

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION
Département de Génie Mécanique

Mémoire de fin d'études

En vue d'obtention du diplôme de Master Académique en Génie

Mécanique

Option : Génie Des Matériaux

Thème

Elaboration et caractérisation d'un matériau composite résine/fibre de verre chargé en Mica

Proposé et dirigé par :

promoteur : Mr. MOHELLEBI Mouloud

Co promotrice : Mme. MOHELLEBI Fadila

Réalisé par

Arezki Hilal

Sadi Arezki

Année 2018-2019

REMERCIEMENTS

On remercie en premier lieu le Bon Dieu de nous avoir donné le courage d'aller au bout de notre travail.

On tient à exprimer notre profonde gratitude à nos parents et toutes nos familles, qui grâce à leurs aides, notre travail a vu le jour.

Le bon encadrement de ce travail a été assuré par Mr Mohellebi.H et Mme Mohellebi.F. On voudrait donc leur exprimer toute notre sympathie et notre reconnaissance pour l'aide qu'ils ont su nous prodiguer.

On est très reconnaissant envers Mr Azzam.S et Mme Izri (département géologie de l'UMMTO) pour l'aide précieuse apportée à notre travail.

Nos vifs remerciements vont aux membres du jury pour avoir accepté d'examiner notre travail.

On tient à remercier également Mlle Mendil.S de nous avoir honorés avec sa présence.

Que les membres du personnel des labos SDM, RDM, GC (Milyada-Idir-Amina-Amar) trouvent ici le témoignage de notre sincère reconnaissance pour leur excellent accueil et disponibilités.

On remercie aussi les membres des laboratoires de : ENEL d'Azazga (Mr Belabbas.F), de Boumerdes et le DRH de l'entreprise navale SACOMAS pour leur disponibilité et l'aide qui nous ont porté (essais, matière première).

Nos sincères remerciements vont à tous nos enseignants et ceux qui nous ont appris quelques choses dans la vie.

On remercie très vivement tous ceux et celles qui, de près ou de loin, nous ont porté aides et encouragements en particulier les étudiants de la promotion (GDM 2018-2019).

A vous tous, du profond du cœur :Grand Merci !

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- Mon très cher père et ma précieuse mère

- Mes frères (Mohand-Hend).

-La mémoire de mes grands-parents paternels !

- Mes grands-parents maternels.

- Mes tantes et oncles ainsi leurs familles.

-Cousins et Cousines et leurs familles.

- Tous ceux qui me sont chers.

- Tous mes amis et amies.

-La mémoire de mon ami –Sigrid Ait Mouheb-paix

à son âme !

A toi... !

Par : Mr H.Arezki

Je dédie ce travail à :

Ma famille !

*Mon très cher père, et ma précieuse
mère,*

*qui je dois mon existence, et le succès
dans mon cursus.*

Que dieu les garde, et les protège.

Mes chers frères, et ma sœur.

*Aux gens qui me sont les plus chers au
monde.*

*Mes très chers amis (es), mes proches,
et à mes camarades.*

Toi... !

Par : Mr A.SADI

Sommaire

Sommaire	i
Liste des figures	ii
Liste des tableaux	iii
Introduction générale	
Introduction générale.....	1
<u>Chapitre 1 :</u>	
Introduction.....	3
I.1. Définition	3
I.2. Caractéristiques générales des matériaux composites.....	4
I.3. Classification des matériaux composites.....	5
I.3.1. Classification suivant la forme	5
I.3.1.1. Composites à fibres	5
I.3.1.2. Composites à particules.....	5
I.3.2. Classification suivant la nature	5
I.4. Présentation des constituants.....	6
I.4.1. Les matrice	6
I.4.1.1 Matrices organiques	7
I.4.2. Les renforts (les fibres).....	7
I.4.2.1 Fibres courtes :	8
I.4.2.2 Fibres longues :	8
I.4.3 Nature des principales fibres.....	11
I.4.3.1 Les fibres de verre :	11
I.4.3.2 Les fibres de carbone :	12
I.4.3.3 L'interface	14
I.4.4 Les charge	15
I.4.4.1 Charges renforçant	15
I.4.5. Additifs	16
I.5 Architecture des matériaux composites	16
I.5.1 Les stratifiés	16
I.5.2 Composites sandwiches	17
I.6 Procèdes de mise en œuvre.....	18
I.6.1 Moulage sous pression	18
I.6.1.1 Moulage au contact	18
I.6.2 Autre technique de moulage	19

Sommaire

Conclusion	22
-------------------------	-----------

Chapitre2 :

Introduction.....	23
--------------------------	-----------

II .1 Description des Micas	23
--	-----------

<i>II.1.1 Étymologie</i>	<i>23</i>
--------------------------------	-----------

<i>II.1.2 Définition du Mica</i>	<i>23</i>
--	-----------

II.2 Structure minérale du Mica:	23
---	-----------

II.3 Propriétés du Mica.....	25
-------------------------------------	-----------

<i>II.3.1 Propriétés Physique du Mica</i>	<i>25</i>
---	-----------

<i>II.3.2 Propriétés chimique du Mica</i>	<i>25</i>
---	-----------

II.4 principaux types de micas (La muscovite et la phlogopite) :	26
---	-----------

<i>II.4.1 type de mica étudié : la muscovite</i>	<i>28</i>
--	-----------

<i>II.4.1.1 Structure du mica muscovite.....</i>	<i>28</i>
--	-----------

II.5 Le clivage du Mica	29
--------------------------------------	-----------

<i>II.5.1 Le clivage :.....</i>	<i>29</i>
---------------------------------	-----------

II.6 Domaine d'application du Mica:	30
--	-----------

<i>II.6.1 Exemples de secteurs d'utilisation</i>	<i>30</i>
--	-----------

Conclusion	31
-------------------------	-----------

Chapitre3 :

Introduction.....	32
--------------------------	-----------

III.1 Propriétés physique et mécaniques des composites :.....	32
--	-----------

III.2 Mode d'essais mécaniques :	33
---	-----------

<i>III.2.1 Essais de traction.....</i>	<i>33</i>
--	-----------

<i>III.2.1.1 Description générale d'une machine de traction</i>	<i>33</i>
---	-----------

<i>III.2.1.2 Eprovettes de traction</i>	<i>34</i>
---	-----------

<i>III.2.1.3 Traction longitudinale [8].....</i>	<i>35</i>
--	-----------

<i>III.2.1.4 Traction transversale :</i>	<i>35</i>
--	-----------

<i>III.2.1.5 Traction hors axe :</i>	<i>36</i>
--	-----------

<i>III.2.2 Essai de flexion.....</i>	<i>37</i>
--------------------------------------	-----------

<i>III.2.2.1 Essai de flexion trois points :.....</i>	<i>37</i>
---	-----------

<i>II.2.2.2 Principe de l'essai :</i>	<i>37</i>
---	-----------

<i>III.2.3 Essais de résilience.....</i>	<i>39</i>
--	-----------

<i>III.2.3.1 les essais standards</i>	<i>39</i>
---	-----------

Conclusion	41
-------------------------	-----------

Chapitre4 :

Sommaire

Introduction :	42
IV.1 Matériaux et Matériels Utilisés :	42
<i>IV.1.1 Matériaux</i>	42
IV.1.1.1 La résine :	42
IV.1.1.2 le durcisseur	43
IV.1.1.3 Les renforts.....	43
IV.1.1.4 la charge	43
<i>IV.1.2 Matériels Utilisés</i>	44
IV.1.2.1 La Balance.....	44
IV.1.2.2 Le mélangeur.....	44
IV.1.2.3 Le broyeur :	45
IV.1.2.4 Les tamis :	45
IV.1.2.5 La cire	47
IV.1.2.6 Le moule.....	47
IV.1.2.7 Le rouleau.....	48
IV.2 protocole d'élaboration du matériau composite :	48
IV.3 techniques de Caractérisation du matériau composite	49
<i>IV.3.1 techniques de caractérisation mécanique</i>	49
IV.3.1.1 Essai de traction	49
IV.3.1.2 Essai de flexion	51
IV.3.1.3 Essai de micro dureté :	52
IV.3.1.4 Essai de résilience	52
<i>IV.3.2 techniques de caractérisation physique</i>	53
IV.3.2.1 Diffraction des Rayon X	53
Conclusion :	54
<u>Chapitre5 :</u>	
V.1 Matériau composite sans la charge de mica	55
V.2 Matériau composite avec charge de mica	55
<i>V.2.1 Cas des échantillons contenant 1% de mica avec les différentes granulométries</i>	56
V.2.1.1 Module d'élasticité	56
V.2.1.2 Allongement à la rupture	57
V.2.1.3 Contrainte maximale.....	57
<i>V.2.2 Cas des échantillons contenant 3% de mica avec les différentes granulométries</i>	58
V.2.2.1 Module d'élasticité	58
V.2.2.2 Allongement à la rupture	59
V.2.2.3 Contraintes maximales	60
<i>V.2.3 Cas des échantillons contenant 5% de mica avec les différentes granulométries</i>	61
V.2.3.1 Module d'élasticité	61
V.2.3.2 Allongement à la rupture	62
V.2.3.3 Contraintes maximales	62
V.3 Caractérisation en flexion	63
V.3.1 Matériau composite sans la charge de mica	63
V.3.2 Matériau composite avec charge de mica	64

Sommaire

V.3.2.1 Cas des échantillons contenant 1% de mica avec les différentes granulométries	64
V.3.2.2 Cas des échantillons contenant 3% de mica avec les différentes granulométries	66
V.3.2.3 Cas des échantillons contenant 5% de mica avec les différentes granulométries	67
V.4 Résultats des essais de résilience	69
V.5 Résultats des essais de microdureté	71
V.6 Résultats de la diffraction aux rayons X (DRX)	72
V.6.1 Condition de l'analyse.....	72
V.7 Récapitulatif des résultats des différents essais.	74
V.7.1 Module d'élasticité.....	75
V.7.2 Contrainte maximale en traction.....	75
V.7.3 Allongement à la rupture.....	76
V.7.4 Flèche maximale en flexion	76
V.7.5 Force maximale en flexion	77
V.7.6 Résilience	77
Conclusion générale	78
Références bibliographiques

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma d'un composite.	4
Figure I.2 :La position des composites dans la famille des matériaux de synthèse	4
Figure I.3 : Différentes familles de matrice.	6
Figure I.4 : Les différents types de renfort de base.	8
Figure I.5 : Les différentes formes de présentation de la fibre du verre :	9
Longues linéiques.	9
Figure I.6 : Chaîne et trame d'un tissu.	9
Figure I.7 : Principaux types de tissus.	10
Figure I.8 : Tissage cylindrique et conique.	11
Figure I.9 : Tissus multidirectionnels.	11
Figure I.11 : Désignation d'un stratifié.	17
Figure I.12 : Structure en sandwich.	18
Figure I.13 : principe de moulage au contact.....	19
Figure II.1 : Photographie montrant l'aspect feuilleté des Mica	23
Figure II.2 : Schémas d'un feuillet de mica	24
Figure II.3 : Différents éléments minéraux existants dans un feuillet de Mica	24
Figure II.4 : Ordre et désordre obtenus par empilement de feuillets	25
Figure II.5 :différents types de mica	27
Figure II.6 : schéma de la structure des micas en couches	28
Figure II.7 :différentes sorte de Mica Muscovite	29
Figure II.8 :Clivage du Mica	29
Figure III.1 : machine de traction	34
Figure III.2 : Eprouvtes de traction (plates et cylindriques)	34
Figure III.3 : traction longitudinale	35
Figure III.4 : traction transversale	35
Figure III.5 : Traction hors axes	36
Figure III.6 Courbe conventionnelle de l'essai de traction.	36
Figure III.7 :Dispositif de flexion trois points	37
Figure III.8 : essai de flexion trois points	38
Figure III.9 : courbe de contrainte déformation pour un matériau ductile	38
Figure III.10 : Agencement expérimental et éprouvette Charpy	40
Figure III.11 : Agencement expérimental Izod	41
Figure III.12 :Forme de l'entaille pour l'éprouvette de résilience	41
Figure IV.1 : résine à l'état liquide.....	42
Figure IV.2 : flacon contenant le durcisseur	43
Figure IV.3 : le renfort utilisé et ses deux faces (roving et mat de 600)	43
Figure IV.4 : la charge de Mica utilisée	44
Figure IV.5 : La balance.....	44
FigureIV.6 : Le mélangeur électrique	45
Figure IV.7 : le broyeur.....	45
Figure IV.8 : photo de Granulométrie de mica inf à 1mm	46
Figure IV.9 : photo de Granulométrie de mica comprise entre 1mm et 5mm	46
Figure IV.10 : photo de Granulométrie de mica supérieur à 5mm	47
Figure IV.11 : La cire utilisée lors du moulage	47
Figure IV.12 : quelque moules élaborés.	48
Figure IV.13 : le rouleau utilisé pour étaler la résine	48
Figure IV.14 : a) Machine de traction de marque zwick/Roell, b) éprouvette de matériau composite installé sur machine et c) éprouvette de traction rompue	50

Figure IV.15 : éprouvette de traction du matériau composite	50
Figure IV.16 : machine de traction utilisée pour les essais de flexion zwick/Roell	51
Figure IV. 17 :Essai de flexion trois points	51
Figure IV.18 : Micro d'uroètre	52
Figure IV.19 : Mouton pendule (machine d'essai de résilience)	53
Figure V.1 : Courbes contraintes-déformation du composite sans charge de mica	55
Figure V.2 : Courbes contraintes-déformation du composite à granulométrie.....	56
Variable concentration de 1% en mica	56
Figure V.3 : Histogramme des modules d'élasticité pour les différentes granulométries	56
Figure V.4 : Histogramme des allongements à la rupture pour les différentes granulométries	57
Figure V.5 : Histogramme des contraintes maximales pour les différentes granulométries	58
Figure V.6 : Courbes contraintes-déformation du composite à granulométrie variable concentration de 3% en mica.	58
Figure V.7 : Histogramme des modules d'élasticité pour les différentes granulométries	59
Figure V.8 : Histogramme des allongements à la rupture pour les différentes granulométries	60
Figure V.9 : Histogramme des contraintes maximales pour les différentes granulométries	60
Figure V.10 : Courbes contraintes-déformation du composite à granulométrie	61
variable concentration de 5% en mica	61
Figure V.11 : Histogramme des modules d'élasticité pour les différentes granulométries	61
Figure V.12 : Histogramme des allongements à la rupture pour les différentes granulométries	62
Figure V.13 : Histogramme des contraintes maximales pour les différentes granulométries	63
Figure V.14 : Courbes force-flèche du composite sans charge mica	63
Figure V.15 : Courbes force-flèche du composite à granulométrie	64
variable concentration de 1% en mica	64
Figure V.16 : Histogramme des forces maximales pour les différentes granulométries	65
Figure V.17 : Histogramme des flèches maximales pour les différentes granulométries	65
Figure V.18 : Courbes force-flèche du composite à granulométrie variable concentration de 3 % en mica	66
Figure V.19 : Histogramme des forces maximales pour les différentes granulométries	66
Figure V.20 : Histogramme des flèches maximales pour les différentes granulométries	67
Figure V.21 : Courbes force-flèche du composite à granulométrie variable concentration de 3 % en mica	67
Figure 22 :Histogramme des forces maximales pour les différentes granulométries	68
Figure 23 : Histogramme des flèches maximales pour les différentes granulométries	69
Figure V.24 : Histogramme de la résilience les différentes granulométries des composites à 1% de en mica	70
Figure V.25 : Histogramme de la résilience les différentes granulométries	70
des composites à 3% de en mica	70
Figure V.26 : Histogramme de la résilience les différentes granulométries des composites à 3% de en mica	70
Figure V.27 : Diffractogramme du mica solide (Etat brut)	73
Figure V.28 : Diffractogramme du mica en poudre (Etat broyé)	73
Figure V.29 : diffractogramme de la composition chimique de mica	74
Figure V.30 :Histogramme des modules d'élasticité	75
Figure V.31 :Histogramme des contraintes maximales en traction	75
Figure V.32 :Histogramme des allongements à la rupture	76
Figure V.33 :Histogramme de la flèche maximale	76
Figure V.34 : Histogramme des forces maximales en flexion	77
Figure V.35 : Histogramme des résiliences	77

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Avantages et inconvénients des fibres de verre	12
Tableau I.2 : Avantages et inconvénient des fibres de carbone	13
Tableau I.3 : Principales caractéristiques mécaniques des fibres de base.	14
Tableau I.4 : Caractéristiques principales de moulage au contact.	19
Les tableaux II.1 et II.2 : présentent quelques caractéristiques des matrices TP et TD et leurs différences fondamentales.	20
Tableau II.1 : Propriétés du mica moscovite et du mica phlogopite.	27
Tableau IV.1 : Fiche technique de la résine :	42
Tableau IV.2 : les différents matériaux composites élaborés.....	49
Tableau IV.3 : Fiche technique du mouton pendule	53
Tableau V.1 : Résultats des valeurs de résilience	69
Tableau V.2 : les résultats de micro duromètre	71
tableau V.3 :récapitulatif des résultats des différents essais	74

Introduction générale

Introduction générale

Un matériau composite est un système qui est constitué par l'association, à l'échelle microscopique, de deux ou plusieurs autres matériaux aux caractéristiques complémentaires. Cela permet d'associer un ensemble de propriétés mécaniques ou physiques qu'il serait impossible d'obtenir avec les composants pris de façon isolée. En général, un matériau composite est composé par un renfort qui est enrobé par une matrice. La matrice tient le renfort selon la forme désirée tandis que le renfort améliore les propriétés mécaniques globales de la matrice.

Les premiers matériaux composites créés par l'homme furent sans doute à base de bois. Un des tous premiers composites est l'arc traditionnel mongol qui date d'environ 2000 ans av. J.-C. L'âme de l'arc est en bois et contrecollée de tendon au dos et de corne sur la face interne. Durant le moyen-âge, un matériau composite populaire pour la construction, le torchis, fut utilisé pour ses propriétés isolantes et son faible coût. En 1823, Charles Macintosh créa l'imperméable en imprégnant du caoutchouc sur du tissu. Par la suite, en 1892, Hennebique déposa un brevet sur un matériau très semblable au béton armé d'aujourd'hui. Les matériaux composites à fibres ensuite se sont développés d'un pas de géant pendant le XX^{ème} siècle grâce à la création des résines et des fibres synthétiques

La construction moderne est caractérisée dans tous les domaines (génie civile, construction des machines, construction navale, automobile et aéronautique) par l'emploi de structures toujours plus grandes et par la réduction progressive des sections résistantes qui est exigé par l'économie et la légèreté. Elle est rendue possible par l'utilisation de matériaux à haute résistance tels que les aciers spéciaux, les alliages d'aluminium, de titane, notamment les matériaux composites à fibres de carbone d'aramide ou de verre, et par l'emploi de contraintes en service toujours plus élevées. C'est pourquoi le danger d'instabilité qui était inexistant au temps de la construction en pierre et en bois, devient de plus en plus menaçant

Le but de notre étude et l'élaboration et la caractérisation d'un matériau composite résine polyester renforcé en fibre de verre et chargé en particule de Mica.

Le Mica est un minerai disponible en grande quantité sur la couche terrestre, disponible aussi en Algérie, notamment dans la région de Tizi-Ouzou. L'étude porte sur l'influence du taux de Mica ainsi que l'influence de sa granulométrie sur le comportement mécanique du matériau composite. Nous nous intéressant à l'influence de cette charge sur le comportement mécanique en traction, en flexion et en résilience ;

Pour ce fait, nous avons organisé notre travail comme suit :

Le chapitre I est consacré aux généralités sur les matériaux composites, où nous aborderons la définition du matériau composite, son renfort, sa charge, son utilisation et son architecture.

Le chapitre II dans lequel nous allons présenter la charge de Mica, nous allons donner sa structure, ses propriétés et les domaines habituels d'utilisation de cette charge minérale.

Introduction générale

Le chapitre III, est un rappel des différentes lois mathématiques régissant le comportement mécanique d'un matériau composite vis à vis d'un essai de traction, d'un essai de flexion ainsi que la loi des mélanges pour ces matériaux composites.

Dans le chapitre IV, nous présentons les matériaux utilisés pour l'élaboration de nos échantillons, le protocole d'élaboration, les machines et dispositifs utilisés pour l'élaboration et aussi pour la caractérisation physique et mécanique de nos matériaux composites.

Nous terminons l'investigation par donner les résultats et interprétations afin d'évaluer l'influence du taux de charge et la variation de la granulométrie du Mica sur le comportement de nos échantillons.

Une conclusion générale sera donnée pour relever l'essentiel des résultats qui termine par des perspectives envisagées pour poursuivre l'étude de influence de la charge minérale Mica sur le comportement mécanique du composite.

Chapitre 1

Introduction

De nos jours, l'utilisation des ressources naturelles dans les matériaux Composites devient de plus en plus fréquente, et ce, du fait que ces Ressources sont moins coûteuses et rivalisant. De plus, les tendances Industrielles se penchent vers des produits propres et écologiques, d'où L'intérêt d'intégrer des produits naturels facilement recyclables et Biodégradables. Il est donc important de faire le point sur les différentes catégories de matériaux issus de ressources renouvelables et biodégradables [1].

Les premiers matériaux composites créés par l'homme furent sans doute à base de bois. Un des tous premiers composites est l'arc traditionnel mongol qui date d'environ 2000 ans av. J.-C. L'âme de l'arc est en bois et contrecollé de tendon au dos et de corne sur la face interne. Durant le moyen-âge, un matériau composite populaire pour la construction, le torchis, fut utilisé pour ses propriétés isolantes et son faible coût. En 1823, Charles Macintosh créa l'imperméable en imprégnant du caoutchouc sur du tissu. Par la suite, en 1892, Hennebique déposa un brevet sur un matériau très semblable au béton armé d'aujourd'hui.[2]

Les matériaux composites à fibres ensuite se sont développés d'un pas de géant pendant le XX^{ème} siècle grâce à la création des résines et des fibres synthétiques. À côté des composites naturels tels que le bois, les hommes ont depuis l'antiquité élaborée un grand nombre de matériaux ou de structures composites. Citons, dans le domaine de la construction, des fibres naturelles noyées dans la boue. Les origines des composites avancées datent toute fois des années 1930. Les premières résines et fibres synthétiques ont été développées au cours de cette décennie.[3]

Un matériau composite est un système qui est constitué par l'association à l'échelle microscopique de deux ou plusieurs autres matériaux aux caractéristiques complémentaires. Cela permet d'associer un ensemble de propriétés mécaniques ou physiques qu'il serait impossible d'obtenir avec les composants pris de façon isolée. En général, un matériau composite est composé par un renfort qui est enrobé par une matrice. La matrice tient le renfort selon la forme désirée tandis que le renfort améliore les propriétés mécaniques globales de la matrice.

I.1. Définition

Un matériau composite (figure I.1) peut être défini comme l'assemblage de plusieurs matériaux non miscibles de nature différente à l'échelle microstructurale afin d'obtenir un matériau hétérogène et fortement anisotrope. Les composites sont le plus souvent constitués d'une matrice dans laquelle on a dispersé de façon contrôlée des renforts. La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limite d'élasticité, résistance mécanique...) [4]. L'interface assure la compatibilité des constituants et la parfaite cohésion entre les renforts et la matrice.

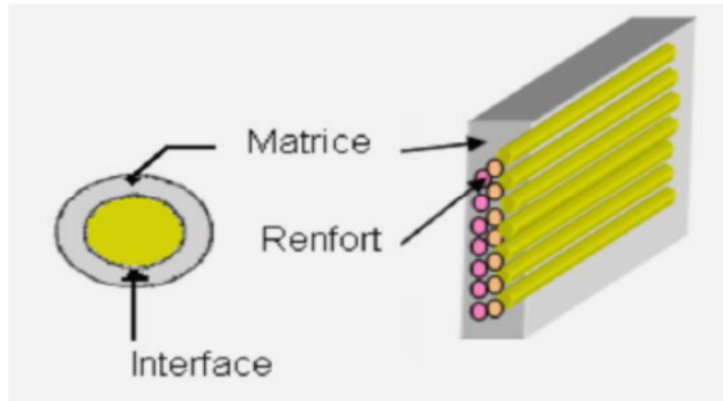


Figure I.1 : Schéma d'un composite.

Cette association a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques (propriétés mécaniques rapportées à la masse volumique) sont supérieures à celles de la matrice non renforcée. Le concept de matériau composite, par le choix des constituants et de leurs proportions respectives, ainsi que par le choix de la forme, des dimensions et de la disposition des renforts, permet donc de concevoir un matériau présentant les caractéristiques spécifiques recherchées.

La figure I.2 représente la place des matériaux composites dans la famille des matériaux de synthèse.

