

Projets Matériaux 2024

Semestre 2 :

SAE 21 + 24

Mesure des propriétés des matériaux

Résines chargées

Influence de la charge sur les propriétés

Département SGM



Nantes Université

Intro :

Objectif : créer une fiche technique d'un mélange réactif chargé avec la détermination des propriétés chimiques, physiques et mécaniques

Pour cet réaliser cet objectif on va réaliser plusieurs expériences : compression, traction, conductivité thermique, trombomat... Avec notre bibliographie on va pouvoir comparer nos résultats avec celle-ci. Nos résultats nous permettrons de réaliser une fiche technique pour des pourcentages de charge présentent dans le mélange. Avec les recherches effectuées sur la structure de notre charge on va pouvoir expliquer nos résultats. Avec nos résultats et nos informations la Fillite on va pouvoir exprimer l'intérêt de notre charge sur un mélange réactif (résine époxy + durcisseur) et dans quels domaines ont pourraient l'utiliser.

Table des matières

1	CHAPITRE 1 : BIBLIOGRAPHIE.....	4
1.1	Les différents types de charges.....	4
1.2	Etude de la résine époxy	6
1.3	La Fillite	10
2	CHAPITRE 2 : PREPARATION DES ECHANTILLONS	14
2.1	Fabrication et/ou découpe des échantillons	14
2.2	Nomenclature utilisée pour classer les échantillons	15
2.3	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	16
3	CHAPITRE 3 : MASSE VOLUMIQUE	16
3.1	Description de la méthode de mesure	16
3.2	Principe physique de la mesure et calcul	17
3.3	Protocole expérimental	17
3.4	Résultats obtenus	17
3.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	18
3.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	19
4	CHAPITRE 4 : TROMBOTECH	21
4.1	Description de la norme du projet et sa mise en œuvre	21
4.2	Description de la méthode de mesure	21
4.3	Principe physique de la mesure et calcul	22
4.4	Protocole expérimental	22
4.5	Résultats obtenus	23
4.6	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	24
4.7	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	25
5	CHAPITRE 5 : TRACTION	27
5.1	Description de la méthode de mesure	27
5.2	Principe physique de la mesure et calcul	28
5.3	Protocole expérimental	28
5.4	Résultats obtenus	29
5.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	30
5.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	31
6	CHAPITRE 6 : CONDUCTIVIMETRE	33

6.1	Description de la méthode de mesure	33
6.2	Principe physique de la mesure et calcul	34
6.3	Protocole expérimental	34
6.4	Résultats obtenus	35
6.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	36
6.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	37
7	CHAPITRE 7 : VISCOSIMETRE	38
7.1	Description de la méthode de mesure	38
7.2	Principe physique de la mesure et calcul	38
7.3	Protocole expérimental	39
7.4	Résultats obtenus	40
7.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	41
7.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	42
8	CHAPITRE 8 : CALCINATION	43
8.1	Description de la méthode de mesure	43
8.2	Principe physique de la mesure et calcul	44
8.3	Protocole expérimental	44
8.4	Résultats obtenus	44
8.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	44
8.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	46
9	CHAPITRE 9 : DSC.....	47
9.1	Description de la méthode de mesure	47
9.2	Principe physique de la mesure et calcul	48
9.3	Protocole expérimental*	48
9.4	Résultats obtenus	49
9.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	50
9.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	50
10	CHAPITRE 10 : MICROGRAPHIE	52
10.1	Description de la méthode de mesure	52
10.2	Principe physique de la mesure et calcul	52
10.3	Protocole expérimental	53
10.4	Résultats obtenus	54
10.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	54
10.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	55
11	CHAPITRE 11 : COMPRESSION	56
11.1	Description de la méthode de mesure	56
11.2	Principe physique de la mesure et calcul	56
11.3	Protocole expérimental	57
11.4	Résultats obtenus	57
11.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	58
11.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	60
12	CHAPITRE 12 : SPECTROMETRIE INFRAROUGE.....	61

12.1	Description de la méthode de mesure	61
12.2	Principe physique de la mesure et calcul	61
12.3	Protocole expérimental	62
12.4	Résultats obtenus	63
12.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	63
12.6	Tableau des apprentissages critiques et ressources.....	64
13	CHAPITRE 13 : ATG	65
13.1	Description de la méthode de mesure	65
13.2	Principe physique de la mesure et calcul	66
13.3	Protocole expérimental	66
13.4	Résultats obtenus	67
13.5	Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie	67
14	CHAPITRE ANNEXES	70
14.1	Annexe TROMBOTECH	70
14.2	Annexe TRACTION.....	71
14.3	Annexe CONDUCTIVIMETRE.....	72
14.4	Annexe VISCOSIMETRE.....	73
14.5	Annexe COMPRESSION	73
14.6	Annexe ATG	77
14.7	Annexe MICROGRAPHIE	78
14.8	Annexe DSC	78
15	REFERENCES	82

CHAPITRE 1 : BIBLIOGRAPHIE

1.1 Les différents types de charges

Pour commencer, les charges, substances inertes, minérales ou végétales, sont ajoutées aux polymères de base pour modifier les propriétés mécaniques, électriques, thermiques, améliorer l'aspect de surface ou réduire le coût du matériau. Dans le cas des matières thermoplastiques, l'utilisation de charges a considérablement augmenté récemment, bien qu'elles ne soient pas indispensables. Les matières thermodurcissables ont toujours contenu des charges variées à des taux parfois élevés. Le choix d'une charge dépend des modifications recherchées pour l'objet fini, et les substances utilisées doivent répondre à certaines exigences [1].

On retrouve plusieurs familles de charges : Charges organiques naturelles, Charges organiques synthétiques, Charges minérales, Oxydes et hydrates métalliques, Verre, Carbone et Charges métalliques [1].

A. Emploi

Les différentes charges qui existent ont plusieurs utilisations possibles. Le choix sera fait en fonction de leurs caractéristiques (expliquées en partie 3) [3].

Les produits organiques naturels :

- Farine de bois : Cette charge réduit le retrait au moulage et confère de bonnes propriétés électriques isolantes ainsi qu'une bonne résistance aux chocs. Elle est couramment utilisée dans la fabrication de résines phénoliques, alkydes, mélamine, polyesters insaturés et aminoplastes.
- Farine d'écorces de fruits : Cette charge améliore l'écoulement et la brillance tout en réduisant l'absorption d'eau. Elle trouve son application dans diverses résines telles que les alkydes, la mélamine, les résines phénoliques, les polyesters insaturés, le PP et le PE, ainsi que l'ABS.
- Amidon : En permettant l'obtention de matériaux biodégradables, cette charge est utilisée dans des résines telles que le PVAC et le PE.

Poudres organiques synthétiques

- Élastomère styrène/butadiène : Cette charge augmente la résistance aux chocs et est couramment utilisée dans des résines telles que les phénoliques, les polyesters insaturés, les polyacétals, le PA, le PC et le PPS.
- PTFE et polymères fluorés : Ces charges améliorent la résistance aux chocs et sont utilisées dans des résines telles que le PUR et le PI.
- Acéto-butyrate de cellulose : Utilisé pour réduire le retrait au moulage, cette charge est fréquemment intégrée dans des polyesters renforcés.

Carbone

- Noir de carbone : Utilisé comme colorant, pigment, barrière anti-UV et antioxydant dans l'industrie des plastiques. Il peut également être utilisé pour faciliter la réticulation.
- Coke de pétrole : Utilisé pour améliorer la résistance en traction et la résistance à la chaleur dans des résines époxydes, phénoliques et PVC.
- Sphères creuses de carbone : Abaissent la densité de la résine et sont utilisées dans des résines telles que les polyesters insaturés, les époxydes et les phénoliques.
- Fibres de carbone : Renforcent mécaniquement la résine, améliorant ainsi sa résistance aux contraintes structurelles.

Métaux

Les métaux tels que l'aluminium, l'acier, le cuivre, le zinc, le nickel et le bronze sont utilisés comme charges pour :

- Améliorer la résistance à la chaleur et la conductivité électrique.
- Ces métaux sont fréquemment intégrés dans des résines polyacétals, polyamides et polypropylène.

Oxydes métalliques

Les oxydes métalliques, tels que l'oxyde d'aluminium, l'oxyde de magnésium, l'oxyde de zinc et l'oxyde de beryllium, sont utilisés comme charges pour :

Oxyde d'aluminium : Utilisé pour améliorer la résistance au feu, notamment dans des résines polyesters insaturés et le PVC.

Oxyde de magnésium : Introduit pour augmenter la viscosité des prémix, ainsi que la dureté et la rigidité des pièces, principalement dans des résines polyesters insaturés.

Oxyde de zinc : Utilisé pour augmenter la conductivité électrique et la résistance aux rayons ultraviolets (UV). Intégré dans des résines PP, PUR et polyesters insaturés.

Oxyde de beryllium : Utilisé pour augmenter la conductivité électrique, principalement dans des résines époxydes.

Silices

Les différentes formes de silices, telles que les sables de silice, le quartz, la farine de diatomées et la silice thermique, sont utilisées comme charges pour :

Réduire le retrait au moulage.

Améliorer la résistance à l'humidité, l'adhérence et la thixotropie.

Ces silices sont utilisées dans diverses résines telles que les époxydes, les phénoliques, les polyesters, les silicones, les polyoléfines, le PVC, les polyamides et les polymères fluorés.

Silicates

Les silicates, tels que le talc, le mica ou le kaolin sont utilisés comme charges pour :

Apporter une pigmentation blanche à gris clair.

Améliorer l'écoulement.

Accroître la rigidité des pièces.

Ces silicates sont couramment utilisés dans des résines telles que les PUR, les polyesters insaturés, le PVC, les époxydes, le PE, le PS, le PP et le PA.

Autres poudres minérales

Carbonate de calcium, Titanate de potassium, Sulfate de baryum, Ferrite de baryum : Utilisés pour améliorer la brillance, la résistance mécanique, la stabilité dimensionnelle, la densité, la résistance à la compression, et conférer des propriétés magnétiques. Utilisés dans diverses résines polyesters insaturés, PVC, époxydes, polyamides, PUR alvéolaires. [1]

Voici donc les principales utilisations des charges, voyons maintenant comment elles sont incorporées dans les résines (ou dans les gelcoats). Les charges peuvent être présentes sous forme de liquides, de poudres, de farines, de fibres ou même de sphères creuses.

1.2 Etude de la résine époxy

Ces résines sont des polymère thermodurcissable (par exemple résine époxy), un thermodurcissable est un matériau plastique qui sous l'effet de la chaleur va se durcir et garder une même forme contrairement au thermoplastique qui sous l'effet de la chaleur vont pouvoir être modelé, modifier un nombre infini de fois. Donc quand on va chauffer cette résine la réaction chimique qui se produit est une réticulation, cette réaction crée un réseau tridimensionnel. Contrairement au réseau cristallin, ce réseau désordonné donne la propriété amorphe ce qui fait la translucidité. Pour rappel une résine est la matrice d'un matériau composite [4].

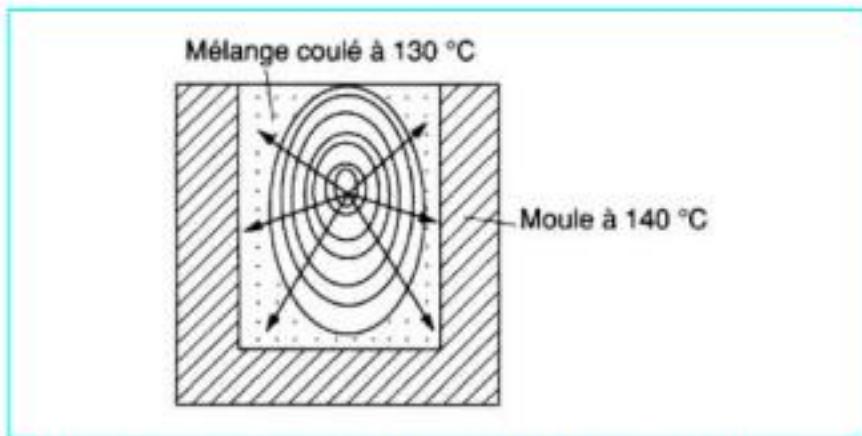
Les matières thermodurcissables sont produites dans une variété de formes, telles que liquides, pâtes, mastics et résines solides, et subissent des transformations irréversibles sous l'effet de la chaleur et/ou de catalyseurs. Ces transformations créent de nouvelles liaisons covalentes entre les molécules, rendant les produits finaux infusibles et insolubles. Les matériaux composites à matrice organique, souvent fabriqués à partir de résines thermodurcissables liquides pour faciliter l'imprégnation des fibres, offrent des avantages pour la fabrication de grandes pièces. Les méthodes de fabrication impliquent des processus tels que le moulage par compression, le transfert et l'injection, avec des variations de température et de pression selon la forme physique des résines utilisées. Les matières thermodurcissables solides, bien que souvent mises en œuvre par des procédés de solubilisation, offrent des propriétés mécaniques stables et résistantes à la chaleur [5].

La résine époxy a différents procédés et mise en œuvre

Coulée classique ou conventionnelle, Coulée en GPA (gélification sous pression automatisée), Machines de dosage-mélange Coulée par centrifugation, Enrobage dans des moules perdus et enrobage au trempé, Imprégnation Stratification Enroulement filamentaire (filament winding ou FW), Pultrusion Construction des outillages, Mise en œuvre des bétons et mortiers d'époxyde Revêtement et obtention de couches minces Cataphorèse, Projection au pistolet électrostatique, Lit fluidisé, Machine à rideau ,Enduction à l'aide de machines à rouleaux

Résines pour revêtement d'outillage. Ainsi, dans le cas d'un modèle à reproduire, il faut que la couche de surface réalisée en résine soit suffisamment dure pour résister à la pression locale : le gel-coat, c'est-à-dire la couche superficielle, contient des charges très dures comme le carborundum. Pour une résine non chargée, il est bien évident que la dureté est plus élevée en l'absence d'agents flexibilisant. De même, les formules à température de transition vitreuse élevée, dont le réseau tridimensionnel est plus compact, présenteront une dureté plus élevée que les autres. Pour fixer les idées, les résines d'outillages non chargées et non plastifiées présentent une dureté de 80 à 85 Shore D. Lorsqu'on les charge, par exemple avec du carborundum, la dureté

monte à 85-95 Shore D. Il est donc difficile de bien différencier les deux qualités au seul vu de leur dureté Shore et l'on préfère souvent comparer leur résistance à la compression. Ainsi, en reprenant les mêmes exemples, on passe de 35-40 N/mm² pour les résines non chargées, à 110-125 N/mm² pour les résines chargées. [8]



[8]

Figure 2 – Coulée classique : la réaction se propage du centre de la pièce vers les parois qui gélifient en dernier

Dans notre SAE nous allons travailler avec la résine époxy, elle est composée de polymère thermodurcissable. Grâce à ses différentes propriétés, cette résine est très polyvalente ce qui fait qu'elle est utilisée dans plein de domaines variés. Cette résine est fabriquée par le mélange de deux composants la résine et le durcisseur. Cette résine est un polymère liquide qui vient du pétrole. Le durcisseur est un élément chimique réactif qui va réagir avec la résine. [8].

Pour ce projet matériaux nous allons utiliser la résine SR1500 de Sicomin avec le durcisseur SD2507. Comme nous allons réaliser une plaque en résine et durcisseur on va pouvoir tester ses propriétés en compression, traction... Nous allons aussi mélanger la résine avec notre charge (fillite) et donc on va pouvoir observer ce qu'elle apporte en termes de propriétés. Pour pouvoir faire des comparaisons voici des données de la fiche technique que l'on peut retrouver sur le site Sicomin.

Résine époxy SR 1500

		SR 1500
Aspect		Liquide
Couleur		Claire
Viscosité (mPa.s)	15 °C	5 300 ± 1 000
Rhéomètre	20 °C	2 300 ± 500
CP 50 mm	25 °C	1 250 ± 250
gradient de cisaillement 10 s ⁻¹	30 °C	750 ± 150
	40 °C	300 ± 60
Densité :	20 °C	1.13 ± 0.01
Picnomètre		
NF EN ISO 2811-1		
Stabilité au stockage:		24 mois, ne critallise pas

10]

Ce tableau nous donne sa viscosité : 2300 MPa.s pour une température de 20°C. Nous pourrons le vérifier lors de l'une de nos séances.

Durcisseurs SD xxxx

	SD 2507	SD 2806	SD 2505	SD 2503	SD 7561
Aspect / couleur:	Liquide jaune	Liquide jaune	Liquide jaune	Liquide jaune	Liquide transparent
Réactivité	Rapide		Réactivités intermédiaires		Ultra lent
Viscosité (mPa.s)					
Rhéomètre	20 °C	1 600 ± 300	300 ± 60	350 ± 70	210 ± 40
CP 50 mm	25 °C	1 000 ± 200	200 ± 40	230 ± 40	150 ± 30
gradient de cisaillement 10 s ⁻¹	30 °C	600 ± 100	140 ± 30	150 ± 30	100 ± 20
Densité	20 °C	1.09 ± 0.01	1.07 ± 0.01	1.00 ± 0.01	1.00 ± 0.01
Picnomètre					
NF EN ISO 2811-1					0.96 ± 0.01

Sur ce tableau on peut voir que la viscosité du durcisseur SD2505 (celui que nous allons utiliser) est de 350 mPa.s à 20°C. Nous vérifierons cela avec le rhéomètre pendant l'une de nos séances. [10]

Propriétés mécaniques sur résine pure :

		SR 1500 / SD 2505		
Cycles de polymérisation		14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 8h 60 °C
Traction				
Module	N/mm ²	3100	2900	2900
Résistance maximum	N/mm ²	77	74	74
Résistance à la rupture	N/mm ²	71	68	68
Allongement à l'effort maximum	%	3.6	4.4	4.7
Allongement à la rupture	%	4.5	6.0	7.4
Flexion				
Module	N/mm ²	3200	3100	3100
Résistance maximum	N/mm ²	115	115	117
Allongement à l'effort maximum	%	4.8	5.4	5.6
Allongement à la rupture	%	7.7	8	7.9
Choc Charpy				
Résilience	kJ/m ²	25	30	26
Transition vitreuse				
Tg1	°C	56	68	72
Tg1 max.	°C			76

Ce tableau sur les propriétés mécaniques de la SR1500 avec SD2505 nous permet de savoir ses propriétés en traction que l'on va pouvoir tester lors de l'une de nos séances. [10]

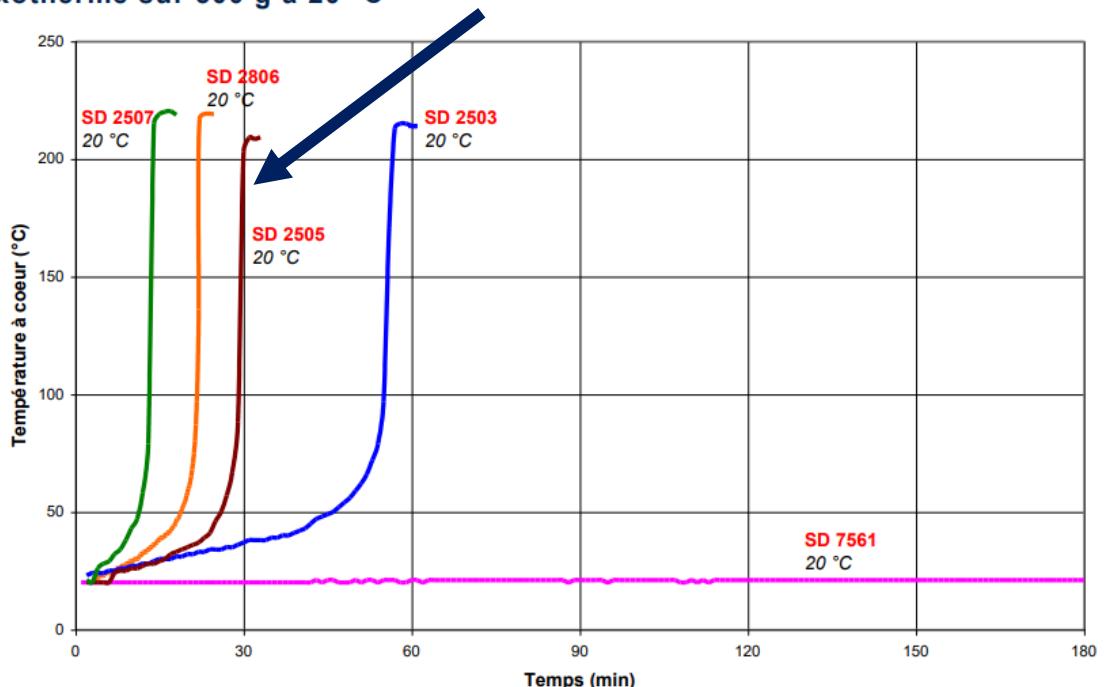
On a aussi une température de transition vitreuse de 56°C, nous pourrons vérifier cette valeur en DSC.

Réactivité en masse sur 500 g de mélange

	SR 1500 / SD 2507	SR 1500 / SD 2806	SR 1500 / SD 2505	SR 1500 / SD 2503	SR 1500 / SD 7561
Température d'exothermie (°C) sur 500 g mélange:					
30°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	190 °C
25°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	117 °C
20°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	26 °C
Temps pour atteindre l'exothermie sur 500 g de mélange:					
30°C	11'	13'	15'	27'	2h 33'
25°C	10'	17'	20'	42'	4h 30'
20°C	13'	22'	30'	57'	8h
Temps pour atteindre 50°C sur 500 g de mélange:					
30°C	4'	9'	10'	18'	1h 50'
25°C	5'	12'	14'	33'	4h
20°C	11'	18'	25'	45'	-

Ces valeurs de températures d'exothermie, de temps pour l'atteindre et de temps pour atteindre 50°C pour 500g de mélange pourront être vérifiées avec le trombotat même si nous aurons des valeurs pour un mélange beaucoup moins lourd.

Exotherme sur 500 g à 20 °C



Ce graphique qui nous montre l'évolution de la température dans le mélange lors de la réticulation, en effet celle-ci produit de la chaleur. Cette courbe nous permettra de vérifier avec les résultats obtenus lors de l'expérience avec le trombomat d'un pot résine + durcisseur.

1.3 La Fillite

Pour répondre à notre SAE nous allons comparer des échantillons de composites chargés et non-chargés, nous allons notamment étudier la fillite : La fillite est une charge adaptée à une large gamme d'applications qu'on ajoute généralement à une résine pour diminuer sa densité. Elle se présente sous forme de microsphères creuses d'aluminosilicate. Les aluminosilicates sont des minéraux du groupe des silicates dans lesquels certains atomes de silicium Si sont remplacés par des atomes d'aluminium Al. Les résines compatibles avec la fillite sont

nombreuses, notamment l'époxy, la résine polyester, et la résine polyuréthane. Cette matière ne présente pas beaucoup de risques pour la santé car elle est inerte, vitreuse et insensible à l'humidité.

Pour étudier l'effet d'une charge sur une résine nous allons essayer avec la fillite. Nous allons comparer les caractéristiques de plusieurs plaques : résine, fillite, durcisseur. Elles seront plus ou moins chargées en fillite pour étudier son influence. 45g pour 100g de mélange réactif et 70g pour 100g de mélange réactif.

