de Magister, Génie des polymères, Université Ferhat ABBAS, Sétif-1, (2011).
- [14] S. Füzessey, Polyéthylènes basse densité, Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites,A3310, pp 4-8.
- [15] M. El-Achaby, Nanocomposites graphène-polymère thermoplastique : Fabrication et étude des propriétés structurales, thermiques, rhéologiques et mécaniques [en ligne], **Thèse de Doctorat. Université Mohammed V–AGDAL, (2012). Disponible sur : « <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00818644> », consulté le 16.04.2016.**
- [16] Kingery W. D, Bowen H. K and Uhlman D. R, "Introduction to Ceramics", 2nd Ed., John Wiley & Sons, New York, P.P 540-560 (1975).
- [17] Chermant J. L, "Les Céramiques Thermomécaniques", Press du CNRS, P.P 20-40 (1989).
- [18] J.M.Haussonne, C.Carry, P.Bowen ET J.Barton, « céramiques et verres principes et techniques d'élaboration », presses polytechniques et universitaires romandes, CH1015 Lausanne Suisse, 2005, P 02.
- [19] S.Duibi, F.Touil « synthèse d'un double hydroxyde lamellaire et caractérisation physico-chimique de différentes poudres céramiques », mémoire d'ingénieur, université de Ferhat Abbas, 2009/2010, P 51.
- [20] D.Munz, T.Fett « ceramics mechanical proprieties, failure behavior materiels selection edition: RHull.R.M.Osgood, Jr.H.Sakaki.A.Zunger.

- [21] M, Labidi, « Etude du comportement en frottement et usure des matériaux céramiques Al_2O_3 et ZrO_2 », mémoire de magister, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2008, P101.
- [22] F. Zoukrami, Comportement rhéologique et propriétés thermophysiques, mécaniques et microscopiques des polymères chargés en relation avec l'interface et la taille des particules, Thèse de Doctorat d'état, Université de Ferhat ABBAS – Sétif-1 (2009).
- [23] D. Kourat, « Modélisation de la rupture diélectrique dans les céramiques à haute teneur en alumine soumises à des contraintes électriques », mémoire de magister, Spécialité: Physique. Option: Science de la Matière, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2012, P 64.
- [24] J. Barton, P. Bowen, C. Carry and J.M. Haussonne. *Traité des Matériaux, Volume 16, Céramiques et Verres : Principes et techniques d'élaboration*, ISBN 2-88074-605-1, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2005
- [25] AR Cooper, LE Eaton, "Compaction Behavior of Ceramic Powders SEVERAL", J. Amer. Ceram. Soc. 45 (1962) 95-101
- [26] D. Kourat, « Modélisation de la rupture diélectrique dans les céramiques à haute teneur en alumine soumises à des contraintes électriques », mémoire de magister, Spécialité: Physique. Option: Science de la Matière, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2012, P 64.
- [27] S. Bizet, Nanomatériaux hybrides organique/inorganique par copolymérisation, Thèse de doctorat, INSA - Lyon, (2004).
- [28] L. A. Utracki and G. Z. H. SHI, Compounding polymer blends, *Kluwer academic publishers, Boston, USA*, 577 – 651,(2002).
- [29] C. Rizzi Et L. Durand « Les Céramiques Industrielles Applications industrielles et développements potentiels dans les Alpes-Maritimes », rapport, C.A.R.M.A.Centre d'Animation Régional en Matériaux Avancées, Etude réalisée par le CARMA octobre 1999.
- [30] Ph.Clement, « détermination des propriétés mécaniques de céramiques poreuses par essais de microindentation instrumentée sphérique », thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées de Lyon, France, 2013, P 160.

- [31] Cours : Détermination de la résistance aux chocs izod NF EN ISO 180 disponible sur : « plasturgiejp.free.fr/Laboratoire/.../Choc/Cours-Choc%20IZOD.pdf », consulté le 5/5/2016.
- [32] M.M. Sovar « du tri-isopropoxyde aux oxydes d'aluminium par dépôt chimique en phase vapeur : procédé, composition et propriétés des revêtements obtenus », thèse de doctorat, l'institut national polytechnique de Toulouse et de l'université polytechnique de Bucarest, 2006.P 154.
- [33] T. Shirai, H.Watanabe, M. Fuji And M. Takahashi « Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders », Ceramics Research Laboratory, Nagoya Institute of Technology Hon-machi 3-101-1, Tajimi, Gifu 507-0033, JAPAN, (2009). Vol. 9, 23-31.
- [34] P. S. Souza and H. Santos, Standard transition aluminas. Electron microscopy studies, *São Carlos, Brasil*, **3(4)**, 104, (2000).
- [35] C.S. N. Ordahl and G.L. Messing, Thermal analysis of phase transformation kinetics in α -Al₂O₃ seeded boehmite and γ -Al₂O₃, *Thermochimica Acta*, **318 (1-2)**, 187, (1998).
- [36] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Gibbsite> consulter le 9/2/2016.
- [37] M.AZAR : « Mise en forme et frittage des poudres de céramique nanostructurées :Cas d'une alumine de transition», thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées delyon,France,2009, P25.
- [38] F.Demoisson « Réactivité Aux échelles micronique et submicronique de particules colloïdales : Oxydation d'un sulfure de fer (pyrite) Par du chrome (VI) Et sorption sur un hydroxyde d'aluminium (gibbsite) d'espèces organiques », thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I, France, 2006, P 316.
- [39] M.C.Jodin , « de la prise en compte des hetrogeneités morphologiques et structurales vers l'interpretaion de la reactivité globale d'un hydroxyde d'aluminium »thèse de doctorat université de henri poincari,Nancy-1,France,2004.
- [40] Gibbsite disponible sur le site « euromin.w3sites.net/mineraux/GIBBSITE.html » consulté le 9/2/2016.