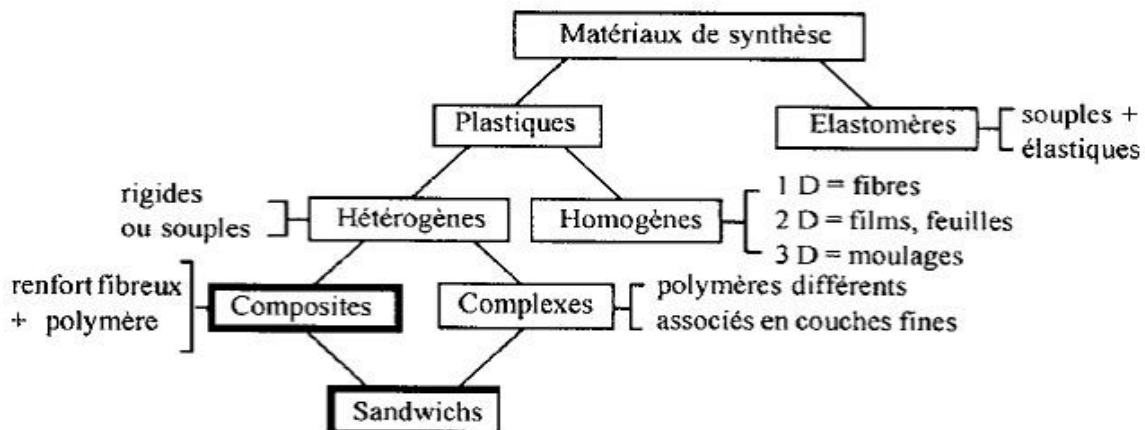


Figure I.2: La position des composites dans la famille des matériaux de synthèse

I.2. Caractéristiques générales des matériaux composites

Dans le cas général, un matériau composite comprend une ou plusieurs phases discontinues (renfort) réparties ou noyées dans une phase continue (matrice). Dans le cas où le matériau composite contient plusieurs phases discontinues de nature différentes, le matériau est dit hybride.

Pour la conception du matériau composite et sa réalisation, on doit tenir compte lors de l'élaboration[5]:

- la nature, la texture et la forme du renfort ;
- le taux de renforcement ;

- la nature de la résine, des charges et additifs ;
- la qualité de l'interface renfort-matrice ;
- la géométrie de la pièce à réaliser ;
- le procédé de mise en œuvre utilisé.

I.3. Classification des matériaux composites

Les matériaux composites peuvent être classés suivant la forme et la nature des constituants.

I.3.1. Classification suivant la forme

En fonction de la forme des constituants, on distingue deux grandes classes

I.3.1.1. Composites à fibres

Un matériau composite est dit à fibre, si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres se présentent sous forme continue ou discontinue. L'arrangement des fibres et leur orientation permettent de moduler les propriétés mécaniques des matériaux.

Deux grandes catégories peuvent être distinguées [6]:

a) Composites à hautes performances (HP) :

Sont surtout des matériaux composites à résine époxyde renforcées par des fibres de verre, de carbone ou d'aramide. Ils possèdent des caractéristiques mécaniques très élevées.

b) Composites à grandes diffusions (GD) :

Sont les plus courants, généralement réalisés à partir des fibres de verre et de résine polyester insaturé ou phénolique, destiné à des fabrications de grandes séries.

I.3.1.2. Composites à particules

Un matériau composite est dit à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule par opposition aux fibres ne possède pas des dimensions privilégiées. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la teneur à la température, la résistance à l'abrasion ... etc.

Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût de matériau, sans en diminuer les caractéristiques [5]

I.3.2. Classification suivant la nature

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice [7]:

a) Composites à matrices organiques (CMO) :

Ils constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle

b) **Composites à matrices céramiques (minérales) (CMC) :**

Réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire, ainsi que le freinage (freins carbone) ;

c) **Composites à matrices métalliques (CMM) :**

Bonne ductilité, bonne résistance à certains solvants et bonne tenue en température.

I.4. Présentation des constituants

En général les constituants principaux d'un matériau composite sont : la matrice, le renfort et l'interface. Dans certains cas des charges et des additifs peuvent être utilisés.

I.4.1. Les matrices

Cette phase indispensable à la liaison des divers éléments constitutifs, est composée d'une résine (polyester, époxyde, etc....) et d'une charge (carbonate de calcium, graphite, etc.). Leur rôle est de lier les renforts, de répartir les charges (contraintes, résistance à la traction et rigidité) et d'assurer la protection chimique contre les agents agressifs extérieurs tels que (acides, humidité, corrosion...) et donne la forme au produit réalisé pour les composites plastiques, elle est par définition un polymère ou une résine organique.

Le choix de la matrice dépend de l'utilisation à laquelle est destinée le matériau composite [8].

Nous pouvons retrouver dans l'organigramme de la figure I.3 [9] les différentes familles de matrices.

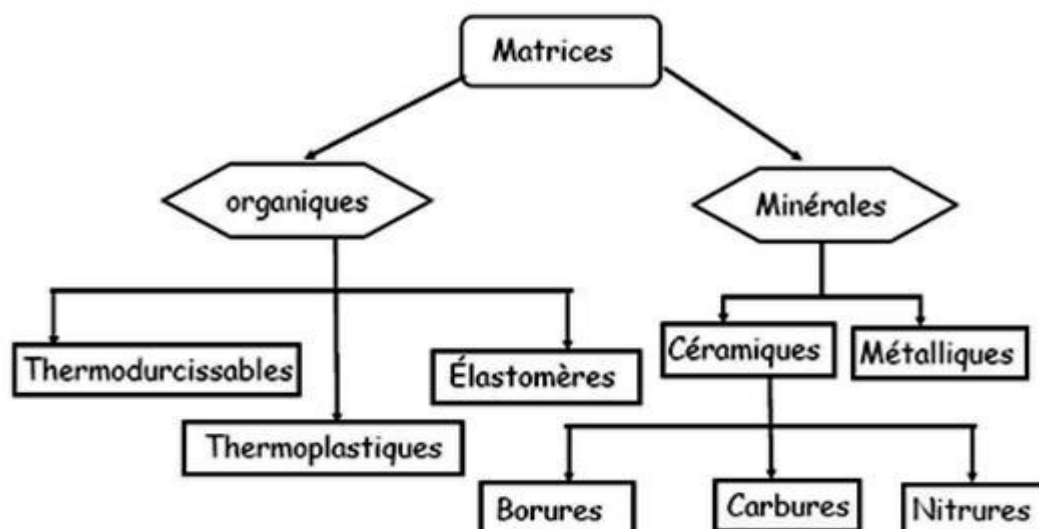


Figure I.3 : Différentes familles de matrice.

Trois familles principales correspondent à des matrices de nature différente : organique, métallique ou minérale. Les plus répandus actuellement sont les matériaux composites à matrice

organique renforcée de fibres (90% de l'ensemble). Cette matrice est surtout choisie pour sa facilité de mise en œuvre.

I.4.1.1 Matrices organiques

Les matrices organiques sont faites de matières plastiques. Elles sont désignées sous le vocable beaucoup plus large de résines. Elles sont obtenues à partir de polymères modifiés par différents adjuvants et additifs. Elles permettent de réaliser des structures légères et performantes et des pièces de formes complexes. La matrice peut aussi être un mélange de polymères différents afin d'améliorer certaines caractéristiques [13].

On distingue des homopolymères, répétition d'une unique structure moléculaire, et des copolymères, répétition de plusieurs structures différentes. Les polymères sont donc l'élément essentiel de nombreux matériaux et sont donc souvent classés d'après leurs propriétés thermomécaniques [15]. Citons notamment :

- **les thermoplastiques**, qui deviennent malléables quand ils sont chauffés ce qui permet leur mise en œuvre.
- **les thermodurcissables**, qui durcissent sous l'action de la chaleur ou par addition d'un additif
- **les élastomères**, qui sont déformables de manière réversible. Elles sont renforcées par plusieurs fibres pour les appliquer dans le domaine d'automobile. Ils sont caractérisés par une forte élasticité avec un module d'Young très faible.

I.4.2. Les renforts (les fibres)

Le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température (conservation des caractéristiques mécaniques à haute température) ou les propriétés électriques. Outre les propriétés mécaniques élevées qu'ils procurent, les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre. Les renforts peuvent provenir d'origines diverses (Figure I.4).

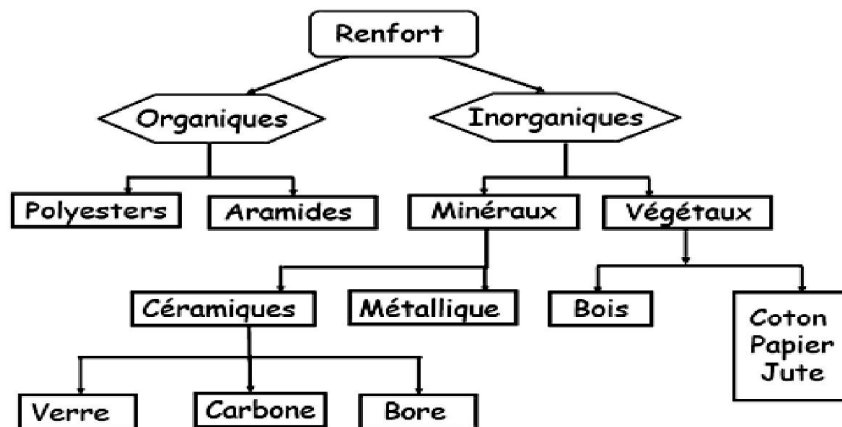


Figure I.4 : Les différents types de renfort de base.

Les fibres sont les éléments du matériau composite, elles se présentent sous forme de filaments, qui apportent les propriétés mécaniques intéressantes à la structure composite dont on trouve les qualités recherchées : bonne caractéristique mécanique, légèreté, résistance thermique, compatibilité avec les résines, adaptabilité aux procédés de mise en œuvre, faible prix. Dans une structure en composite, le renfort représente une fraction volumique comprise entre 30 et 70 % du volume total. On les commercialise essentiellement sous forme de [10] :

I.4.2.1 Fibres courtes :

Ont une dimension de quelques centimètres ou fraction de millimètres : ce sont les feutres, les mats et les fibres courtes injectées utilisés en moulage. Fibres dispersées dans une matrice isotrope, généralement sans orientation préférentielle ; comportement macroscopique isotrope. Elles sont utilisées, avec les thermoplastiques (TP), pour les pièces de petite taille moulées par injection et aux caractéristiques mécaniques réduites. Avec les thermodurcissables (TD), elles sont utilisées pour des températures supérieures à 150° C.

I.4.2.2 Fibres longues :

Les fibres longues noyées dans une matrice isotrope avec orientation établie ; ont un comportement macroscopique anisotrope. Elles sont coupées au moment de la fabrication du composite, utilisées telles quelles, ou bien tissées. Les fibres se présentent sous diverses formes :

- Linéiques (fils, mèches, ... etc.) ;
- Tissus surfaciques (tissus simples, mats, ... etc.) ;
- Multidirectionnelles (tresses, tissus complexes, ...etc.).

a. Fibres longues de forme linéique

Les fibres sont élaborées suivant un diamètre de quelques microns seulement (filaments élémentaires); trop petites pour l'utilisation unitaire, elles sont par conséquent réunies en fils ou en mèches de différentes formes (figure I.5) [10].

- Fil de base : ensemble de filaments élémentaires.
- Fil simple : ensemble de fils de base unitaires continus ou discontinus, maintenus ensemble par torsion.
- Fil retors : ensemble de fils simples retordus ensemble.
- Fil câblé : ensemble de fils retors, avec éventuellement des fils simples retordus une ou plusieurs fois ensemble.
- Mèches : ensemble de fibres élémentaires discontinues
- Stratifiée : ensemble de fils de base continus. L'unité de masse linéique est le tex (1 tex = 1 g/Km).

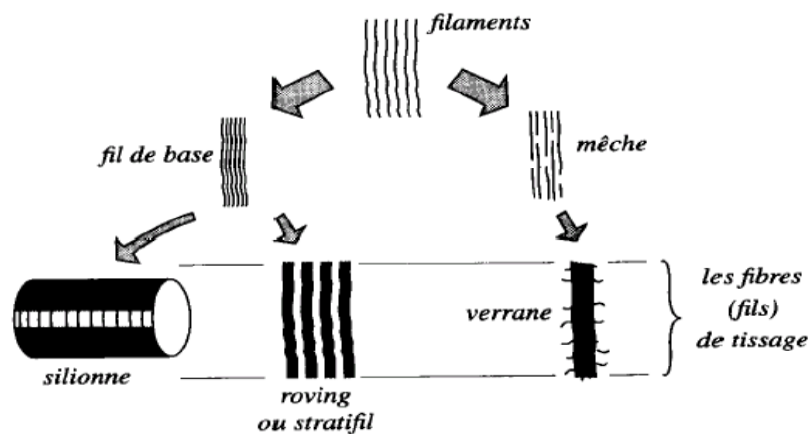


Figure I.5: Les différentes formes de présentation de la fibre du verre :
Longues linéiques.

- b. • **Fibres longues formes surfaciques** Les fils peuvent être utilisés pour réaliser des formes surfaciques de divers types [5] : mats, tissus ou rubans, essentiellement développés dans le cas de fibres de verre.
- **Les mats :** Ce sont des nappes de fils continus ou discontinus, disposés dans un plan sans aucune orientation préférentielle, et maintenus ensemble par un liant soluble ou non dans les résines. L'absence d'orientation préférentielle des fibres conduit à une isotropie des propriétés mécaniques du mat dans son plan.
 - **Les tissus et rubans :** Les tissus (figure I.6) réalisés à partir de fils, de mèches, etc., réalisés sur un métier à tisser, composé d'une chaîne (ensemble de fils parallèles répartis dans un plan suivant la longueur du tissu) d'une trame (ensemble de fils s'entrecroisant avec les fils de chaîne).

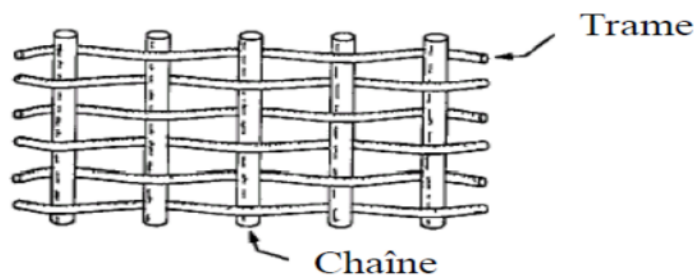


Figure I.6 : Chaîne et trame d'un tissu.

Les tissus sont classés selon l'entrecroisement des fils de chaînes et de fils de trame. Les principaux types (figure I.7) sont [11] :

- **Taffetas (toile)** : La chaîne et la trame s'entrecroisent alternativement, le tissu obtenu est très plat mais peu performant.
- **Satin** : Le fil de trame ne se croise pas avec tous les fils de chaîne. Chaque satin est défini par un chiffre de 4 ou 8, indiquant que le fil de trame n'entrecroise qu'un fil de chaîne sur 4 ou sur 8. Le fil de trame passe sous les autres fils de chaîne.

Les fils de croisement étant moins nombreux, sont la raison pour laquelle ce type de tissu offre une grande déformation par conséquent, une meilleure performance au niveau de traction et la compression et un faible cisaillement.

- **Sergé** : Le fil de trame n'entrecroise qu'un fil de chaîne sur 3,4 ou 5 et passe sur les autres fils de chaîne. Son avantage réside dans sa densité et sa souplesse.

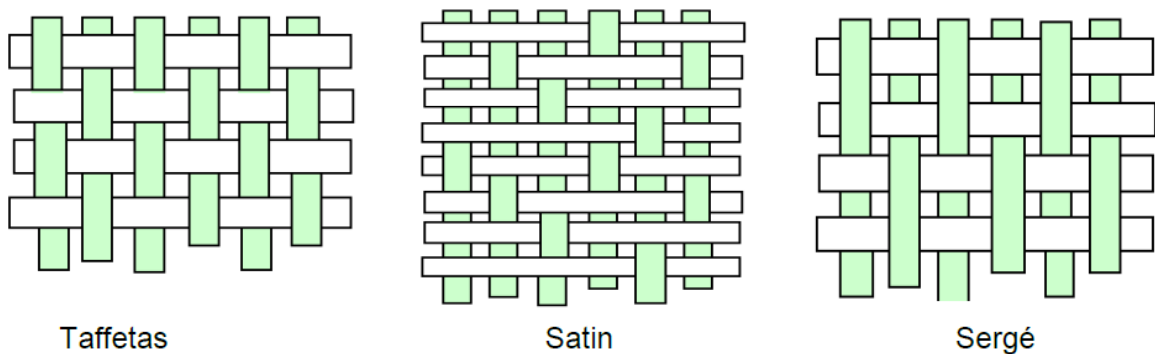


Figure I.7 : Principaux types de tissus.

c. • Fibres longues de forme multidirectionnelle

- **Tresses et préformes** : Tissage cylindrique ou conique (figure I.8) avec des entrecroisements réguliers des fils qui a la particularité d'être modulable en diamètre. Les fils s'entrecroisent en hélice. Le diamètre de la tresse est lié au pas de l'hélice, par conséquent à l'angle que font les fils entre eux. Ce tissage nous permet de réaliser des pièces de révolution très résistantes ayant un diamètre variable le long de l'axe [5].

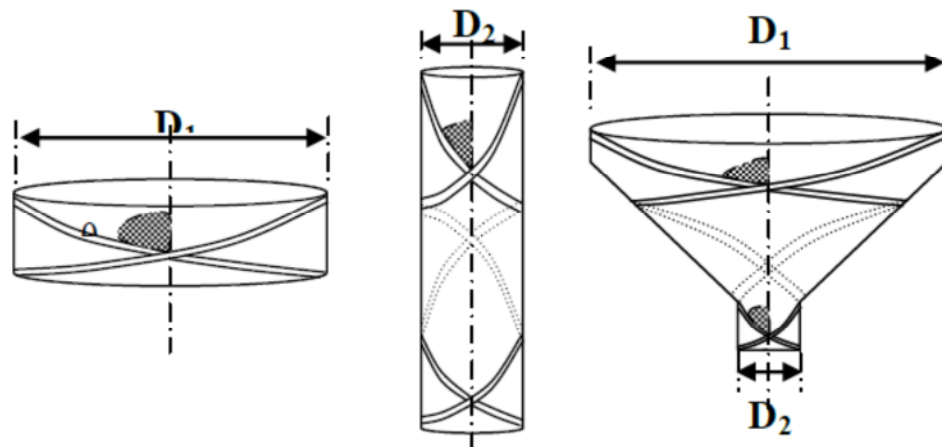
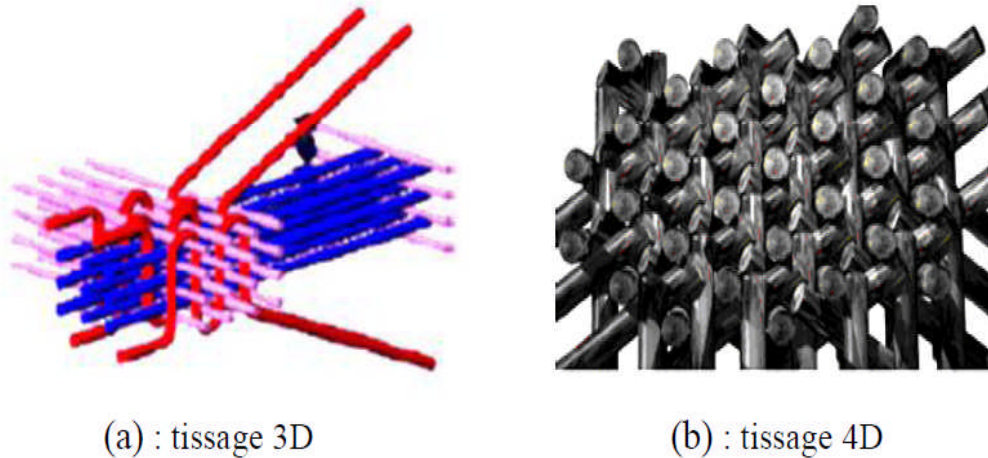


Figure I.8 : Tissage cylindrique et conique.

➤ **Tissus multidirectionnels :**

Les fibres sont tissées dans plusieurs directions. Ceci permet d'obtenir un tissu très dense et épais mais par conséquent peu souple, il est utilisé par exemple pour la réalisation de tuyère. Des tissages 3D et 4D sont montrés respectivement par les figures I.9a et I.9b.



(a) : tissage 3D

(b) : tissage 4D

Figure I.9 : Tissus multidirectionnels.

I.4.3 Nature des principales fibres

I.4.3.1 Les fibres de verre :

Actuellement, c'est de loin le renfort le plus utilisé dans les matériaux composites en raison du rapport performance mécanique/prix. Ces fibres sont composées principalement d'oxydes, généralement de silice (SiO_2), d'alumine (Al_2O_3), de magnésie (MgO), de chaux (CaO) et d'oxyde de bore (B_2O_3). On y retrouve aussi d'autres oxydes (Fe_2O_3 , K_2O , TiO_2 , etc.) et du fluor en très faibles proportions. En faisant varier la composition du mélange on peut obtenir différents types de verre. Les fibres sont filées à travers des filières en alliage de platine et de

rhodium. Chaque filière comporte un nombre important d'orifices (entre 400 et 4000) de 2 mm de diamètre environ. A une température de filage voisine de 1250°C pour les fibres de verre E, la viscosité est suffisamment basse pour que le mélange puisse s'écouler par les filières et former des filaments qui sont étirés à très grande vitesse (une vitesse de 60 m/s), refroidis à l'air et ensuite à l'eau [12]. Ces avantages et inconvénients d'utilisation sont regroupés au tableau I.1 [13].

Les différents types de verre se distinguent par leurs propriétés et leurs utilisations.

- Verre E : fibre la plus couramment utilisée.
- Verre D : est utilisé pour les circuits imprimés (en raison de leurs propriétés diélectriques).
- Verre R ou S : sont utilisés dans les industries de pointe pour les pièces de haute performance en raison de leurs haute résistance mécanique.

Tableau I.1 : Avantages et inconvénients des fibres de verre

Avantages	Inconvénients
Rapport performance mécanique / prix intéressant ; Bonne adhérence avec toutes les résines ; Disponibilité sous toutes les formes (fils, mat, tissus.) ; Résistance à des températures élevées ; Bonne résistance à l'humidité et à la corrosion ; Dilatation et conductivité thermique faible ; Bonne résistance spécifique (pour verre R) ; Bonne propriété diélectrique	Vieillessement au contact de l'eau ; Faible module (par rapport au carbone ou aramide).

I.4.3.2 Les fibres de carbone :

La fibre de carbone est la plus utilisée pour les composites (HP), elle est fabriquée d'une matière organique de base (appelée précurseur) constituée de fibre acrylique à partir du poly acrylonitrile (PAN) [10]. En raison de la diversité des techniques de fabrication et de nombre de paramètres entrant en jeu, les fibres produites ont des propriétés plus au moins différentes. On distingue deux grandes familles : -Les fibres à haute ténacité (HT) ou à haute résistance (HR), =3000 MPa. -Les fibres à haut module (HM), module en traction élevée. E= 400 GPa. Ces avantages et inconvénients d'utilisation sont regroupés au tableau I.2 [13]

Tableau 1.2 : Avantages et inconvénient des fibres de carbone

Avantage	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - excellentes propriétés mécaniques (ténacité, élasticité et module de Young) ; - très bonne tenue en température ; - dilatation thermique nulle ; - bonne conductibilité thermique et électrique ; - magnétisme et perméabilité aux rayons X ; - bonne tenue à l'humidité ; - usinabilité aisée ; - faible densité (<2). 	<ul style="list-style-type: none"> - prix très élevé ; - précautions à prendre dans la mise en oeuvre (fibres cassantes) ; - tenue limitée aux chocs et à l'abrasion ; - mauvais comportement chimique avec l'oxygène (à partir de 400°C), avec les acides oxydants à chaud et avec les métaux (corrosion galvanique) ; - adhésion difficile avec les résines.

Les autres types de fibres : Cette partie rassemble toutes les fibres qui ne se retrouvent pas dans les autres groupes. Généralement ces fibres sont utilisées pour des applications spécifiques (papiers spéciaux, pour une bonne conductivité électrique). Ces fibres possèdent des modules d'élasticité très faibles comparés aux autres fibres.

Les fibres concernées sont :

- Les fibres d'origine végétale (cellulose, lin, chanvre, etc.) ;
- Les fibres d'origine minérale (amiante, silice) ;
- Les fibres synthétiques (tergal, spectra, dacron, etc.) issus des polyesters, de Polypropylène ou de polyéthylène ;
- Les fibres métalliques (acier, cuivre, aluminium) qui sont utilisées souvent avec des matrices métalliques.

Ces fibres sont appréciées pour diverses raisons par exemple :

- Leur prix de revient assez bas ;
- Leur haute capacité d'isolation thermique,
- Leur bonne conductivité thermique et électrique ;
- Leur propriété d'isolation acoustique ;

Les caractéristiques mécaniques des fibres sont résumées dans le tableau I.3 [10].

Tableau I.3 : Principales caractéristiques mécaniques des fibres de base.

Fibre	Densité Kg/m ³	Charge de rupture en traction MPa	Charge de rupture en compression MPa	Allongement à la rupture %	Module d'élasticité longitudinale MPa	Diamètre du filament élémentaire en m
Verre E	2.54	3400	1200	4.8	73000	3-30
Verre R	2.48	4400	1300	5.4	86000	3-30
Aramide Bas module	1.45	3100	500	2	70000	12
Aramide haut module	1.45	3100	500	1	130000	12
Carbone haute ténacité	1.78	2800	1800	0.5	200000	8
Carbone haut module	1.8	2200	1300	-	400000	8
Bore	2.63	3500	3500	0.8	400000	100 – 200
Acier XC10	7.85	1000	-	-	210000	-
Aluminium	2.63	358	-	-	69800	-

I.4.3.3 L'interface

Les matériaux composites permettent, par association de fibres à caractéristiques élevées à des matrices, d'obtenir des performances accrues dans les directions de renforcement. Ces performances dépendent des propriétés intrinsèques des matériaux constitutifs du composites, mais également de l'interface, c'est-à-dire l'adhésion entre le renfort et la matrice [14].