CARACTERISTIQUES :

- Microsphères creuses de silicate d'alumine
- Compatible avec un grand nombre de liants dont époxydes, polyesters, polyuréthanes
- Facilité d'application (onctuosité, homogénéité)
- Isolant thermique
- Forme : Microsphères creuses
- Nature des parois : Silicate d'alumine
- Densité apparente : 350 à 450 g / litre
- Point de fusion : 1200 – 1400 °C
- PH : 6-8 en solution à 50 % (neutre)
- Résistance en compression : 3.4 MPa - 34 Bars - 500 Psi

[9]

Parmi ces caractéristiques nous allons pouvoir vérifier sa densité grâce à des calculs de masse volumique. Nous pourrons aussi vérifier sa résistance à la compression lors de l'une de nos séances.

La densité du verre est plutôt faible comparé à d'autre matériaux : 2.500

Le verre à environ une résistance en traction de 30MPa

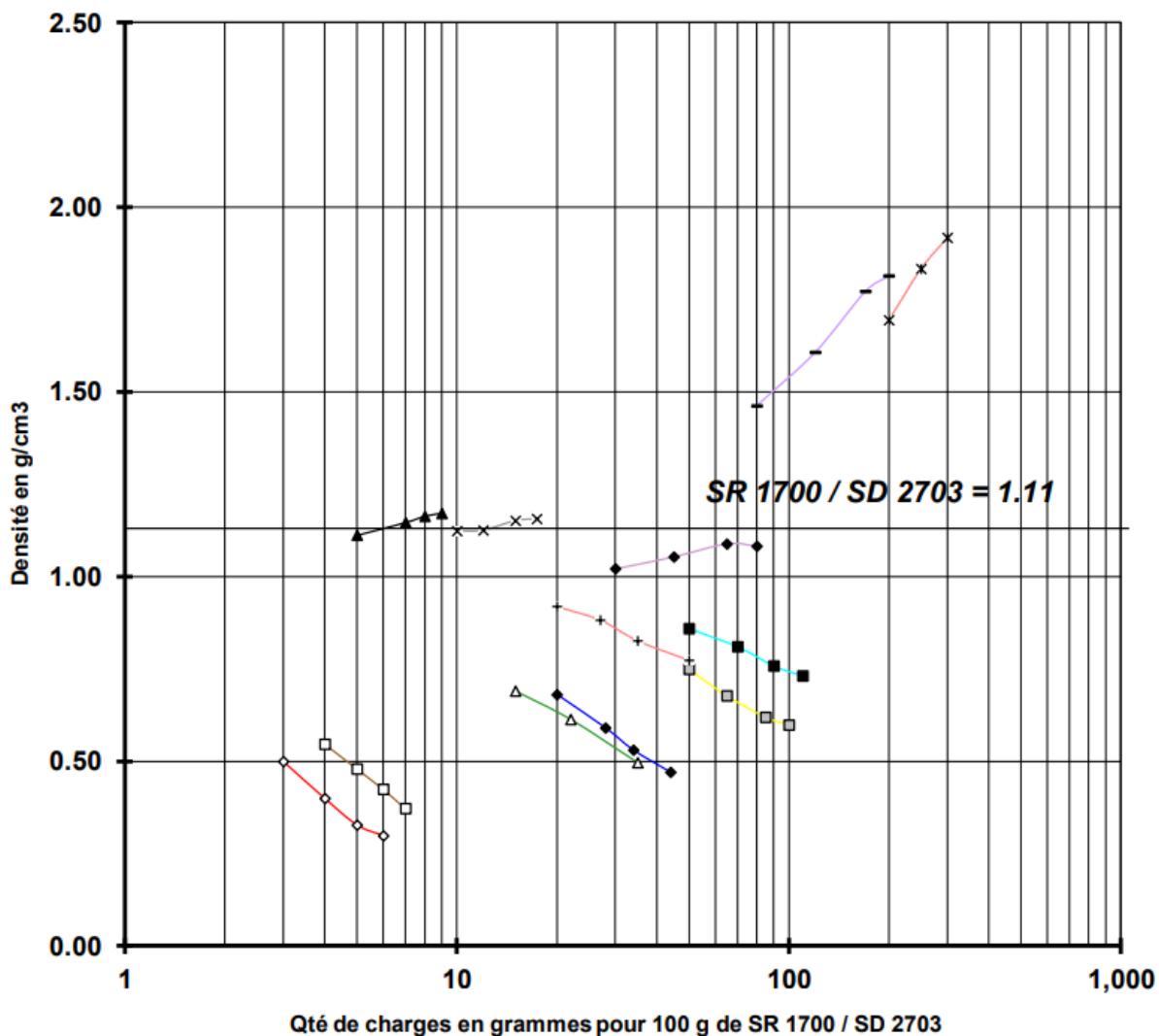
Conductivité thermique de l'air : 0.024 W/K et conductivité thermique du verre : 1.1 - 1.2 W/K.

[11]

Image de la Fillite
provenant du site
Sicomin

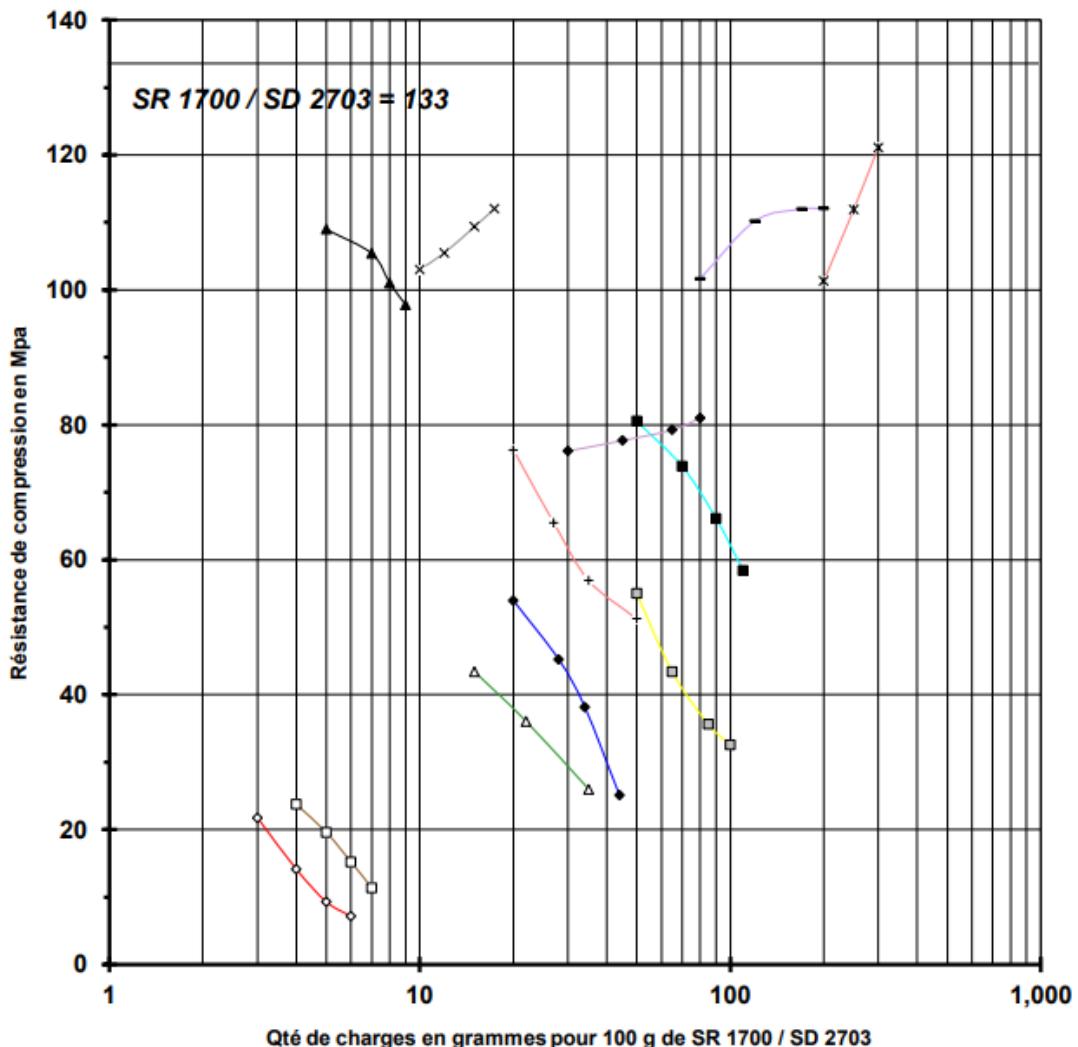


Densité de résine époxy chargée. La Fillite est en bleu cyan.



Résistance en compression de résine époxy chargées de Fillite :

Le graphe compare donc plusieurs chargent, la Fillite que nous allons étudier est la bleu cyan.



◆ Glass Cell 25	■ Fillite 50
△ Microballoons Phénoliques	□ Whitecell
-♦- Héliumcell	-▲- Silicell
-x- Fill Cast	- - Fill Tool
-□- Mix Fill 30	- -x- Treecell
-+ Wood Fill 130	-◆- Wood Fill 250

On peut donc voir que cette charge est dans la moyenne comparée aux autres. On observe aussi que plus il y a de Fillite dans un mélange plus la résistance en compression diminue. Nous pourrons vérifier cela expérimentalement car nous ferons des essais de compression sur 2 échantillons chargées, un le sera plus que l'autre. [9]

Les fiches techniques sur le site Sicomin ne nous donne pas toutes les propriétés mécaniques, physiques ou chimiques de nos produits (fillite et résine époxy), dans le but de créer une fiche technique du mélange réactif : Fillite, résine époxy, durcisseur et donc de déterminer ses propriétés nous allons réaliser plusieurs essais pour confirmer des valeurs données par les fiches techniques et aussi pour découvrir certaines valeurs de propriétés. Pour cela nous allons utiliser plusieurs techniques :

CHAPITRE 2 : PREPARATION DES ECHANTILLONS

2.1 Fabrication et/ou découpe des échantillons

Décrire dans cette partie la mise en œuvre des matériaux si besoin, les découpes, les traitements, etc.

Pour réaliser notre objectif, on va fabriquer 3 mélanges et pour chaque mélange on aura un pot de Trombomat et une plaque.

Mélange 1 : résine époxy (40%), Fillite (45%) et durcisseur (15%) : Résine époxy (15g), Fillite (17g) et durcisseur (5.6g).

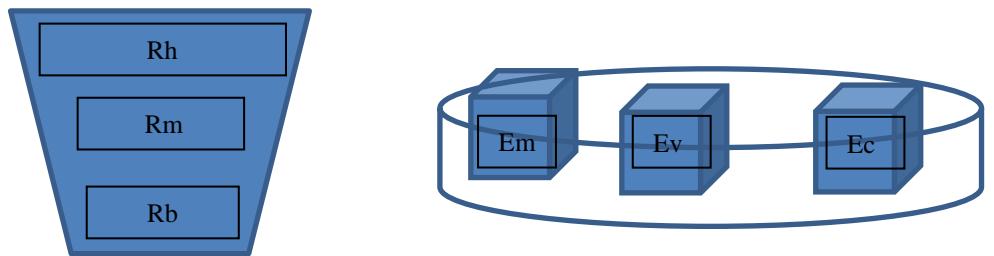
Mélange 2 : résine époxy (27%), Fillite (65%) et durcisseur (8%) : Résine époxy (15g), Fillite (36g) et durcisseur (4.5g).

Mélange 3 : résine époxy (75%) et durcisseur (25%) : Résine époxy (60g) et durcisseur (20g).

Réalisation des pots de Trombomat : après avoir effectué un mélange on verse celui-ci jusqu'au $\frac{3}{4}$ du pot de Trombomat. Lorsque nous expériences de Trombomat sont terminées il faut démouler les pots. Pour cela, sur une planche en bois avec une masse on tape un peu sur le fond du pot, notre échantillon se démoule plutôt facilement.

Réalisation des plaques : on récupère une plaque en métal, on applique du démolant, on laisse sécher 15min ensuite on lustre la plaque. On pose le joint en fonction de la dimension de la plaque que l'on souhaite (cela dépend aussi de la quantité de mélange qu'il nous reste). On verse le mélange qu'il nous reste dans le moule que l'on vient de faire. Une fois que notre plaque est bien réticulée, on enlève le joint autour et avec une spatule on démoule petit à petit notre plaque.

Découpe sur nos échantillons de Trombomat :



Avec la carrelette (laboratoire de composite) on découpe 3 rondelles à 3 niveaux différents de l'échantillon (haut, milieu et bas). Dans chaque rondelle on découpe (avec la scie du laboratoire de métallurgie) 3 échantillons de 1 cm^3 environ et de forme parallélépipédique.

Les échantillons Em sont destinés aux essais mécaniques de compression, les échantillons Ev à la détermination de la masse volumique et les échantillons Ec à la détermination du taux de charge par calcination.



Carrelette (labo de composite)

Scie du laboratoire de métallurgie



Découpe de nos plaques pour les essais de traction et de conductivité thermique : dans chaque plaque on découpe 2 carrés de 50mm de côté destiné à la mesure de la conductivité thermique. Dans chaque plaque on découpe 2 éprouvettes de 150x20 mm pour les essais de traction. On découpe aussi des échantillons pour mesurer la masse volumique.

2.2 Nomenclature utilisée pour classer les échantillons

Pour classer nos échantillons, on les identifie de cette façon :

- Echantillon chargé à 45%
- Echantillon chargé à 65%
- Echantillon non chargé

Quand ils ont été découpés à différents niveaux du pot du Trombomat :

- Echantillon (haut ou bas ou milieu) chargé à (65 ou 45%)
- Echantillon (haut ou bas ou milieu) non chargé

On utilisait les pochettes fournies pour ranger nos échantillons.

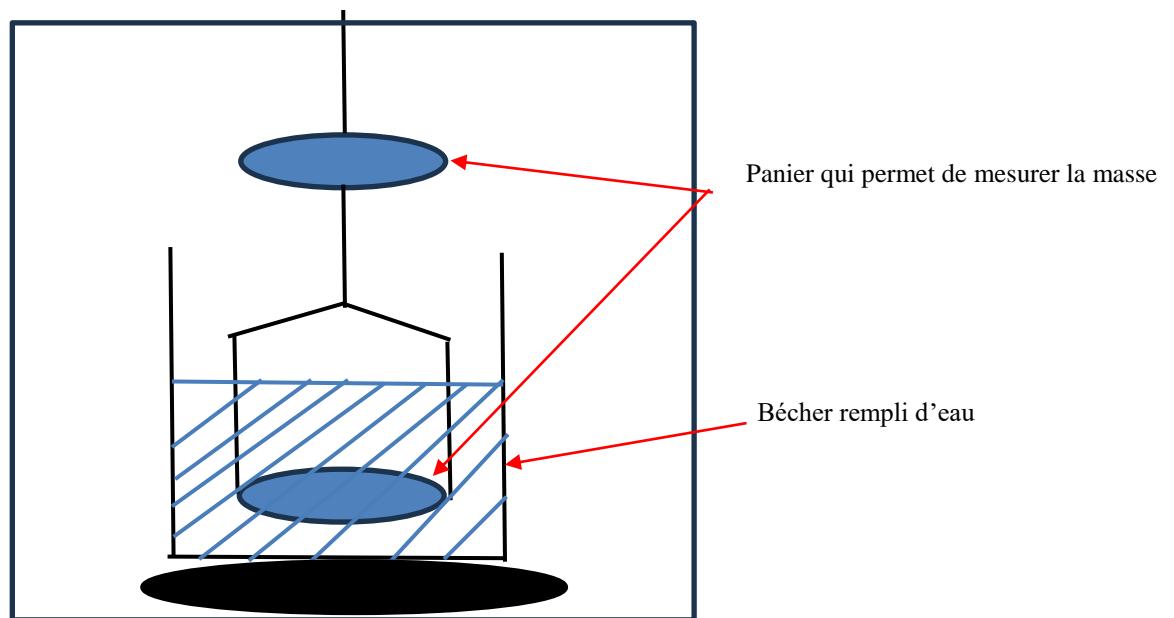
2.3 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme			x
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	x		
Respecter les règles HSE		x	
Identifier un matériau	x		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE			x
Relier les propriétés aux familles de matériaux			x
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai			x
Rédiger le rapport d'essai	x		
Identifier les principes de caractérisation utilisés			x

CHAPITRE 3 : MASSE VOLUMIQUE

3.1 Description de la méthode de mesure

Pour mesurer la masse volumique d'un échantillon par la méthode de la poussée d'Archimède on dispose donc de la balance de haute précision Mettler XS105DU, du montage de mesure de masse volumique : constitué d'un support pour suspendre l'objet à mesurer et d'un réservoir pour le fluide avec un support pour poser l'échantillon dessus et d'un fluide de référence (eau) dont la masse volumique est bien connue. Etapes de la méthode : on pèse l'échantillon dans l'air on obtient m_{air} , ensuite l'échantillon est pesé dans l'eau en immersion puis la masse volumique est calculé par la balance et nous est donnée.



On mesure aussi nos échantillons grâce à un pied à coulisse et une balance : le pied à coulisse permet de mesurer l'épaisseur, la largeur et la longueur de nos échantillons. La balance B303 de la salle G0/26 nous permet de mesurer la masse de nos échantillons.

3.2 Principe physique de la mesure et calcul

La masse de l'objet dans l'eau est diminué par la poussée d'Archimède, c'est expliquer de cette façon : masse échantillon dans le fluide = $m_{\text{air}} - F_A$ avec F_A : poussée d'Archimède. Le volume de l'objet peut être déterminé à partir de la poussée d'Archimède : $V = \frac{m_{\text{air}} - m_{\text{fluide}}}{\rho_{\text{fluide}}}$

Ensuite la masse volumique de l'objet est calculé de cette façon : $\rho_{\text{ech}} = \frac{m_{\text{air}}}{V_{\text{échantillon}}}$

Pour nos autres échantillons on utilise la formule suivante : $\rho = \frac{m}{V}$ avec la masse mesurer par la balance et le volume : $V=L \times l \times e$, ces dimensions sont mesurées avec un pied à coulisse.

3.3 Protocole expérimental

Mesure de la masse volumique de notre échantillon résine + durcisseur réticulé :

- Il faut mettre en place le kit de détermination de la masse volumique sur la balance Toledo
- Remplir le bêcher d'eau
- Tarer la balance puis appliquer sur masse volumique
- Lancer l'application en appuyant sur démarrer
- Poser l'échantillon dans le panier puis appuyer sur confirmer
- Poser l'échantillon dans la partie immergé du panier puis confirmer
- La masse est mesuré ensuite la balance donne la masse volumique

Nos échantillons chargées en fillite flottent dans l'eau et dans l'éthanol sachant que la masse volumique de l'eau est de 997 kg/m^3 et celle de l'éthanol est de 789 kg/m^3 .

On va donc mesurer les volumes de nos échantillons et mesurer leurs masses pour cela on utilise un pied à coulisse DEXTER avec une résolution de 0.01mm , on pourra mesurer l'épaisseur, largeur et longueur. Pour mesurer la masse on utilisera la balance B303 de la salle G0/26 avec une résolution de 0.001g .

3.4 Résultats obtenus

	Epaisseur (mm)	Largeur (mm)	Longueur (mm)	Masse (g)
Echantillon – chargé	3.69 ± 0.01	49.70 ± 0.01	53.30 ± 0.01	7.520 ± 0.001
Echantillon + chargé	6.01 ± 0.01	48.35 ± 0.01	50.20 ± 0.01	6.620 ± 0.001

$$\text{Vechantillon – chargé} = 3.69 \times 49.70 \times 53.30 = 9774.85 \text{ mm}^3$$

$$\text{Calcul incertitude} = 3.68 \times 49.69 \times 53.29 = 9744.56 \text{ mm}^3 \quad 9774.85 - 9744.56 = 30.3$$

$$\text{Vechantillon – chargé} = 9774.85 \pm 30.3 \text{ mm}^3$$

$$\text{Vechantillon + chargé} = 6.01 \times 48.35 \times 50.20 = 14563.00 \text{ mm}^3$$

$$\text{Calcul incertitude} = 6.00 \times 48.34 \times 50.19 = 14557.11 \text{ mm}^3 \quad 14563 - 14557.11 = 5.89$$

$$\text{Vechantillon + chargé} = 14563.00 \pm 5.89 \text{ mm}^3$$

$$\text{Calcul de la masse volumique pour échantillon – chargé} : \rho = \frac{m}{V} \quad \rho = \frac{7.520 \times 10^{-3}}{9.77485 \times 10^{-6}} = 769.32 \text{ kg/m}^3$$

$$\text{Calcul incertitude} = \frac{7.521 \times 10^{-3}}{9.74456 \times 10^{-6}} = 771.81 \text{ kg/m}^3 \quad 771.81 - 769.32 = 2.49 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho = 769.32 \pm 2.49 \text{ kg/m}^3$$

$$\text{Calcul de la masse volumique pour échantillon + chargé} : \rho = \frac{m}{V} \quad \rho = \frac{6.620 \times 10^{-3}}{14.563 \times 10^{-6}} = 453.20 \text{ kg/m}^3$$

$$\text{Calcul incertitude} = \frac{6.621 \times 10^{-3}}{14.55711 \times 10^{-6}} = 454.83 \text{ kg/m}^3 \quad 454.83 - 453.20 = 1.63 \text{ kg/m}^3$$

$$\rho = 453.20 \pm 1.63 \text{ kg/m}^3$$

Masse volumique de notre échantillon : résine + durcisseur
Méthode : montage poussée Archimède

$$\rho = 1146 \text{ kg/m}^3$$

3.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

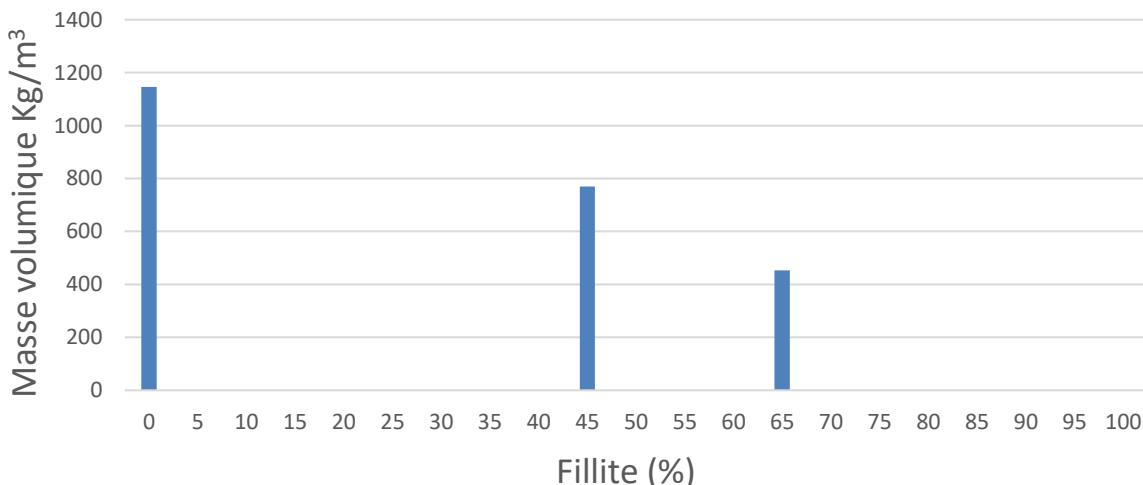
Données fournisseurs SICOMIN :

Résine époxy SR 1500

		SR 1500
Aspect		Liquide
Couleur		Claire
Viscosité (mPa.s)	15 °C	5 300 ± 1 000
Rhéomètre	20 °C	2 300 ± 500
CP 50 mm	25 °C	1 250 ± 250
gradient de cisaillement 10 s ⁻¹	30 °C	750 ± 150
	40 °C	300 ± 60
Densité :	20 °C	1.13 ± 0.01
Picnomètre		
NF EN ISO 2811-1		
Stabilité stockage:	au	24 mois, ne cristallise pas

D'après la fiche technique de SICOMIN, la masse volumique de la résine époxy est de 1130Kg/m³ et la masse volumique de la fillite est de 400 Kg/m³. On trouve avec la méthode par la poussée d'Archimède une masse volumique de 1146 kg/m³. On trouve une masse volumique de 769.32 ± 2.49 kg/m³ pour l'échantillon chargée à 45% de Fillite et une masse volumique de 453.20 ± 1.63 kg/m³ pour l'échantillon chargée à 65%. On peut donc dire que la Fillite fais diminuer la masse volumique de son mélange réactif. On observe cet effet sur le graphique ci-dessous.