- [41] Gibbsite (Aluminium Hydroxide) disponible sur « www.galleries.com/gibbsite », consulté le (4/4/2016).
- [42] R.Ihaddadene, « Comportement à l'usure des matériaux biomédicaux: Application aux prothèses », thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas De Sétif 1, 2014, P 143.
- [43] N.El Mouhalhal, E. Zhouiri, M. Rahal, A. El Hajbi, « synthèse, caractérisation de l'hydroxyde double lamellaire $[ZnCrSO_4]$ et étude vibratoire de l'anion sulfate entre les feuillets », Phys. Chem. News 10 (2003) 112-118.
- [44] B.Friedrich, « développement de nouveaux systèmes retardateurs de flamme a base de nanocomposites plus respectueux de l'environnement », thèse de doctorat,
- [45] Université Paul Verlaine de Metz Mention: Sciences des Matériaux, à Esch-surAlzette (Luxembourg), 2011, P 224.
- [46] S.Touati, « Elaboration d'aérogels d'hydroxydes doubles lamellaires et de bionanocomposites a base d'alginate ». Autre. Thèse de doctorat, Université Blaise Pascal – Clermont-Ferrand II; Université d'Oran Es-Senia (Algérie), 2013. Français, P184.
- [47] V.P.Isupov, L.E.Chupakhina, R.P.Mitrofanova Et K.A.Tarasov, 2000, vol 8 P-P 121127.
- [48] B.Gregoire, « Relation Composition-Structure des Hydroxydes Doubles Lamellaires: Effets de la charge du feuillet et de la nature de l'anion interfoliaire », thèse de doctorat, Université de Lorraine, France, 2012, P 320.
- [49] R.Mostarih, « Elaboration de phases hydroxydes doubles lamellaires intercalant des anions sulfates: étude de leur évolution structurale, thermique et hygrométrique », thèse de doctorat, Chimie organique. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2006, Français, P 197.
- [50] S.Touati, « Elaboration d'aérogels d'hydroxydes doubles lamellaires et de bionanocomposites a base d'alginate ». Autre. Thèse de doctorat, Université Blaise Pascal – Clermont-Ferrand II; Université d'Oran Es-Senia (Algérie), 2013. Français, P184
- [51] B.Gregoire, « Relation Composition-Structure des Hydroxydes Doubles Lamellaires: Effets de la charge du feuillet et de la nature de l'anion interfoliaire », thèse de doctorat, Université de Lorraine, France, 2012, P 320.

- [52] Ch. Vaysse, « Caractérisation structurale d'hydroxydes doubles lamellaires contenant des anions oxométallates (Mo, W) ou acrylate intercalés », thèse de doctorat, Université Bordeaux I, France, 2001, P 188.
- [53] L. Mouni, « cours de spectroscopie infrarouge », disponible sur : « <https://cours.espci.fr/site.php?id=26&fileid=689> », consulté le 1/ 5/2016.
- [54] Rocardier, « Essai de résilience - Résistance au choc », Cours technologie,
- [55] 26/11/2010 disponible sur ; « www.rocdacier.com/pdf.n.165/ », consulté le 5/5/2016
- [56] Dupeux. M. Aide – Mémoire. Science Des Matériau. Dupond. Paris, 2005.
- [57] Cours : Détermination de la résistance aux chocs izod NF EN ISO 180 disponible sur : « plasturgiejp.free.fr/Laboratoire/.../Choc/Cours-Choc%20IZOD.pdf », consulté le 5/5/2016.
- [58] S.Cantournet, « bases physiques quantitatives des lois de comportement mécanique », disponible sur : « mms2.ensmp.fr/mat_paris/deformation/polycop/Ch_14_LdC.pdf » consulté le 25 / 4 / 2016.
- [59] Essai de traction disponible sur : « campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap4/site/html/3.html », consulté le 25 / 5 / 2016.
- [60] M.CADIO, M. VALLA « Présentation de caractérisation MFI (Melt Flow Index) Indice De Fluidité », Licence Professionnel plasturgie 2009-2010.
- [61] Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR) NF EN ISO 1133 disponible sur ; « plasturgiejp.free.fr/.../Fluidité/Cours-Fluidité%20ISO%201133.pdf », consulté le 25 / 4 /2016.
- [62] C. Carrot, J. Guillet. Viscoélasticité non linéaire des polymères fondus. AM3630.
- [63] Traité Plastiques et composites. Technique de l'ingénieur. Paris (2000).
- [64] Coussot P.et Ancey C., "Rhéophysique des pâtes et des suspensions", EDP Sciences, PP. 1-37, Paris, France, 1999.

Résumé

Le polyéthylène basse densité est parmi les matières plastiques le plus couramment utilisé, présente de nombreux avantages : un faible coût, facilité de transformation, une excellente flexibilité et une grande résilience. Dans le but d'améliorer les propriétés de PEBD, des essais visant à le renforcer ont été nombreuses et ils ont abouti à de véritables succès.

Les composites polymères / charge lamellaires constituent une nouvelle classe de matériaux composites ou une phase inorganique à l'échelle nanométrique est dispersée dans la matrice polymérique. L'emploi d'une charge double hydroxyde lamellaires (HDL) à base de céramique dans ces matrices tel que le PEBD se sont engendrée afin d'apporter des bonnes propriétés à tout ce qui a été réalisé jusqu'à présent.

Le travail que nous avons entrepris dans ce mémoire a pour but d'étudier l'effet de l'incorporation d'une charge lamellaire (HDL) à base de gibbsite sur les propriétés mécaniques de PEBD.

Mots clés : PEBD, céramique, gibbsite, hydroxydes double lamellaires, propriétés mécaniques des composites.