A l'échelle macroscopique l'interface est une surface sans épaisseur, il existe deux types :

- les interfaces générées par le procédé de mise en œuvre du matériau. L'interface inter plis, défini par la superposition des plis et intra plis ou inter mèches au niveau d'un pli ;
- les interfaces liés à la structure elle-même du composite, créés par l'association des composants de base (matrice/renfort).

Il joue un rôle prépondérant dans la tenue du composite lorsqu'il est soumis à des contraintes.

Il assure la compatibilité renfort/matrice en transmettant les contraintes de l'un sur l'autre, sans déplacement relatif. Plusieurs rôles essentiels sont attribués aux interfaces pour un bon comportement du composite :

- assurer la continuité physique d'un constituant à l'autre à travers tout le matériau, en empêchant, par exemple, la formation de porosités ;
- transmettre les efforts : en effet, la matrice répartit et transmet les efforts aux fibres par l'intermédiaire des interfaces ;
- protéger l'une des deux phases : les fissures peuvent ainsi être déviées, l'humidité arrêtée par l'ensimage (fibre de verre) ou la réaction chimique de la matrice sur le renfort est ralentie (matrice métallique).

Les caractéristiques de ces liaisons (ou l'interface) sont fonction de plusieurs paramètres : les propriétés physico-chimiques des constituants (fibres et matrice), la microstructure, les contraintes thermiques résiduelles, la méthode d'élaboration du composite, etc...Il faut donc une bonne adhésion :

***Physico- chimique** : Assemblage par liaison inter moléculaire entre la fibre et la matrice.

***Mécanique** : Accrochage de la résine dans les aspérités existantes ou créées spécialement à la surface de la fibre. A cause de sa structure, l'interface, peut être considérée d'un point de vue mécanique, comme un point faible du composite.

I.4.4 Les charge

Les composites peuvent être renforcés par un autre matériau se présentant sous forme de fines particules : ce sont les charges. Apportent des propriétés particulières ou complémentaires, leurs rôle est de modifier les caractéristiques des matériaux et permettent un abaissement du prix de revient. Elles sont utilisées surtout dans les composites de grande diffusion, elles peuvent remplir différentes fonctions.

I.4.4.1 Charges renforçant

- a. Sphériques ($10 < \Phi < 150 \mu\text{m}$)** : Leurs intérêts sont de répartir régulièrement les efforts et évitent les concentrations de contraintes dans la masse du composite. On les trouve sous différents types : microbilles de verre creuses ou pleines, microbilles de carbone [13].

Non sphériques : Elles se présentent sous forme d'écailles (environ $300 \times 10 \mu\text{m}$) ou de paillettes. On utilise essentiellement le mica sous cette forme, mais il existe également des écailles de verre, d'alumine, de carbure de silicium, pour ce type de charge leurs rôles est : d'améliorer les propriétés diélectriques, la rigidité mécanique, mais aussi la tenue aux agents chimiques

b. Charges non renforçant : es Ces charges sont ajoutées à la résine afin de réduire le coût de la résine. Elles sont extraites de roches ou de minerais (carbonate de calcium, talc, kaolin, silices etc..). L'incorporation de ces charges à la matrice a pour effet d'augmenter certaines propriétés entre autres, la masse volumique, le module d'élasticité, la dureté, la viscosité et la stabilité dimensionnelle. Par contre, on obtient une réduction du prix, de la résistance à la traction et de la résistance à la flexion du composite.

c. Les Talcs : Les talcs sont utilisés pour améliorer l'isolation thermique et la résistance à l'eau, et faciliter l'opération de moulage. Le talc est la charge la plus utilisée dans les thermoplastiques. Il leur confère une meilleure résistance au fluage ainsi qu'une plus grande rigidité. Notons également que l'introduction de talc facilite l'usinage des produits finis [11].

I.4.5. Additifs

Ils s'ajoutent à faibles quantités, et interviennent comme :

- des catalyseurs ;
- des accélérateurs de polymérisation ;
- des lubrifiants et agents de démoulage ;
- des agents anti – retrait ;
- des agents anti – UV.

I.5 Architecture des matériaux composites

Les définitions suivantes sont utilisées pour comprendre les différentes architectures des composites.

* **Renfort unidirectionnel :** Fibres de renforcement disposées dans une seule direction (sauf indication contraire, le renfort est supposé continu).

* **Tissus :** Assemblage de mèches entrelacées.

* **Renfort dispersé :** Fibres disposées sans direction préférentielle, ou réparties aléatoirement sur une surface (sauf indication, les fibres sont supposées coupées et de quelques centimètres de longueur) – autre dénomination mat

* **Pli :** Nappe élémentaire dans la constitution d'un stratifié.

* **Couche :** Ensemble de plis identiques empilés avec la même direction

I.5.1 Les stratifiés

Les stratifiés sont constitués de couches successives de renforts (fils, stratifiés, mats...etc.) Imprégnées de résine, orientées de façon quelconque les unes par rapport aux autres [5].

Les avantages des stratifiés résident dans la possibilité d'adopter et de contrôler l'orientation des fibres pour que le matériau résiste à des sollicitations déterminées dans des meilleures conditions.

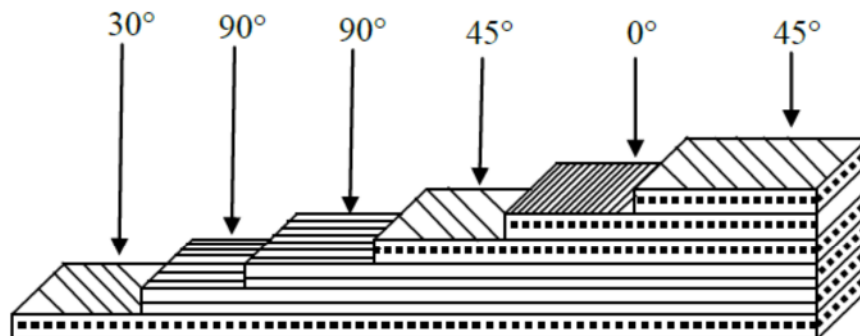


Figure I.11 : Désignation d'un stratifié.

La figure I.11 schématise un stratifié code (30/90₂/45/0/45)

Le codage se fait comme suite : depuis le pli extrême de coté $Z < 0$ jusqu'au pli extrême de coté $Z > 0$

* Chaque pli est repéré par son orientation ;

* Les plis successifs sont séparé par (/) ;

* Lorsque plusieurs plis de même direction sont groupés, un chiffre en indice indique le nombre des plis identique.

On pourra avoir des stratifiés de type :

- 1. Equilibré** : stratifié comportant autant de couches orientées suivant la direction $+ \theta$ que de couches orientées suivant la direction $- \theta$.
- 2. Symétrique** : stratifié comportant des couches disposées symétriquement par rapport à un plan moyen.
- 3. Orthogonal** : stratifié comportant autant de couches à 0° que de couches à 90° .

I.5.2 Composites sandwichs

Cette technique consiste à déposer une âme ou coeur (constituée d'un matériau léger possède de bonnes caractéristiques en compression) entre deux feuilles ou peaux (possèdent de bonnes caractéristiques en traction). (Figure I.12)

Les âmes peuvent être pleines (bois, mousse, ...etc.) ou creuses (alliages métalliques léger, papier, ...etc.). Les peaux sont des stratifiés ou des feuilles d'alliages légers.

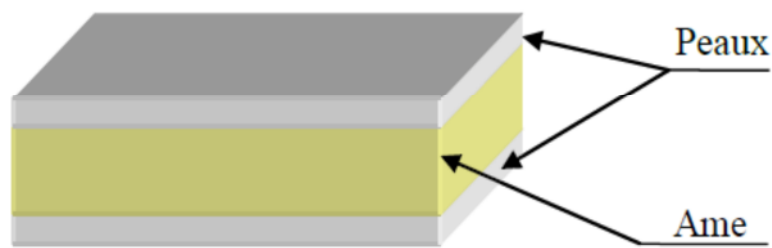


Figure I.12 : Structure en sandwich.

I.6 Procèdes de mise en œuvre

Les techniques de fabrication jouent un rôle considérable dans les composites car chacune des opérations influe de manière irréversible sur le produit final. De nombreuses méthodes de fabrication ont été développées pour répondre aux besoins, et leurs choix dépendent surtout des caractéristiques mécaniques dérivées et de la géométrie du produit, et l'importance des séries.

Il existe plusieurs méthodes pour élaborer et mettre en forme les composites qui peuvent être regroupées en catégorie :

- ✓ Par extrusion, très utilisée avec les thermoplastiques ;
- Par imprégnation, utilisée souvent avec les tissus et les fils ;
- ✓ Par dépôt pour les composites en sandwichs.

Ces techniques sont souvent suivies d'un moulage qui définit les formes du matériau. Le moulage peut être réalisé de plusieurs façons.

I.6.1 Moulage sous pression

La méthode la plus simple permettant l'obtention de pièces en grande série et à bas prix. Le taux de renfort est toutefois limité ;

I.6.1.1 Moulage au contact

✓ **Principe** : Procédé manuel pour la réalisation de pièces à partir de résines Thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée (figure I.13). Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée [11].

✓ **Cas d'utilisation** : Procédé pour petites séries : de 1 à 1000 pièces/an
Pièces de grandes à très grandes dimensions Le procédé consiste à déposer sur la forme :

- Une couche de surface (gel coat) et des catalyseurs de polymérisation ;
- Alternativement des couches de renforts (mats ou tissus) imprégnés au rouleau d'une résine polymérisant dans des conditions proches de l'environnement ambiant de l'atelier.

- ✓ **Caractéristiques principales** : dans ce tableau se dessine en présente les caractéristiques principales de moulage au contact

Tableau I.4 : Caractéristiques principales de moulage au contact.

Avantages	Limites
1. Très larges possibilités de forme 2. Pas de limite dimensionnelle 3. Une surface lisse gelcoatée (aspect, tenue à la corrosion) 4. Propriétés mécaniques moyennes à bonnes 5. Investissements spécifiques très faibles 6. Moules simples, peu onéreux, rapide à réaliser en interne	1. Une seule face lisse 2. Nécessité de finition (détourage, perçage, etc.) 3. Qualité tributaire de la main d'œuvre 4. Faible cadence de production par moule 5. Espace de travail important Conditions de travail médiocres

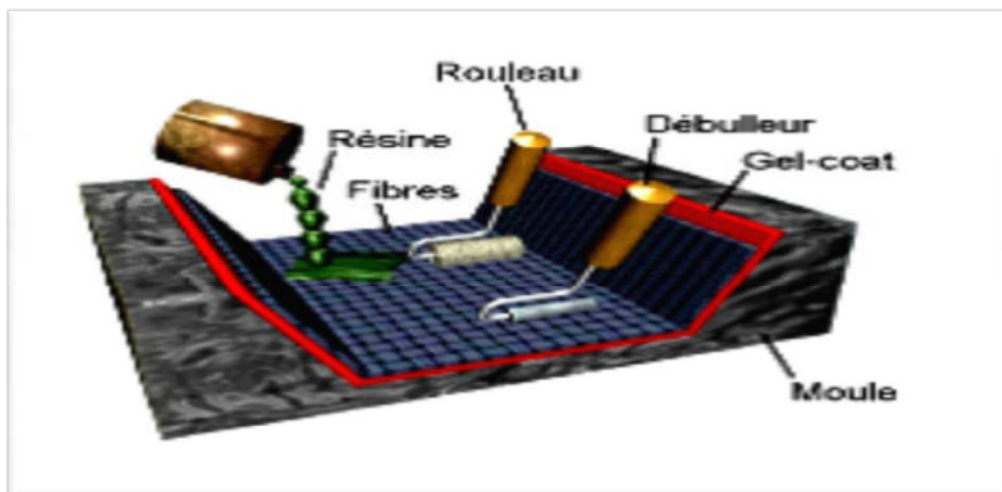


Figure I.13 : Principe de moulage au contact.

I.6.2 Autre technique de moulage

Moulage par injection simultanée ;

Moulage par compression ;

Moulage par injection de résine RTM ;

Moulage par compression semi-produit thermodurcissable ;

L'imprégnation en continu ;

Injection des thermoplastiques renforcés ;

Procédé d'estompage ;

Procédé d'injection par réaction de R-Rim.

Moulage sous vide

Les tableaux II.1 et II.2 présentent quelques caractéristiques des matrices TP et TD et leurs différences fondamentales.

Matrices résineuses		ρ_m Kg/m ³	E_m MPa	G_m MPa	ν_m	σ_m MPa	A %	α 10 ⁻⁵ °C ⁻¹	T_{max} °C
Thermodurcissables	Epoxyde	1200	4500	1600	0.4	130	2(100°C) 6(200°C)	11	90 à 200
	Phénolique	1300	3000	1100	0.4	70	2.5	1	120 à 200
	Polyester	1200	4000	1400	0.4	80	2.5	8	60 à 200
	Polycarbonate	1200	2400			60		6	120
	Vinylester	1150	3300			75	4	5	>100
	Silicone	1100	2200			35			100 à 350
	Uréthane	1100	700 à 7000			30	100		100
Polyimide	1400	4000 à 19000	1100	0.35	70	1	8	250 à 300	
Thermoplastiques	Polypropylène	900	1200			30	20 à 400	9	70 à 140
	Polysulfure de phénylène	1300	4000			65	100	5	130 à 250
	Polyamide	1100	2000			70	200	8	170
	Polyéther sulfone	1350	3000			85	60	6	180
	Polyéther imide	1250	3500			105	60	6	200
	Polyétheréthe rcétone	1300	4000			90	50	5	140 à 250

Conclusion

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 bien spécifiques. Les charges que l'on rencontre les plus souvent sont les charges minérales, les fibres de verre, le noir de carbone ou les poudres métalliques. Ces charges, présentes dans la matrice polymère, ont généralement une taille de l'ordre du micron. Les charges minérales permettent souvent d'améliorer les propriétés diélectriques, la résistance à la chaleur et les propriétés mécaniques. Les fibres donnent lieu à une interaction importante entre leur surface et la matrice polymère et donc jouent un rôle important de renfort et de résistance à la rupture. Le noir de carbone et les poudres métalliques sont essentiellement utilisés pour rendre les polymères conducteurs de l'électricité ou de la chaleur, et parfois pour augmenter leur densité.

Chapitre 2

Introduction

De nos jours, l'utilisation des ressources naturelles dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente, et ce, du fait que ces ressources sont moins coûteuses et rivalisant. De plus, les tendances industrielles se penchent vers des produits propres et écologiques, d'où l'intérêt d'intégrer des produits naturels facilement recyclable et biodégradables. Dans ce chapitre nous allons présenter le Mica, minéral utilisé comme charge dans notre travail ; nous exposons les différentes sortes de mica, leurs structures ainsi que les domaines d'application de ces minéraux.

II .1 Description des Micas

II.1.1 Étymologie

Le mot mica vient du latin micare signifiant briller, scintiller . Une autre étymologie propose "miette" parce que ce minéral est friable . Son usage comme substitut à la poudre d'or l'a fait appeler (or de chat)

II.1.2 Définition du Mica

Les micas sont des minéraux fréquents et abondants dans les roches métamorphiques (gneiss, micaschistes), ainsi que dans les roches magmatiques (granites). Ils forment une famille de minéraux, du groupe des silicates sous-groupe des phyllo silicates formé principalement de silicate d'aluminium.



Figure II.1 Photographie montrant l'aspect feuilleté des Mica

II.2 Structure minérale du Mica :

Le mica fait partie de la famille des phyllo silicates, une des cinq familles des silicates. Les silicates [6][7][8] constituent une classe de matériaux (comme les sulfures, les carbonates...) formés essentiellement d'assemblages de tétraèdres quasi réguliers dont les centres sont occupés par des atomes de silicium ou d'aluminium et les sommets par des atomes d'oxygène.

Ces tétraèdres ZO₄ (Z = Si, Al) sont reliés entre eux par l'intermédiaire d'autres éléments ou directement. Ils se caractérisent par leur aspect feuilleté (*phyllites*).

Les feuillets de Mica ont une épaisseur inter foliaire de 1nm, un clivage très fin et une certaine élasticité.

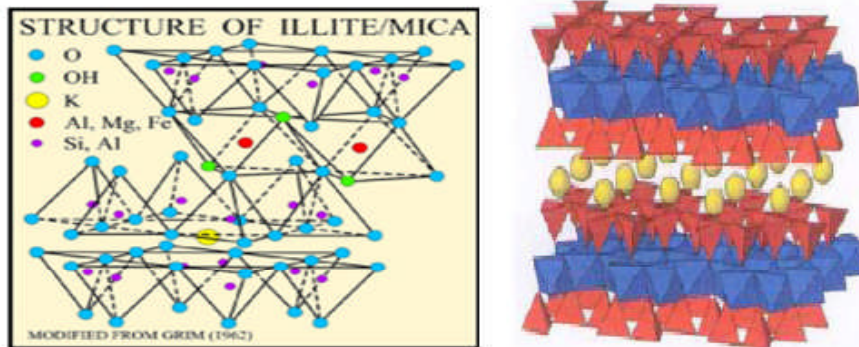


Figure II.2 : Schémas d'un feuillet de mica

Les micas ne s'exfolient pas facilement et conservent ainsi leur structure lamellaire, Les micas sont des minéraux fréquents et abondants dans les roches métamorphiques (*gneiss, micaschistes*), ainsi que dans les roches éruptives plutoniques ou filoniennes (*granites, lamprophyres*).

Ce sont des silicates hydratés, plus ou moins alumineux et presque toujours potassiques, qui contiennent en proportion variable du fer et du magnésium, ainsi que divers éléments mineurs à des teneurs parfois exploitables.

À la surface du globe, les micas s'altèrent en perdant principalement leur potassium, qui se trouve remplacé, selon les conditions du milieu d'altération, soit par des ions alcalino-terreux (*vermiculitisation*), soit par de l'aluminium (*chloritisation*).

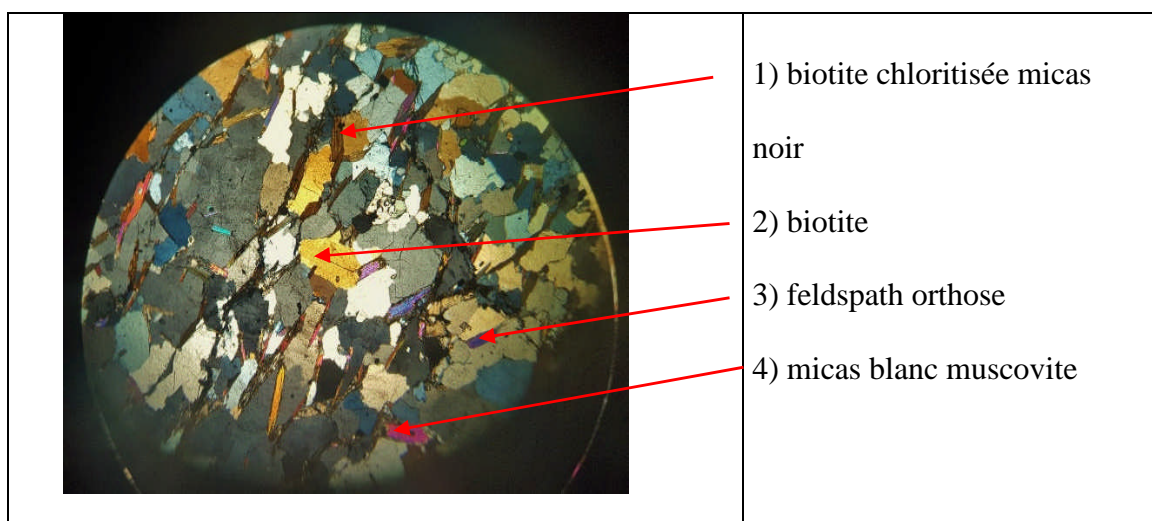


Figure II.3 : Différents éléments minéraux existants dans un feuillet de Mica

II.3 Propriétés du Mica

Le Mica possède des propriétés naturelles exceptionnelles, il peut résister à toutes sortes d'éléments – feu, électricité, éléments chimiques, forces mécaniques, radiation tout en étant sans risque pour l'environnement. C'est un matériau durable et écologique

Les micas se présentent généralement en cristaux de quelques millimètres de côté, de forme pratiquement hexagonale et d'aspect souvent plié. Il existe divers modes d'empilement des feuillets (Figure n°4) :

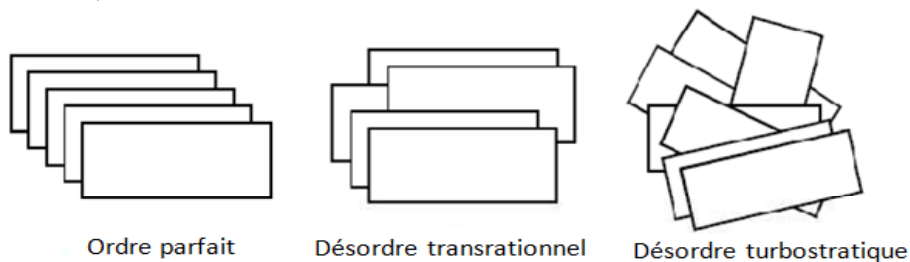


Figure II 4 : Ordre et désordre obtenus par empilement de feuillets

- des empilements ordonnés, superposition exacte des feuillets ou décalage régulier,
- des empilements désordonnés, désordre transrationnel ou turbo statique.

II.3.1 Propriétés Physique du Mica

Le mica est flexible, transparent à opaque, résistant, réfléchif, réfracteur et de poids léger. Il est également totalement incompressible.

- **Au niveau électrique**

Le mica possède la combinaison unique suivante :

- Forte résistance diélectrique (jusqu'à 60kv/mm) avec une stabilité diélectrique uniforme.
- Faible perte de puissance à haute fréquence (facteur q élevé),
- Excellente résistance aux décharges électriques (faible érosion et oxydation)
- Perméabilité aux micro-ondes.

- **Au niveau thermique**

Le mica est relativement souple et peut être découpé, outillé, poinçonné à n'importe quelle taille. Il peut être de forme sophistiquée avec des trous précis et des tolérances serrées. En même temps, il possède une forte résistance à la compression et peut facilement tenir des tensions et pressions mécaniques.

II.3.2 Propriétés chimique du Mica

Le mica est totalement stable et inerte aux actions de l'eau, des acides (voir les Propriétés), de l'alcalin, de l'huile et des solvants. De plus, il est peu sensible aux variations atmosphériques. Nous résumons les différentes propriétés du Mica dans le tableau II.1 ci-dessous.

II.4 principaux types de micas (La muscovite et la phlogopite) :

Les micas sont classés en deux séries :

- les micas blancs dioctaédriques $X^+Y^{3+}_2[AlSi_3O_{10}(OH, F)_2]$ sont des silicates riches en aluminium et en potassium. Le mica blanc le plus fréquent est la muscovite $K^+Al^{3+}_2[AlSi_3O_{10}(OH, F)_2]$
- les micas noirs trioctaédriques $X^+Y^{2+}_3[Al_{1+x}Si_{3-x}O_{10}(OH)_2]^{7-}$ sont des silicates contenant surtout du magnésium avec du potassium et du fer. De couleur brun à noir.

❖ Usages

La muscovite et la phlogopite constituent les seuls micas utilisés par l'industrie. Ils sont exploités pour leurs caractéristiques physiques (résistance thermique, résistance à la déformation) plutôt que pour leur composition chimique. Le mica phlogopite est préféré lorsque la combinaison d'une forte stabilité thermique à une température plus élevée est nécessaire.

Ces deux types de micas peuvent être utilisés dans :

- les industries électroniques, électriques et thermiques ;
- les boues de forage ;
- la peinture ;
- le plastique ;
- le caoutchouc ;
- la céramique,
- les ciments à joints ;
- les plâtres ;
- les bardeaux à toiture ;
- les objets décoratifs.



Phlogopite

Les micas entrent également dans la fabrication :

- de diaphragmes pour masques à oxygène ;
- de retardateurs d'onde pour les équipements d'optique particuliers ;
- d'équipements de rayons X ;
- de plaquettes de freins et de moteurs étanches.

❖ Types de gisement

La **muscovite** est très répandue dans plusieurs environnements géologiques.

- C'est un constituant primaire des roches ignées felsiques (granites, aplites, pegmatites et alaskites).
- On la trouve dans les roches métamorphiques (gneiss, schiste, micaschiste).
- Elle constitue également le principal produit d'altération des roches granitiques (greisen).
- La muscovite se trouve aussi dans les roches sédimentaires détritiques.

La **phlogopite** est associée aux roches ultrabasiques des complexes alcalins et aux carbonatites. On la trouve dans des pegmatoïdes (pyroxénites issues de la transformation de marnes), dans les zones de contact entre les gneiss et les cipolins.

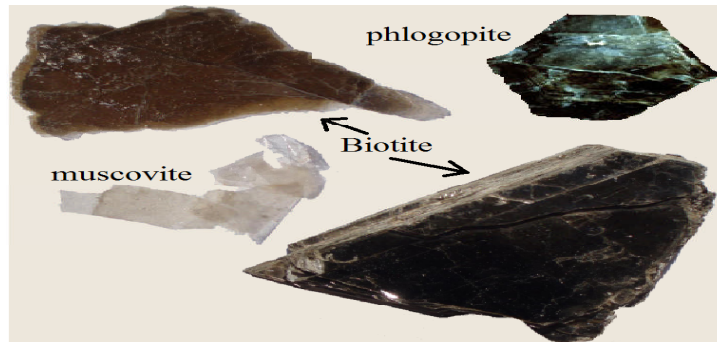


Figure II.5 différents types de mica

Tableau II.1 Propriétés du mica muscovite et du mica phlogopite.