Masse volumique en fonction du pourcentage de Fillite dans un mélange réactif



Notre charge a une masse volumique faible en raison de plusieurs caractéristiques spécifiques de leur structure et de leur composition : notre charge est de la microsphère de verre creuse, ça veut dire qu'elles contiennent beaucoup de vide donc cette structure réduit considérablement leur masse volumique. De plus la densité du verre est plutôt faible comparé à d'autre matériaux : 2500 kg/m^3 cette masse volumique faible peut être intéressante pour diminuer la masse de matériaux composites, notre charge peut apporter la flottaison, une propriété qui pourrait être utile pour certaines applications.

3.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Travaux réalisés en fonctions des apprentissages critiques :

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Respect du protocole « mesure de la masse volumique d'un échantillon »		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Calculs d'incertitude et rédaction dans le rapport + cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE		Manipulation des échantillons avec une pince	
Identifier un matériau	Identification de propriétés pour nos échantillons		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE		Manipulation des échantillons avec une pince	
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Comparaison des différents résultats de masses volumiques entre échantillons		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Comparaison avec la bibliographie		
Rédiger le rapport d'essai	Rédaction dans le rapport de SAE 24		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description de la méthode et principe physique		

Ressources utilisées :

- **R208 : caractérisation 2 : Incertitudes, analyses dimensionnelles, mesure de masse volumique :** pour faire les calculs d'incertitudes
- **Techniques expérimentales de caractérisations des matériaux : mesure de la masse volumique d'un échantillon :** pour respecter le protocole de mesure
- **R208 : analyse physique : masse volumique, porosité :** pour décrire la méthode de mesure et le principe physique

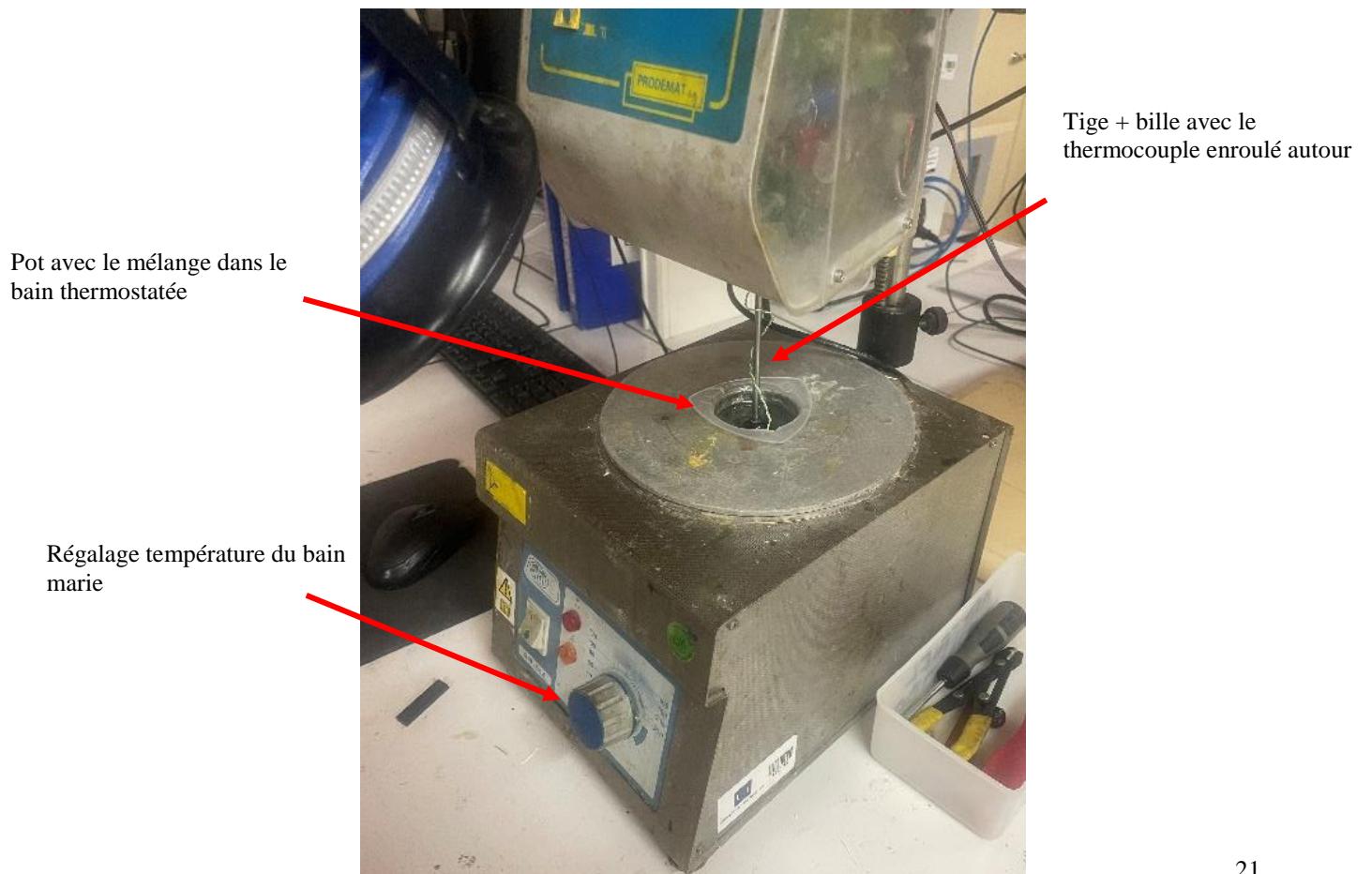
CHAPITRE 4 : TROMBOTECH

4.1 Description de la norme du projet et sa mise en œuvre

Pour cette technique on utilise la norme NFEN ISO 2535 cette norme s'utilise pour des températures ambiantes, nos expériences respectent bien cette norme comme nous fixons une température de 25°C. Le temps de gel est le temps écoulé entre la fin de l'addition d'un catalyseur à une résine et le moment où la viscosité atteint 50Pa.s. Une tige de verre de 6 mm de diamètre et de longueur suffisante est immergée à une profondeur de 50 mm dans un mélange résine placé dans un tube à essai ou à une profondeur de 15 mm dans un mélange placé dans un bêcher. Cette tige est animée d'un mouvement horizontal oscillatoire (ni pendulaire, ni rotatoire) de faible fréquence (<2 Hz) et de faible amplitude (< 2 mm). La force de réaction du mélange au mouvement de la tige est mesurée à l'aide d'un capteur. Lorsque cette force correspond à une viscosité de 50 Pa.s le temps correspondant est enregistré. L'essai peut alors être soit arrêté, soit poursuivi pour obtenir l'ensemble de la courbe de réticulation (donc la réactivité du produit) jusqu'au durcissement complet. L'ajonction d'un thermocouple dans le récipient de mesure permet de tracer l'exothermie de la réaction.

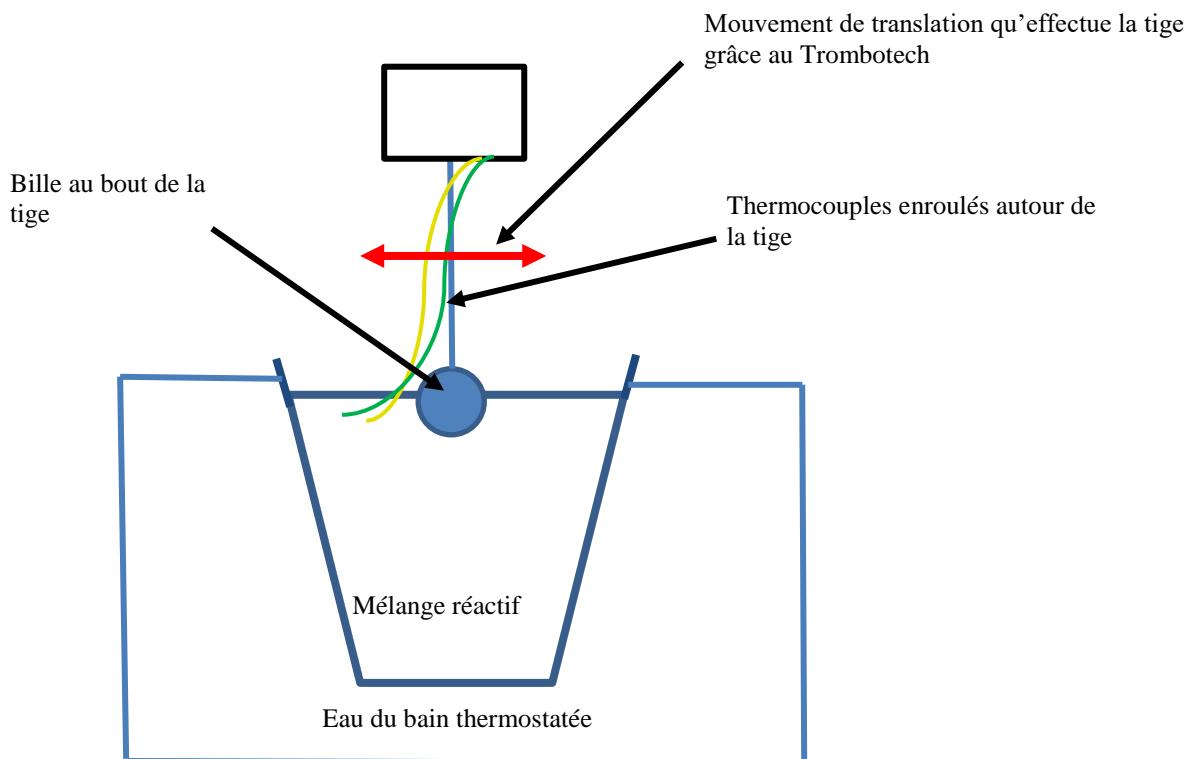
4.2 Description de la méthode de mesure

Le Trombotech (suiveur de gélification) est un appareil de contrôle des résines thermodurcissables. Il permet de déterminer les points caractéristiques de la réticulation d'une résine, la réticulation c'est une réaction chimique de formation du réseau tridimensionnelle thermodurcissable. Une tige avec une bille au bout est immergée partiellement dans la résine catalysée et mesure l'évolution de la viscosité via l'effort nécessaire pour déplacer la bille. La température est mesurée directement par un thermocouple plongé dans la résine. L'ensemble peut être thermostaté. Le temps de gel peut être déterminer, c'est le temps au bout du quel on peut traverser toute la matière par une même ligne de liaisons chimiques, on peut aussi déterminer la température du pic exothermique, c'est un dégagement de chaleur qui a lieu lors de la réaction exothermique de réticulation.



4.3 Principe physique de la mesure et calcul

Une bille (plongé dans un système catalytique) fixé par l'intermédiaire d'une tige métallique est relié à un capteur de force. On impose à la bille un mouvement de translation et on mesure la résistance au déplacement de la bille dans le milieu. Plus la viscosité est élevée plus la résistance sera grande. Le temps de gel correspond à une augmentation du signal mécanique sur l'acquisition et on a une réaction chimique de réticulation qui correspond à une réaction exothermique.



4.4 Protocole expérimental

- Allumer la ventilation du laboratoire et la hotte d'aspiration
- Allumer le bain thermostaté et le fixer pour nos expériences à 25°C
- Préparation du mélange réactif sans le catalyseur : peser un godet propre et tarer la balance puis on introduit notre mélange au 2/3 du godet et on retient la masse
- Placer le godet dans le trou prévu à cet effet
- Sur le logiciel du Trombomat cliquez sur lancer l'essai et remplir les informations demandées : masse de la résine, catalyseur et charge par exemple
- Visser la bille à la tige et fixer la tige sur le Trombomat
- Préparer le thermocouple : dénuder les fils sur 8mm environ et torsader ses parties dénudées ensuite enroulées le thermocouple autour du mobile sans qu'il y ait contact avec le godet ou la bille
- Mettre en fonctionnement le Trombomat
- Sortir le godet du bain et ajoutez le catalyseur et bien mélanger lancez l'acquisition immédiatement !
- Mettre le godet dans le bain thermostaté et descendre le trombomat dans la résine

On souhaite réaliser ces mélanges pour cela on utilise la balance B303 de la salle G0/26, cette balance à une résolution de 0.001g

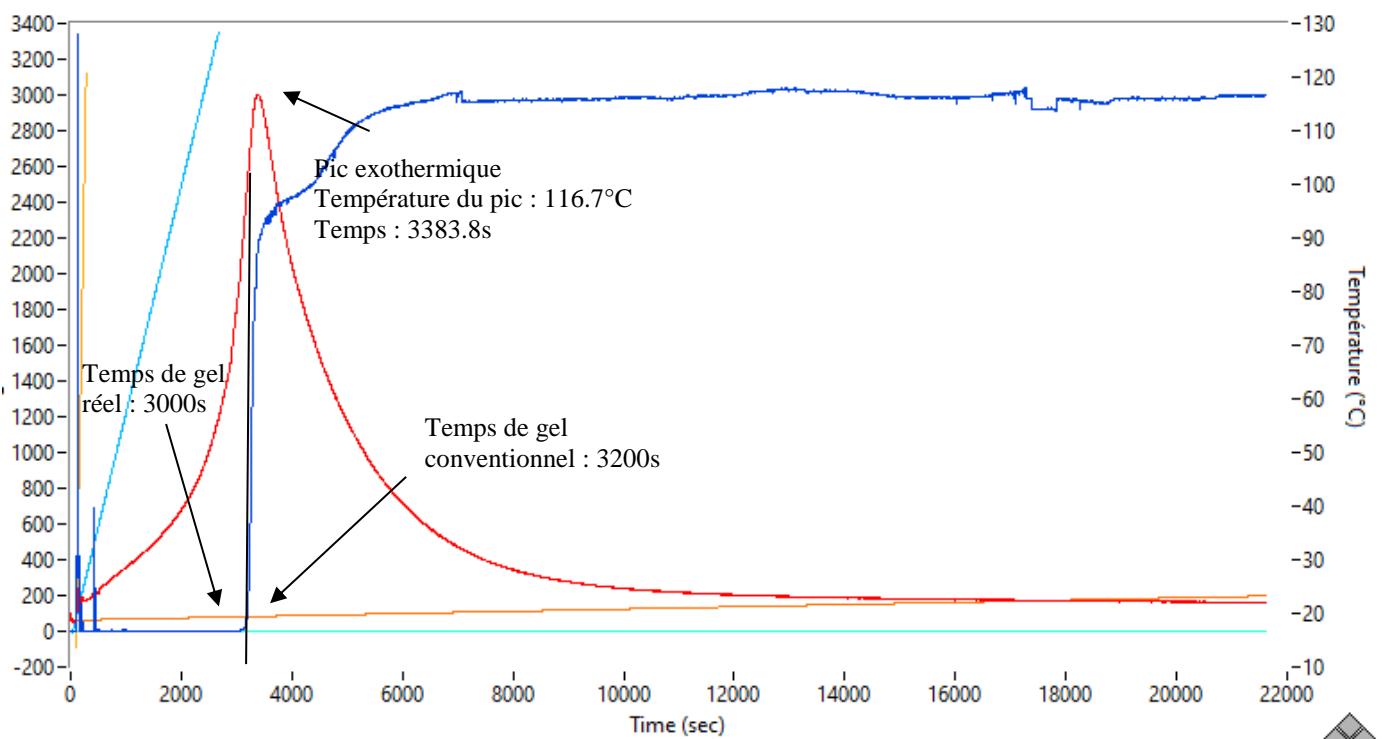
Mélange 1 : Résine époxy : 15g \pm 0.001g (40%) Fillite : 17g \pm 0.001g (45%) Durcisseur : 5.6g \pm 0.001g (15%)

Mélange 2 : Résine époxy : 15g \pm 0.001g (27%) Fillite : 36g \pm 0.001g (65%) Durcisseur : 4.5g \pm 0.001g (8%)

Mélange 3 : Résine époxy : 60g \pm 0.001g (75%) Durcisseur : 20g \pm 0.001g (25%)

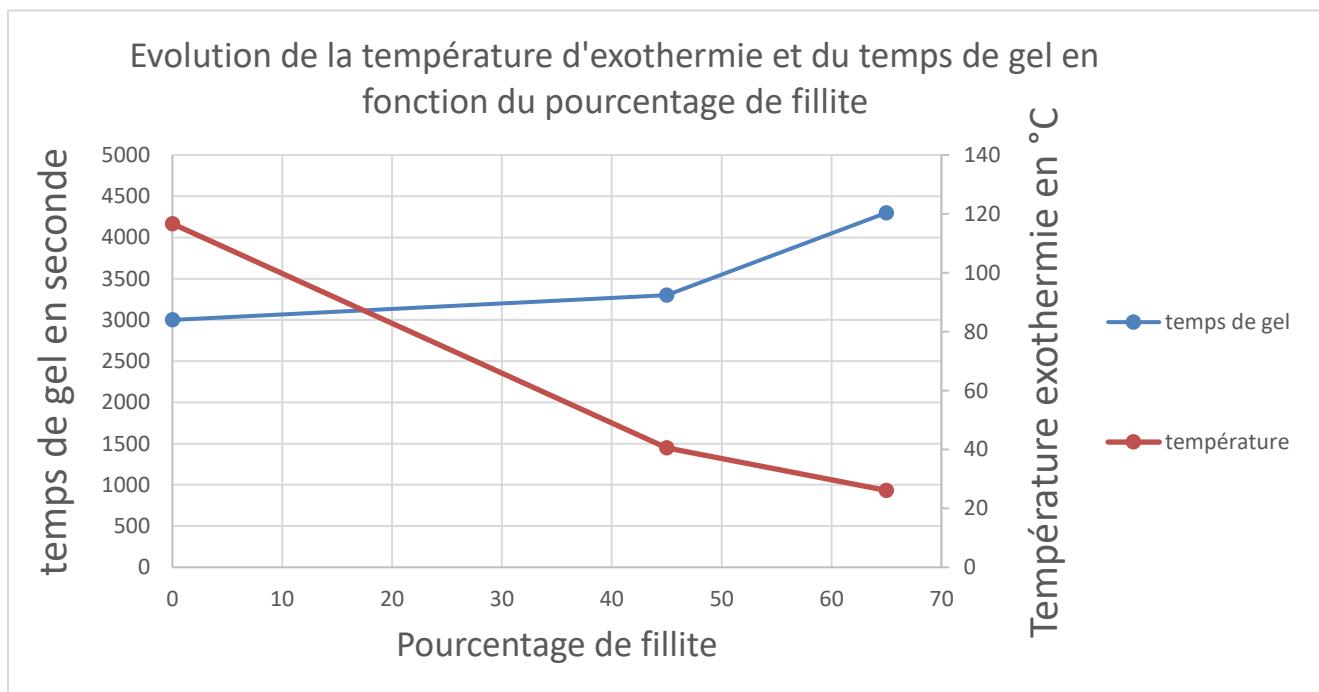
4.5 Résultats obtenus

Mélange 3 : Résine époxy : 60g (75%) Durcisseur : 20g (25%)



Expérience	T°C bain	%catalyseur	%accélérateur ajouté	T _{gel} convention	T _{gel} réel	Temps exotherme (s)	T°C exotherme
1	25	8	0	6800s	4300s	4867.9	26.1
2	25	15	0	4800s	3300s	3509.5	40.5
3	25	25	0	3200s	3000s	3383.8	116.7

4.6 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie



On peut dire que c'est la résine qui produit de l'énergie lorsqu'elle réticule et donc on a un phénomène exothermique qui produit de la chaleur. La Fillite dans le mélange réactif fait diminuer cette énergie car il y a moins de réactions chimiques entre le catalyseur et la résine. Comme le mélange réactif produit moins d'énergie il met plus de temps à réticuler et donc c'est pour ça qu'on observe une augmentation du temps de gel. Grâce au graphique qui représente l'évolution de la température d'exotherme et du temps de gel en fonction du pourcentage de fillite on remarque que plus il y a de fillite dans un mélange réactif plus le temps de gel augmente et moins il y a de fillite plus la température du pic exothermique diminue. Concrètement cela nous montre que la fillite a donc des certains avantages et de inconvénients, en effet l'ajout de fillite dans un mélange peut augmenter le temps de travail avant que le mélange durcisse, de plus cette charge réduit le risque de surchauffe qui peut

provoquer des défauts ou des dégradations dans le matériau final. Mais aussi cela peut indiquer une réaction moins énergique, ce qui pourrait influencer les propriétés mécaniques et chimiques du produit final. La charge peut aussi ralentir le processus global de durcissement, ce qui peut être un désavantage dans des applications nécessitant une mise en service rapide et un temps de gel trop long peut entraîner des variations dans les propriétés mécaniques du produit final si le temps de gel est trop long.

Réactivité en masse sur 500 g de mélange

	SR 1500 / SD 2507	SR 1500 / SD 2806	SR 1500 / SD 2505	SR 1500 / SD 2503	SR 1500 / SD 7561
Température d'exothermie (°C) sur 500 g mélange:					
30°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	190 °C
25°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	117 °C
20°C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	> 215 °C	26 °C
Temps pour atteindre l'exothermie sur 500 g de mélange:					
30°C	11'	13'	15'	27'	2h 33'
25°C	10'	17'	20'	42'	4h 30'
20°C	13'	22'	30'	57'	8h
Temps pour atteindre 50°C sur 500 g de mélange:					
30°C	4'	9'	10'	18'	1h 50'
25°C	5'	12'	14'	33'	4h
20°C	11'	18'	25'	45'	-

Ces valeurs de températures d'exothermie, de temps pour l'atteindre et de temps pour atteindre 50°C pour 500g de mélange pourront être vérifiées avec le trombotat même si nous aurons des valeurs pour un mélange beaucoup moins lourd.

La fiche technique nous dit que la température d'exothermie est supérieure à 215°C alors que nous trouvons une T°C d'exothermie de 116.7°C. Dans notre expérience la température d'exothermie est atteinte au bout de 56min alors que dans la fiche technique il était indiqué 20-30min. Pour atteindre 50°C notre mélange met 38 min alors que dans la fiche de sécurité il est indiqué 15-25 min. Cette différence est peut-être due au fait que dans la fiche technique la valeur est pour un mélange de 500g alors que nous le mélange est de 80g.