	UNITÉ	MUSCOVITE	PHLOGOPITE
Composition Chimique		$K_2O, 3Al_2O_3, 6SiO_2$	$K_2O, 3Al_2O_3, 12MgO, 12SiO_2$
Couleur		Rubyou Green(vert)	Ambre
Densité	kg/dm ³	2,6-3,2	2,6-3,2
Chaleur spécifique	grcal/*C	0,207	0,207
Résistance Thermique	°C/W	0,5	0,5
Conductivité Thermique	W/m°C	0,35	0,35
Dureté M.O.H.	MOH	2,8-3,2	2,5-3
Dureté Shore	SHORE	80-105	70-100
Indice de Réfraction		5°-75°	5°-25°
Résistivité Spécifique	ohm/cm	2x10 ¹³ -10 ¹⁷	2x10 ¹³ -10 ¹⁷
RigiditéDiélectriqueà25°C	KV/mm	60à240	120à168
ConstanteDiélectriqueà25°Ck		6,5-8,7	5-6
Angle Axial Optique		5°-25°	5°-25°
Facteur de Perte Diélectrique	%	0,1-0,4	0,1-0,5
Coefficient de dilatation thermique	cm/cm/*C	9-12x10 ⁻⁶	12-12x10 ⁻⁶
Module d'élasticité	Kg/mm ²	1,76x10 ⁴	1,76x10 ⁴
Résistance à la traction	kg/mm ²	ca.17,5	ca.10
Teneur en Eau de Cristallisation	%	4-5	3
Evaporation eau cristallisation (calcination)	°C	600°-800°	>950°
Température maxi d'utilisation	°C	600°-700°	800°-900°

Résistance à la compression	Kg/mm ²	22,5	22,5
Transparence		Bonne à très bonne	Mauvaise
Résistance aux acides		Attaqué uniquement Par H ₂ F ₂ (Acide Fluoridrique)	Attaqué uniquement Par H ₂ SO ₄ (Acide Sulfurique)

II.4.1 type de mica étudié : la muscovite

II.4.1.1 Structure du mica muscovite

La maille élémentaire du mica muscovite contient quatre groupements formulaires. Sa structure, déterminée par Jackson et West [Jac33] et Radoslovich [Rad60] est monoclinique (groupe d'espace C2/c): a = 5,189 Å, b = 8,995 Å, c = 20,096 Å et p = 95°11'.

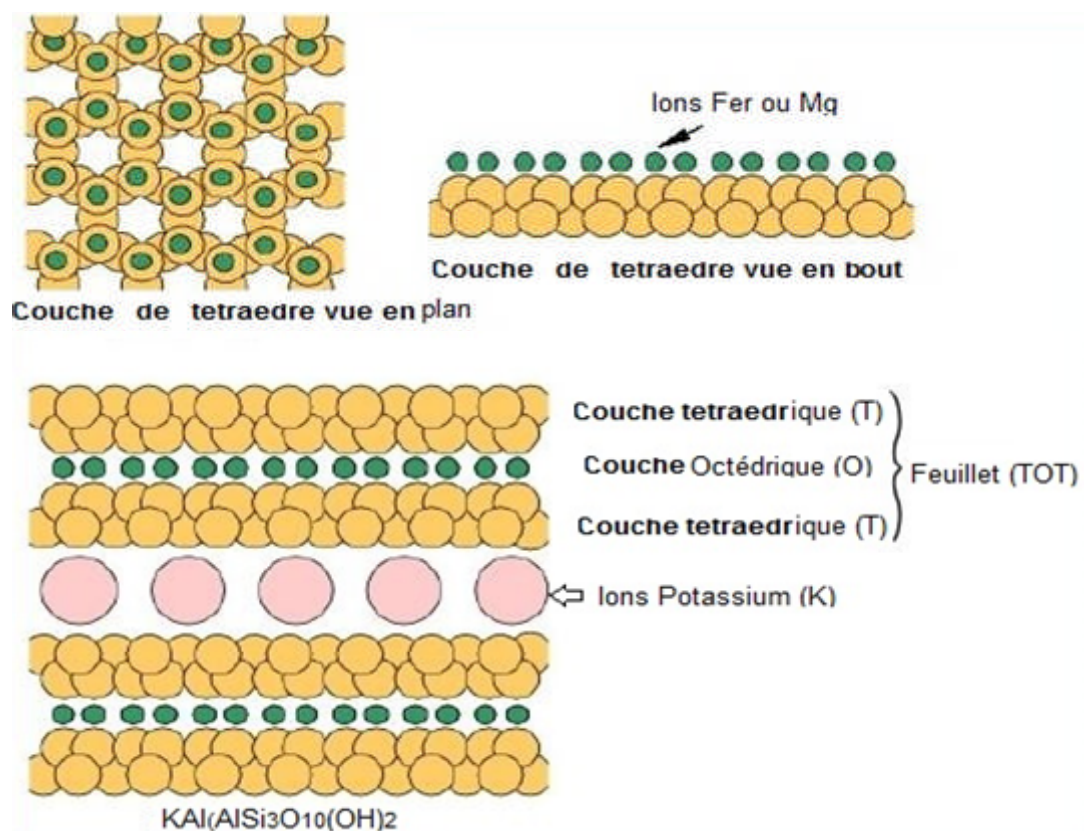


Figure II.6 : schéma de la structure des micas en couches

Lors du chauffage du mica entre 700 et 1200°C deux stades sont observés. Le premier commence aux environs de 700°C avec la déshydratation et se termine avec la destruction du

réseau vers 1050°C. Le second est caractérisé par la naissance de nouvelles phases dont la plus grande partie est amorphe ou mal cristallisée.



Figure II.7 différentes sorte de Mica Muscovite

II.5 Le clivage du Mica

Le clivage est la propriété du minéral de se rompre selon des directions déterminées.

II.5.1 Le clivage :

Est un plan de cassure privilégié dont l'orientation est dictée par la structure cristalline... ". C'est donc la propriété de certains minéraux de se casser suivant des directions prédéterminées par la structure atomique du minéral.

Le clivage est un bon caractère d'identification et se distingue grâce à différents degrés :
-le Mica a un excellent clivage, le minéral se clive en fines lamelles dans un sens.



Figure II.8 Clivage du Mica

On estime la qualité du clivage suivant 6 niveaux :

- **Excellent**, le minéral se clive en fines lamelles dans un sens. (ex : muscovite...)
- **Très bon**, le minéral se clive en formes régulières délimitées. (ex : galène en cubes, calcite en rhomboèdres...)
- **Bon**, les plans de clivage ne sont pas parfaitement droits (ex : orthose...)
- **Imparfait**, les surfaces de clivage sont irrégulières. (ex : apatite...)
- **Très imparfait**, on ne voit pas bien le clivage.
- **Mauvais**, il n'y a pas réellement de clivage (ex : pyrite...) (on parle alors de cassure).

Certains minéraux, à défaut de montrer des clivages, peuvent posséder des plans de séparation...

II.6 Domaine d'application du Mica :

En raison de leur transparence et de leur stabilité thermique, *les muscovites* et *Phlogopites* ont longtemps été utilisées dans les fours et chaudières, rôle dans lequel le verre de silice les a maintenant supplantées. Les propriétés électriques des micas ont en revanche beaucoup favorisé leur utilisation, soit sous forme de monocristaux, soit en agglomérés.

Grâce à leur transparence, les micas sont toujours utilisés et en grande quantité dans la synthèse des pigments à effets visuels spéciaux (interférentiels..). À côté des minéraux naturels, des micas de synthèse uniquement fluorés ont été mis au point. Vu l'importance des aluminosilicates naturels dans la nutrition, un effort considérable a été fait pour l'étude de tels matériaux comme échangeurs d'ions. Les phyllo silicates suscitent un intérêt croissant non seulement au niveau de la recherche publique mais aussi dans le monde industriel. On peut citer diverses utilisations des micas en tant par exemple qu'isolants électriques [35][36] (les papiers de mica et plus particulièrement la muscovite en raison de son exceptionnelle propriété électrique isolante), ou additifs anticorrosion dans les peintures et dans les ciments [37].

On trouve les poudres ou les plaquettes de mica dans les composites à base de polymères dont elles améliorent les propriétés électriques ou mécaniques [38] et la perméabilité [39]. Elles sont également utilisées dans le secteur des cosmétiques. La plupart de ces applications dépendent des propriétés de surface du mica, qui varient elles-mêmes avec la nature des ions présents sur cette surface.

II.6.1 Exemples de secteurs d'utilisation

Les industries consommatrices de micas de grandes dimensions (> 4 cm²) et celles utilisant les micas broyés ou fragmentés ne sont absolument pas les mêmes.

➤ **Utilisation des micas en feuilles**

A l'origine, le mica était utilisé comme vitre ou pour constituer des fenêtres de poêles, de fours ... Actuellement, ce sont les industries électroniques, électrique et thermique qui consomment la quasi-totalité de la production mondiale. Par exemple, en 1987, les Etats-Unis ont utilisé 58 % de leur mica en blocs dans l'industrie électronique.

➤ **-Usages en électronique**

La plus grande partie du mica en feuilles est utilisée dans la fabrication de tubes à vide, afin de positionner, isoler et supporter les composants à l'intérieur de l'enveloppe (tubes de télévision couleur) . Il entre dans la fabrication des lasers hélium-néon, dans les systèmes d'enregistrement des ordinateurs ...

La fabrication de condensateurs de voltage élevé nécessite l'utilisation de micas, muscovite pour les hautes fréquences, muscovite ou phlogopite pour les basses. Deux types de condensateurs sont fabriqués (micas plaqués et micas argentés). On estime le marché mondial de ce type de mica à plusieurs centaines de millions de francs par an.

➤ **Usages dans l'industrie électrique**

Le mica en feuilles est utilisé pour la fabrication de transformateurs, de petits éléments chauffants, de rhéostats, de fusibles, de lampes à incandescence, pour isoler le bâti des générateurs, etc ... Le mica entre dans la fabrication des fers à repasser, des bouilloires électriques, des grille-pain, des radiateurs, etc ...

➤ **Utilisations dans l'industrie thermique**

Dans ce secteur d'activité, la phlogopite est utilisée de préférence à la muscovite, car sa résistance thermique est supérieure : on peut utiliser la première jusqu'à 1000°C, et la seconde se dégrade à partir de 600°C.

Elle entre dans la fabrication de regards pour des fours, de blindages de jauges de chaudières ou d'autoclaves. La résistance thermique de la phlogopite la fait également préférer dans certaines utilisations particulières (accumulateurs des missiles thermosensibles . . .)

➤ **-Usages particuliers**

Les micas en feuilles sont utilisés dans la fabrication de moteurs étanches, de diaphragmes pour masques à oxygène, de retardateurs d'onde pour des équipements optiques particuliers ("micas quart d'onde" des microscopes pétrographiques . . .), dans des équipements utilisant les rayons X... Certains micas, très résistants aux fortes pressions, sont également utilisés pour la fabrication de poudre de diamant synthétique et de nitrure de bore.

Conclusion

Les charges minérales permettent souvent d'améliorer les propriétés diélectriques, la résistance à la chaleur et les propriétés mécaniques. Nous avons défini le Mica, charge utilisée dans notre étude afin de charger notre matériau composite. Le Mica se trouve abondant dans les carrières d'agrégats en Algérie.

Chapitre 3

Introduction

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, du module d'Young à la limite d'élasticité, la déformation la résilience en passant par la ténacité ou la résistance à la fatigue, et ce dans des conditions variables, par exemple de température ou de vitesse de sollicitation.

Le propos de ce chapitre est de présenter les techniques expérimentales les plus couramment utilisées, aussi bien dans les laboratoires universitaires qu'industriels, pour caractériser le comportement mécanique des matériaux.

III.1 Propriétés physique et mécaniques des composites :

Les propriétés physiques et mécaniques des composites sont complexes car directement liées au comportement d'un mélange fortement anisotrope.

a) loi des mélanges :

La loi des mélanges permet sous certaines conditions de déterminer certaines caractéristiques du composite en fonction de la fraction volumique du renfort. Par exemple si on prend :

- P_M Propriétés de la matrice
- P_R Propriétés du renfort
- P_C Propriétés du composite
- V_C Fraction volumique(%) du renfort

La propriété du composite est :

$$P_C = V_R P_R + (1 - V_R) P_M \quad (\text{II.1})$$

b) - la densité du composite :

À partir de la loi énoncée ci-dessus on peut calculer la densité moyenne du composite.

Si : ρ_M densités de la matrice et ρ_R densité du renfort, alors la densité du composite ρ_C est :

$$\rho_C = V_R \rho_R + (1 - V_R) \rho_M \quad (\text{II.2})$$

c) Le module de Young du composite E_c , R_{ec} et R_{mc} :

Lorsqu'on mélange deux matériaux au comportement élastique linéaire et de module de Young différent, le produit est encore élastique et linéaire.

Le calcul de module de Young est possible à partir de la loi des mélanges si la force est parallèle aux fibres. Dans ce cas sous l'effet d'une force F , la matrice, les fibres et le composite subissent une déformation unitaire identique, ce qui se traduit par :

$$\varepsilon_C = \varepsilon_M = \varepsilon_R \quad (\text{II.3})$$

Par application de la loi des mélanges on obtient :

➤ Pour le module de Young :

$$E_c = V_R E_R + (1 - V_R) E_M \quad (\text{II.4})$$

De la même manière on peut déterminer :

-La limite d'élasticité du composite

$$R_{e_c} = V_R R_{e_R} + (1 - V_R) R_{e_M} \quad (\text{II.5})$$

-La résistance maximale à la traction du composite :

$$R_{m_c} = V_R R_{m_R} + (1 - V_R) R_{m_M}$$

Pour une force perpendiculaire au sens des fibres, les contraintes dans la matrice, dans les renforts et dans le composite sont identiques. Cela se traduit par :

$$\sigma_R = \sigma_M$$

III.2 Mode d'essais mécaniques :

III.2.1 Essais de traction

L'essai de traction constitue un des essais les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux. Etant purement uni axial du moins tant qu'il n'y a pas de striction (diminution catastrophique de la section de l'éprouvette au centre de celle-ci), il permet de s'affranchir des méthodes de calcul inverse pour aboutir directement à une loi de comportement uni axiale.

Il permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées, comme la contrainte à rupture, la contrainte maximale, la limites d'élasticité, etc. nécessaires dans les calculs de structure. Nous donnons ici tout d'abord la description générale d'une machine de traction, puis des éléments concernant les éprouvettes, les mesures de déformation et de charge appliquée.

III.2.1.1 Description générale d'une machine de traction

Une machine de traction est constituée d'un bâti portant une traverse mobile. L'éprouvette de traction, vissée ou enserrée entre des mors, selon sa géométrie, est amarrée à sa partie inférieure à la base de la machine et à sa partie supérieure à la traverse mobile (dans le cas d'une machine mécanique) ou au vérin de traction (dans le cas d'une machine hydraulique).

Le déplacement de la traverse vers le haut réalise la traction. Une machine de traction comporte une cellule de charge, qui permet de mesurer l'effort appliqué à l'éprouvette et le déplacement de l'éprouvette peut être suivi de diverses façons. Les dispositifs expérimentaux sont généralement asservis et peuvent être pilotés à vitesse de montée en charge, à charge constante, à vitesse de déformation constante, etc. selon ce qui peut être proposé par le système de pilotage (figure III .1).

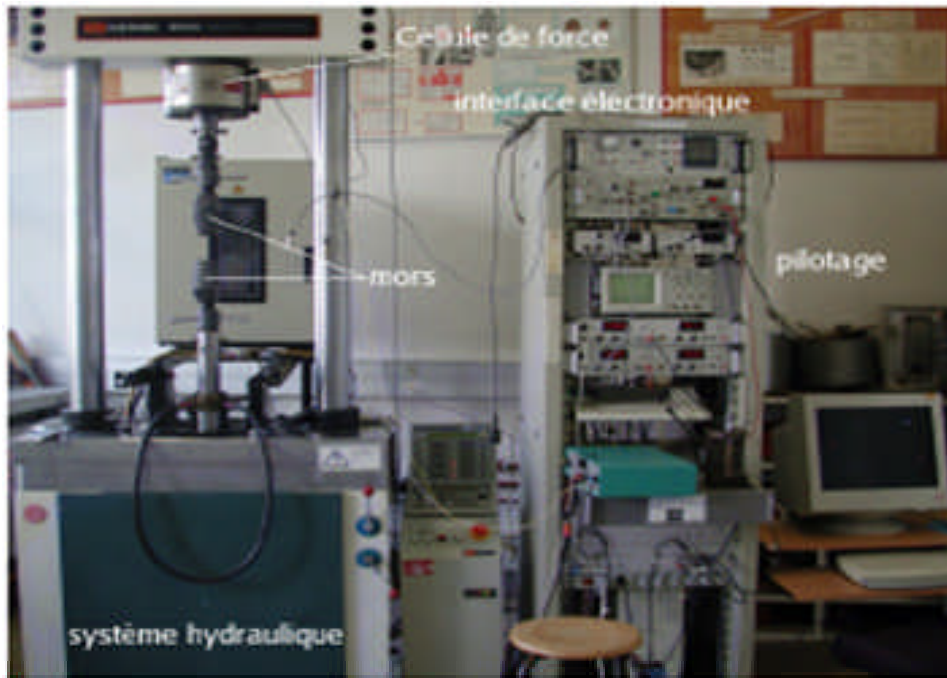


Figure III.1 machine de traction

III.2.1.2 Epreuves de traction

Les éprouvettes de traction adoptent deux géométries : cylindrique ou plate. La section doit être constante sur une longueur suffisante pour obtenir un état de contrainte homogène pendant l'essai.

Aux deux extrémités sont usinées des têtes d'amarrage avec des rayons de courbures suffisamment grands pour éviter des concentrations de contrainte excessive.

La figure III .2 présente des éprouvettes de traction de formes différentes : cylindriques et plates.

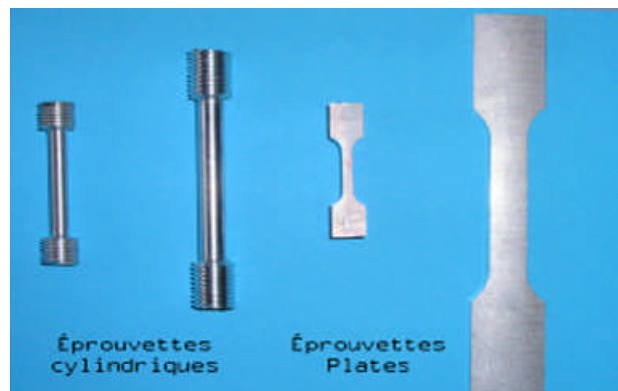


Figure III.2 Eprouvettes de traction (plates et cylindriques)

Les extrémités sont plus épaisses pour moins se déformer, elles se raccordent à la section utile (plus étroite et longue pour obtenir un état de contrainte réellement uni axial) par des congés usinés de façon à éviter de trop fortes concentrations de contraintes (donc avec un rayon de courbure aussi grand que possible). Image de droite : exemple de dispositif de traction

III.2.1.3 Traction longitudinale [8]

L'effort F est appliqué dans la direction des fibres (composite unidirectionnel), comme le montre la figure (III.3)

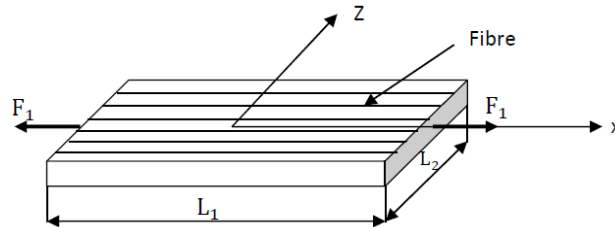


Figure III.3 : traction longitudinale

Les caractéristiques tirées sont :

La contrainte normale :

$$\sigma_{xx} = \frac{F_1}{S_1} \quad (II8)$$

Avec S_1 : section droite du matériau

Les déformations longitudinales et transversales :

$$\epsilon_{xx} = \frac{\Delta L_1}{L_1}$$

$$\epsilon_{zz} = \frac{\Delta L_2}{L_2}$$

Le module de Yong E :

$$E = \frac{\sigma_{xx}}{\epsilon_{xx}}$$

III.2.1.4 Traction transversale :

L'effort F est appliqué suivant le sens de trame (direction transverse aux fibres)

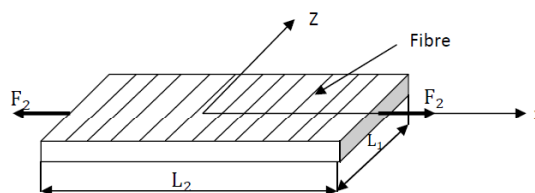


Figure III.4 : traction transversale

La contrainte normale est :

$$\sigma_{xx} = \frac{f_2}{S_2}$$

Avec S_2 : section droite du matériau sur laquelle s'exerce la charge

Le module de Yong :

$$E = \frac{\sigma_{zz}}{\epsilon_{zz}}$$

III.2.1.5 Traction hors axe :

L'effort F est appliqué à un angle de 45° par rapport aux fibres (les fibres sont inclinées de 45°), cet essai est utilisé pour mesurer le module de cisaillement G

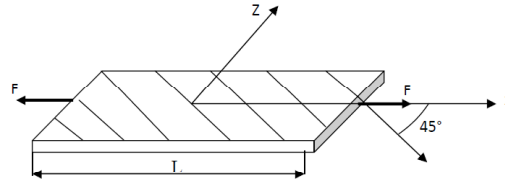


Figure III.5 : Traction hors axes

La contrainte normale est :

$$\sigma_{xx} = \frac{F}{S}$$

Le module de Yong est :

$$E_{45} = E_{xx} = \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx}}$$

L'essai de traction ne permet pas toujours d'avoir les caractéristiques exactes à cause de la présence des contraintes de contact qui sont dû à la fixation de l'éprouvette.

Lors de l'essai de traction, il faut y'avoir un désalignement entre la direction d'application de la charge et celle des fibres, sinon les valeurs mesurées seront nettement plus faibles que les valeurs réelles du module d'Yong (cas d'un composites unidirectionnel)

Un problème qui n'est pas aussi critique dans le cas d'un essai de traction transversale

- **Courbe conventionnelle :**

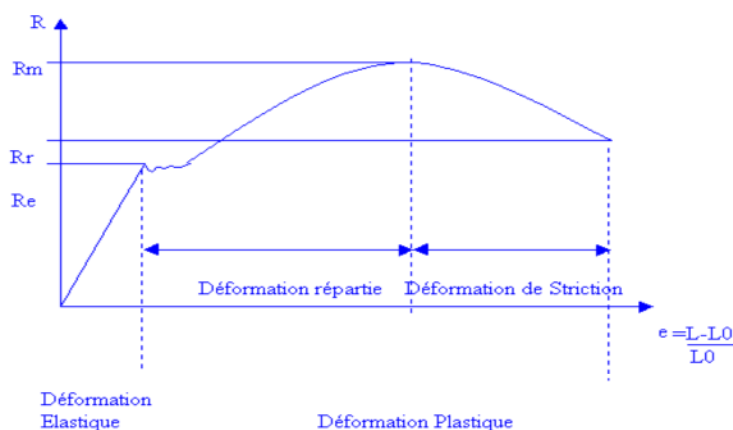


Figure III.6 Courbe conventionnelle de l'essai de traction.

L'essai de traction donne plusieurs valeurs importantes :

Le module de Young E ou module d'élasticité longitudinale ;

La limite élastique Re ou σ_e qui sert à caractériser un domaine conventionnel de réversibilité ;

La limite à la rupture Rm ou σ_m ;

L'allongement à la rupture A , qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture, propriété intéressante dans certaines applications ;

Le coefficient de Poisson, qui chiffre la variation de volume induite par la déformation des matériaux dans le domaine élastique.

III.2.2 Essai de flexion

L'essai de flexion est certainement l'essai macroscopique le plus utilisé pour caractériser la qualité de l'adhésion fibre-matrice pour les composites unidirectionnels [10] – [13].

Destinés à évaluer le niveau d'adhésion fibre-matrice à partir d'essais de flexion sur poutre courte.

Il nous permet d'extraire la contrainte et la flèche à la rupture, et, le module de Young. Pour cet essai deux configurations qui peuvent être retenues : essai de flexion trois points et essai de flexion quatre points.



Figure III-7: Dispositif de flexion trois points

III.2.2.1 Essai de flexion trois points :

Cet essai consiste à imposer une déformation (ou *flèche*) à une éprouvette normalisée (barreau rectangulaire) placé sur deux appuis, à l'aide d'un poinçon se déplaçant à vitesse constante à une distance des deux appuis, puis on mesure la force qu'oppose l'éprouvette à cette déformation.

III.2.2.2 Principe de l'essai :

Le principe de cet essai est simple car il consiste à déformer à une vitesse constante de 2 mm/mn un barreau (éprouvette) rectangulaire mis entre deux appuis et d'une panne située à égale distance des appuis (pour notre cas).

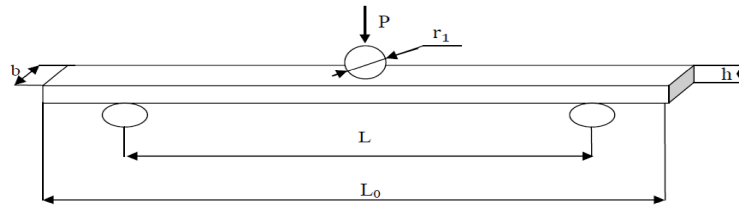


Figure III.8 : essai de flexion trois points

Avec :

P : charge appliquée, L longueur entre appuis ; L0 : longueur de l'éprouvette ; h : hauteur de l'éprouvette.

b : largeur de l'éprouvette.

r : rayon de la panne centrale

La contrainte normale est nulle le long de l'axe neutre de l'éprouvette, alors elle va croissante en traction d'un coté de cette axe et croissante en compression de l'autre côté.

En d'autre terme les éléments de volume de l'éprouvette ne sont pas soumis à la même sollicitation mécanique contrairement à l'essai de traction et de compression

Il y a aussi une autre contrainte qui atteint le maximum au niveau de la fibre neutre dite contrainte de cisaillement.

On enregistre la courbe contrainte déformation en flexion :

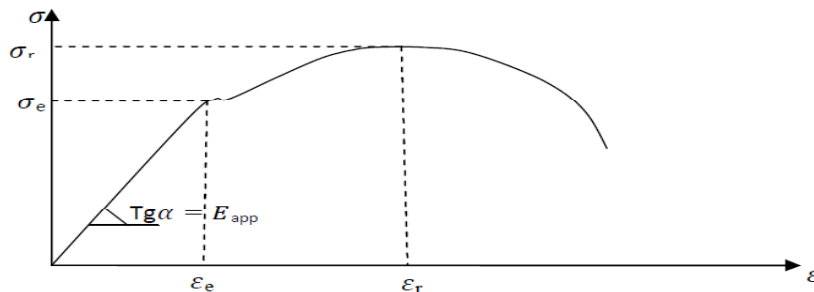


Figure III.9 : courbe de contrainte déformation pour un matériau ductile

L'analyse de cette courbe permet l'évaluation des caractéristiques principales du matériau :
Module apparent :

$$E_{App} = \frac{L^3}{4bh^3} \frac{\Delta P}{\Delta y}$$

Contrainte à rupture :

$$\sigma_r = \frac{3P_{max} L}{2bh^2}$$

$$\epsilon_r = \frac{6hf}{l^2}$$

Déformation à rupture :

$$\tau = \frac{3P}{4bh}$$

Contrainte de cisaillement :

III.2.3 Essais de résilience.

Les essais au choc ont pour objectif de déterminer l'énergie de rupture. Le principe de mesure de la résistance aux chocs (résilience) consiste en la sollicitation rapide d'une éprouvette polymérique pour qu'elle casse et de mesurer l'énergie dissipée dans la rupture. Cet essai permet de déterminer la sensibilité à l'entaille, les vitesses de sollicitations peuvent atteindre

$\dot{\varepsilon} = 20 \text{ à } 50 \text{ s}^{-1}$, soit des vitesses de déplacement de 1 à 5 m/s

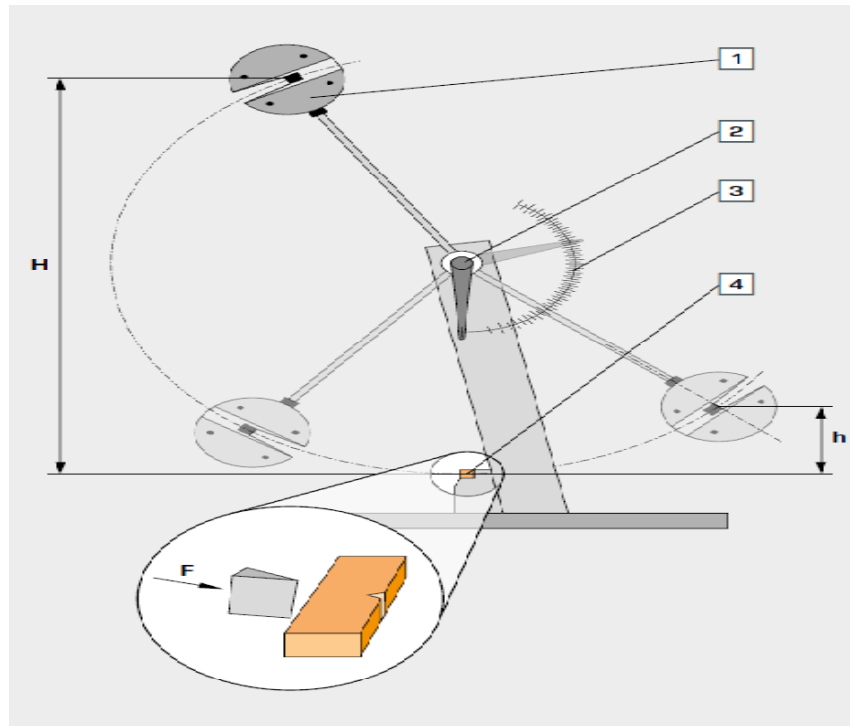
La fragilité d'un matériau ne dépend pas seulement de lui, elle est également influencée par des données extérieures telles que la température ou l'état de contrainte.

III.2.3.1 les essais standards

Les essais standards les plus courants sont les essais Charpy et Izod.

- **Essai Charpy**

Un marteau d'un mouton-pendule vient frapper un barreau entaillé ou non (la géométrie de l'entaille, le rayon de fond d'entaille en particulier, est normalisée), posé horizontalement entre deux enclumes (appuis), avec une énergie connue. La remontée de l'impacteur après la rupture correspond à l'énergie non utilisée dans la rupture. La résistance au choc est caractérisée par l'énergie absorbée par l'éprouvette rapportée à la section de l'éprouvette.



1 mouton pendulaire, 2 axe de rotation, 3 échelle avec aiguille témoin,
4 éprouvettes entaillées, H hauteur de chute, h hauteur de montée, F force

Figure III.10 Agencement expérimental et éprouvette Charpy

Le résultat de l'essai de résilience est exprimé KJ.m^{-2} . La température de l'essai est en général de 23°C ; mais on le pratique également à -30°C et -40°C .

▪ Essai Izod

Le principe de mesure de l'énergie est le même que pour l'essai Charpy. La différence entre les deux essais est le système de fixation du barreau. Dans l'essai Izod, le barreau est bloqué en position verticale. Le résultat est exprimé en J.m^{-1} (rapport de l'énergie de rupture à l'épaisseur du barreau). On peut aussi l'exprimer en KJ.m^{-2} comme pour l'essai Charpy.

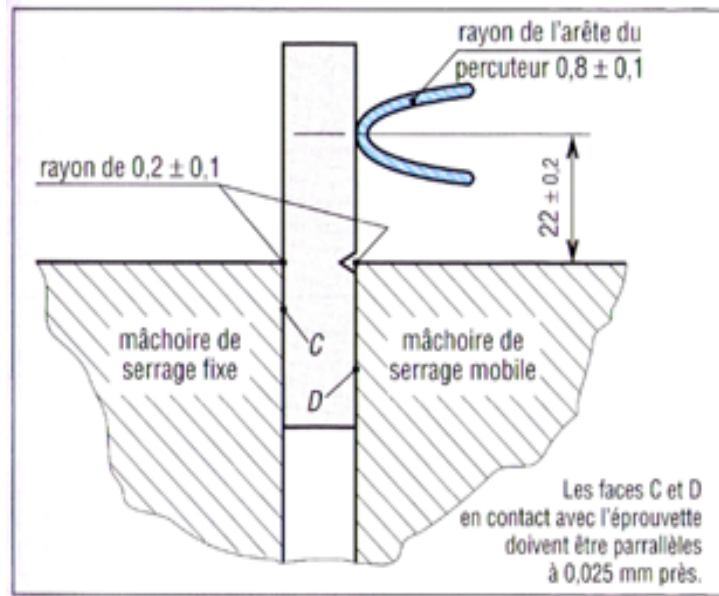


Figure III.11 Agencement expérimental Izod

L'éprouvette de résilience peut être un barreau lisse ou un barreau entaillé comme le montre la figure III.12

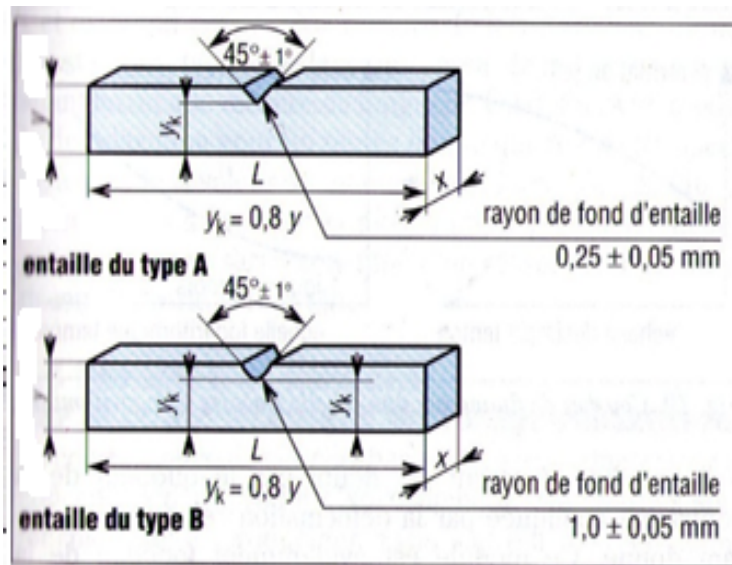


Figure III.12 Forme de l'entaille pour l'éprouvette de résilience

Conclusion

En mécanique, le comportement d'un matériau est cerné à partir des essais de traction, flexion Et résilience ; ces essais que nous venons de détailler. Les résultats de ces caractérisations seront exposés dans le chapitre V.

Chapitre 4

Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons les composants choisis pour l'élaboration du matériau composite, le mode d'élaboration adopté ainsi les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation mécanique et physique de ce dernier.

IV.1 Matériaux et Matériels Utilisés :

L'élaboration de nos échantillons s'est effectuée au niveau du chantier naval d'AZEFFOUN, l'usine SAKOMAS.

IV.1.1 Matériaux

Le matériau composite élaboré pour notre étude est constitué d'une matrice, résine polyester, d'un renfort, fibre de verre et de charges renforçantes qui sont des particules de Mica.

IV.1.1.1 La résine :

La résine utilisée est une résine polyester ortho phtalique de stratification de couleur bleu opaque, moyenne réactivité, nommée LORNESTER H511 TA.



Figure IV.1 : résine à l'état liquide

La fiche technique de la résine est donnée dans le tableau VI.1. Ci-dessous ;

Tableau IV.1 : Fiche technique de la résine :

Propriétés mécaniques de la résine :	
-Résistance en traction	40-60 MPa
-Dureté Barcol	40-45
-Résistance en flexion	80-100MPa
-Méthode d'application	Application manuelle
-Densité	1 ,09-1,11kg/dm ³
-Temps de durcissement	45-60mins

IV.1.1.2 le durcisseur

C'est un composant ayant la propriété d'augmenter la vitesse d'une réaction chimique sans modifier la position finale de l'équilibre thermodynamique de cette réaction.

Le dosage à respecter pour ce catalyseur est de 1 à 1.5% en masse.



Figure IV.2 : flacon contenant le durcisseur

IV.1.1.3 Les renforts

Le renfort utilisé dans notre étude est composé de deux renforts de fibres de verre ; le premier est un roving , le second est un mat de 600 ; les deux renforts sont conçu pour former un seul renfort contenant deux faces différentes.



Figure IV.3 le renfort utilisé et ses deux faces (roving et mat de 600)

IV.1.1.4 la charge

Nous avons chargé notre matériau composite avec des particules de mica extraites d'un gisement situé à MEKLA, Les micas se présentent généralement en cristaux de quelques millimètres de côté, de forme pratiquement hexagonale et d'aspect souvent plié. Il existe divers modes d'empilement des feuillets. Le mica utilisé pour notre étude, se présente sous forme de feuillet de forme irrégulier de 1cm environ de diamètre, de différentes couleurs : argentée, dorée et transparentes, on trouve aussi quelque particule de couleur brune.

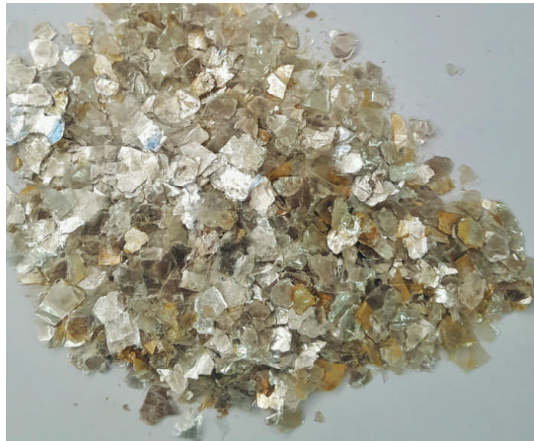


Figure IV.4 la charge de Mica utilisée

IV.1.2 Matériels Utilisés

Dans ce qui suit nous allons présenter les équipements et machines utilisés pour l'élaboration de notre matériau composite.

IV.1.2.1 La Balance

Nous avons utilisé une balance avec une précision de 10^{-2} afin de bien préparer nos mélanges, peser la résine le durcisseur ainsi que la quantité de Mica nécessaires à chaque mélange..



Figure IV.5 : La balance

IV.1.2.2 Le mélangeur

Pour bien répartir la quantité du durcisseur dans la résine et permettre une bonne distribution de ce dernier, et pour avoir aussi une bonne répartition de la charge Mica dans les différentes formulations, nous avons utilisé un mélangeur électrique, représenté sur la figure VI.6



FigureIV.6 : Le mélangeur électrique

IV.1.2.3 Le broyeur :

Le broyage est une opération qui consiste à réduire un solide à l'état granuleux de différentes dimensions correspondant à une utilisation ultérieure. Nous allons broyer les feuillets de Mica a fin de relever l'influence de la granulométrie de ces particules sur le comportement mécanique de nos échantillons.

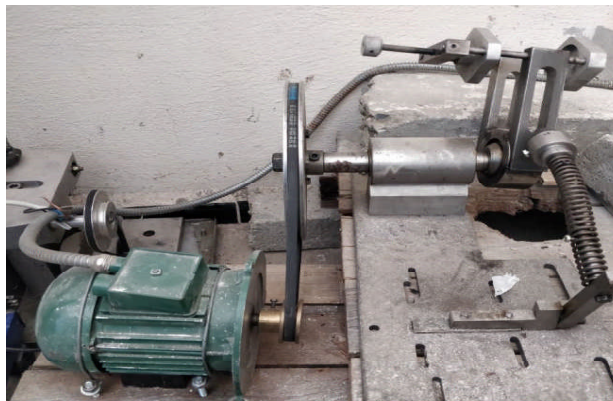


Figure IV.7 : le broyeur

IV.1.2.4 Les tamis :

Le tamisage est une opération qui nous permet de séparer notre charge de Mica en plusieurs granulométries. Nous avons utilisé les tamis de granulométries suivantes : 5mm et 1mm.

Les particules de Mica sélectionnées ont les granulométries suivantes :

1^{ère} particules de granulométrie inférieure à 1mm ($G_1 < 1\text{mm}$) ;

- Granulométrie inférieure à 1 millimètre :

$$G < 1$$



Figure IV .8 photo de Granulométrie de mica inférieure à 1mm
2^{ème} particules de granulométrie entre 1mm et 5mm ($1\text{mm} < G_2 < 5\text{mm}$) ;

- Granulométrie comprise entre 1mm et 5mm :

$$1 < G < 5$$



Figure IV .9 photo de Granulométrie de mica comprise entre 1mm et 5mm

3^{re} particules de granulométrie supérieure à 5mm ($G_3 > 5\text{mm}$) ;

- granulométrie supérieure à 5mm :

$G_3 > 5$



Figure IV .10 photo de Granulométrie de mica supérieur à 5mm

IV.1.2.5 La cire

Pour éviter que le matériau composite élaboré ne colle sue le moule, on enduit ce dernier d'une fine couche de cire.



Figure IV.11 La cire utilisée lors du moulage

IV.1.2.6 Le moule

Le moule a été fabriqué au laboratoire SDM du département de génie mécanique. Il est constitué d'une plaque de verre 600*300*5mm,.entouré d'un cadre en carton qui délimite latéralement le moule.

La figure IV10 présente un modèle du moule fabriqué

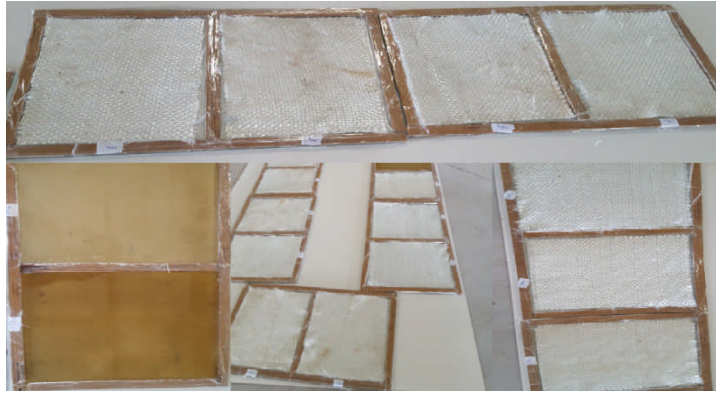


Figure IV 12 quelques moules élaborés.

IV.1.2.7 Le rouleau

Le rouleau est utilisé pour bien étaler la résine pendant le moulage comme illustré sur cette figure :

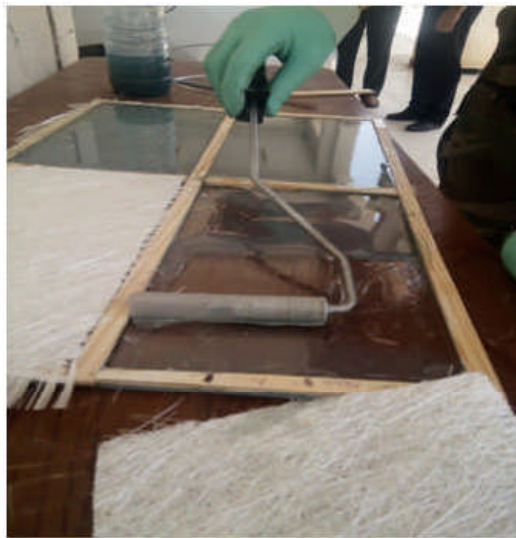


Figure IV 13 le rouleau utilisé pour étaler la résine

IV.2 protocole d'élaboration du matériau composite :

Pour la préparation de notre composite, nous avons suivi les étapes mentionnées ci-dessous :

- Préparation des moules
- Application de la cire
- Versement d'une quantité de la résine avec durcisseur pour le matériau composite sans charges.
- Disposition de la couche de roving sur les moules.
- Versement d'une quantité de résine avec durcisseur pour le matériau composite chargé en différents pourcentage et granulométries de mica pour le matériau composite chargé.
- Etalement de la résine à l'aide du rouleau (d'ébulleur).

- Versement de la dernière couche de la résine bien étalé la résine afin d’avoir la meilleure planéité sur la surface.
- Laisser le matériau composite ainsi élaboré durcir le temps nécessaire.

Ainsi, une fois tous les mélanges sont élaborés, après la période de séchage, nous passons à la phase de caractérisation.

Nous avons élaboré neuf mélanges ; les concentrations de la charge de Mica utilisées sont de 1%, 3% et 5% en masse. Les granulométries utilisées sont comme déjà citées en dessus : ($G_1 < 1\text{mm}$) ; ($1\text{mm} < G_2 < 5\text{mm}$) et ($G_3 > 5\text{mm}$) ; nous résumons dans le tableau IV.2 les désignations des neuf mélanges élaborés.

Tableau IV.2 les différents matériaux composites élaborés

Composite 1% de Mica			Composite 3% de Mica			Composite 5% de Mica		
G ₁	G ₂	G ₃	G ₁	G ₂	G ₃	G ₁	G ₂	G ₃

IV.3 techniques de Caractérisation du matériau composite

Pour bien cerner le comportement de notre matériau composite élaboré de point de vue mécanique et structural, nous avons fait certain tests normalisés que nous détaillons dans ce qui suit.

IV.3.1 techniques de caractérisation mécanique

Pour connaître le comportement mécanique du matériau, on lui fait subir plusieurs test : *L’essai de traction* pour déterminer son module d’élasticité, sa résistance à la traction sa déformation en fonction de la contrainte de traction appliquée et sa résistance maximale lors d’un chargement en traction. *L’essai de flexion* nous permet de déterminer le module élastique en flexion et la flèche, *l’essai de micro dureté* pour cibler la dureté de chaque constituant de notre matériau composite. *L’essai de résilience* nous informe sur la capacité de résistance de notre matériau lorsqu’il est soumis à un choc.

IV.3.1.1 Essai de traction

L’essai de traction est le plus fondamentale parmi tous les essais mécaniques. Il sert à déterminer les principales caractéristiques mécaniques telles que le module d’élasticité, le coefficient de Poisson, la limite d’élasticité, la résistance à la rupture, l’allongement après rupture et le coefficient de striction.

Son exécution est facile et les résultats obtenus servent à dimensionner toutes sortes de pièces allant d'un pignon microscopique jusqu'à la structure métallique d'un grand hall. Dans la recherche on l'applique pour la caractérisation de nouveaux matériaux et dans industrie pour les contrôles périodiques servant à surveiller la qualité des alliages, des polymères et des céramiques.

Le principe de cet essai est de soumettre une éprouvette normalisées à une extension progressive dans le sens de la longueur jusqu'à obtention de la rupture.

La machine utilisée pour effectuer nos essais de traction est une machine de marque **zwick/Roell** (laboratoire Boumerdes, Figure IV.13 a)) pilotée par microordinateur. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes normalisées (Figure IV.14) à température ambiante. Nous récupérons des courbes contraintes /déformations.

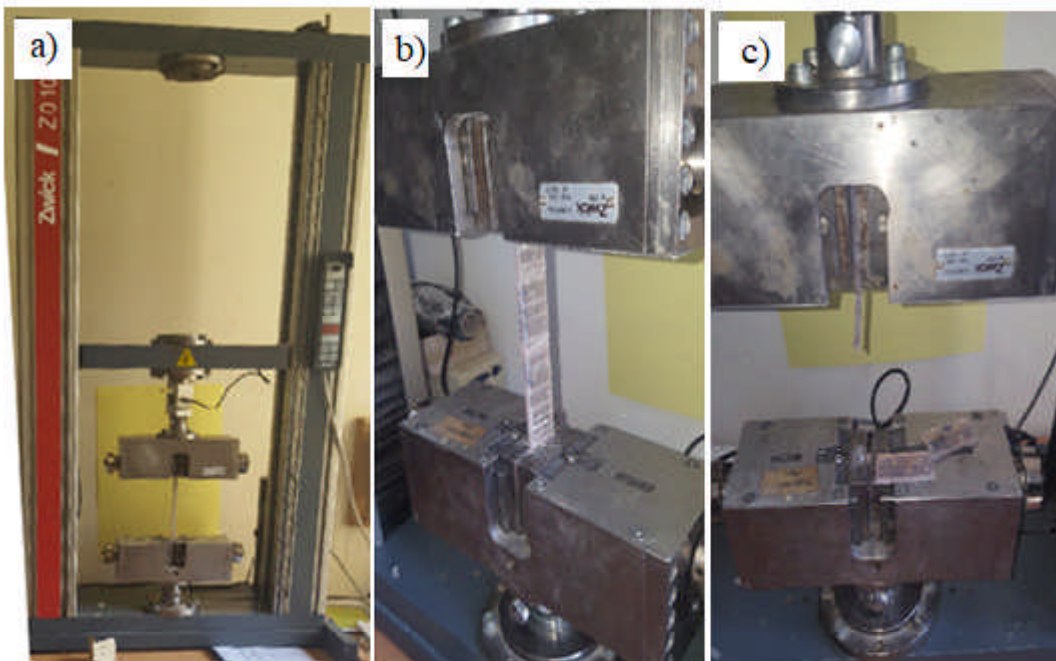


Figure IV.14 a) Machine de traction de marque zwick/Roell, b) éprouvette de matériau composite installé sur machine et c) éprouvette de traction rompue



Figure IV.15 éprouvette de traction du matériau composite

IV.3.1.2 Essai de flexion

L'essai de flexion est un test mécanique statique qui fait partie de la famille des essais indépendants du temps. La simplicité du montage de l'éprouvette et de sa géométrie, le rend facile à mettre en œuvre. Il nous permet d'extraire la contrainte et la flèche à la rupture ainsi que le module de Young en flexion. Pour cet essai deux configurations qui peuvent être retenues : essai de flexion trois points et essai de flexion quatre points. La machine utilisée est une machine de traction zwick/Roell



Figure IV.16 machine de traction utilisée pour les essais de flexion zwick/Roell

IV.3.1.2.1 Essai de flexion trois points

Cet essai consiste à imposer une déformation (ou *flèche*) à une éprouvette normalisée (barreau rectangulaire) placé sur deux appuis, à l'aide d'un poinçon se déplaçant à vitesse constante à mi distance des deux appuis, puis on mesure la force qu'oppose l'éprouvette à cette déformation.