4.7 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Travaux réalisés en fonction des apprentissages critiques :

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Respect de la norme NFEN ISO 2535 et du protocole dans la ressource R107 cinétique de réticulation d'une résine		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Rapport rédigé et explications des résultats + cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE	Ventilation, gants latex		

Identifier un matériau		Comparaison avec données bibliographique	
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE	Ventilation, gants latex		
Relier les propriétés aux familles de matériaux		Comparaison avec données bibliographique	
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Comparaison avec données bibliographique		
Rédiger le rapport d'essai	Rédaction rapport SAE 24		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description méthode et principe physique		

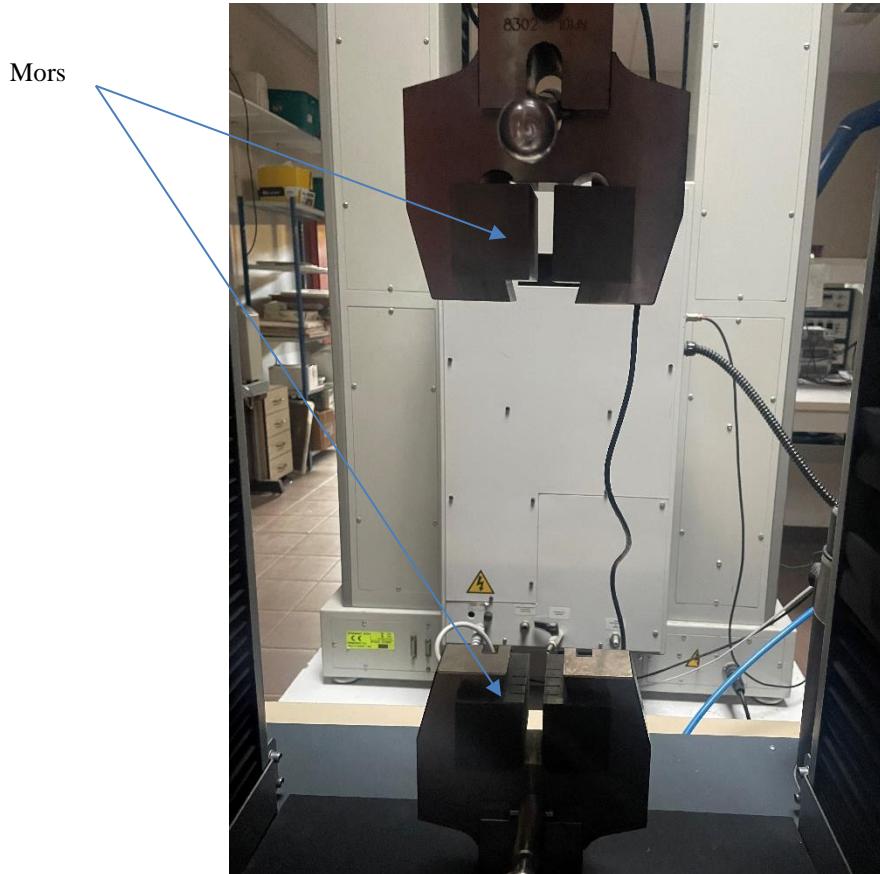
Ressources utilisées :

- **R107 : technique de caractérisation : cinétique de réticulation d'une résine thermodurcissable :** respecter le protocole suiveur de gélification
- **Norme européenne, NF EN ISO 2535 :** suivi de la norme pour la respecter
- **R208 : technique de caractérisation 2 : TROMBOMAT : Gélification, réticulation :** pour décrire la méthode et le principe physique, savoir expliquer les essais effectués avec un suiveur de gélification

CHAPITRE 5 : TRACTION

5.1 Description de la méthode de mesure

L'échantillon est généralement en forme de plaque rectangulaire, avec des extrémités élargies (talons) pour être fixées entre les mors. Les mors doivent saisir fermement l'échantillon sans le déformer ou l'endommager. Il est crucial que l'échantillon soit aligné correctement pour éviter les effets de flexion ou de cisaillement. La machine de traction applique une vitesse de déplacement et non une force de manière contrôlée et progressive nous utilisons la Zwick avec un capteur de force 1 tonnes (10000N). La vitesse de traction qui correspond à la vitesse de déplacement de la traverse (5mm/min dans notre cas) doit être constante. On a une traverse fixe à laquelle est relié l'une des extrémités de l'éprouvette par l'intermédiaire d'une mâchoire équipée d'un capteur force. La machine enregistre les données de force et d'allongement à intervalles réguliers, on aura l'allongement en mm et la force en N, ces unités sont réglables mais nous travaillerons avec celle-ci. Avec ces données on pourra obtenir la contrainte et la déformation qui nous serviront pour nos calculs.



5.2 Principe physique de la mesure et calcul

Notre essai de traction nous donne l'allongement de l'éprouvette et la force, afin de pouvoir caractériser notre matériau on va calculer la contrainte : $\sigma = \frac{F}{S_0}$ unité : Pa (F est la force mesurée à chaque instant. On va calculer la déformation : $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$ (sans unité) (Δl est l'allongement mesuré). S_0 est la section initiale de la zone de mesure de l'éprouvette et l_0 est la longueur initiale de la zone de mesure : distance entre les mors. On trace alors la courbe : Contrainte en fonction de la déformation. La courbe comporte généralement 2 parties : Le domaine de déformation élastique, l'éprouvette suit la loi de Hook : $\sigma = E \times \varepsilon$ avec E le module d'Young. Le domaine de déformation plastique dans cette zone la déformation est irréversible. On peut obtenir certaines valeurs en exploitant les courbes de traction : le module d'Young (E), la limite d'élasticité R_e (contrainte à partir de laquelle le matériau s'écarte de la loi de Hook), la résistance à la traction R_m (contrainte maximale) et l'allongement à la rupture.

5.3 Protocole expérimental

- Se connecter à l'ordinateur et allumer la machine (bouton derrière la machine) puis démarrer le logiciel TestXpert2
- Ouvrir le programme d'essai (spécification d'essai, .zp2) puis appuyer sur le bouton ON de la machine. Enfin enregistrez sous le fichier de mesure.
- Cliquez sur pos.ini et mettre l'éprouvette en place entre les mors, ajoutez repérage au feutre pour observer les glissements. Et mesurez la distance entre les mors avec un pied à coulisse.
- Clic droit : entrer de paramètres configurer : entrer obligatoire (épaisseur, largeur, longueur de l'éprouvette ainsi que la vitesse de déplacement)
- Clic droit : essai préliminaire : régler les paramètres de la précharge
- Clic droit : essai : mettre la même vitesse partout
- Cliquez sur force 0
- Lancer : icône verte

La précharge paramétré pour l'éprouvette 1 : résine + durcisseur est de 100N et pour les autres elles sont de 10N. Ces valeurs de précharge seront remarquables sur nos graphiques

On impose une vitesse de déplacement pour toutes nos expériences de 5mm/min

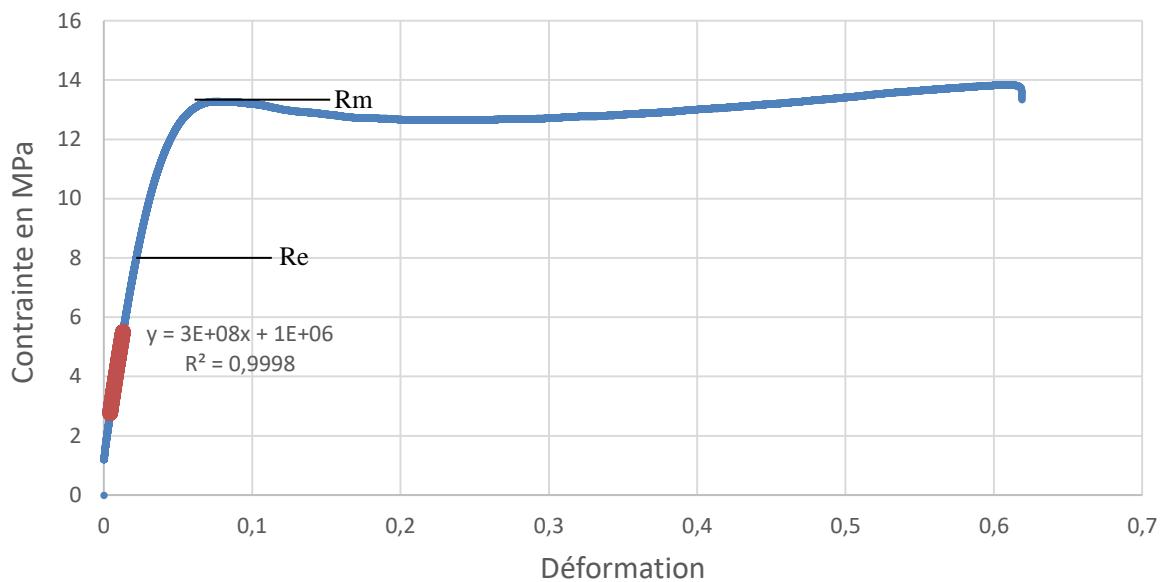
Dimensions de nos éprouvettes :

Résolution du pied à coulisse : 0.02mm

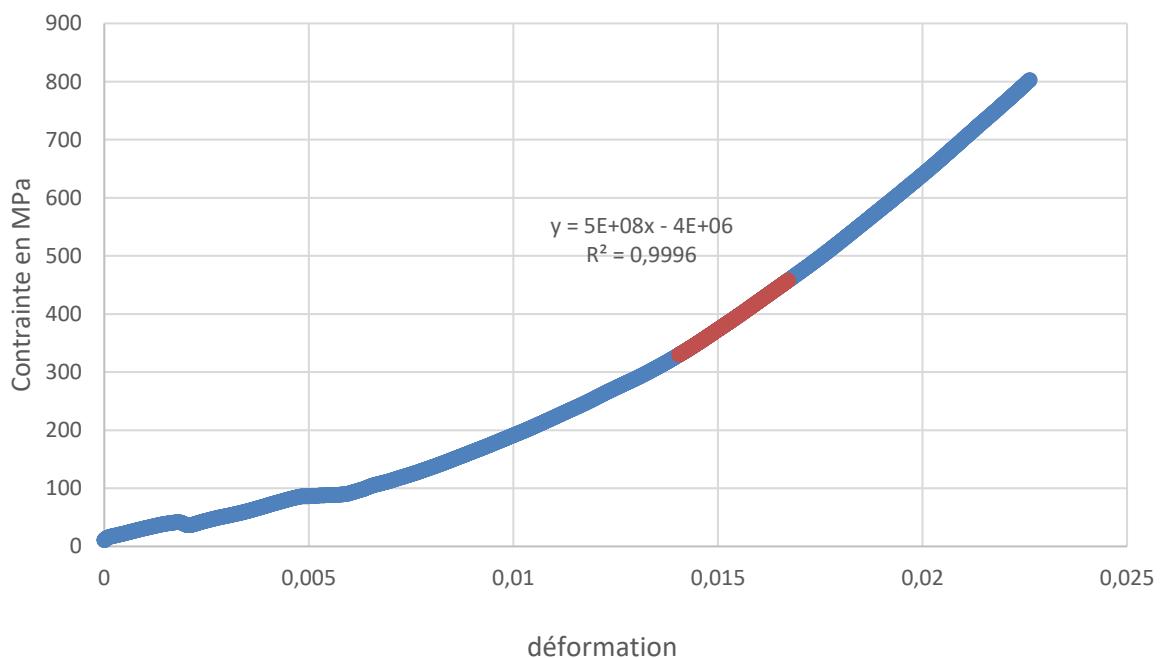
	Longueur (mm)	Epaisseur (mm)	Largeur (mm)
Eprouvette 1 Résine + durcisseur	152.08 ± 0.02	3.86 ± 0.02	19.40 ± 0.02
Eprouvette 1 mélange – chargé	112.15 ± 0.02	4.00 ± 0.02	21.00 ± 0.02
Eprouvette 2 mélange – chargé	110.47 ± 0.02	3.81 ± 0.02	20.75 ± 0.02
Eprouvette 1 mélange + chargé	130.76 ± 0.02	7.81 ± 0.02	18.63 ± 0.02
Eprouvette 2 mélange + chargé	125.61 ± 0.02	7.12 ± 0.02	18.37 ± 0.02

5.4 Résultats obtenus

Evolution de la contrainte en fonction de la déformation
(Eprouvette 1 Résine époxy + durcisseur : mélange réactif
réticulé)



Evolution de la contrainte en fonction de la déformation
(Eprouvette 1 chargée à 45% de Fillite)

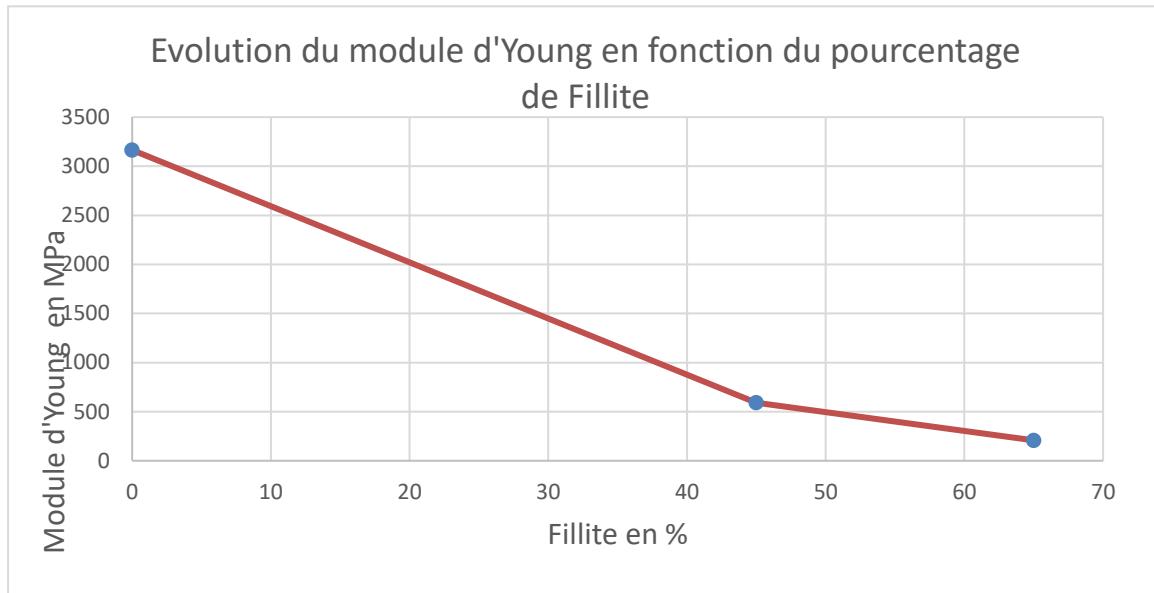


	Module d'Young en MPa	Contrainte à la rupture en MPa	Re en MPa	Allongement à l'effort max en %
Résine + durcisseur	3165	13.34	8.2	61.3
Eprouvette 1 - chargé	483	802	x	2.3
Eprouvette 2 – chargé	701	1638	x	3.0
Eprouvette 1 + chargé	245	630	x	3.2
Eprouvette 2 + chargé	170	220	x	1.6

On peut aussi calculer sur notre graphique : résine + durcisseur l'allongement en % quand l'éprouvette dépasse le domaine de déformation élastique réversible, on trouve 3.3%. Il est impossible de faire cela pour nos autres éprouvettes car leurs comportements mécaniques en traction ne permettent pas de différencier les différents domaines de déformation.

5.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

On voit sur la deuxième courbe les phénomènes de glissements que l'on a jusqu'à 0.005 de déformation. Sur la 1^{ère} courbe on observe bien le domaine de déformation élastique réversible qui est du début de la courbe jusqu'au Re (limite conventionnelle de limite élastique) ensuite on observe la zone de déformation plastique homogène qui est du point Re jusqu'au Rm (contrainte de la limite à la traction), le reste de la courbe correspond à la déformation plastique appelé striction. Cependant sur le deuxième graphique on observe seulement le domaine de déformation élastique réversible ensuite l'éprouvette rompt. Re et Rm sont donc confondus La rupture sans déformation plastique indique une rupture fragile. Les matériaux fragiles se cassent brusquement sans subir de déformation plastique significative. Les exemples courants de matériaux fragiles incluent le verre et la céramique par exemple, cette observation est donc logique car notre charge est de la microsphère de verre.



Avec ce graphique et le tableau des résultats de module d'Young... On voit bien que La Fillite n'a pas de bonnes propriétés en traction en effet on remarque qu'il s'étire très peu (2 à 3%) et que les modules d'Young que l'on a trouvé sont bien plus faibles que pour le mélange réactif sans Fillite, cela est bien illustré pour le graphique ci-dessus avec l'évolution du module d'Young en fonction du pourcentage de Fillite.

Notre charge ce sont des microsphères de verres creuses, c'est ça qui explique ses mauvaises propriétés. Le verre est fragile et présente une faible résistance à la traction par rapport à d'autres matériaux. Lorsqu'il est soumis à des forces de traction, le verre a tendance à se fissurer ou à se casser facilement. Les microsphères de

verre sont creuses, ce qui signifie qu'elles ont des parois fines et fragiles. Cette structure les rend particulièrement vulnérables aux forces de traction qui peuvent provoquer la rupture des parois des sphères. La forme sphérique des microsphères de verre et leur nature creuse conduisent à une distribution inégale des contraintes lorsqu'elles sont intégrées dans un matériau composite. Cette anisotropie peut entraîner des points de concentration de contraintes qui favorisent la rupture sous traction. Sur GRANTA on trouve que le verre à environ une résistance en traction de 30MPa, cette donnée bibliographique nous confirme bien que le verre et donc nos microsphères de verres (Fillite) ont de mauvaises propriétés mécaniques en traction.

Propriétés mécaniques sur résine pure :

Cycles de polymérisation	SR 1500 / SD 2505		
	14 jours 23 °C	24 h 23°C + 24h 40°C	24 h 23°C + 8h 60 °C
Traction			
Module N/mm ²	3100	2900	2900
Résistance maximum N/mm ²	77	74	74
Résistance à la rupture N/mm ²	71	68	68
Allongement à l'effort maximum %	3.6	4.4	4.7
Allongement à la rupture %	4.5	6.0	7.4

D'après la fiche technique de notre résine + durcisseur, les propriétés de traction étaient les suivantes (tableau ci-dessus). D'après notre expérience nous trouvons parfois des valeurs différentes. En effet nous trouvons une résistance maximum de 13.84 MPa soit 13.84N/mm² ce qui est donc presque 7 fois inférieur à celle de la fiche technique. Pareil pour la résistance à la rupture, on trouve nous 13.34 N/mm² ce qui est presque 7 fois inférieur à celle de la fiche technique. Cependant nous avons trouvé un module d'Young de 3165 N/mm² ce qui correspond totalement à la fiche de sécurité. Nos allongements à l'effort maximum sont totalement différents, 61 contre 4.5 l'allongement en % quand l'éprouvette dépasse le domaine de déformation élastique réversible, on trouve 3.3%, contre 3.6 ce qui est cohérent.

Pour conclure sur ces résultats, on trouve des différences quand on arrive dans le domaine déformation plastique homogène. Ce qu'on peut conclure sur cet essai de traction c'est que nous trouvons des valeurs différentes de la fiche technique qui peut être expliquée de différentes façons : le cycle de polymérisation, en effet sur la fiche technique c'est écrit « 14 jours 23°C » alors que notre plaque à polymérisé à une température inférieure à 23°C et elle a été stockée dans une caisse ce qui ne favorise sûrement pas une bonne polymérisation. De plus nous n'avions pas de talons sur nos éprouvettes elle était mise directement dans les mors. Mais encore notre mélange (résine + durcisseur) n'était peut-être pas assez homogène.

5.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Travaux réalisés en fonctions des apprentissages critiques :

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Notice d'utilisation de la Zwick		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Rapport de projet et analyse		

	des résultats + cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE		Port des EPI	
Identifier un matériau	Comparaison avec la bibliographie		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE		Port des EPI	
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Comparaison avec la bibliographie		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Analyse des résultats et comparaison avec bibliographie		
Rédiger le rapport d'essai	Rapport de projet		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description méthode de mesure et principe physique		

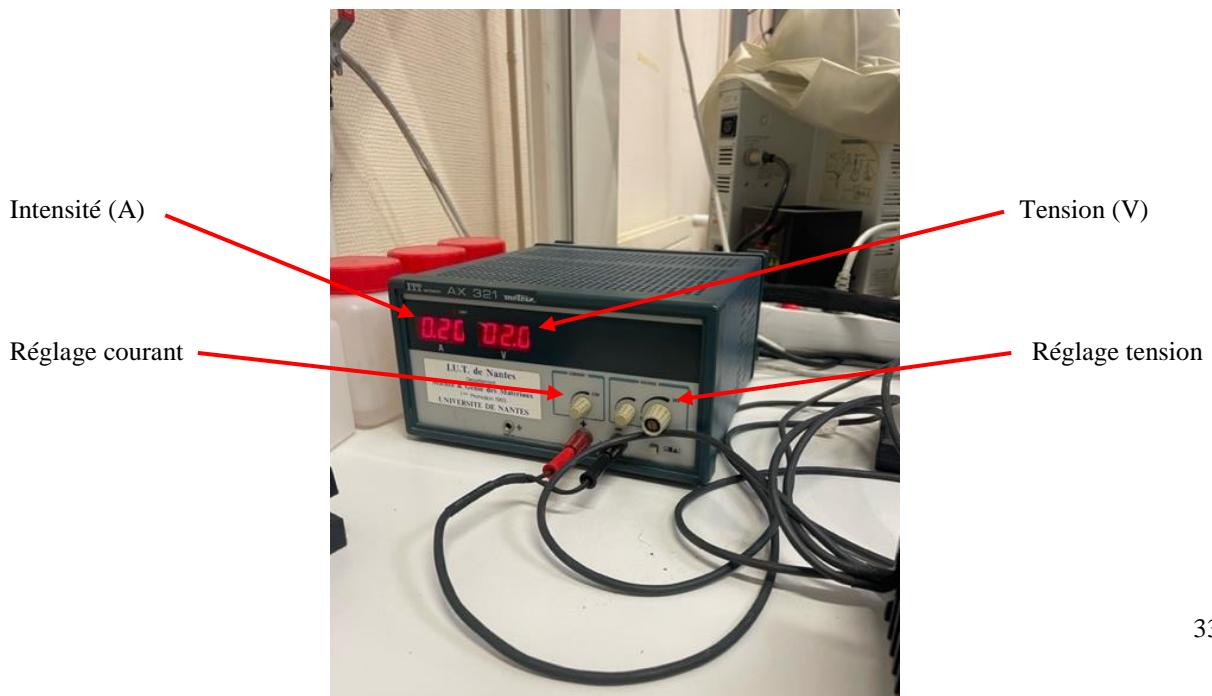
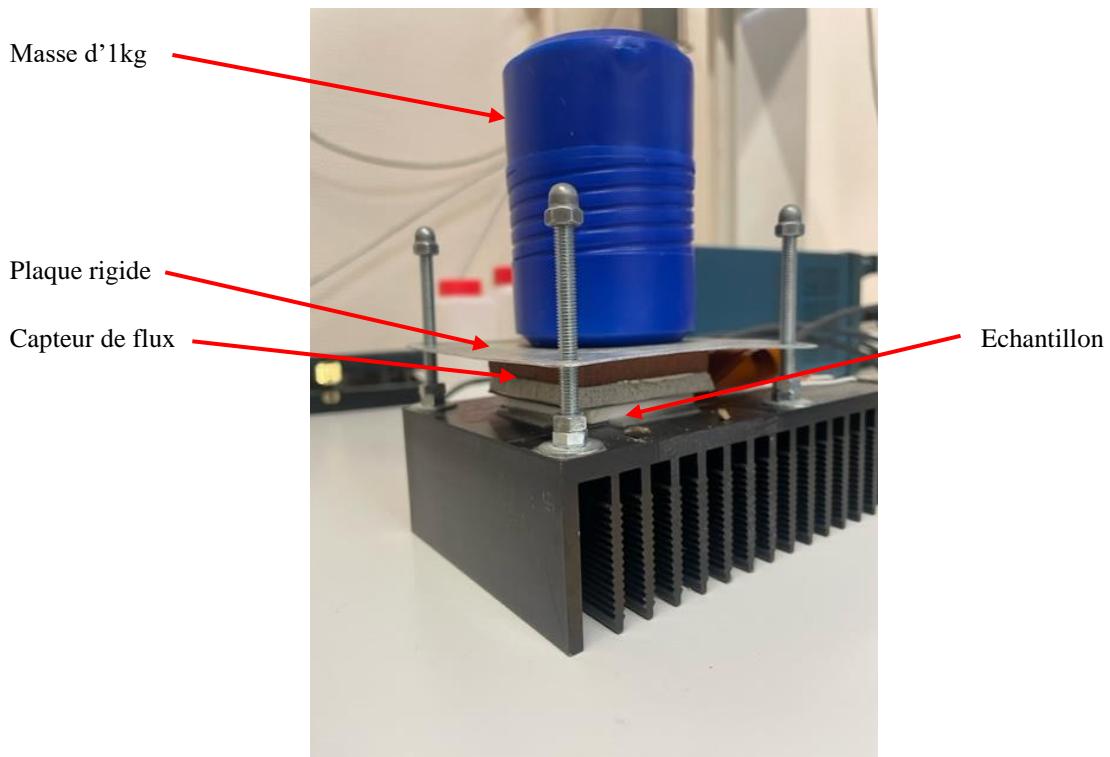
Ressources utilisées :

- **R107 : caractérisation 1 : analyse mécanique : notice d'utilisation de la ZWICK :** respecter le protocole d'essai
- **R1070 : caractérisation 1 : analyse mécanique : principe de l'essai de traction :** expliquer la méthode de mesure, les principes physiques et analyser des résultats
- **R208 : technique de caractérisation 2 : analyse mécanique : essai de traction :** exploiter les courbes de traction et analyser les résultats

CHAPITRE 6 : CONDUCTIVIMETRE

6.1 Description de la méthode de mesure

On utilise le conductivimètre en salle de rhéologie G0/26, on utilise des échantillons découpés préalablement avec une surface lisse et environ une surface de forme carrée de 2500 mm^2 . Cette méthode de mesure permet de mesurer les densités de flux supérieur et inférieur de l'éprouvette avec les capteurs de flux. Les capteurs mesurent aussi la température à 2 points précis de l'éprouvette (inférieur et supérieur) pour avoir l'écart de température. On obtient des augmentations de température grâce à la tension (cela crée un court-circuit qui produit de la chaleur et donc va pouvoir calculer la conductivité thermique).



6.2 Principe physique de la mesure et calcul

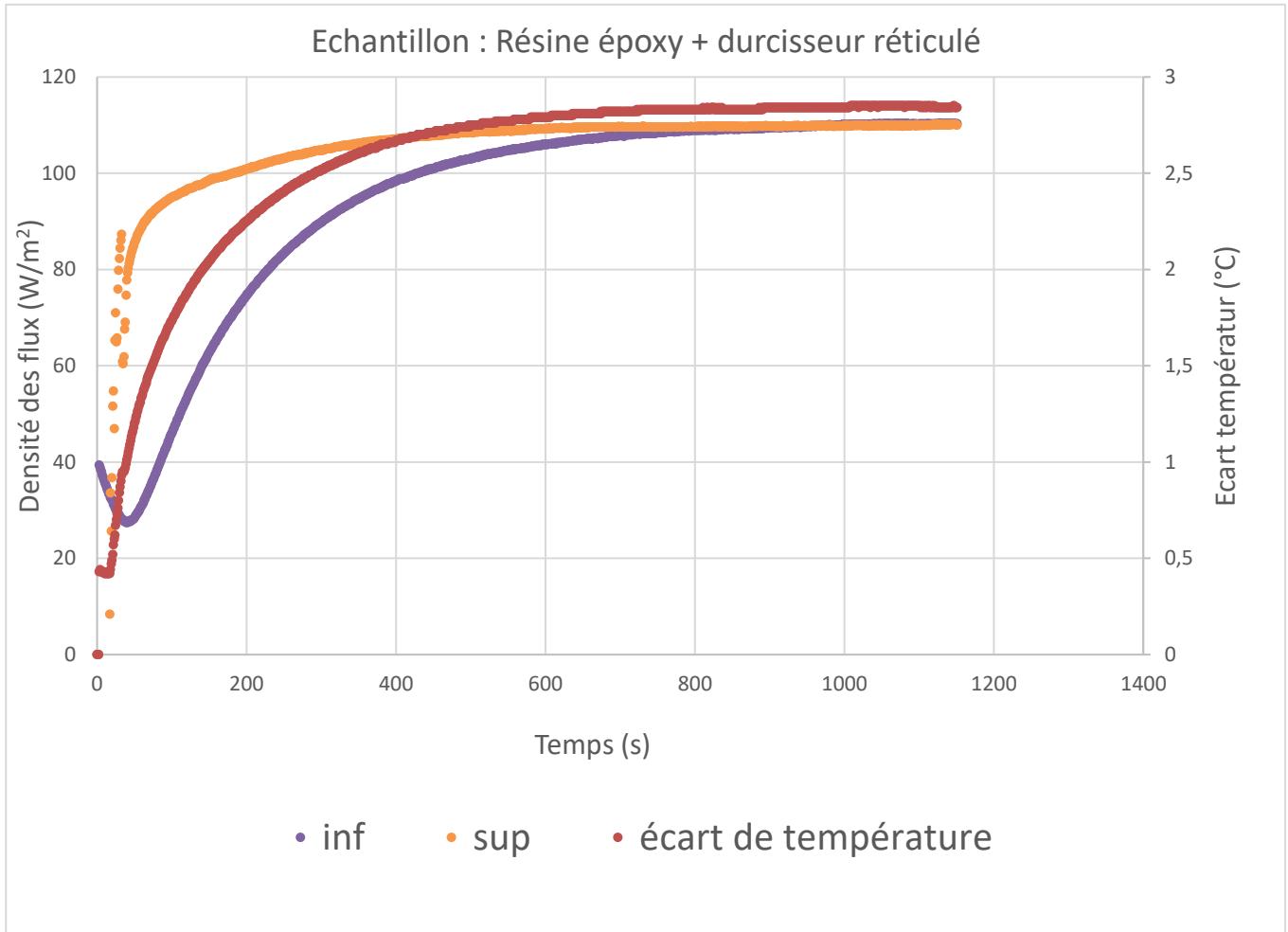
On cherche donc à déterminer la conductivité thermique d'échantillons données avec cette technique, l'acquisition des données nous donne un écart de température entre la partie supérieur et inférieur, on connaît l'épaisseur et la surface. De plus le logiciel nous renvoi la densité de flux en W/m^2 pour la ^partie inférieur et supérieur de notre éprouvette. On calcul alors premièrement la moyenne entre les deux densités de flux puis on met la différence de température en Kelvin. On va pouvoir calculer la résistance en $[\text{K}/(\text{W/m}^2)]$ avec cette formule : $R = \Delta T / \Phi_{\text{moyen}}$. Pour finir on va pouvoir calculer la conductivité en W K^{-1} grâce à cette formule : $\lambda = e / (R * S)$.

6.3 Protocole expérimental

- Mesurez les dimensions de l'échantillon : largeur, longueur et épaisseur
- Ouvrir le logiciel et choisir le répertoire et le nom du fichier pour l'enregistrement des données.
- Rentrer l'épaisseur de l'échantillon puis le mettre en place en butée entre les 3 calles situées autour du capteur de flux inférieur
- Appliquez le capteur de flux supérieur sur l'échantillon
- Exercer une pression en plaçant une masse (environ 1kg) au centre de la plaque rigide
- Mise en route du chauffage : allumez l'alimentation et l'augmentez progressivement jusqu'à 2V, l'intensité doit être réglée à la moitié
- On peut valider le démarrage du chauffage, on obtient alors notre courbe d'acquisitions
- A la fin de la mesure, et avant de remplacer l'échantillon, mettre la tension à 0 et attendre le refroidissement

	Epaisseur (mm)	Largeur (mm)	Longueur (mm)
Mélange non chargé (Résine époxy + durcisseur)	3.94 ± 0.01	51.70 ± 0.01	53.74 ± 0.01
Mélange chargé à 45% de Fillite	3.34 ± 0.01	51.31 ± 0.01	47.32 ± 0.01
Mélange chargé à 65% de Fillite	8.34 ± 0.01	49.62 ± 0.01	53.41 ± 0.01

6.4 Résultats obtenus



Les autres courbes sont disponibles en annexes pour les échantillons chargées, on obtient donc ces résultats : quand on termine l'acquisition.

Nous avons seulement un résultat pour chaque échantillon car sur nos autres essais, les éprouvettes n'étaient pas assez lisses et donc nos résultats sont faussés car des lames d'air fausse nos résultats.

	Densité de flux sup	Densité de flux inf	Ecart de température
Echantillon non chargé	110	110.29	2.84
Echantillon chargé à 45%	97.96	97.9	4.62
Echantillon chargé à 65%	37.57	36.76	3.73

6.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

Echantillon chargé à 45%

$\Delta T =$	4,62	°C	on cherche la conductivité	$\lambda = e / (R * S)$
surface =	2427,9892	mm ²		0,484987038 W/K
épaisseur =	3,34	mm		
$\Phi_{inf} =$	97,9	W/m ²		
$\Phi_{sup} =$	97,96	W/m ²		
$\Phi_{moyen} =$	97,93	W/m ²		
$\Delta T =$	277,77	Kelvin		
R =	$\Delta T / \Phi_{moyen}$	[K/(W/m ²)]		
R=	2,836413765			

Echantillon chargé à 65%

$\Delta T =$	3,73	°C	on cherche la conductivité	$\lambda = e / (R * S)$
surface =	2650,2042	mm ²		0,422405207 W/K
épaisseur =	8,34	mm		
$\Phi_{inf} =$	36,76	W/m ²		
$\Phi_{sup} =$	37,57	W/m ²		
$\Phi_{moyen} =$	37,165	W/m ²		
$\Delta T =$	276,88	Kelvin		
R =	$\Delta T / \Phi_{moyen}$	[K/(W/m ²)]		
R=	7,45002018			

Echantillon non chargé

$\Delta T =$	2,84	°C	on cherche la conductivité	$\lambda = e / (R * S)$
surface =	2778,358	mm ²		0,5659518
épaisseur =	3,94	mm		
$\Phi_{inf} =$	110,29	W/m ²		
$\Phi_{sup} =$	110	W/m ²		
$\Phi_{moyen} =$	110,145	W/m ²		
$\Delta T =$	275,99	Kelvin		
R =	$\Delta T / \Phi_{moyen}$	[K/(W/m ²)]		
R=	2,505697036			

Avec ces calculs on obtient les conductivités de nos échantillons :

Echantillon non chargé : 0.565 W/K

Echantillon chargé à 45% : 0.484 W/K

Echantillon chargé à 65% : 0.422 W/K

Notre charge (Fillite) c'est des microsphères de verres creuses, donc il y a de l'air à l'intérieur de notre charge. On a avec nos données bibliographiques : conductivité thermique de l'air : 0.024 W/W et conductivité thermique du verre : 1.1 - 1.2 W/K. On remarque les échantillons que l'on a tester sont plutôt isolants, et que notre charge

fait diminuer la conductivité thermique du mélange, en effet l'air qui remplit ces microsphères à une conductivité très faible et donc même si le verre à une conductivité plus élevé que celle de notre mélange non chargé, l'air à l'intérieur de nos microsphères à un plus grand impact sur la conductivité thermique. Cette faible conductivité de notre charge s'explique aussi avec sa structure, effectivement entre ces microsphères de verres il y a du vide et donc de l'air ce qui impact la conductivité de la charge et par conséquent du mélange.

6.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Travaux réalisés en fonctions des apprentissages critiques :

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme		Logiciel conductivimètre	
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Rapport de projet + analyse des résultats avec des comparaisons avec la bibliographie + cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE		Port des EPI	
Identifier un matériau	Analyse de la structure et composition de notre matériau		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE		Port des EPI	
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Analyse de la structure et composition de notre matériau		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Comparaison avec la bibliographie		
Rédiger le rapport d'essai	Rapport de projet		
Identifier les principes de caractérisation utilisés		Cours de thermique pour décrire la méthode de mesure et le principe physique	

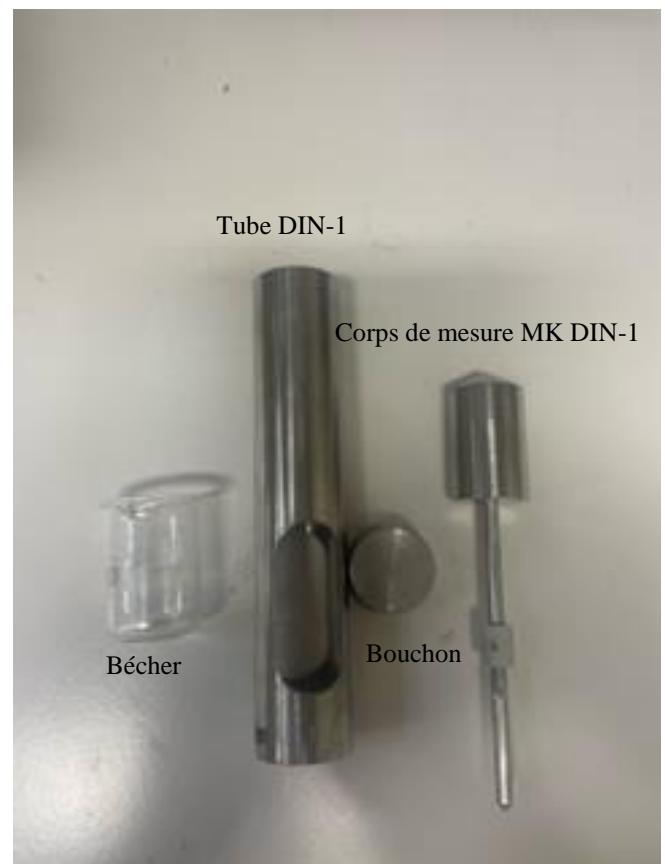
Ressources utilisées :

- **R210 : cours de thermique** : calcul de conductivité et informations pour décrire la méthode de mesure et le principe physique
- **Logiciel Conductivimètre** : respecter le protocole de mise en place de l'échantillon et lacement de l'essai

CHAPITRE 7 : VISCOSIMETRE

7.1 Description de la méthode de mesure

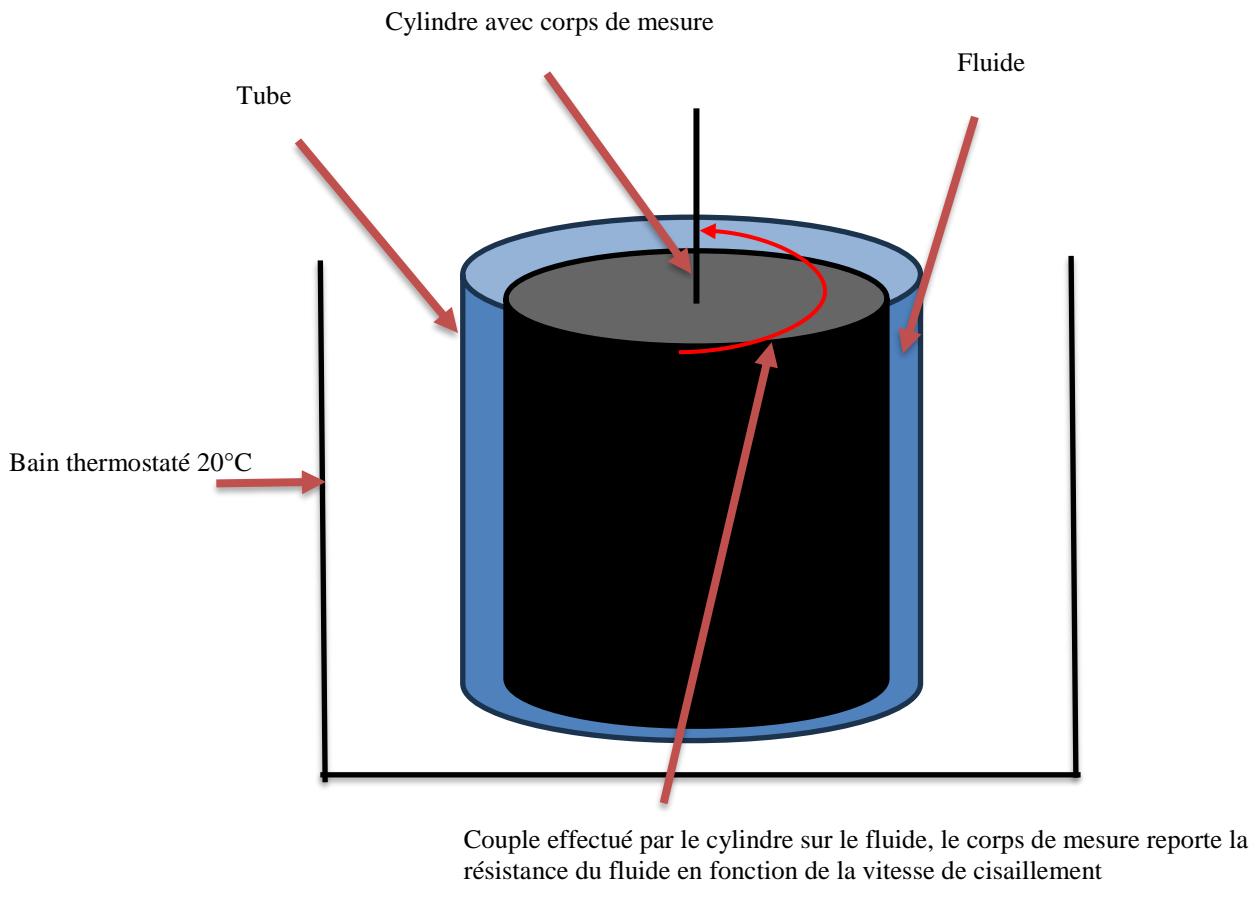
On utilise le viscosimètre RM 200 pour mesurer la viscosité de notre résine époxy SR1500 et de notre durcisseur SD2505. Ce viscosimètre est équipé d'un montage de mesure type cylindre coaxiaux, la partie mobile est mouvement de rotation et le cylindre extérieur est fixe. On met notre liquide dans un dispositif de mesure, le MS-DIN 53 019 pour nous, le mobile 11. Composé d'un tube et d'un bouchon (le liquide sera mis dedans) et d'un corps de mesure avec au bout un cylindre. Le système est donc relié au viscosimètre et notre liquide est soumis à une rotation à des vitesses de cisaillement. Le dispositif est plongé dans un bain thermostatée pour imposer une température.



*

7.2 Principe physique de la mesure et calcul

Lorsque l'expérience est lancée on obtient un graphique avec la résistance du liquide en mPa en fonction de la vitesse de cisaillement en s^{-1} sur ce même graphique pour certain point on obtient la viscosité directement calculée en mPa s. On obtient alors la viscosité de notre liquide à une certaine température.



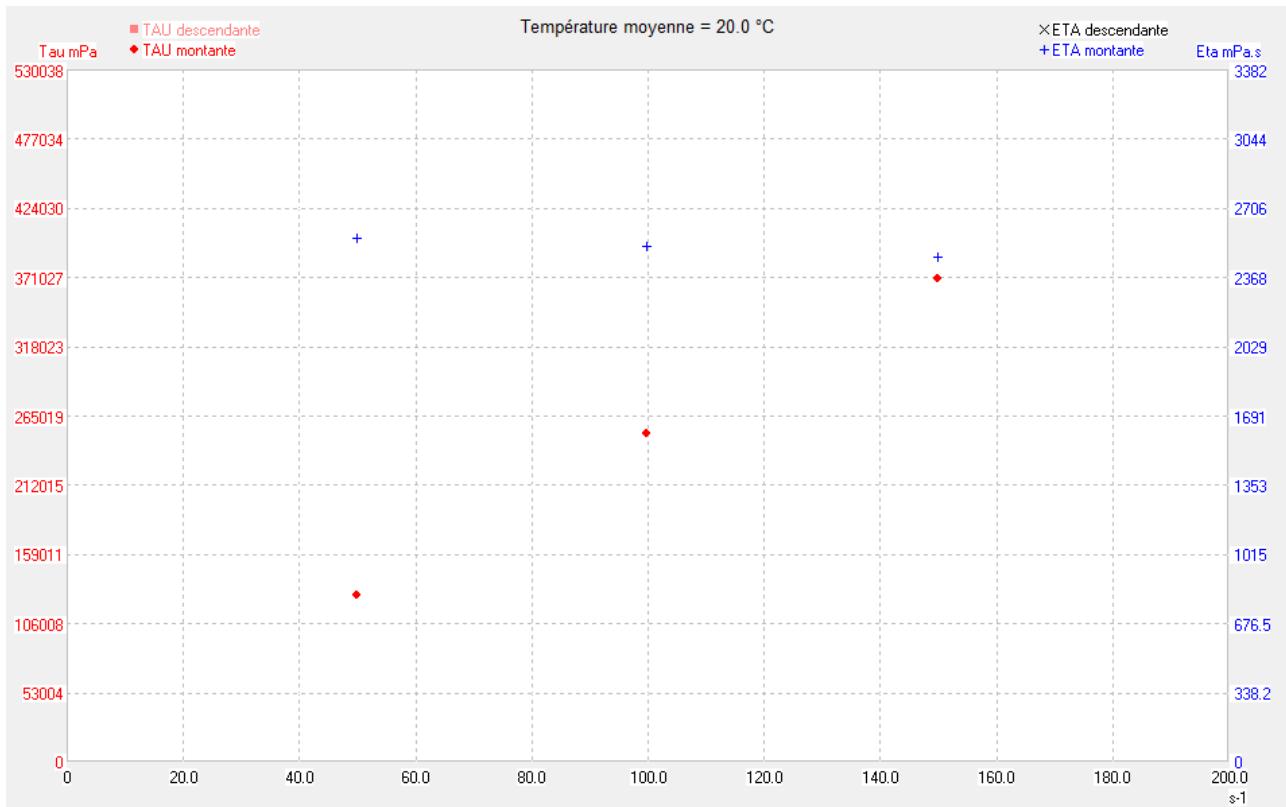
7.3 Protocole expérimental

- Mise en fonctionnement du thermostat : allumer avec interrupteur vert
- Touche T1 pour régler la température avec les flèches puis appuyer sur « entrée » pendant 2 secondes nous on règle à 20°C
- Mise en fonctionnement du RM 200 : appuyer sur « on »
- Mise en place du système de mesure : mettre le bouchon de la cuve en place
- Remplir le bêcher de notre liquide (25ml) à analyser (résine époxy ou durcisseur pour nous) puis verser dans la cuve
- Prendre le cylindre et le fixer sur la tête de mesure puis mettre la cuve sur la tête de mesure
- Positionner l'ensemble au-dessus du bain liquide, descendre la tête
- Mettre en place la mousse isolante puis allumer le PC
- Lancer le logiciel RHEOMATIC puis sur la face avant du RM 200 appuyer sur le bouton ordinateur
- On programme une étude Pas à Pas : mesures pour les vitesses de cisaillement de 50 s^{-1} à 500 s^{-1} par pas de 50 s^{-1} , avec un temps de palier de 90 secondes puis dans la rubrique choix de rampe sélectionnez « montante »
- On lance l'expérience

7.4 Résultats obtenus

Expérience réalisée à 20°C

Résistance de la résine époxy en fonction de la vitesse de cisaillement avec la viscosité calculé :



Points de mesure					
N°	T(°C)	Tps (sec)	D (s ⁻¹)	Tau (mPa)	Eta (mPa.s)
1	20.2	90.6	50.0	128119	2562
2	20.0	181.4	100.0	252120	2521
3	19.9	270.7	150.0	370656	2471

Résultats de l'expérience pour le durcisseur, on a la résistance de la résine (mPa), la vitesse de cisaillement s^{-1} et la viscosité calculé (mPa s) :

Points de mesure					
N°	T(°C)	Tps (sec)	D (s ⁻¹)	Tau (mPa)	Eta (mPa.s)
1	19.8	91.0	50.0	17424	348.5
2	19.8	180.3	100.0	34650	346.5
3	19.8	271.1	150.0	51335	342.2
4	19.8	360.3	200.0	67663	338.3
5	19.8	451.2	250.0	83701	334.8
6	19.9	540.4	300.0	99502	331.7
7	19.9	631.3	350.0	115038	328.7

7.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

On obtient donc des valeurs de viscosité à différents points de mesure, on va pouvoir déterminer la viscosité de notre durcisseur et de notre résine époxy en faisant une moyenne puis en calculant l'écart type pour exprimer la véracité de nos résultats.