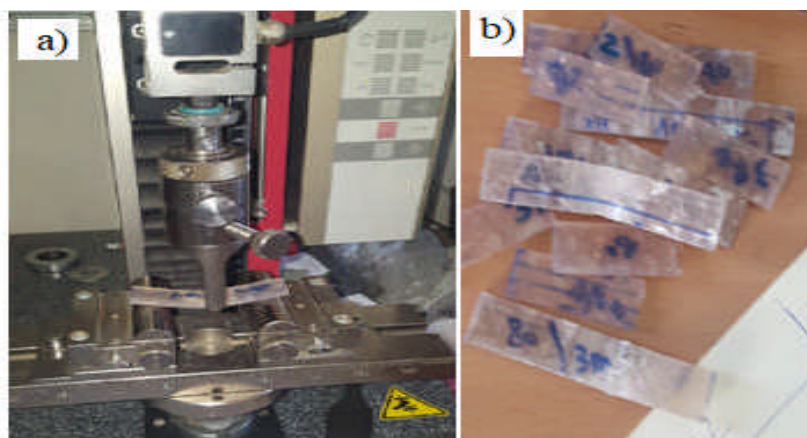


Figure IV. 17 Essai de flexion trois points

a) Déroulement de l'essai b) éprouvette normalisée pour l'essai de flexion

IV.3.1.3 Essai de micro dureté :

L'essai de micro dureté est un essai effectué sous très faible charges ($F < 0,2$ daN) avec un pénétrateur en diamant de forme pyramidale diamant,. Les empreintes résultantes font quelques microns.

Les essais de micro dureté Vickers sont effectués sur un appareil équipé d'un microscope permettant de localiser la phase à soumettre à l'indentation. De ce fait, lorsque le choix de la charge et la zone à indenter sont réalisés, le pénétrateur se déplace pour cibler la phase voulue et se retire après 20 secondes d'indentation. Une empreinte de forme pyramidale est tracée sur la surface de l'échantillon. La mesure des deux diagonales à l'aide de deux droites permet de calculer la valeur de la micro dureté à l'aide d'un programme placé sur l'appareil. Le micro d'uroètre utilisé est représenté sur la figure IV.17.



Figure IV.18 Micro d'uroètre

IV.3.1.4 Essai de résilience

Il arrive souvent que les matériaux, de très bonnes qualités plastiques sous les efforts statiques, deviennent très fragiles sous l'action du choc. La résilience caractérise la résistance au choc des matériaux. C'est une caractéristique mécanique importante.

L'énergie consommée pour rompre le barreau est mesurée en faisant la différence d'énergie potentielle entre la hauteur de chute du « mouton » et celle à laquelle il remonte après avoir rompu le barreau. Si ce dernier était complètement fragile, le « mouton » remonterait à la même hauteur que celle d'où il a chuté ; s'il était au contraire extrêmement tenace, il ne serait pas rompu et le pendule ne remonterait pas du tout. L'énergie de rupture ainsi déterminée s'appelle la résilience J/cm^2 .

Plus elle est élevée, plus le matériau est tenace. Le tableau IV.3 ci-après représente quelques caractéristiques du mouton pendule utilisé

Tableau IV.3 : Fiche technique du mouton pendule

Données techniques	Grand model	Petit model
Numéro modèle	Zwick 5101	Zwick 5102
Longueur du pendule	390mm	225mm
Capacité de travail	0...50/25/15/7,5 joule	0...4/2/1/0,5 joule
Vitesse d'impact	3,85m/s	2,93m/s

La figure IV.18 montre un dispositif d'essai de résilience.



Figure IV.19 : Mouton pendule (machine d'essai de résilience)

IV.3.2 techniques de caractérisation physique

Nous avons fait passer nos feuillets de Mica sous l'analyse DRX pour connaître le réseau cristallographique de ce dernier.

IV.3.2.1 Diffraction des Rayon X

La cristallographie aux rayons X ou diffractométrie de rayons X (DRX, on utilise aussi souvent l'abréviation anglaise XRD pour X-ray diffraction) est une technique d'analyse fondée sur la diffraction des rayons X sur la matière. La diffraction n'ayant lieu que sur la matière cristalline, on parle aussi de radiocristallographie. Pour les matériaux non-cristallins, on parle de diffusion. La diffraction fait partie des méthodes de diffusion élastique. Cette méthode utilise un faisceau de rayons X qui rencontre le cristal provoquant la dispersion du faisceau lumineux dans des directions spécifiques. Par la mesure des angles et de l'intensité des rayons réfractés, il est possible d'obtenir une image tridimensionnelle de la densité électronique dans le cristal. À partir de cette densité, la position moyenne des atomes du cristal peut être déterminée, ainsi que leurs liaisons chimiques, leur entropie et d'autres informations. L'appareil de mesure s'appelle un diffractomètre.

Les données collectées forment le diagramme de diffraction ou diffractogramme. Le rayonnement X, tout comme la lumière visible ou le rayonnement γ , est un rayonnement électromagnétique. Il est caractérisé par un champ électromagnétique sinusoïdal qui se propage à la vitesse de la lumière. Les principales caractéristiques de ce rayonnement sont :

- * sa fréquence ν exprimée en Hertz (Hz),
- * sa longueur d'onde λ exprimée en mètres (m) ou de manière plus commode en angströms ($1\text{\AA} = 10^{-10}\text{ m}$),
- * son énergie E exprimée en Joules (J) ou le plus souvent en électronvolts ($1\text{ eV} = 1,6 \cdot 10^{-19}\text{ J}$),
- * son intensité I exprimée en Watts par stéradian (énergie traversant l'unité d'angle solide par unité de temps).

L'énergie du rayonnement est quantifiée et son transport se fait sous forme de photons. Cette énergie s'écrit :

$$E = \frac{hc}{\lambda} = h\nu$$

Avec h constante de Planck ($6,626 \cdot 10^{-34}\text{ J.s}$) et c vitesse de la lumière ($3 \cdot 10^8\text{ m.s}^{-1}$).

Conclusion :

La caractérisation d'un matériau peut s'effectuer à plusieurs niveaux caractérisation physique, chimique et mécanique. Plusieurs méthodes sont disponibles pour la détermination des différentes caractéristiques.. Le choix d'une de ces méthodes se fait selon le type de matériau, le type des résultats attendus de l'essai et les moyens disponibles.

A notre niveau les techniques disponibles sont l'essai de traction, essai de flexion trois point, l'essai de micro dureté et l'essai de résilience pour la détermination des caractéristiques mécaniques ; la caractérisation physique que nous avons effectuée consiste en une analyse aux rayons X.

Les résultats obtenus à partir de ces différents essais font l'objet du chapitre V qui va suivre.

Chapitre 5

V Résultats et discussion : Résultats des essais de traction

V.1 Matériau composite sans la charge de mica

Nous avons réalisé les essais sur des éprouvettes en matériau composite sans la charge de mica et nous avons obtenu la courbe contrainte-déformation suivante :

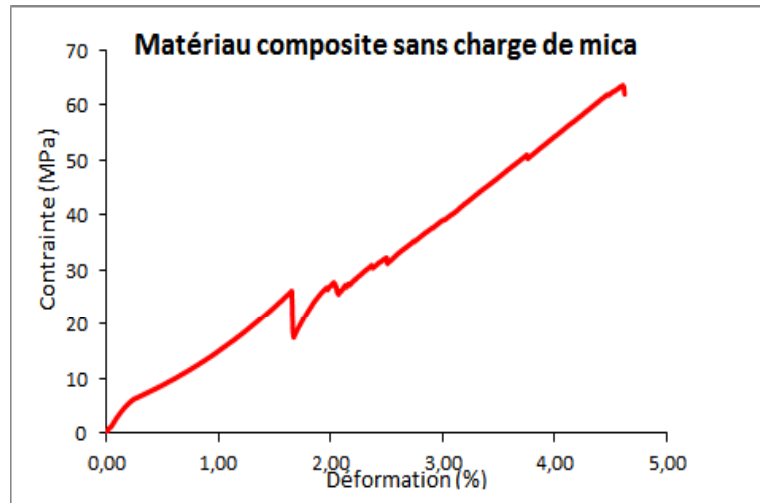


Figure V.1. Courbes contraintes-déformation du composite sans charge de mica

De la figure V.1, nous avons obtenu les caractéristiques du matériau et que nous présentons dans le tableau ci-dessous

Module d'élasticité	2866
Contrainte à la rupture	62,1
Allongement à la rupture	4,62

V.2 Matériau composite avec charge de mica

Nous avons ensuite réalisé les essais de traction sur les éprouvettes en matériaux composites renforcées avec du mica à différentes granulométries à des concentrations de 1%, 3% et 5%.

Les granulométries sont :

- $G < 1$: Dimensions des grains inférieures à 1 millimètre
- $1 < G < 5$: Dimensions des grains comprises entre 1 millimètre et 5 millimètres
- $G > 5$: Dimensions des grains supérieures à 5 millimètres

Les résultats obtenus sont classés à concentration constante et granulométrie variable.

V.2.1 Cas des échantillons contenant 1% de mica avec les différentes granulométries

La figure 1 montre les résultats des essais de traction pour les échantillons contenant 1% de mica pour les granulométries $G < 1$, $1 < G < 5$ et $G > 5$.

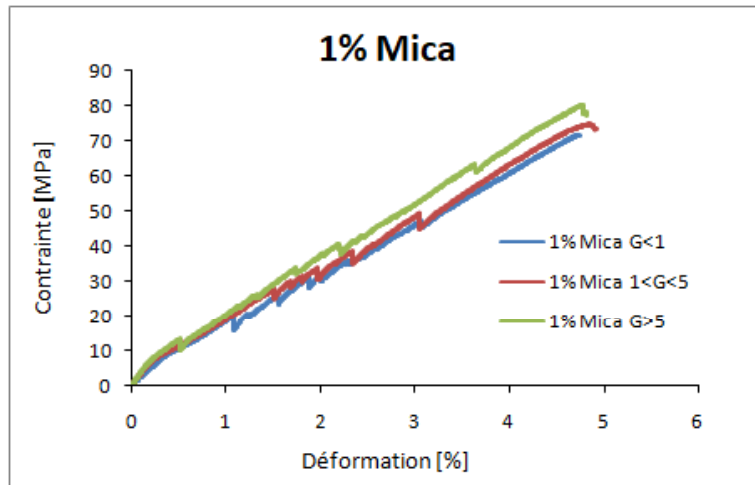


Figure V.2. Courbes contraintes-déformation du composite à granulométrie variable concentration de 1% en mica

A partir de la figure V.2 nous extrayons les modules d'élasticité, les contraintes maximales et les allongements à la rupture.

V.2.1.1 Module d'élasticité

Les modules d'élasticité sont extraits à partir de la tangente à la courbe de traction et on obtient le tableau suivant :

Granulométrie	Module d'élasticité
$G < 1$	2398
$1 < G < 5$	2777
$G > 5$	3045

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne le module d'élasticité pour les différentes granulométries.

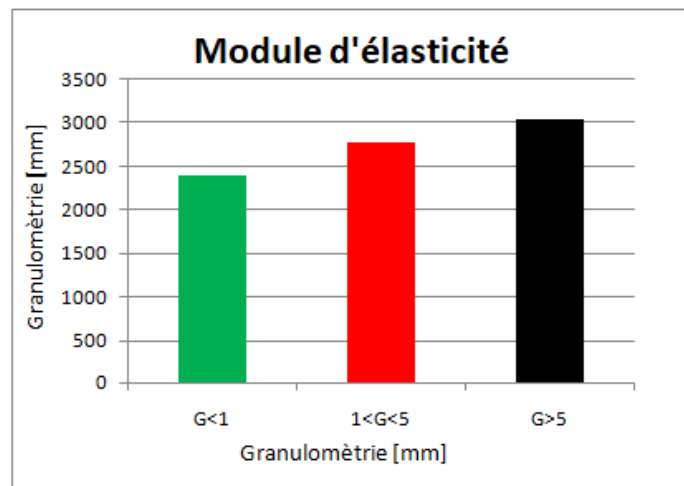


Figure V.3. Histogramme des modules d'élasticité pour les différentes granulométries

L'histogramme de la figure V.3 montre que le module d'élasticité augmente avec les dimensions de la granulométrie pour la concentration de 1% en mica.

V.2.1.2 Allongement à la rupture

Les allongements à la rupture sont extraits à partir des courbes de la figure 1 et on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Allongement à la rupture
G<1	4,75
1<G<5	4,91
G>5	4,82

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne les allongements à la rupture pour les différentes granulométries

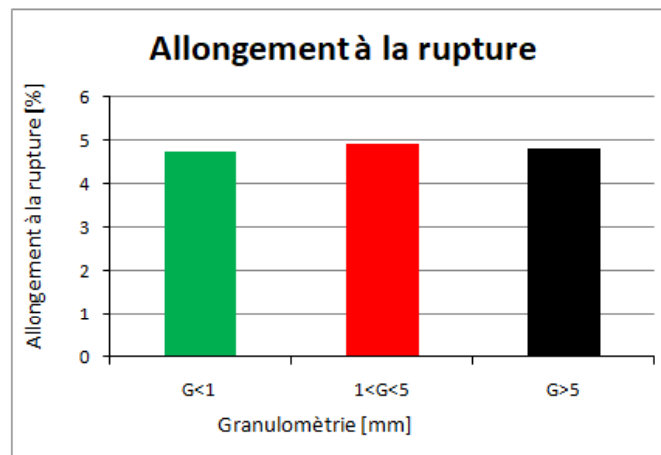


Figure V.4. Histogramme des allongements à la rupture pour les différentes granulométries

L'histogramme de la figure V.4 montre que la granulométrie a une faible influence sur les allongements à la rupture pour la concentration de 1% en mica.

V.2.1.3 Contrainte maximale

Les contraintes maximales sont extraites à partir des courbes de la figure 1 et on obtient le tableau suivant :

Granulométrie	Contrainte maximale
G<1	71,5
1<G<5	73,2
G>5	77,2

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne les contraintes maximales pour les différentes granulométries

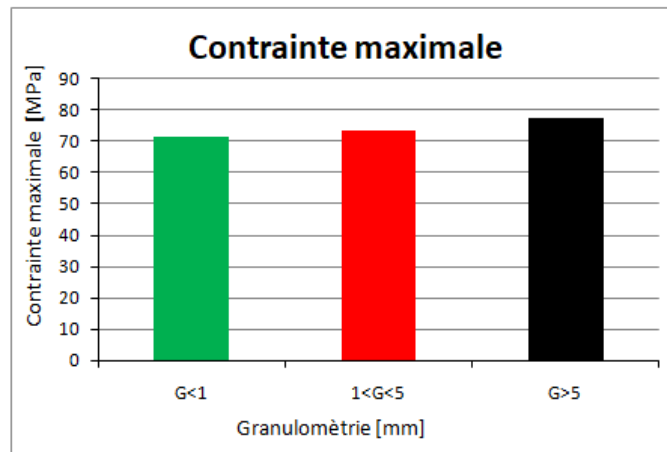


Figure V.5. Histogramme des contraintes maximales pour les différentes granulométries. L'histogramme de la figure V.5 montre que la granulométrie a une faible influence sur les contraintes maximales pour la concentration de 1% en mica.

V.2.2 Cas des échantillons contenant 3% de mica avec les différentes granulométries

La figure 5 montre les résultats des essais de traction pour les échantillons contenant 1% de mica pour les granulométries G<1, 1<G<5 et G>5.

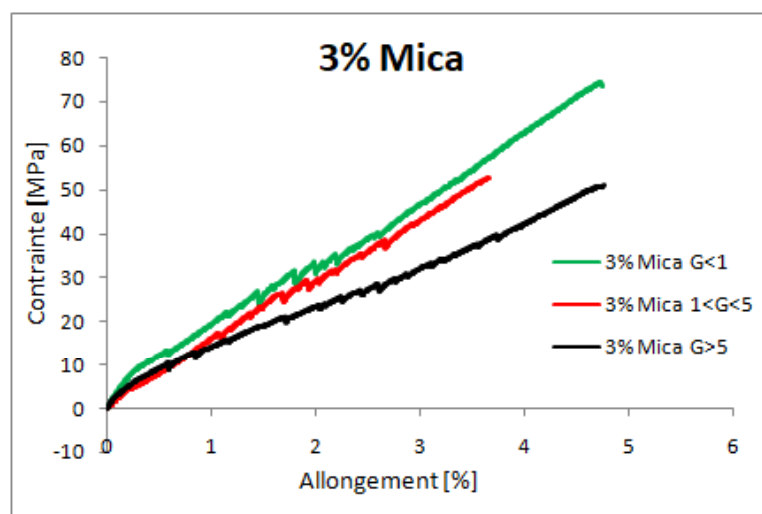


Figure V.6. Courbes contraintes-déformation du composite à granulométrie variable concentration de 3% en mica.

A partir de la figure V.6 nous extrayons les modules d'élasticité, les contraintes maximales et les allongements à la rupture.

V.2.2.1 Module d'élasticité

Les modules d'élasticité sont extraits à partir de la tangente à la courbe de traction et on obtient le tableau suivant :

Granulométrie	Module d'élasticité
G<1	3593
1<G<5	2238
G>5	2508

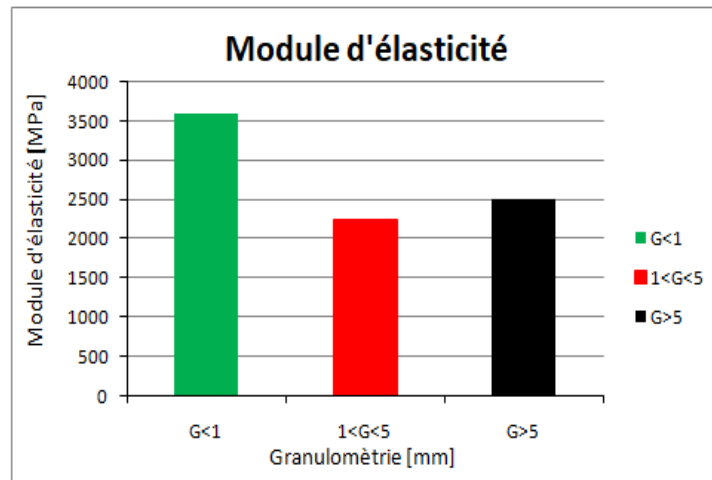


Figure V.7. Histogramme des modules d'élasticité pour les différentes granulométries

L'historgramme de la figure V.7 montre que le module d'élasticité est le plus grand pour la granulométrie inférieure à 1mm.

V.2.2.2 Allongement à la rupture

Les allongements à la rupture sont extraits à partir des courbes de la figure 1 et on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Allongement à la rupture
G<1	4,75
1<G<5	3,67
G>5	4,77

A partir du tableau ci-dessus on trace l'historgramme qui donne les allongements à la rupture pour les différentes granulométries

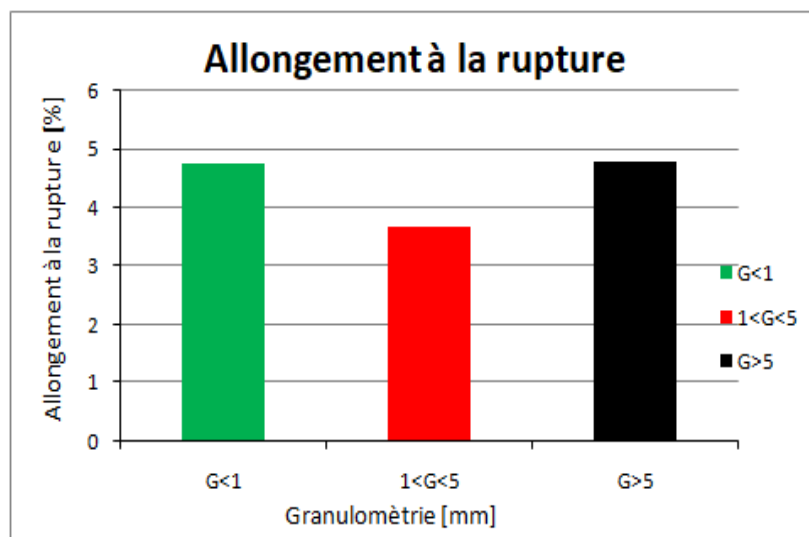


Figure V.8. Histogramme des allongements à la rupture pour les différentes granulométries. L'histogramme de la figure V.8 montre que la granulométrie a une faible influence sur les allongements à la rupture pour la concentration de 1% en mica.

V.2.2.3 Contraintes maximales

Les contraintes maximales sont extraites à partir des courbes de la figure V.6 et on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Contrainte maximale
G<1	73,5
1<G<5	52,5
G>5	50,9

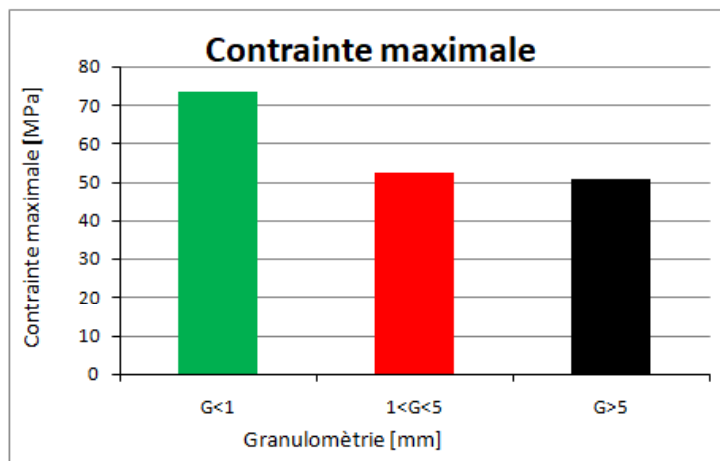


Figure V.9 Histogramme des contraintes maximales pour les différentes granulométries. L'histogramme de la figure V.9 montre que les meilleurs résultats pour les contraintes maximales sont obtenus pour la granulométrie la plus fine, soit G<1 mm.

V.2.3 Cas des échantillons contenant 5% de mica avec les différentes granulométries

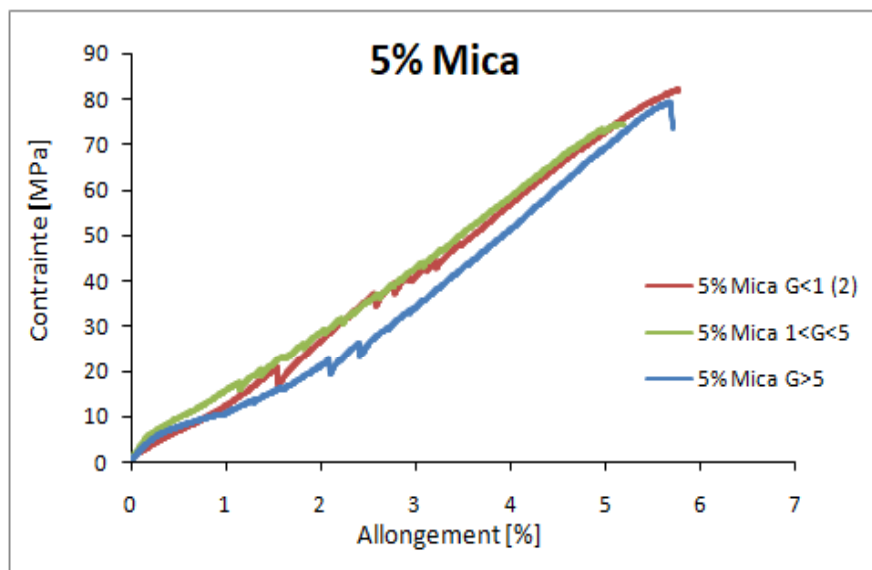


Figure V.10. Courbes contraintes-déformation du composite à granulométrie variable concentration de 5% en mica

V.2.3.1 Module d'élasticité

Les modules d'élasticité sont extraits à partir de la tangente à la courbe de traction et on obtient le tableau suivant :

Granulométrie	Module d'élasticité
G<1	2663
1<G<5	3776
G>5	2535

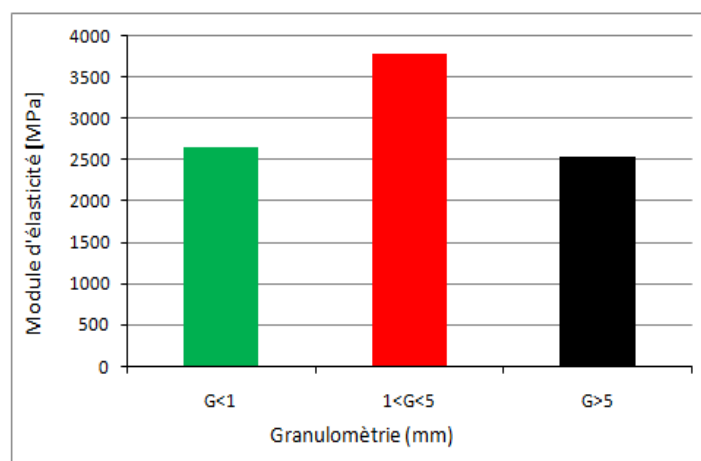


Figure V.11. Histogramme des modules d'élasticité pour les différentes granulométries

L'histogramme de la figure V.11 montre que le module d'élasticité est le plus grand pour la granulométrie 1<G<5mm.

V.2.3.2 Allongement à la rupture

Les allongements à la rupture sont extraits à partir des courbes de la figure 1 et on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Allongement à la rupture
G<1	5,77
1<G<5	5,2
G>5	5,71

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne les allongements à la rupture pour les différentes granulométries

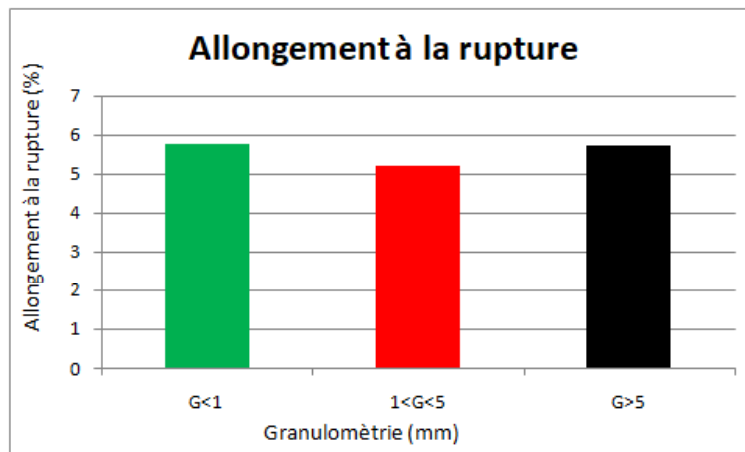


Figure V.12. Histogramme des allongements à la rupture pour les différentes granulométries. L'histogramme de la figure V.12 montre que la granulométrie a une faible influence sur les allongements à la rupture pour la concentration de 5% en mica.

V.2.3.3 Contraintes maximales

Les contraintes maximales sont extraites à partir des courbes de la figure 5 et on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Contrainte maximale
G<1	81,8
1<G<5	74,4
G>5	73,5

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne les contraintes maximales pour les différentes granulométries

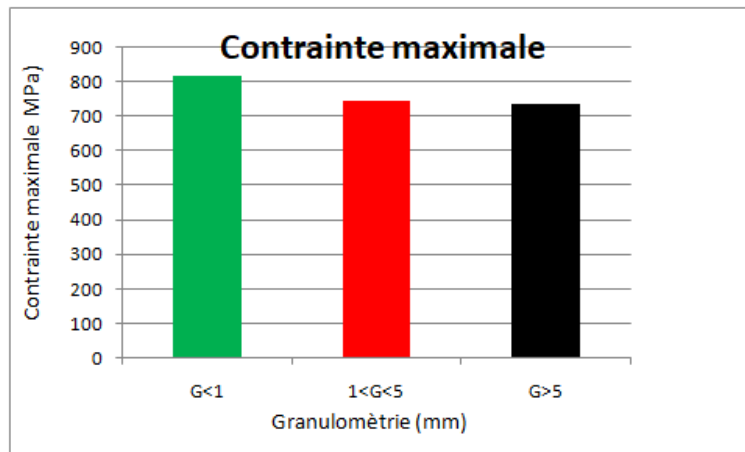


Figure V.13. Histogramme des contraintes maximales pour les différentes granulométries. L'histogramme de la figure V.13 montre que la granulométrie a une faible influence sur les contraintes maximales pour la concentration de 5% en mica.

V.3 Caractérisation en flexion.

V.3.1 Matériau composite sans la charge de mica

Nous avons réalisé les essais sur des éprouvettes en matériau composite sans la charge de mica et nous avons obtenu la courbe force-flèche suivante

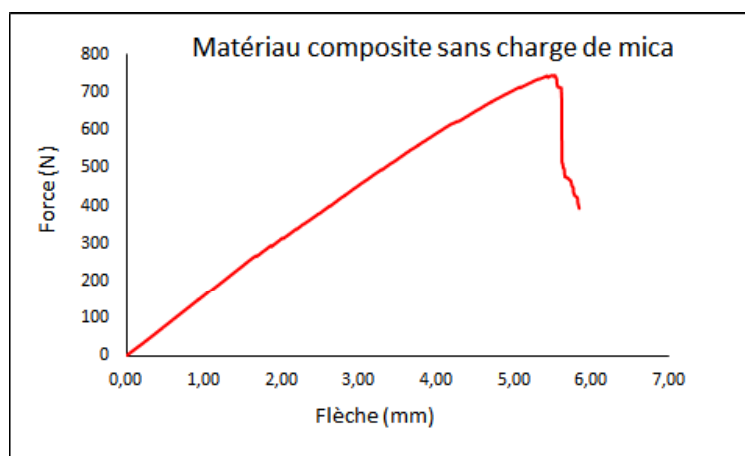


Figure V.14. Courbes force-flèche du composite sans charge mica

De la figure V.14, nous avons obtenu les caractéristiques du matériau et que nous présentons dans le tableau ci-dessous

Flèche maximale	5,84
Force maximale	737

V.3.2 Matériau composite avec charge de mica

Les essais de flexion sont réalisés sur les éprouvettes en matériaux composites renforcées avec du mica à différentes granulométries à des concentrations de 1%, 3% et 5%.

Les résultats obtenus sont classés à concentration constante et granulométrie variable.

V.3.2.1 Cas des échantillons contenant 1% de mica avec les différentes granulométries

La figure 13 montre les résultats des essais de flexion pour les échantillons contenant 1% de mica pour les granulométries $G<1$, $1<G<5$ et $G>5$.

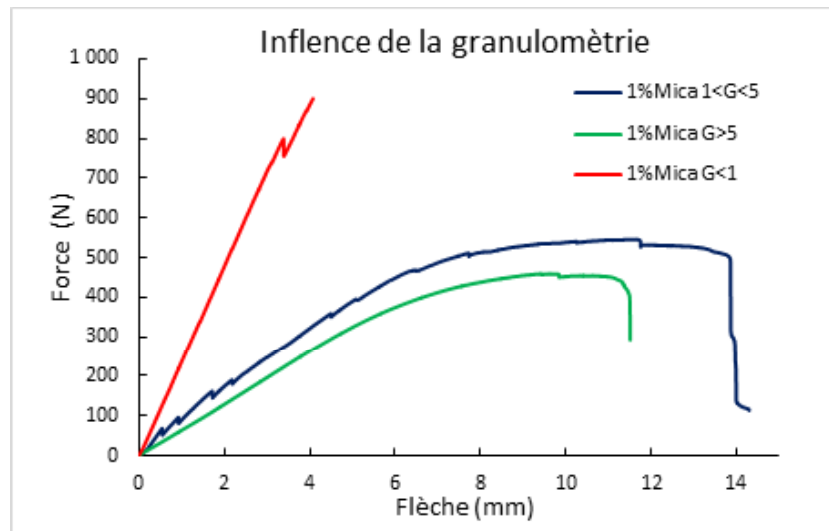


Figure V.15. Courbes force-flèche du composite à granulométrie variable concentration de 1% en mica

A partir de la figure V.15 nous extrayons les forces maximales et les flèches à la rupture.

V.3.2.1.1 Forces maximales

Les forces maximales sont extraites à partir des courbes de la figure 13 on obtient le tableau suivant :

Granulométrie	Force maxi. (N)
$G<1$	889
$1<G<5$	544
$G>5$	459

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne le module d'élasticité pour les différentes granulométries

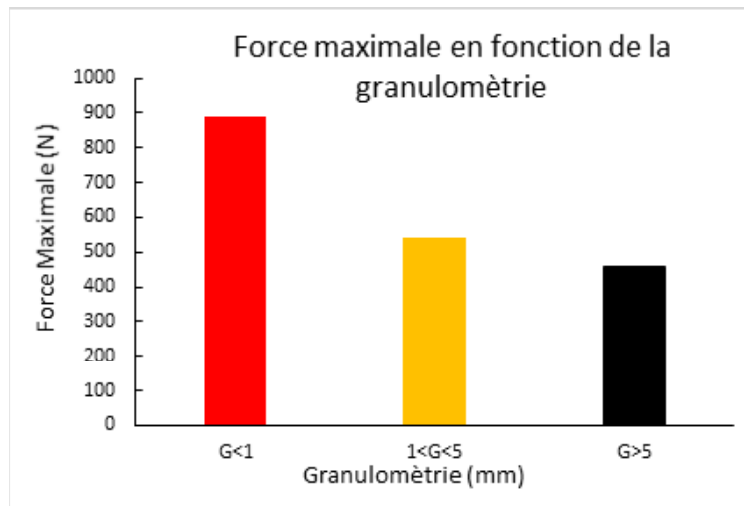


Figure V.16. Histogramme des forces maximales pour les différentes granulométries

L'historgramme de la figure V.16 montre que la force maximale diminue de manière significative avec l'augmentation de la granulométrie pour la concentration de 1% en mica

V.3.2.1.2 Flèches maximales

Les flèches maximales extraites à partir de la figure V.15 on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Flèche maxi. (mm)
G<1	4,02
1<G<5	11,5
G>5	14,1

A partir du tableau ci-dessus on trace l'historgramme qui donne le module d'élasticité pour les différentes granulométries.

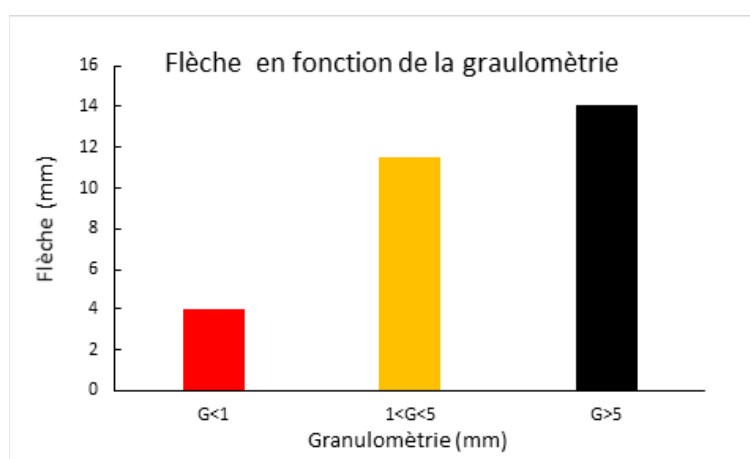


Figure V.17. Histogramme des flèches maximales pour les différentes granulométries

L'historgramme de la figure V.17 montre que la flèche augmente avec l'augmentation de la granulométrie.

V.3.2.2 Cas des échantillons contenant 3% de mica avec les différentes granulométries

La figure V.18 montre les résultats des essais de flexion pour les échantillons contenant 3% de mica pour les granulométries $G<1$, $1<G<5$ et $G>5$.

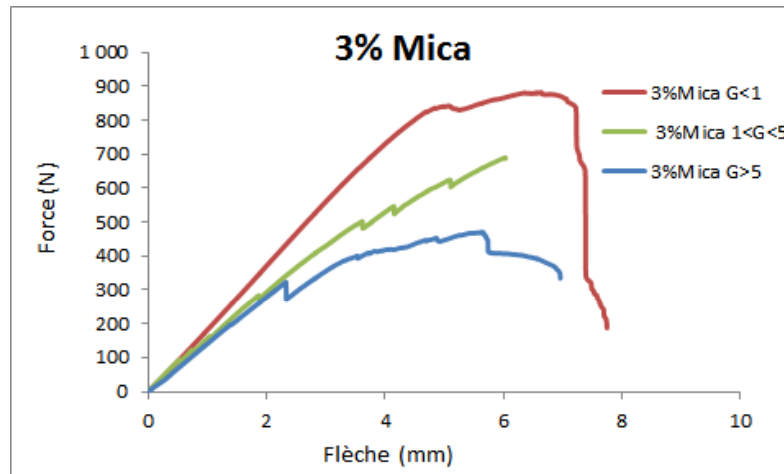


Figure V.18. Courbes force-flèche du composite à granulométrie variable concentration de 3 % en mica

A partir de la figure V.18 nous extrayons les forces maximales et les flèches à la rupture.

V.3.2.2.1 Forces maximales

Les forces maximales sont extraites à partir des courbes de la figure 16 on obtient le tableau suivant :

Granulométrie	Force (mm)
$G<1$	879
$1<G<5$	682
$G>5$	447

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne les forces maximales pour les différentes granulométries.

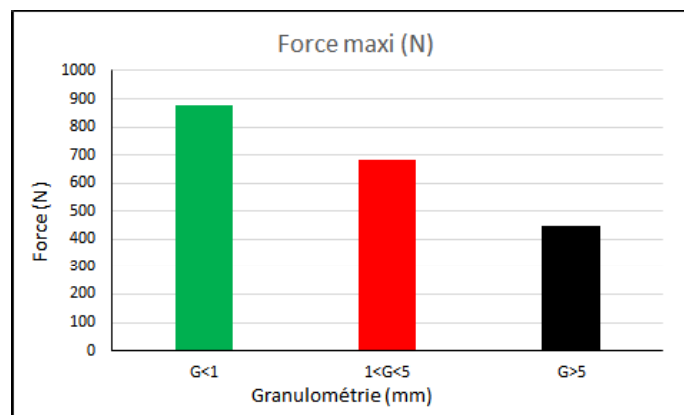


Figure V.19. Histogramme des forces maximales pour les différentes granulométries

L'histogramme de la figure 14 montre que la force maximale diminue de manière significative avec l'augmentation de la granulométrie pour la concentration de 3% en mica

V.3.2.2 Flèches maximales

Les flèches maximales extraites à partir de la figure 13 on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Flèche maxi. (mm)
G<1	7,75
1<G<5	6,96
G>5	6,03

A partir du tableau ci-dessus on trace l'histogramme qui donne le module d'élasticité pour les différentes granulométries.

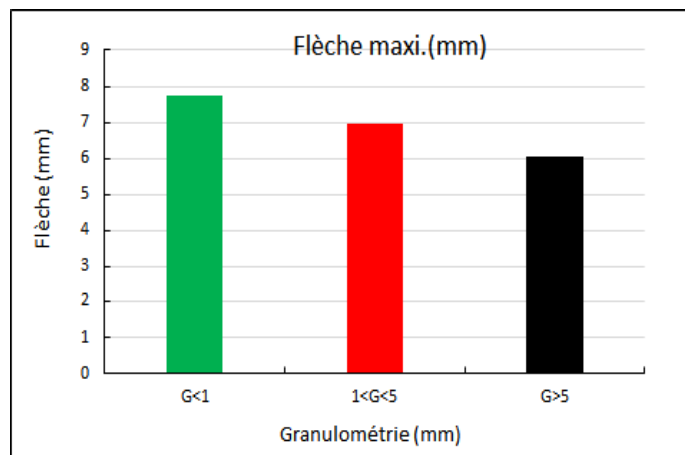


Figure V.20. Histogramme des flèches maximales pour les différentes granulométries

L'histogramme de la figure V.20 montre que la flèche diminue avec l'augmentation de la granulométrie.

V.3.2.3 Cas des échantillons contenant 5% de mica avec les différentes granulométries

La figure 19 montre les résultats des essais de flexion pour les échantillons contenant 5% de mica pour les granulométries G<1, 1<G<5 et G>5.

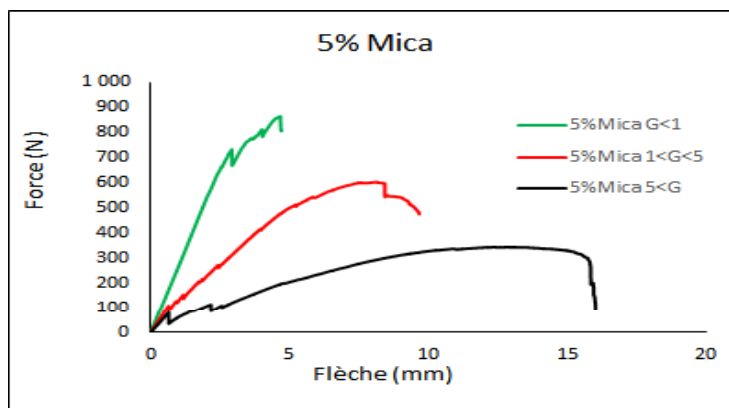


Figure V.21. Courbes force-flèche du composite à granulométrie variable concentration de 3 % en mica

A partir de la figure 19 nous extrayons les forces maximales et les flèches à la rupture.

V.3.2.3.1 Forces maximales

Les forces maximales sont extraites à partir des courbes de la figure V.21 on obtient le tableau suivant :

Granulométrie	Force. (mm)
G<1	862
1<G<5	604
G>5	344

A partir du tableau ci-dessus on trace l’histogramme qui donne les forces maximales pour les différentes granulométries.

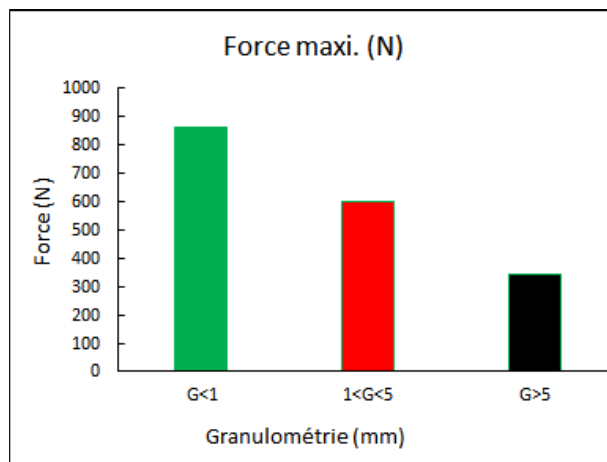


Figure 22. Histogramme des forces maximales pour les différentes granulométries

L’histogramme de la figure 20 montre que la force maximale diminue avec l’augmentation de la granulométrie.

V.3.2.3.2 Flèches maximales

Les flèches maximales extraites à partir de la figure 13 on obtient le tableau suivant

Granulométrie	Flèche maxi. (mm)
G<1	4,7
1<G<5	9,66
G>5	16

A partir du tableau ci-dessus on trace l’histogramme qui donne le module d’élasticité pour les différentes granulométries.

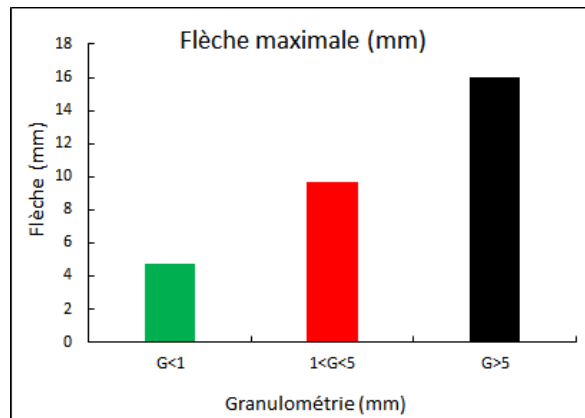


Figure 23. Histogramme des flèches maximales pour les différentes granulométries L’histogramme de la figure V.23 montre que la flèche augmente sensiblement avec l’augmentation de la granulométrie.

V.4 Résultats des essais de résilience

Les essais de résilience sont effectués sur des éprouvettes normalisées et pour chaque échantillon, nous avons utilisé trois éprouvettes. Nous résumons les résultats obtenus pour l’essai de résilience de nos échantillons dans le tableau I suivant :

Tableau V.1 : Résultats des valeurs de résilience

Matériau composite + mica								
G<1			1<G<5			G>5		
1%	13,48	8,61	1%	6	5,6	1%	5,1	4,2
	8			6,4			3,8	
	4,4			4,4			3,8	
3%	8	7,73	3%	8,5	8,3	3%	7	6,3
	7,2			9,6			5,9	
	8			7,8			6	
5%	4,3	5,2	5%	6,4	6,5	5%	9,1	7,2
	5,4			5,6			5	
	5,9			7,5			7,2	
Matériau composite			Résine + mica					
	4,4	4,5	1%	0,08	0,06			
	4,5			0,06				
	4,6			0,04				
			3%	0,08	0,103			
		0,09						
		0,14						
			5%	0,08	0,09			
		0,09						
		0,1						

Nous présentons ci-dessous les histogrammes des valeurs de résiliences en fonction de la granulométrie et de la concentration en Mica.

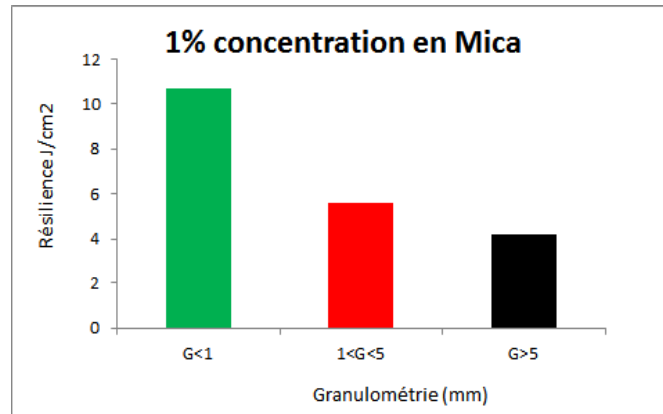


Figure V.24. Histogramme de la résilience des différentes granulométries des composites à 1% de mica

Nous remarquons que la résilience diminue avec la taille de la granulométrie

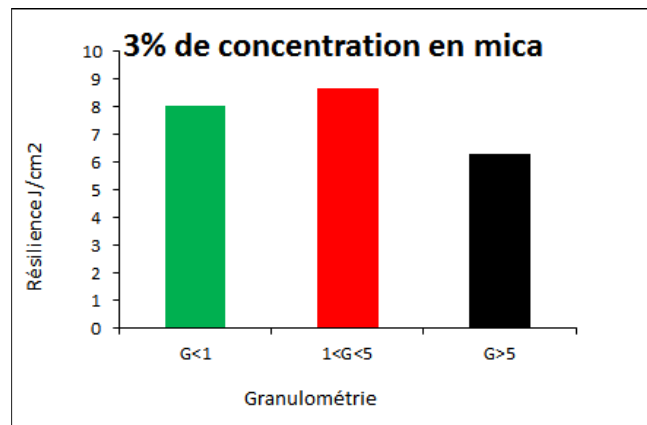


Figure V.25. Histogramme de la résilience des différentes granulométries des composites à 3% de mica

Dans le cas de la concentration de 3% en mica, la résilience reste quasi constante pour les granulométries G<1 et 1<G<5 et diminue pour G>5

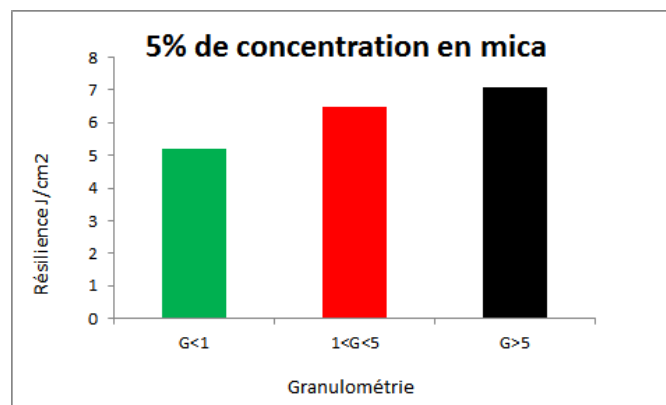


Figure V.26. Histogramme de la résilience des différentes granulométries des composites à 5% de en mica

La résilience augmente avec l'augmentation de la taille de la granulométrie pour la concentration de 5% en mica

V.5 Résultats des essais de microdureté

La micro dureté est une technique de caractérisation qui cible les différentes phases existantes dans le matériau (M.C), et donne une information sur la dureté de la phase. Nous avons effectué des essais de micro dureté Vickers avec un micro duromètre, nous résumons les résultats obtenus dans le tableau ci-dessous.

Tableau V.2 les résultats de micro duromètre

Echantillon	D1	D2	HV0.05
Matériau Composite	163.09	164.74	3.45 (renfort)
	163.29	170.94	3.31 (voisinage du renfort)
	110.51	110.04	7.62 (fibres tissées)
	103.09	96.04	9.35 (matrice)
	99.36	103.12	9.04 (matrice)
Matériaux composite + 5% Mica 1<G<5	101.33	103.64	8.82 (matrice)
	152.36	193.48	3.10 (renfort)
	197.47	190.39	2.46 (renfort)
	175.12	157.66	3.34 (fibres)
	189.00	188.97	2.59 (fibres)
	191.02	201.97	2.40 (enchevêtrement des fibres)
	169.93	171.64	3.17 (renfort)
	186.59	196.24	2.53 (fibres tissées)
Résine + 5% MICA 1<G<5	161.25	168.74	3.40 (matrice)
	181.42	178.40	2.86 (matrice)
	191.22	202.22	2.39 (renfort)
	179.57	163.37	3.15 (renfort)

- L'essai de micro dureté appliqué aux échantillons du matériau composite seul donne des valeurs de dureté variant entre 3,31 à 3,45 et qui correspond à la microdureté de la résine et de 7,62 à 9,35 et qui correspond à la microdureté du renfort (la fibre de verre).

- l'essai de micro dureté appliqué aux échantillons Matériaux composite + 5% Mica donne des valeurs de dureté variant entre 2,46 à 3,10 3,31 à 3,45 et qui correspond à la microdureté de la résine et à 8,82 et qui correspond à la microdureté du renfort (la fibre de verre)

- l'essai de micro dureté appliqué aux échantillons résine + 5% Mica donne des valeurs de dureté variant entre 2,86 à 3,40 et qui correspond à la microdureté de la résine.

On remarque que lors de l'essai, dans les résultats obtenus, nous n'avons pas ciblé la phase du mica

V.6 Résultats de la diffraction aux rayons X (DRX)

L'analyse de la structure de nos échantillons de Mica s'est effectuée sur un diffractomètre de type Philips Panalytical.