Pour la résine époxy SR1500 on trouve une viscosité moyenne de 2518 mPa s avec un écart type de 45.57, cet écart type est assez peu représentatif vu que on a seulement 3 points de mesure, on observe une légère dispersion, il aurait fallu plus de point de mesure. Pour notre durcisseur SD2505 on trouve une viscosité moyenne de 338.67 mPa s avec un écart type de 7.45, cette fois on a assez de point de mesures pour que l'écart type nous soit utile, on remarque qu'il y'a très peu de dispersion alors notre résultat de viscosité est juste. On remarque pour nos 2 produits que leurs comportements ne dépendent pas du temps et donc ce sont des fluides visqueux et aussi on remarque qu'il existe une relation de proportionnalité entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement ($\sigma = \mu \times \gamma$), avec μ la viscosité.

Données du fournisseur :

Durcisseurs SD xxxx

	SD 2507	SD 2806	SD 2505	SD 2503	SD 7561
Aspect / couleur:	Liquide jaune	Liquide jaune	Liquide jaune	Liquide jaune	Liquide transparent
Réactivité	Rapide		Réactivités intermédiaires		Ultra lent
Viscosité (mPa.s)					
Rhéomètre	20 °C	1 600 ± 300	300 ± 60	350 ± 70	210 ± 40
CP 50 mm	25 °C	1 000 ± 200	200 ± 40	230 ± 40	150 ± 30
gradient de cisaillement 10 s ⁻¹	30 °C	600 ± 100	140 ± 30	150 ± 30	100 ± 20
Densité	20 °C	1.09 ± 0.01	1.07 ± 0.01	1.00 ± 0.01	1.00 ± 0.01
Picnomètre					
NF EN ISO 2811-1					0.96 ± 0.01

Résine époxy SR 1500

		SR 1500
Aspect	Couleur	Liquide Claire
Viscosité (mPa.s)	15 °C	5 300 ± 1 000
Rhéomètre	20 °C	2 300 ± 500
CP 50 mm	25 °C	1 250 ± 250
gradient de cisaillement 10 s ⁻¹	30 °C	750 ± 150
	40 °C	300 ± 60
Densité :	20 °C	1.13 ± 0.01
Picnomètre		
NF EN ISO 2811-1		
Stabilité au stockage:		24 mois, ne cristallise pas

D'après la fiche technique du fournisseur SICOMIN, la viscosité de notre durcisseur à 20°C est de 350 ± 70 mPa s et nous on trouve 338.67 mPa s, on est donc bien dans l'incertitude de la valeur de la fiche technique, notre résultat est donc vérifié et cohérent. Pour la résine époxy, le fournisseur annonce une viscosité de 2300 ± 500 mPa s à 20°C, nous on trouve 2518 mPa s, on est aussi dans l'incertitude de la valeur annoncé par SICOMIN alors notre résultat est cohérent.

7.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Respect de la mise en place d'une expérience avec le viscosimètre RM 200 (R107)		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Rapport de projet + analyse des résultats en fonction de la bibliographie + cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE	Ventilation, EPI, gant latex		
Identifier un matériau			Propriété matériaux déjà connu
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE	Ventilation, EPI, gant latex		
Relier les propriétés aux familles de matériaux		Propriété déjà connu mais analyse avec la famille de matériaux	
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Comparaison avec bibliographie		
Rédiger le rapport d'essai	Rapport de projet		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	R107 pour décrire la méthode de mesure et le principe physique		

Ressources utilisées :

- **R107 : analyse mécanique des liquides** : respect de la mise en place d'une expérience avec le viscosimètre RM 200 et description de la méthode de mesure avec le principe physique pour comprendre cette expérience et analyser les résultats.

CHAPITRE 8 : CALCINATION

8.1 Description de la méthode de mesure

Grâce à cette technique nous allons pouvoir déterminer le taux de charge réel pour différents échantillons, en effet nous avons 3 échantillons (haut, milieu et bas du potlife) pour chaque potlife (on en a deux, un plus chargé à 45% de fillite et un chargé à 65%).

Découpe des échantillons : avec la carrelette on découpe 3 rondelles à 3 niveaux différents de l'échantillon (haut, milieu, bas) ensuite dans chaque rondelle on découpe avec la scie du laboratoire de métallurgie 3 échantillons de 1cm^3 environ de forme parallélépipédique.



Le four chauffe les échantillons à 625°C dans notre cas. Les échantillons sont placés dans les creusets. Donc à cette chaleur la résine présente dans l'échantillon est totalement désintégré pour qu'il ne reste plus que la charge. Et donc on va pouvoir connaître le taux de charge réel.

8.2 Principe physique de la mesure et calcul

Pour mesurer le taux de charges de nos échantillons par calcination on va d'abord mesurer la masse avant calcination. Une fois calciné on pèse les échantillons et on utilise la formule suivante pour avoir le taux de charge : $M_{charge} = (m_2/m_1)$ avec m_2 : masse après calcination et m_1 : masse avant calcination, on obtient donc le taux de charge réel en %. On pourra comparer cette valeur avec celle théorique, par rapport aux quantités déposées lors des manipulations. Ensuite à partir de la loi des mélanges, des nouvelles valeurs expérimentales mesurées précédemment par calcination (M_c donc M_r puis V_c et V_r) on va calculer les masses volumiques théoriques attendues. On utilisera la masse volumique de la Fillite seule et celle de la résine. On utilisera la formule suivante pour avoir le taux volumique de charge :

$V = (M_c/\rho_c)/((\frac{M_c}{\rho_c}) + (\frac{M_r}{\rho_r}))$ avec $M_r = 1 - M_f$ puis pour calculer la masse volumique on utilise la formule suivante : $\rho = V_c \times \rho_c + V_r \times \rho_r$

8.3 Protocole expérimental

- On met le four à chauffer à 625°C (consigne de la séance) avec une brique à l'intérieur
- On pèse les échantillons avec la balance B303, pour avoir la masse avant calcination de nos échantillons
- On place nos échantillons dans nos creusets et on note sur une feuille le placement de nos échantillons dans les creusets sur la brique pour ne pas confondre des échantillons
- Quand le four est à 625°C on met nos creusets dans le four avec une pince en métal et des gants de protection
- On laisse les creusets dans le four toute la nuit et on les récupère le lendemain
- Une fois refroidi on peut les peser et faire nos calculs

AVANT CALCINATION	Mélange 1 : 40% de Fillite	Mélange 2 : 65% de Fillite
Masse échantillon haut du pot	0.500g	1.250g
Masse échantillon milieu du pot	0.240g	1.060g
Masse échantillon bas du pot	0.350g	0.720g

Incertitude = 0.01g (résolution de la balance)

8.4 Résultats obtenus

APRES CALCINATION	Mélange 1 : 40% de Fillite	Mélange 2 : 65% de Fillite
Masse échantillon haut du pot	0.210g	0.780g
Masse échantillon milieu du pot	0.120g	0.640g
Masse échantillon bas du pot	0.140g	0.460g

Incertitude = 0.01g (résolution de la balance)

8.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

On veut déterminer le taux de charge réel, pour cela on utilise la formule suivante : Taux = m_2/m_1 avec m_1 : masse échantillon avant calcination et m_2 : masse échantillon après calcination.

Taux de charge (Fillite)	Mélange 1 : 40% de Fillite	Mélange 2 : 65% de Fillite
Échantillon haut du pot	$0.21/0.50 = 45\%$	$0.78/1.25 = 62.8\%$

Échantillon milieu du pot	$0.097/0.24 = 40\%$	$0.64/1.06 = 60.5\%$
Échantillon bas du pot	$0.144/0.35 = 41.1\%$	$0.46/0.72 = 64\%$

Moyenne	42.03%	62.4%
Ecart-type	2.6%	1.7%

Les moyennes calculées nous permettent de confirmer que le taux de charge des 2 mélanges s'approchent bien de celui annoncer à 3% prêt. On respecte donc bien le taux de charge. Les calculs pour l'écart-type nous permettent d'évaluer la dispersion et ici elle est très faible dans les 2 cas, ce qui veut dire que nos mélanges sont plutôt homogènes dans le pot (de haut en bas).

Calcul de la masse volumique de nos échantillons avec la loi des mélanges :

Formule utilisée : calcul du taux volumique $V = (Mc/\rho_c) / \left(\frac{Mc}{\rho_c} + \frac{Mr}{\rho_r} \right)$ avec $Mr = 1 - Mf$ puis pour calculer la masse volumique on utilise la formule suivante : $\rho = Vc \times \rho_c + Vr \times \rho_r$
On utilise la masse volumique de la Fillite = 400kg/m^3 et la masse volumique de notre résine = 1130 kg/m^3 .

	Chargé à 45%	Chargé à 65%
Vc échantillon haut du pot	0,698009609	0,826662318
Vc échantillon milieu du pot	0,653179191	0,81227351
Vc échantillon bas du pot	0,663442995	0,833948339
Vr échantillon haut du pot	0,301990391	0,173337682
Vr échantillon milieu du pot	0,346820809	0,18772649
Vr échantillon bas du pot	0,336557005	0,166051661
Masse volumique échantillon haut du pot	620,4529856	526,5365081
Masse volumique échantillon milieu du pot	653,1791908	537,0403374
Masse volumique échantillon bas du pot	645,6866134	521,2177122

On calcule les moyennes pour les masses volumiques, on trouve : $639,77\text{ kg/m}^3$ pour le pot chargé à 45% de Fillite avec un écart type de 17.14. On trouve 528.26 kg/m^3 avec un écart type de 8.05 pour le pot chargé à 65% de Fillite. Au vu des écarts types on peut répondre à la question suivante : existe-t-il une influence de la position dans l'échantillon sur la masse volumique ? Avec ces nos calculs d'écart type on peut dire que le pot chargé à 65% de Fillite est plus homogène que l'autre et donc que la position peut avoir une influence si le mélange n'est pas assez homogène.

Nous avions aussi calculé les masses volumiques de ces mêmes mélanges mais avec des mesures de volumes et de masses. On trouvait : 769.32 kg/m^3 pour le mélange chargé à 45% et 453.20 kg/m^3 pour le mélange chargé à 65%. Avec un calcul on trouve une différence de 20.24% entre les deux valeurs de masses volumiques pour le mélange moins chargé et on trouve une différence de 14.2% entre les deux valeurs de masses volumiques pour le mélange plus chargé. Cette différence peut venir de la façon dont l'échantillon a été réticulé, en effet un des mélanges à été réticulé dans un pot lors d'une expérimentation au Trombomat et l'autre mélange a été fait sous forme de plaque et à ensuite été découpé pour faire des échantillons... On compare des valeurs théoriques et des valeurs mesurées c'est normal qu'il y ait des erreurs car les mélanges ont subi des découpes...

8.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Travaux réalisés en fonctions des apprentissages critiques :

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme		Respect des consignes de séance	
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Rapport de projet et cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE	Port des EPI et port de gants qui résiste à de très hautes températures		
Identifier un matériau	Détermination des masses volumiques		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE	Port des EPI et port de gants qui résiste à de très hautes températures		
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Comparaison des masses volumiques avec la bibliographie		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Comparaison des résultats réelles de taux de charges avec les théoriques		
Rédiger le rapport d'essai	Rapport de projet		
Identifier les principes de caractérisation utilisés		TD et TP de composite pour décrire la méthode de mesure et le principe physique	

Ressources utilisées :

- **TD composites et TP découverte des matériaux composites SAE 14** : pour calculer les taux de charges, taux volumiques et utilisation de la loi des mélanges pour avoir une masse volumique.

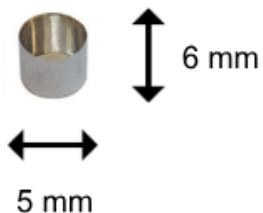
CHAPITRE 9 : DSC

9.1 Description de la méthode de mesure

L'échantillon analysé par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est un matériau dont les propriétés thermiques sont à caractériser. Les matériaux énergétiques, les polymères, les composites, et les métaux sont couramment étudiés pour déterminer leurs transitions thermiques telles que la transition vitreuse et la température de fusion.

Description de l'échantillon :

L'échantillon doit pouvoir rentrer dans un creuset de la machine et doit peser 20 mg minimum :



5 échantillons sont utilisés pour l'analyse DSC :

- Echantillon de résine non réticulée de 12 mg
- Echantillon de résine réticulée de 43 mg
- Echantillon de résine non réticulée chargée à 45% de 30 mg
- Echantillon de résine réticulée chargée à 45% de 32 mg
- Echantillon de résine non réticulée chargée à 65% de 24 mg

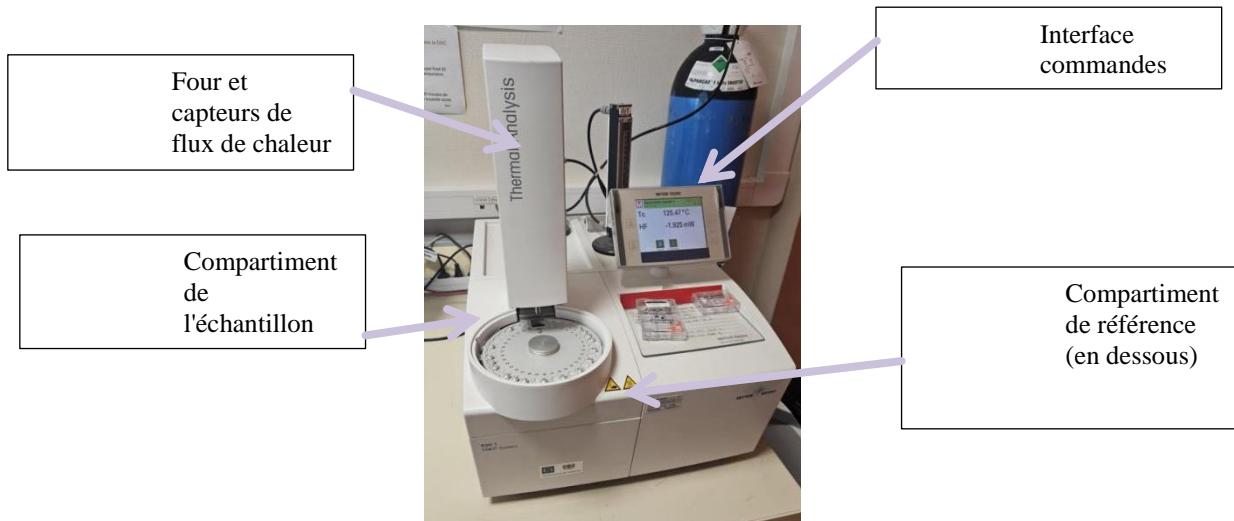
Placement de l'échantillon

L'échantillon est placé dans un creuset en aluminium (matériaux ici réfractaire température de fusion de 660,3 °C), qui est inséré dans la cellule de mesure de la DSC. Une référence inerte, souvent un creuset vide, est placé dans une cellule de référence adjacente.

Description du fonctionnement de la machine et des différents éléments qui la composent :

La DSC METTLER est composée de deux compartiments : un pour l'échantillon et un pour la référence. Les deux compartiments sont chauffés ou refroidis simultanément selon un programme de température prédefini. Un capteur mesure les flux de chaleur nécessaires pour maintenir la même température dans les deux compartiments. La machine comporte également un four pour appliquer le gradient de température, un capteur de flux de chaleur, et un système de contrôle et d'acquisition de données.

Photo de la machine METTLER :



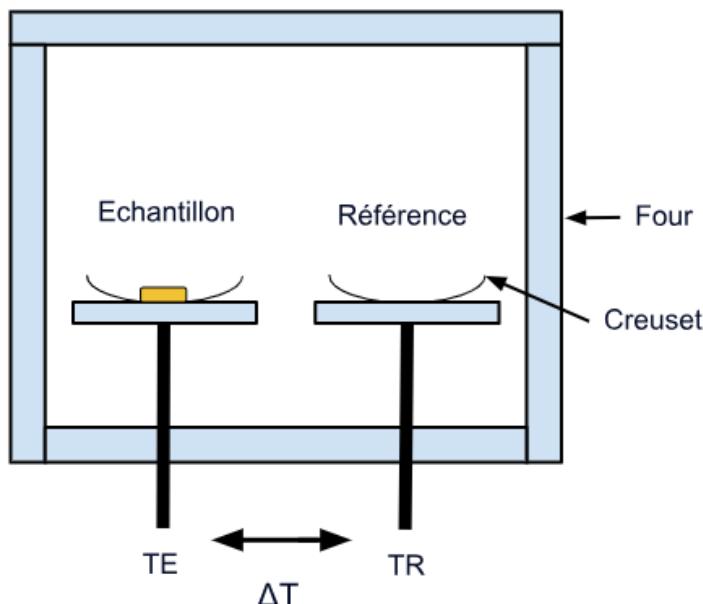
En DSC on mesure les différences de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence en fonction de la température, les températures spécifiques des transitions thermiques (comme la température de fusion et la température de transition vitreuse), et l'enthalpie de réaction.

9.2 Principe physique de la mesure et calcul

Description des calculs :

Lors d'un essai DSC, la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence est mesurée en continu. Ces variations sont enregistrées et représentées sous forme de graphique, où les transitions thermiques apparaissent comme des pics. L'enthalpie de réaction (ΔH) est calculée en intégrant la surface sous les pics du graphique. Cette intégration donne la quantité de chaleur absorbée ou libérée par l'échantillon lors des transitions thermiques. La position des pics sur l'axe des températures indique les températures spécifiques des transitions.

Schéma



9.3 Protocole expérimental*

Réalisation d'un essai de DSC :

On place l'échantillon dans un creuset qu'on serti grâce à la sertisseuse et qu'on perce avec un pic.

On place l'échantillon dans un des emplacements dont on note le numéro

On lance le logiciel STARE software

On allume le gaz de balayage (ici de l'azote)

On crée ensuite un programme de température avec des phases de chauffage des phases isothermes, des phases de refroidissement... ainsi que des vitesses de chauffe.

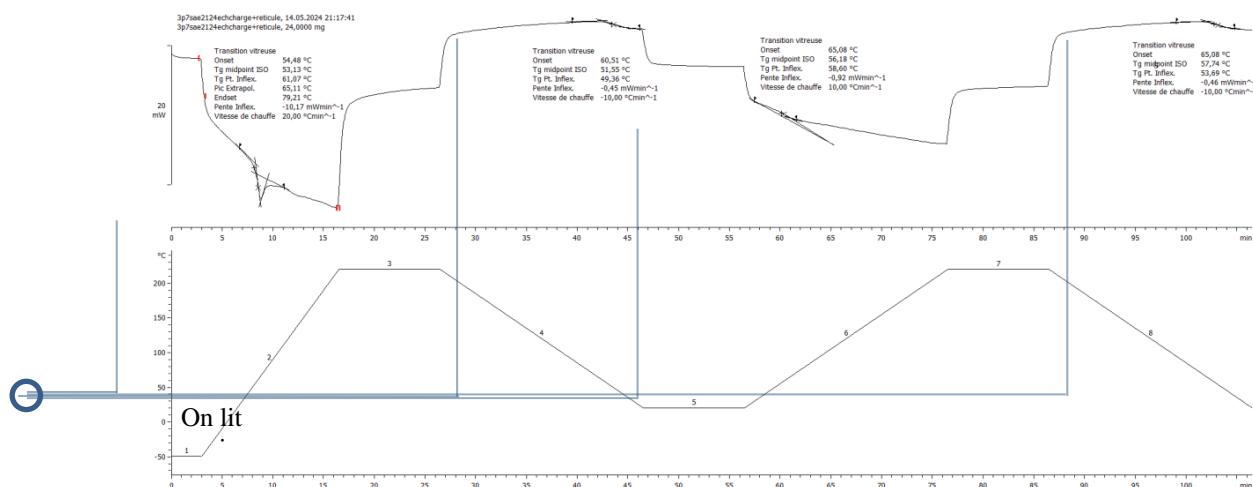
Programme de température de l'expérience (méthode) :

- Température initiale : 50°C
- Montée de 50°C à 220°C à 20°C/min
- Maintien à 220°C pendant 10 min
- Refroidissement de 220°C à 20°C à 10°C/min
- Maintien à 20°C pendant 10 min
- Montée de 20°C à 220°C
- Maintien à 220°C pendant 10 min
- Refroidissement de 220°C à 20°C à 10°C/min

On applique ce programme aux 5 échantillons.

On exploite les courbes données par le logiciel pour identifier les transformations qui ont eu lieu.

9.4 Résultats obtenus



Sur cette courbe obtenue à partir d'un essai de DSC sur le mélange résine – 65% de fillite on observe 4 transitions vitreuses, durant les deux phases de chauffage et durant les deux phases de refroidissement. En lisant les valeurs de températures correspondantes on trouve environ 60°C à chaque fois sur l'axe.

Les valeurs données pour le Point d'inflexion sont de 61.07°C et 58.60°C pour les phases de chauffage et 49.36°C et 53.69°C pour les phases de refroidissement (elles sont donc plus faibles).