V.6.1 Condition de l'analyse

L'analyse s'est déroulée en

- mode théta-2 théta,
- tube à anticathode de cuivre
- longueur d'onde du faisceau de rayons X égale à 1,54 Å ;
- Intervalle de balayage : 20° à 120°.
- Pas égal à 0,026 °
- Temps de pas 1 seconde.
- Tension d'accélération du tube : 45kV
- Courant du filament 40 mA

-On donne dans la figure Vxx le diffractogramme du mica à l'état solide

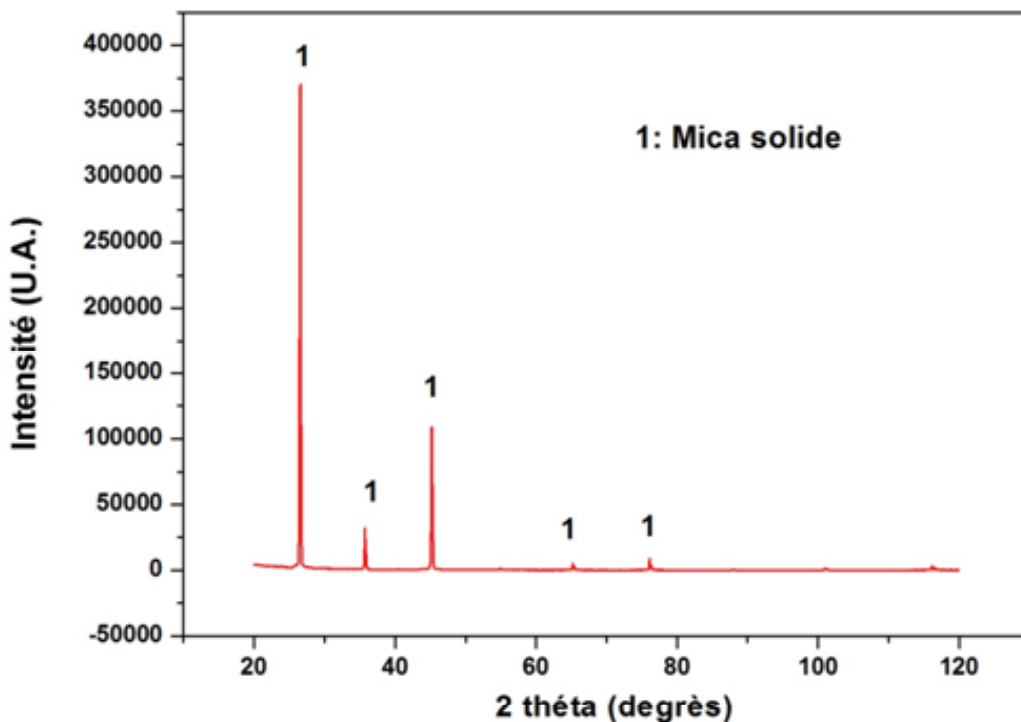


Figure V.27 : Diffractogramme du mica solide (Etat brut)

Sur la figure V.27 tous les pics correspondent à un même composé qui est le Mica.

Le diffractogramme du Mica à l'état broyé (poudre) montre l'existence de deux composés différents qui sont le Quart (SiO₂) et le Mica.

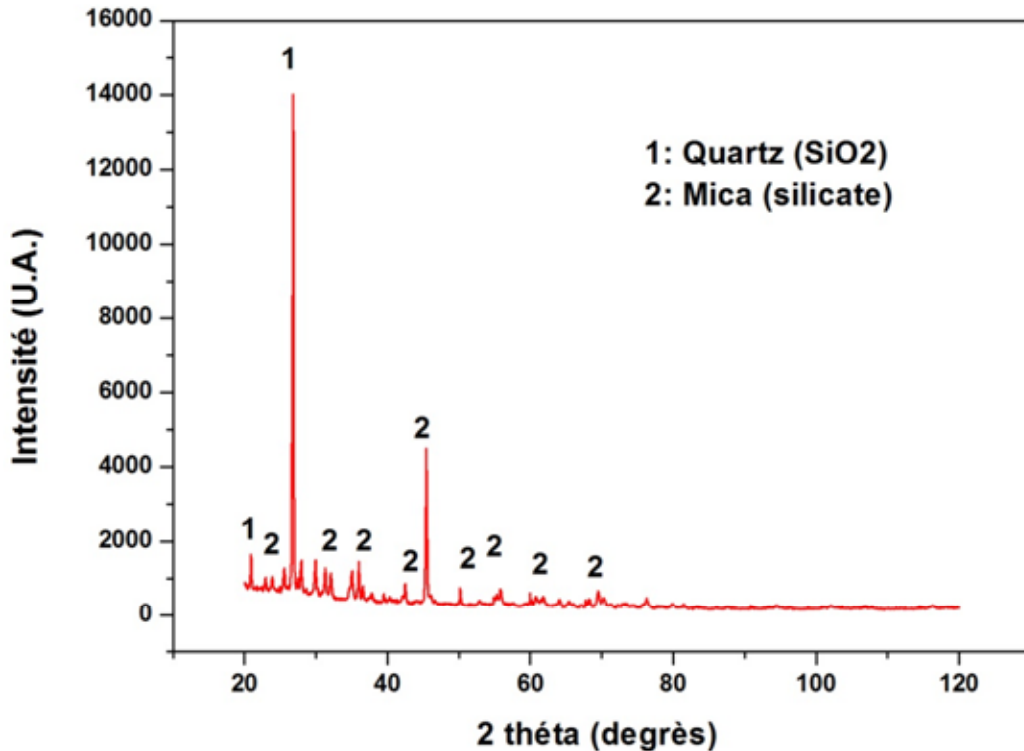


Figure V.28 : Diffractogramme du mica en poudre (Etat broyé)

L'analyse des spectres de diffraction avec le logiciel High score a donné deux composés pour l'échantillon MICA en poudre, à savoir : le **Quartz SiO₂** et la **Muscovite H₂Al_{2.97}Fe_{0.03}K_{0.82}Na_{0.18}O₁₂Si₃** Ce dernier est en fait l'espèce de mica contenu dans notre échantillon dont la formule chimique identifiée par un ce logiciel dont la banque de donnée est mise à jour.

Le logiciel estime que notre échantillon est composé d'environ 98 % de mica et 20 % de quartz ou silice (dont la formule chimique SiO₂). Voici le diffractogramme obtenu par le logiciel High score est donné sur la figure V.29

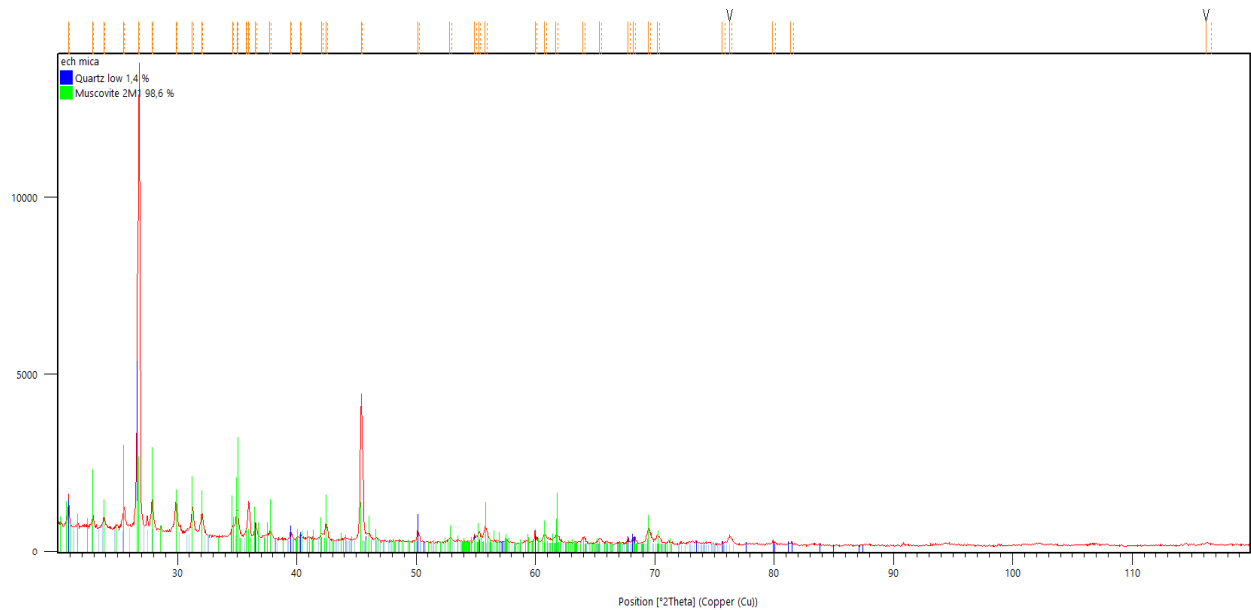


Figure V.29 Diffractogramme de la composition chimique de mica

Dans cet échantillon les pics de mica apparaissent mieux parce qu’il est réduit en poudre. Par contre dans le mica solide le mica n’apparaît pas bien devant la silice SiO₂

V.7 Récapitulatif des résultats des différents essais.

Nous résumons dans le tableau ci-dessous les résultats des différents essais.

Tableau V.3 Récapitulatif des résultats des différents essais

Matériau composite		Module d'élasticité (Mpa)	Contrainte maximale en traction (Mpa)	Allongement à la rupture (%)	Force maxi. en flexion(N)	Flèche maxi. (Mpa)	Résilience
0% Mica		2866	62,1	4,62	737	5,84	4,5
1% Mica	G<1	2398	71,5	4,75	889	4,02	8,61
	1<G<5	2777	73,2	4,91	544	11,5	5,6
	G>5	3045	77,2	4,82	459	14,1	4,2
3% Mica	G<1	3593	73,5	4,75	879	7,75	7,73
	1<G<5	2238	52,5	3,67	682	6,96	8,3
	G>5	2508	50,9	4,77	447	6,03	6,3
5% Mica	G<1	2663	818	5,77	862	4,7	5,2
	1<G<5	3776	744	5,2	604	9,66	6,5
	G>5	2535	735	5,71	344	16	7,2

Du tableau ci-dessus nous établissons les histogrammes des différentes caractéristiques des matériaux élaborés. Ces histogrammes nous permettront de déterminer d’évaluer l’influence de

la charge sur les différentes propriétés de chacun des composites pour chacune des concentrations en mica et pour les différentes granulométries.

V.7.1 Module d'élasticité

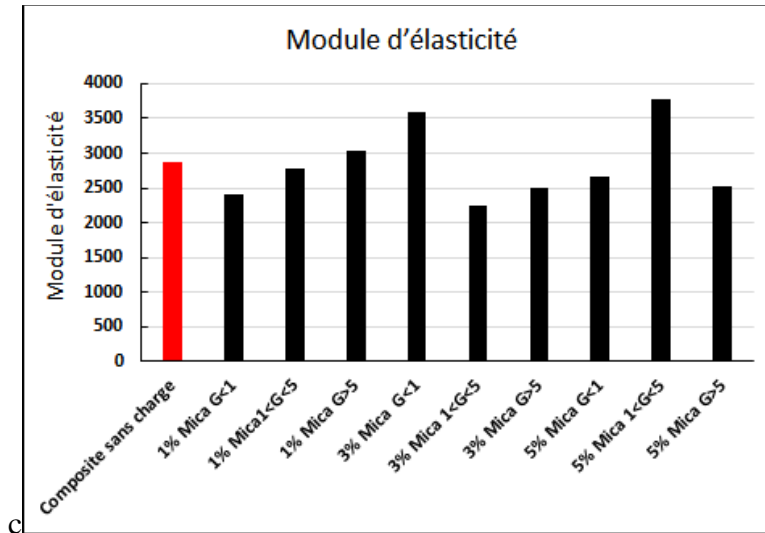


Figure V.30 Histogramme des modules d'élasticité
Les résultats montrent que le module d'élasticité est légèrement affecté par la granulométrie et la concentration en mica.

V.7.2 Contrainte maximale en traction

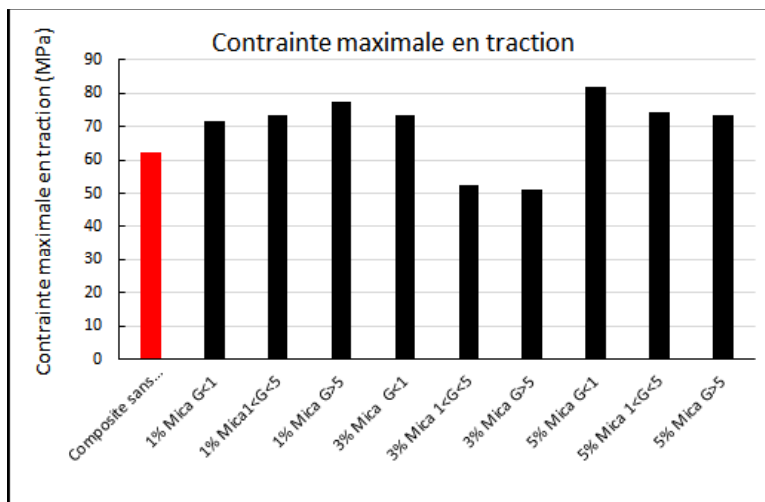


Figure V.31 Histogramme des contraintes maximales en traction
Les contraintes maximales en traction augmentent pour tous les matériaux à l'exception des matériaux contenant 3% de mica et les granulométries 1<G<5 et G>5.

V.7.3 Allongement à la rupture

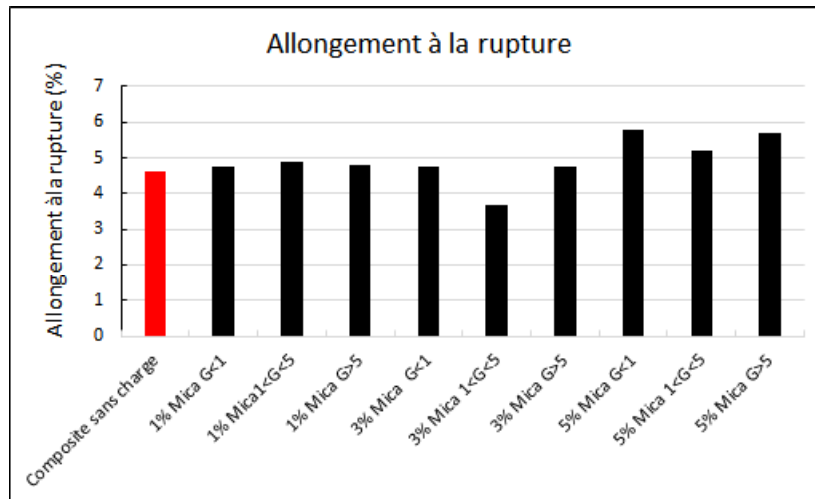


Figure V.32 Histogramme des allongements à la rupture
 Les allongements à la rupture varient faiblement pour toutes les concentrations et pour toutes les granulométries des différents matériaux.

V.7.4 Flèche maximale en flexion

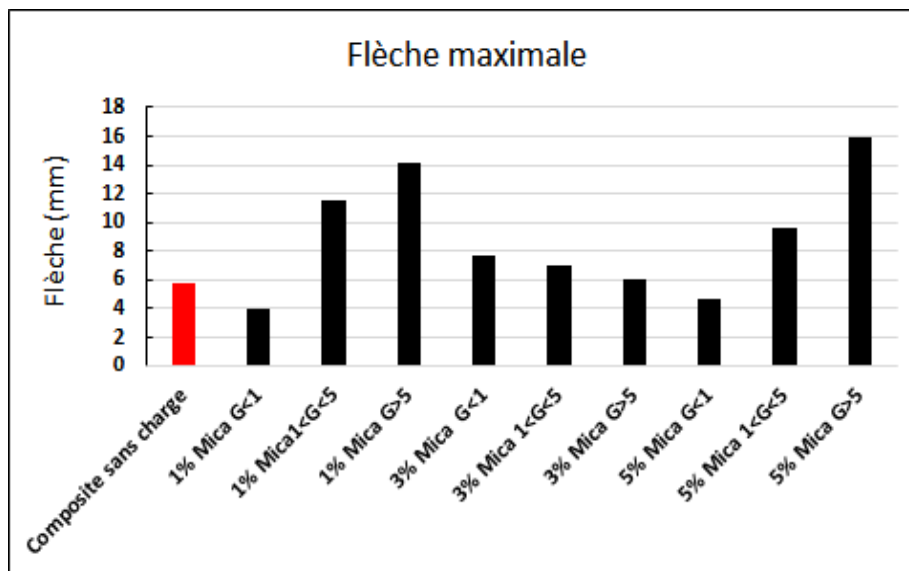


Figure V.33 Histogramme de la flèche maximale
 Les flèches maximales en flexion augmentent pour tous les matériaux à l'exception des matériaux contenant 1% de mica et la granulométrie G<1 et 5% de mica pour et la granulométrie G<1.

V.7.5 Force maximale en flexion

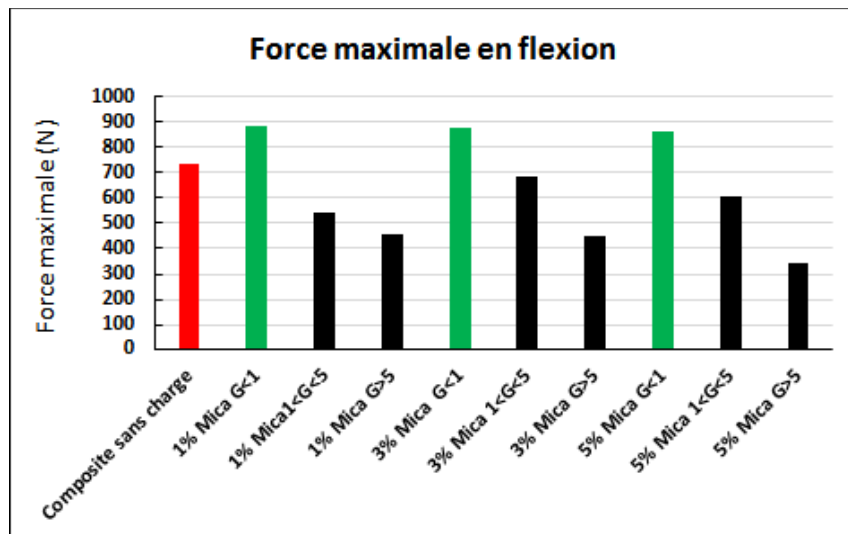


Figure V.34 Histogramme des forces maximales en flexion
 La force maximale est obtenue pour les matériaux composites avec 1% de mica et une granulométrie G<1

V.7.6 Résilience

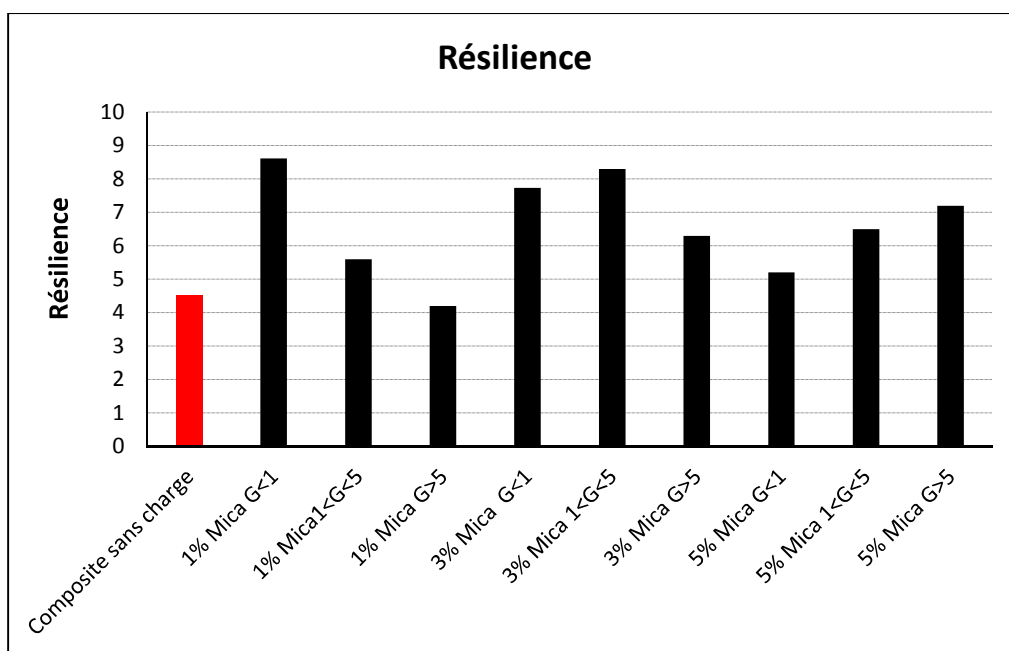


Figure V.35 Histogramme des résiliences
 Nous constatons que le mica apporte une nette amélioration de la résilience pour toutes les concentrations en mica et pour toutes les granulométries.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le monde de l'élaboration des matériaux composite est un monde innovant, en plein expansion, les découvertes sont toujours possibles et les combinaisons entre les propriétés des matériaux sont toujours envisageables. Nous avons mené une étude expérimentale qui consiste en l'élaboration et caractérisation de matériaux composites renforcés en fibre de verre et chargés en mica.

Des éprouvettes normalisées de traction, de flexion et de résilience ont été élaborées.

Des essais de traction, flexion et micro dureté ont été menés. Une analyse en DRX pour la charge minérale Mica a été faite.

Les résultats qui découlent de notre investigation sont les suivantes :

-L'ajout de 3% de mica ayant la granulométrie inférieure à 1mm ($< 1\text{mm}$), améliore considérablement toutes les caractéristiques mécaniques du matériau composite :

- En traction : amélioration du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la déformation.
- En flexion : améliore la force et la flèche ;
- En résilience : très importante amélioration.

-L'ajout de 3% de mica avec les deux autres granulométries n'ont amélioré, par rapport au matériau composite de référence, que deux propriétés qui sont la flèche et la résilience.

- la plus grande valeur du module d'élasticité est obtenu avec la charge 5% de Mica granulométrie $1\text{mm} < G < 5\text{mm}$.

- la plus grande valeur de la contrainte à la rupture est obtenue pour le composite chargé en 5% de Mica avec la granulométrie $G < 1\text{mm}$.

- le plus grand allongement à la rupture est obtenu pour 5% de Mica avec la granulométrie $G < 1\text{mm}$.

-la plus grande force en flexion est obtenue avec 1% de Mica, granulométrie $1\text{mm} < G < 5\text{mm}$ traction.

- la plus grande flèche est obtenue avec 5% de mica $5\text{mm} < G$.

- la plus grande résilience est obtenue avec 1% de Mica, granulométrie $G < 1\text{mm}$

-l'analyse DRX de la poudre de Mica a révélé qu'elle contenait 80% de Mica Moscovite et 20% de quartz (SiO_4).

Le choix du composite se fera selon l'exigence du cahier des charges souhaitées pour les caractéristiques mécaniques.

Les perspectives

Une étude encore plus minutieuse doit être entreprise pour affiner les résultats et des observations aux microscopes optique et électronique doivent avoir lieu afin d'examiner ce qui se passe au niveau structurale de nos échantillons.

Références bibliographiques

[1] **S. BENSAID**

« Contribution à la modélisation électromagnétique et thermique des matériaux composites anisotropes », Thèse de Doctorat, Université de Nantes, France 2006

[2]. **B. RINGUETTE,**

« Matériaux composites a base de fibres de Chanvre », Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval dans le cadre du programme de maîtrise en génie chimique pour l'obtention du grade de maître es sciences (M.Sc.), 2001.

[3]. **A. R .BUNSELL**

(Chapitre 1 : constituants des composites), J.RENARD, « Elaboration microstructure et comportement des matériaux composites à matrices polymères », édition LAVOISIER, 2005

[4] **Damien DUCRET, thèse doctorat**

Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites : caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique, Institut national des sciences appliquées de LYON, juillet 2000.

[5] **Jean-Marie BERTHLOT**

Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures 4eme édition, Ed TEC&DOC, Lavoisier, 2005.

[6] **Pierre JACQUINET**

Utilisation des matériaux composites ; Edition HERMES, Paris 1991.

[7] **El Hadji Babacar LY, thèse doctorat**

Nouveaux matériaux composites thermoformables à Base de Fibres de Cellulose, institut national polytechnique de GRENOBLE, Janvier 2008.

[8] **Jean-Paul BAILON et J.M DORLOT**

Des matériaux, 3eme édition, Ecole Polytechnique de MONTREAL, 2000.

[9] **L'industrie française des matériaux composites**

Etude stratégique réalisée Nodal consultants pour le compte de la iGITIP/SIM. Louis Berreur Bertrand de maillard, Stanislas nösperger, 17 décembre 2001, Rév.2 du 13 mai 2002.

[10] **Daniel Gay**

Matériaux composites, 5eme Edition révisée, HERMES, Lavoisier 2005.

[11] **Glossaire des matériaux composites**

CARMA, Actualisation octobre 2006.

[12] **P.E BOURBAN, Leif Carlsson, Jean Pierre Mercier et J. Anders E. MANSON**

Matériaux composites à matrices organique, presses polytechniques et universitaires ROMANDES, 2004.

[13] **Maurice REYNE**

Technologie des composites, édition HERMES, 1990.

[14] **Claude Bathias et Coll**

Matériaux composites ; L'usine Nouvelle, DUNOD, Paris 2005.

[15] **Alain BOUDET**

Voyage au coeur de la matière plastique, les microstructures des polymères, CNRS éditions, Paris 2003.

[16] L'encyclopédie des minéraux, OLE JOHNSON, Delachaux et niestle (2002)

[17] **Huve L.**, Thèse de l'Université de Haute-Alsace, (1992)

[18] **Miehe-Brendle J.**, Thèse de l'Université de Haute-Alsace, (1996)

[19] **Madhukar B. B. L.Srivastava S. N. P.**, Mica and Mica Industry; A. A. Balkema : Rotterdam, (1995).

[20] **Hedrick J.B.** U.S. Geol. Survey 2000, Minerals Yearbook, vol. 1, pp 52.1-52.5.

[21] **Wypych G. Handbook Fillers**, 2nd. Ed; Chem Tec Publishing: Toronto, Canada, (1999).

[22] **Gusev A. A., Lusti H. R.** Adv. Mater, 2001, 13, 1641.

[23] **Xavier S. F., Sharma Y. N.**, Polym. Composites 1986, 7, 42