Résultats pour les autres mélanges :

(les courbes pour l'échantillon de résine réticulée et de mélange résine non réticulée – 65% charge n'étaient pas exploitables)

Echantillon de résine réticulée
XXX
XXX
XXX
XXX

65% Résine réticulée
61,07
49,36
58,6
53,69
Moyenne : 55,68

Echantillon de résine non réticulée
48,16
44,56
51,76
46,07
Moyenne : 47,6375

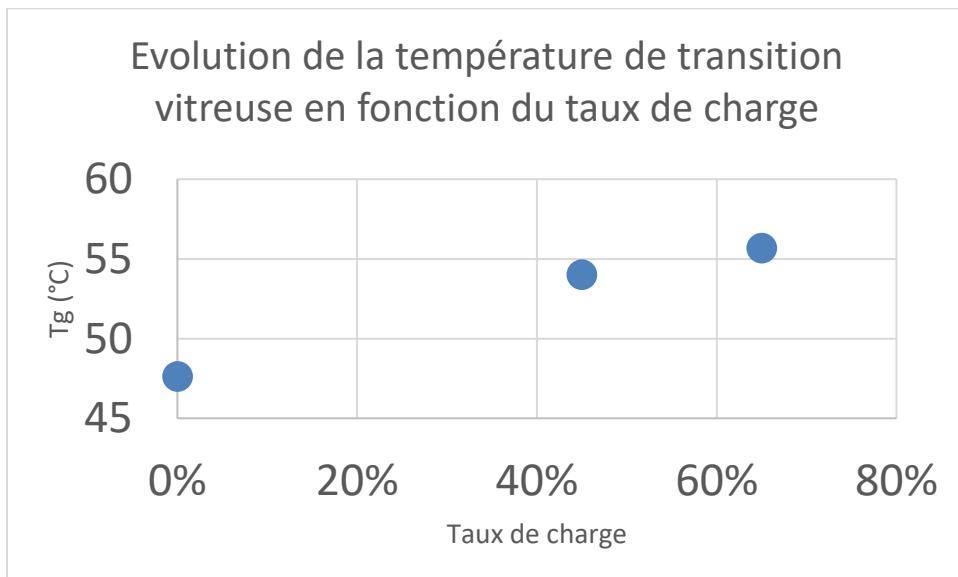
65% non réticulée
XXX
XXX
XXX
XXX

45% réticulée
63,01
44,92
57,81
50,26
Moyenne : 54

Echantillons	Températures moyennes de transition vitreuse
Echantillon de résine réticulée de 43 mg	--
Echantillon de résine non réticulée de 30 mg	47.63
Echantillon de résine réticulée chargée à 45% de 32 mg	54
Echantillon de résine réticulée chargée à 65% de 24 mg	55.68
Echantillon de résine non réticulée chargée à 65% de 12 mg	--

9.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

À partir des graphiques flux thermique en fonction de la température et du temps on constate pour les DSC où la résine n'est pas réticulée des transitions vitreuses aux moments où la température du four est aux alentours des 50-60°C ce qui correspond la température de transition vitreuse de la résine époxy. Ici on peut supposer que la fillite est réfractaire et donc ne subit pas de transformations, mais qu'elle fait diminuer la température de transition vitreuse.



On voit que les valeurs de températures de transitions vitreuses sont proportionnelles au taux de charge.

9.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Suivi du protocole d'essai de DSC		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Remplissage du cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE	Port des EPI et manipulation		

	précautionneuse du matériel.		
Identifier un matériau		Cohérence entre les températures caractéristiques observées et les données de la fillite et de l'epoxy	
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE	Port des EPI et manipulation précautionneuse du matériel.		
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Cohérence entre les températures caractéristiques observées et les données de la fillite et de l'epoxy		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Proportionnalité entre le taux de charge et les températures de transition vitreuse		
Rédiger le rapport d'essai	Rédaction du rapport de SAE		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description de la machine DSC et de la méthode de mesure		

CHAPITRE 10 : MICROGRAPHIE

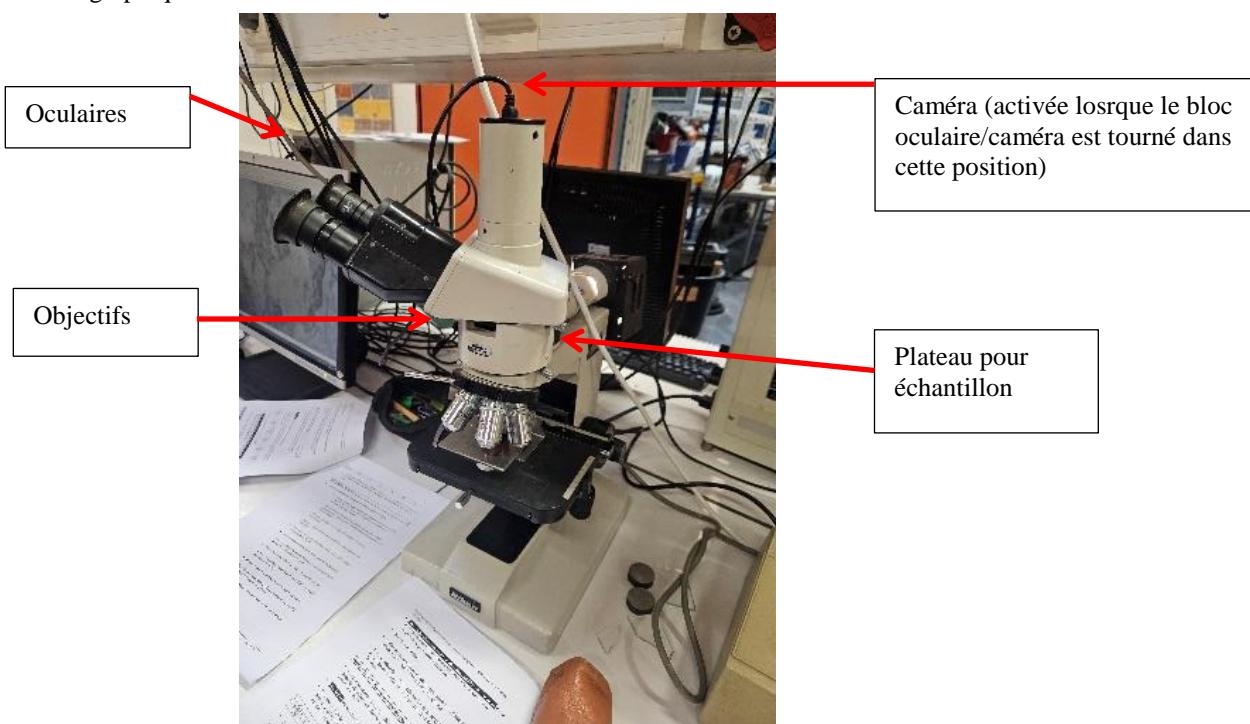
10.1 Description de la méthode de mesure

La micrographie est la technique d'utilisation de microscopes pour visualiser des objets et des structures trop petits pour être vus à l'œil nu. Le microscope est similaire à une paire de lunettes très puissante composée de plusieurs lentilles à travers lesquelles passe la lumière avant d'arriver à l'œil. On utilise ici un microscope optique. Voici les principaux éléments qui le composent : source de lumière (elle éclaire l'échantillon pour permettre une observation claire), lentilles oculaires (à travers lesquelles on regarde, fournissant une première étape de grossissement), lentilles objectives (situées près de l'échantillon, elles fournissent un grossissement supplémentaire), platines de déplacement (permettent de positionner précisément l'échantillon sous l'objectif), réglages de mise au point (permettent d'ajuster la distance entre l'objectif et l'échantillon pour obtenir une image nette), caméra (capture les images pour une analyse et un enregistrement).

Les échantillons sont des cubes découpés dans les pots de Trombomat avec les dimensions suivantes en centimètres :

Hauteur dans le pot de Trombomat	Résine seule	Résine chargée à 45% en fillite	Résine chargée à 65% en fillite
Haut	0.89 x 0.97 x 0.98	1.06 x 1.04 x 0.97	1.00 x 0.98 x 0.99
Milieu	1.02 x 1.08 x 0.92	1.01 x 1.02 x 1.00	1.03 x 1.04 x 0.96
Bas	1.12 x 0.95 x 0.94	1.07 x 1.07 x 1.04	0.95 x 0.99 x 1.00

Les imprécisions des dimensions des échantillons sont dues à la difficulté de découpe avec la découpeuse. Cela peut affecter la planéité des surfaces et le parallélisme, impactant ainsi l'observation micrographique.

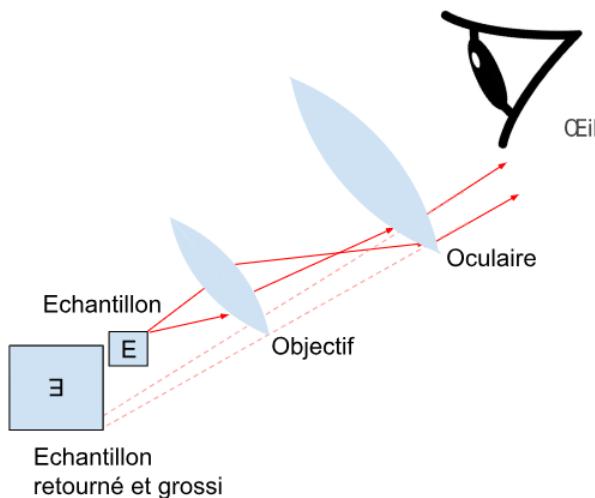


10.2 Principe physique de la mesure et calcul

Lentilles et Grossissement :

- Les microscopes optiques utilisent des lentilles pour agrandir l'image d'un échantillon. Il y a généralement une lentille oculaire (à travers laquelle on regarde) et une ou plusieurs lentilles objectives (au niveau de l'échantillon).
- Le grossissement total est le produit du grossissement de la lentille oculaire et de la lentille objective.

Schéma :



Dans le microscope qu'on utilise un système de miroir réoriente l'image.

On apporte ensuite une source de lumière de manière à bien visualiser ce qu'on observe.

Résolution :

La résolution est la capacité du microscope à distinguer deux points adjacents comme distincts. La limite de résolution dépend de la longueur d'onde de la lumière utilisée et de l'ouverture numérique des lentilles.

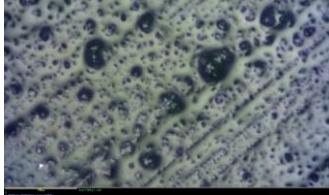
La qualité des images peut aussi être influencée par un mauvais réglage de profondeur de champ, qui détermine l'épaisseur de la zone nette dans l'image de l'échantillon. Elle est régie par l'ouverture numérique, la longueur d'onde utilisée et la distance de travail. Un contrôle précis de la profondeur de champ permet d'optimiser la qualité des images pour l'analyse de structures fines ou complexes.

10.3 Protocole expérimental

- On allume l'ordinateur et le logiciel CamLabLite.
- Après avoir allumé la lumière on place l'échantillon sur le plateau et on le fixe grâce aux tiges métalliques.
- On place ses yeux sur les oculaires et on règle l'objectif pour que l'image soit nette
- On tourne la partie supérieure pour passer en mode caméra.
On peut ainsi visualiser l'image sur l'ordinateur de manière à pouvoir analyser l'image (ajouter une échelle, un grossissement) puis exporter l'image.

10.4 Résultats obtenus

Analyse micrographique :

Hauteur dans le pot de Trombomat	Résine seule	Résine chargée à 45% en fillite	Résine chargée à 65% en fillite
Haut			
Milieu			
Bas			

Analyse macrographique :

On constate un aspect de surface lisse et régulier pour le mélange non chargé (jaunâtre) et pour celui chargé à 45% (blanc). Le mélange chargé à 65% (blanc) est rugueux et très irrégulier, même après réticulation.

10.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

On voit que la hauteur dans le pot de Trombomat influe sur la densité du mélange (il y a plus de bulles en haut et le mélange est plus compact en bas. L'aspect micrographique pour les mélanges chargés est le même pour les deux taux de charge et quel que soit la hauteur dans le pot. On peut aussi relever que même à l'échelle macro plus la quantité de charge augmente plus la régularité de l'état de surface diminue et plus le mélange blanchit (couleur initiale de la fillite).

10.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Suivi des étapes pour observer l'échantillon et d'analyse sur le logiciel		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Respecter le protocole et comparaison des aspects des différents matériaux		
Respecter les règles HSE		Respecter le matériel qui peut être fragile	
Identifier un matériau	Analyse de l'aspect visuel et interprétation selon la nature du matériau.		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE		Respecter le matériel qui peut être fragile	
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Analyse de l'aspect visuel et interprétation selon la nature du matériau.		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Cohérence des images obtenus par rapport à la composition des matériaux		
Rédiger le rapport d'essai	Rendre compte du déroulé de l'expérience		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description de la micrographie, du microscope et de la méthode de mesure.		

CHAPITRE 11 : COMPRESSION

11.1 Description de la méthode de mesure

La compression est une méthode de caractérisation qui consiste à placer un échantillon entre deux plateaux qui vont se rapprocher et donc imposer une force jusqu'à ce qu'il se déforme ou se fracture. Pendant l'essai, la contrainte va être mesurée en fonction de la déformation grâce aux capteurs de force de la machine. Pour assurer la justesse des résultats et surtout leur reproductibilité, on veille à ce que les dimensions des échantillons soient connues et précises.

L'échantillon est préparé selon des dimensions standardisées pour garantir des résultats comparables : les surfaces de l'échantillon sont souvent polies pour éliminer les irrégularités, il faut s'assurer que les deux surfaces soient bien parallèles pour épouser la forme des plateaux de compression.

Ici on prendra pour dimensions d'échantillon des cubes d'environ 1cm x 1cm x 1cm.

Dimensions en centimètres des 9 échantillons :

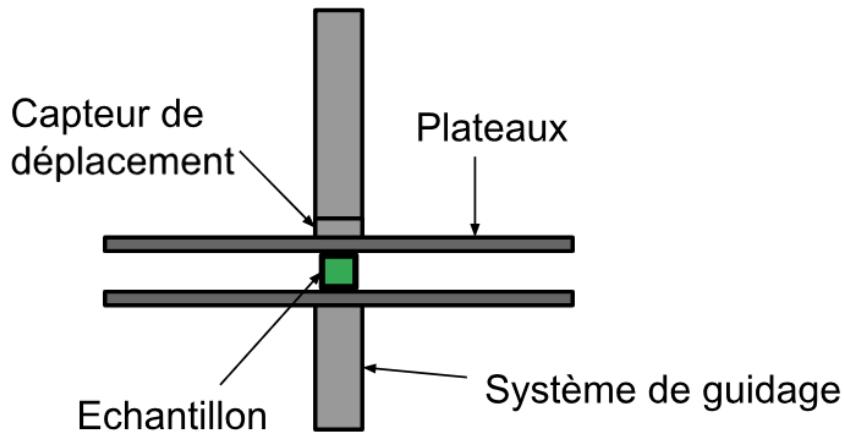
Hauteur dans le pot de Trombomat	Résine seule	Résine chargée à 45% en fillite	Résine chargée à 65% en fillite
Haut	0.89 x 0.97 x 0.98	1.06 x 1.04 x 0.97	1.00 x 0.98 x 0.99
Milieu	1.02 x 1.08 x 0.92	1.01 x 1.02 x 1.00	1.03 x 1.04 x 0.96
Bas	1.12 x 0.95 x 0.94	1.07 x 1.07 x 1.04	0.95 x 0.99 x 1.00

Les imprécisions des dimensions sont dues à la difficulté de découpe avec la découpeuse.



11.2 Principe physique de la mesure et calcul

Le capteur de déplacement compte la distance parcourue par le plateau supérieur en comprimant l'échantillon tout en mesurant la force ce qui nous permet de tracer la courbe contrainte/déformation. Le coefficient de la partie linéaire de cette courbe nous donne le module d'Young et le pic après la zone linéaire donne la valeur de la contrainte maximale (valeur de pression à partir de laquelle échantillon va casser).



11.3 Protocole expérimental

Démarrage de la machine et du logiciel.

Installation de l'Échantillon :

- L'échantillon est placé entre les plaques de compression de la machine.
- Les capteurs de force et de déplacement sont calibrés.
- Les dimensions des échantillons sont renseignées sur la machine

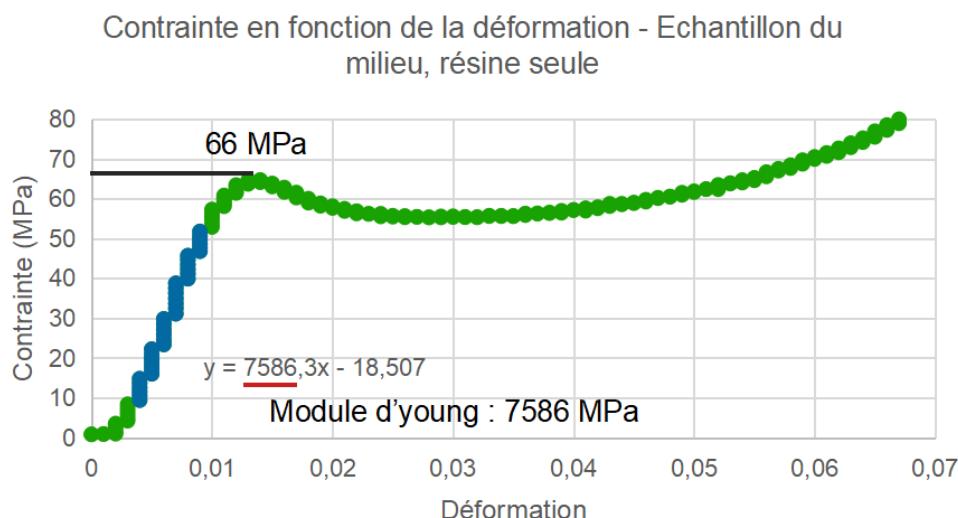
Application de la Force :

- La machine de compression applique une force croissante de manière contrôlée sur l'échantillon.
- La vitesse de compression est généralement constante pour standardiser les conditions de test. Ne pas comprimer l'échantillon trop vite permet aussi d'observer son comportement au cours de l'essai (aplatissement, fissures, ...)

Mesure et Enregistrement :

- La force appliquée et la déformation de l'échantillon sont enregistrées en continu.
- Les données sont représentées sous forme de courbes contrainte-déformation.

11.4 Résultats obtenus



Nous voyons sur le graphique de compression la zone élastique (en bleu) qui nous permet de déterminer le module d'Young en compression. Ici le module d'Young est de 7586 MPa. Le sommet de la courbe permet de déterminer la contrainte maximale en compression. On lit la valeur de contrainte qui correspond et on trouve 66 MPa.

Résultats contrainte maximale (en MPa) :

Hauteur dans le pot de Trombomat	Résine seule	Échantillon chargé à 45% en fillite	Échantillon chargé à 65% en fillite
Haut	120	75	56
Milieu	66	80	88
Bas	130	82	90
Moyenne	105	79	78

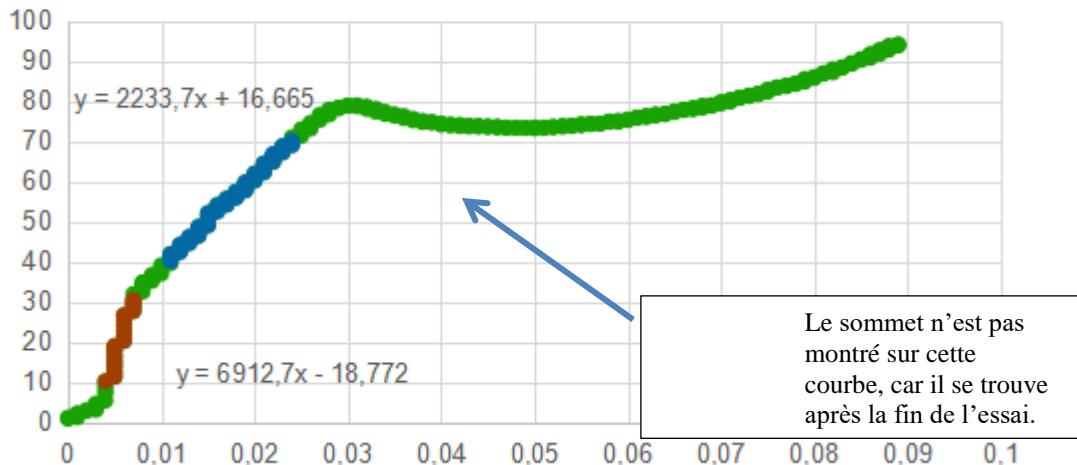
Résultats Module d'Young (en MPa) :

Hauteur dans le pot de Trombomat	Résine seule	Échantillon chargé à 45% en fillite	Échantillon chargé à 65% en fillite
Haut	10329	9807	4041
Milieu	7586	6912	3905
Bas	9092	2841	8344
Moyenne	9002	6520	5430

11.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

Erreurs possibles dans l'acquisition et l'analyse des courbes :

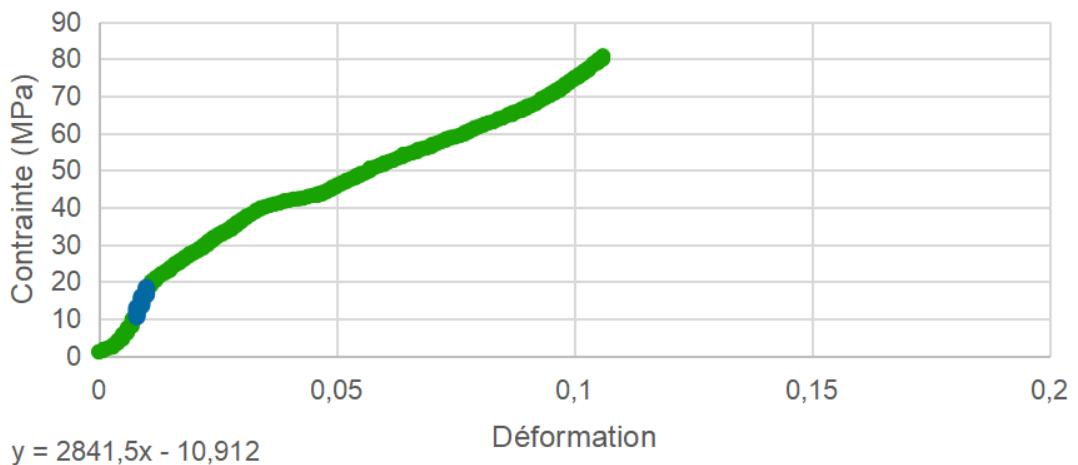
Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du milieu, chargé à 45%



Ici on constate une cassure dans la partie linéaire de la courbe avant le sommet qui est due au jeu de la machine. Il faut donc faire bien attention à relever la valeur de module d'Young avant la cassure, sinon on trouve une valeur beaucoup trop faible.

En effet cette cassure m'a conduit à commettre une erreur qui a été de stopper l'essai trop tôt en pensant que le sommet avait déjà été atteint :

Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du bas, chargé à 45%

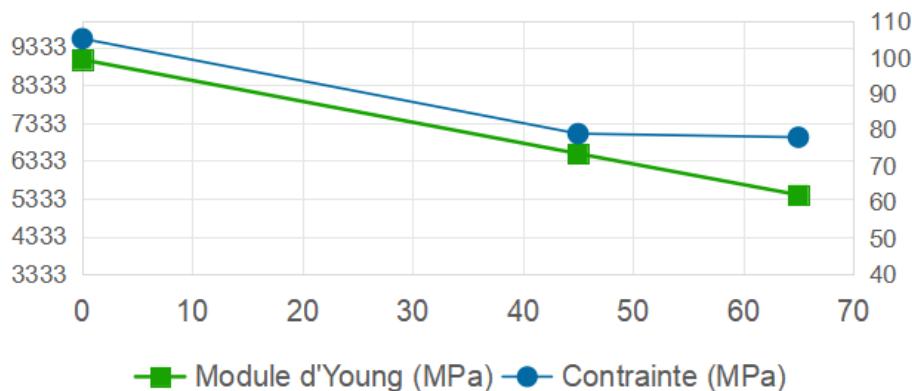


Nous n'allons donc pas prendre en compte les résultats pour cette mesure.

Les résultats montrent néanmoins que la charge a une influence sur la résistance en compression ; la contrainte maximale moyenne des échantillons diminue lorsqu'on augmente la charge (de 105 à 78 MPa), tout comme le module d'Young, qui passe de 9002 pour 0% de charge à 5430 pour 65% de charge.

Graphique récapitulatif des résultats en compression :

Evolution des propriétés en compression en fonction du taux de charge



On voit que la contrainte maximale moyenne de la résine est ici de 105 MPa ce qui correspond aux données bibliographiques de la résine époxy (103 – 172 MPa). Cette valeur diminue au fur et à mesure qu'on augmente la charge : 79 MPa pour la charge à 45% et 78 MPa pour celle à 65%. La contrainte maximale du verre en compression est de 1520 MPa ce qui veut dire que la contrainte max du mélange devrait augmenter au fur et à mesure qu'on ajoute de la charge mais étant donné que la fillite est composée de microsphères de verre creuses, on comprend pourquoi cela diminue les propriétés en compression.

Pour le module d'Young c'est pareil on trouve un module de 9002 MPa pour la résine seule et 6520 et 5430 MPa pour les mélanges chargés à 45 et 65% alors que le module en compression du verre est de 3610 MPa.

11.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)

	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Suivi du protocole d'essai de compression		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Remplissage du cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE	Port des EPI et manipulation précautionneuse du matériel.		
Identifier un matériau		Cohérence entre les courbes observées et les valeurs de contrainte maximale et de module d'Young et les données de la fillite et de l'epoxy	
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE	Port des EPI et manipulation précautionneuse du matériel.		
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Cohérence entre les valeurs calculées et les données de la fillite et de l'epoxy		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Proportionnalité entre le taux de charge et les valeurs de contrainte maximale et de module d'Young.		
Rédiger le rapport d'essai	Rédaction du rapport de SAE		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description de la machine NEtZSCH et de la méthode de mesure		

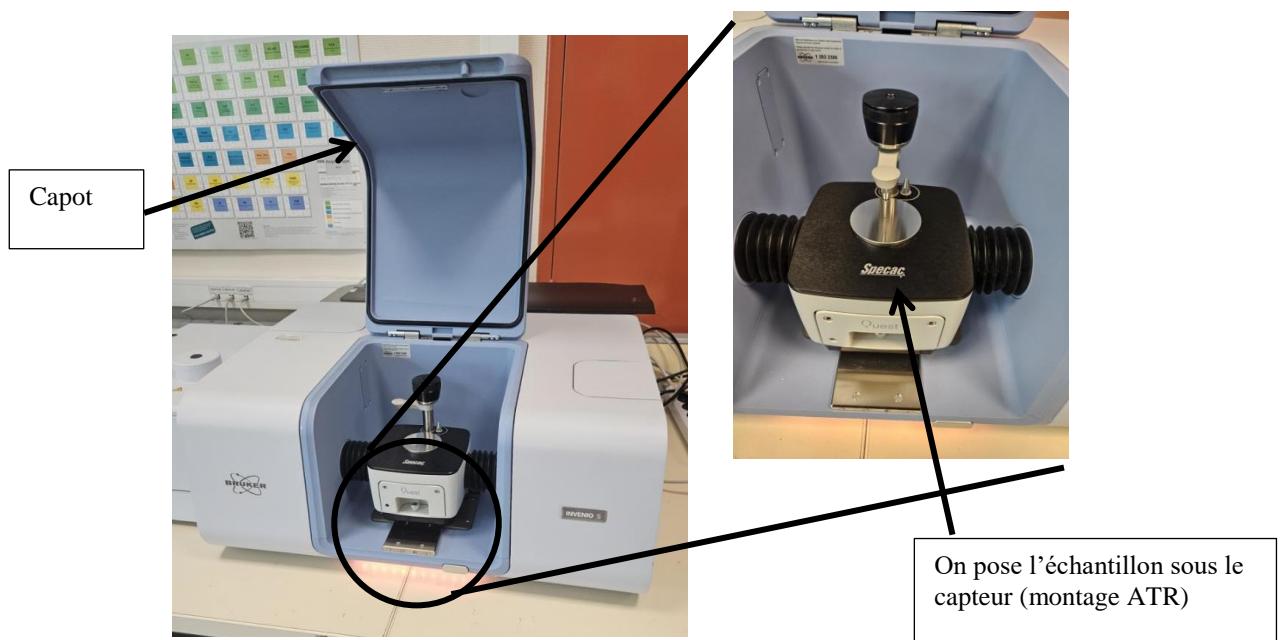
CHAPITRE 12 : SPECTROMETRIE INFRAROUGE

12.1 Description de la méthode de mesure

La spectrométrie infrarouge (IR) est une technique analytique utilisée pour identifier et quantifier les composants chimiques d'un échantillon en mesurant la manière dont il absorbe la lumière infrarouge. Cette méthode repose sur l'interaction de la radiation infrarouge avec les molécules de l'échantillon, entraînant des vibrations moléculaires spécifiques qui peuvent être détectées et analysées.

Les spectres infrarouges sont présentés sous la forme de graphiques où l'absorbance est tracée en fonction de la longueur d'onde. Cette technique permet d'identifier les groupes fonctionnels présents dans l'échantillon et de déterminer sa composition chimique. Elle est largement utilisée dans les sciences des matériaux pour analyser la composition chimique des échantillons et contrôler la qualité des produits.

On utilise ici la machine de Spectrométrie Infrarouge BRUKER. La spectrométrie infrarouge fonctionne en faisant passer un faisceau de lumière infrarouge à travers l'échantillon. Lorsque l'échantillon absorbe certaines longueurs d'onde de cette lumière, cela indique la présence de liaisons chimiques spécifiques. Le spectre infrarouge obtenu peut ensuite être interprété pour identifier les types de liaisons et les groupes fonctionnels présents dans l'échantillon.



Il est important de noter que la spectrométrie infrarouge fonctionne principalement sur les échantillons présentant des liaisons covalentes et que les spectres obtenus peuvent varier en fonction de la pureté de l'échantillon et du nombre de liaisons actives dans l'infrarouge.

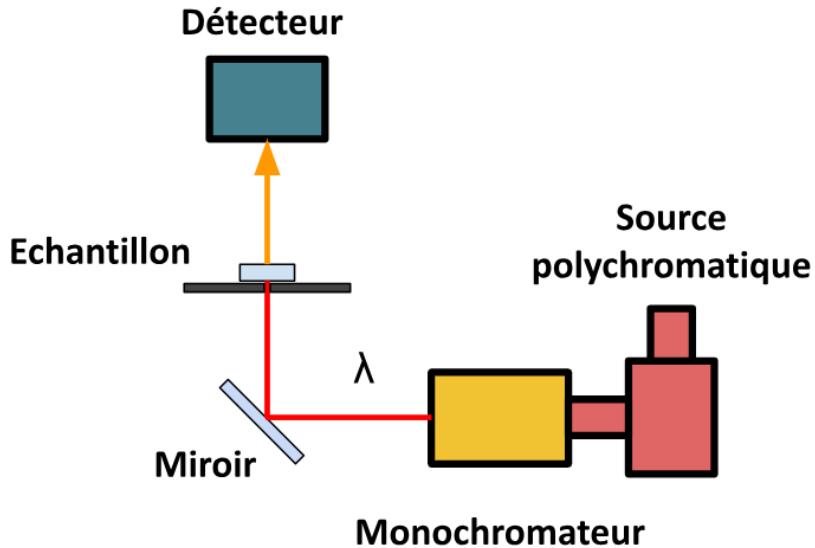
12.2 Principe physique de la mesure et calcul

La lumière est envoyée par une source polychromatique puis passe dans un monochromateur pour atteindre l'échantillon. L'intensité de la lumière infrarouge qui en ressort est mesurée à différentes longueurs d'onde par le détecteur. Cette intensité est comparée à l'intensité initiale de la source de lumière pour déterminer l'absorbance.

L'absorbance est proportionnelle à la concentration des molécules absorbantes dans l'échantillon selon la loi de Beer-Lambert.

Les pics observés dans le spectre infrarouge correspondent aux longueurs d'onde spécifiques où les liaisons chimiques absorbent la lumière. En analysant ces pics, il est possible de déduire la nature des liaisons présentes et, par conséquent, d'identifier les groupes fonctionnels dans la molécule.

La précision de cette méthode dépend de la résolution du spectromètre, de la pureté de l'échantillon et de la capacité à différencier les bandes d'absorption étroites correspondant à différentes vibrations moléculaires.



12.3 Protocole expérimental

⚠ Manipuler le matériel et les accessoires du spectromètre avec une grande précaution car il est fragile et coûteux.

Pour mesurer l'absorption sur un échantillon il faut :

- Découper une fine lamelle (moins d'un demi millimètre) de nos plaques de résines et résine/charge pour qu'une quantité suffisante de lumière puisse passer (l'épaisseur de la lamelle peut être ajustée pour permettre une analyse optimale).
- Lancer le logiciel OPUS pour préparer la mesure ATR (utilisée pour les solides) et vérifier que le montage ATR est en place.
- Lancer une mesure background (mesure à vide)
- Placer la lamelle dans le spectromètre et refermer le capot
- Démarrer l'acquisition
- Exploiter le spectre obtenu pour déterminer les groupes caractéristiques présents dans les échantillons selon leur taux de charge.

12.4 Résultats obtenus

En analysant les spectres grâce au logiciel, voici les groupes qui ressortent le plus selon chaque mélange :

Résine époxy	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Nature de la vibration
Groupe époxy	915 - 920	Forte et large
Cycle aromatique	1600 - 1610	Moyenne et fine
C-H aromatique	3000 - 3100	Moyenne et large
C=O (carbonyle)	1720 - 1740	Forte et fine
C-O-C (éther)	1050 - 1150	Moyenne et large
OH (alcool)	3200 - 3600	Forte et large
C-H (alkane)	2850 - 2950	Moyenne et large

Résine époxy + 45% Fillite	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Nature de la vibration
Groupe époxy	915 - 920	Forte et large
Cycle aromatique	1600 - 1610	Moyenne et fine
C-H aromatique	3000 - 3100	Moyenne et large
C=O (carbonyle)	1720 - 1740	Forte et fine
C-O-C (éther)	1050 - 1150	Moyenne et large
OH (alcool)	3200 - 3600	Forte et large
C-H (alkane)	2850 - 2950	Moyenne et large
Si-O-Si (silicate, fillite)	1000 - 1100	Forte et large
Si-O (silicate, fillite)	800 - 900	Moyenne et fine
Si-OH (silicate, fillite)	900 - 1000	Moyenne et large

Résine époxy + 65% Fillite	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Nature de la vibration
Groupe époxy	915 - 920	Forte et large
Cycle aromatique	1600 - 1610	Moyenne et fine
C-H aromatique	3000 - 3100	Moyenne et large
C=O (carbonyle)	1720 - 1740	Forte et fine
C-O-C (éther)	1050 - 1150	Moyenne et large
OH (alcool)	3200 - 3600	Forte et large
C-H (alkane)	2850 - 2950	Moyenne et large
Si-O-Si (silicate, fillite)	1000 - 1100	Forte et large
Si-O (silicate, fillite)	800 - 900	Moyenne et fine
Si-OH (silicate, fillite)	900 - 1000	Moyenne et large

12.5 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

On voit que les groupes epoxy, est présents dans la résine seule et que les groupes Si-O-Si, Si-O et Si-OH, qui correspondent à la fillite apparaissent dans la résine chargée. Ces groupes correspondent à la composition du verre ce qui est logique car la fillite est composée de microsphères de verre creuses.

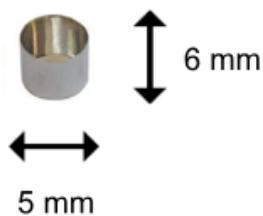
12.6 Tableau des apprentissages critiques et ressources

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Suivi du protocole d'essai de Spectrométrie IR		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Remplissage du cahier de laboratoire		
Respecter les règles HSE	Port des EPI et manipulation précautionneuse du matériel.		
Identifier un matériau	Cohérence entre les groupes observés et la composition de la fillite et de l'epoxy		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE	Port des EPI et manipulation précautionneuse du matériel.		
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Cohérence entre les groupes observés et la composition de la fillite et de l'epoxy		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Correspondance entre les groupes observés et ceux présents dans la fillite et dans l'epoxy		
Rédiger le rapport d'essai	Rédaction du rapport de SAE		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description de la machine Bruker et de la méthode de mesure		

CHAPITRE 13 : ATG

12.7 Description de la méthode de mesure

La technique de caractérisation ATG (Analyse Thermogravimétrique) est une méthode analytique utilisée pour étudier les propriétés thermiques des matériaux. Elle permet de mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température ou du temps en présence d'un gaz préalablement choisi qui peut être inerte (azote, dioxygène, argon, H₂...) ou actif (O₂, CO₂). Dans cette analyse le matériau est chauffé puis refroidi et pesé en continu pour pouvoir observer les variations de masse de manière à pouvoir observer les transformations physiques qu'il subit (fusion, dégradation, cristallisation...). Cette analyse est donc destructrice ; l'échantillon est détruit ou du moins endommagé. L'échantillon utilisé doit être un cube de petite taille (environ 3-4 mm de côté) pour pouvoir rentrer dans un creuset. L'analyse thermogravimétrique permet de comparer les matériaux polymères en fonction des différentes espèces chimiques, des différences de préparation ou du procédé utilisé.



Machine NETZSCH – ATG

12.8 Principe physique de la mesure et calcul

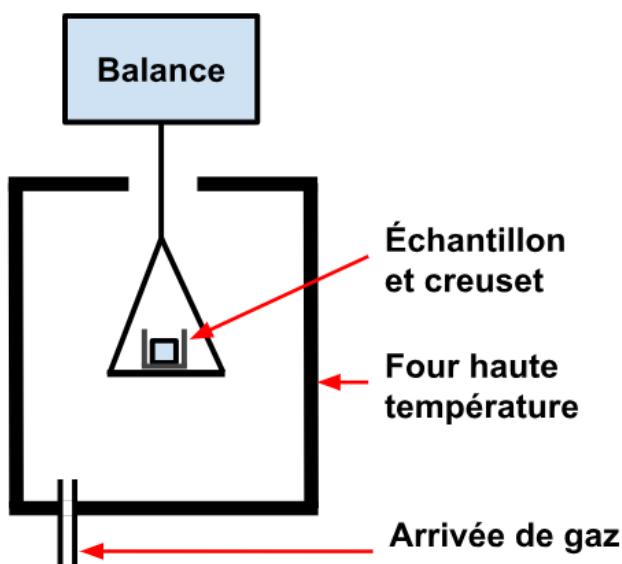
On met l'échantillon dans un creuset réalisé dans un matériau qui ne va pas subir de transformation aux températures de l'expérience et dont la masse ne va pas varier (matériau réfractaire) suspendu à une balance extrêmement sensible, capable de détecter des variations de masse de l'ordre de 1 microgramme puis le creuset est introduit dans un four. Les variations de masse de l'échantillon sont enregistrées par la balance pendant le cycle thermique. La gamme de température couverte par la NETZSCH est de -120°C à 2500°C , ce qui permet de l'utiliser pour des polymères, de nombreux métaux et certaines céramiques... On exploite ensuite la courbe résultat en identifiant les zones de chute soudaine de la masse, qui correspondent à des transformations.

12.9 Protocole expérimental

Pour réaliser cette mesure :

L'objectif est de lancer une analyse en utilisant le passeur automatique et d'analyser le résultat.

- On découpe un petit cube de 4 mm de côté de l'échantillon qu'on souhaite observer
- On alimente en gaz en ouvrant la bomonne (ici on met du N₂ afin de protéger la balance et les circuits

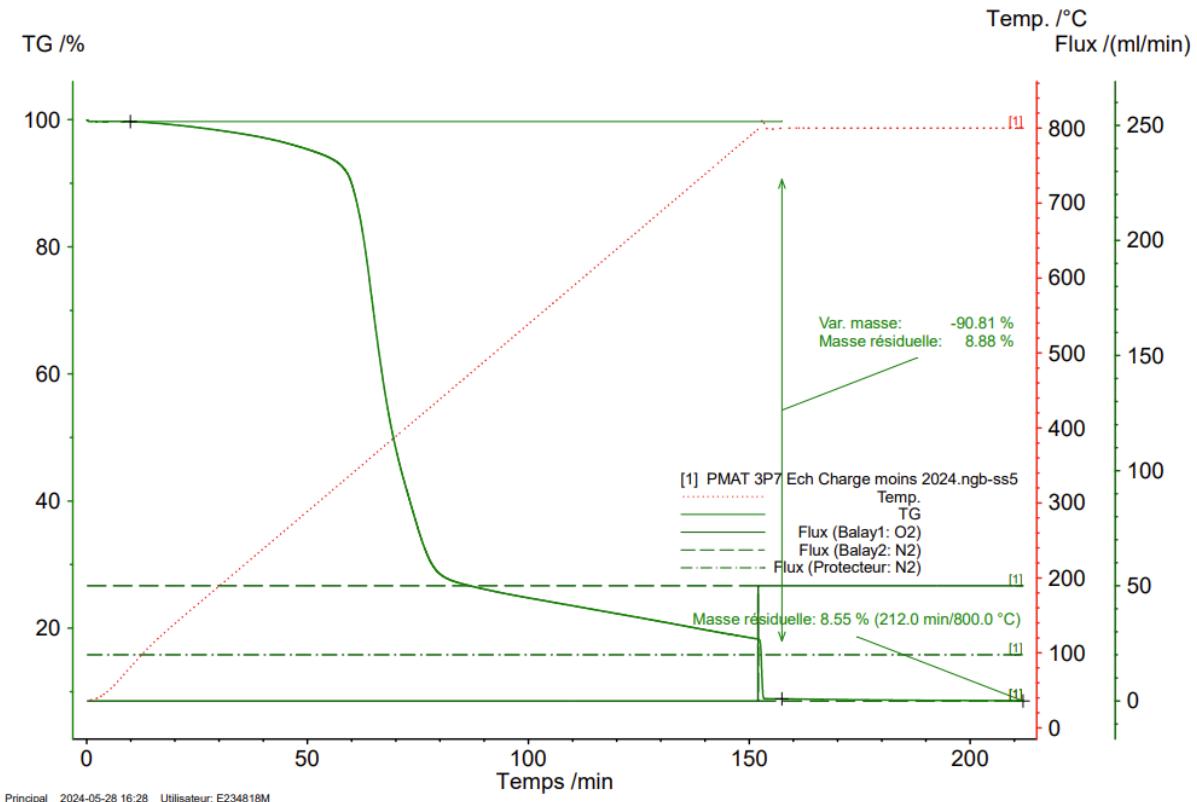


- électroniques de l'oxydation).
- On lance le logiciel Netzscht Proteus.
- On démarre le mode passeur d'échantillon
- Création et programmation d'une nouvelle méthode ; on définit une température, une vitesse de chauffe sous la forme de segments dynamiques pour le représenter sur un graphique.
 - phase de chauffage jusqu'à 800°C pendant 150 secondes
 - maintien de la température à 800°C
- Définition de la mesure (remplir le groupe, le nom du projet, le nom de l'opérateur, le matériau utilisé et la place du creuset de manière à pouvoir retrouver sans difficultés l'analyse) et enregistrement
- Peser les creusets vides et renseigner leur masse sur le logiciel
- On place l'échantillon suffisamment petit pour rentrer dans les creusets (quelques millimètres)
- On place le creuset à une place bien spécifique mémorisée dans la machine sur le porte échantillon
- On lance l'essai (ne pas toucher les parties en mouvement pendant l'aquisition).

L'échantillon est chauffé jusqu'à 800°C et sa masse est pesée en continue.

12.10 Résultats obtenus

Ici nous avons utilisé des échantillons coupés à partir de plaque, donc la charge est répartie uniformément (pas de problème de hauteur comme dans le pot de Trombomat).



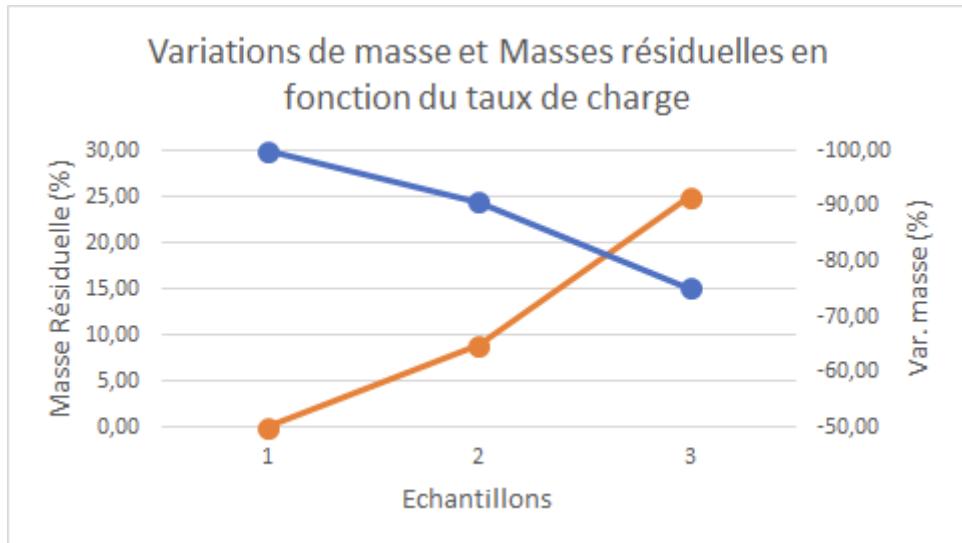
12.11 Analyse des résultats et comparaison avec la bibliographie

On observe pour l'échantillon ci-dessus (chargé à 45% en fillite) une variation de masse de -90.81% et qu'il ne reste plus que 8.8% de la masse initiale de l'échantillon. On voit que l'échantillon a perdu une grande partie de sa masse (environ 65%) au bout d'une minute de chauffage, à 350°C. Cela correspond à la température de dégradation de la Résine époxy réticulée (250°C pour la résine non réticulée).

Pour l'échantillon de résine seule on observe une variation de masse de -100% (qui commence légèrement au-dessus de 300°C) ce qui veut dire que la résine a totalement disparue. En effet la température de désintégration de la résine est de 350°C donc à la fin de l'essai toute la résine a disparue.

Pour l'échantillon de résine mélangée avec 65% de fillite on observe une variation de masse de -75.16% (qui commence légèrement au-dessus de 300°C) ce qui veut dire que la résine présente dans le mélange a sans doute totalement disparue.

	Échantillon résine seule	Échantillon chargé à 45%	Échantillon chargé à 65%
Var. masse (%)	-100.0	-90.81	-75.16
Masse Résiduelle (%)	0	8.88	25.00



Ce tableau nous montre que plus le taux d charge augmente plus la masse résiduelle augmente. On peut donc en déduire que la fillite ne subit pas de transformation car le verre (matériau dont es fait notre charge) est réfractaire dans cette expérience, en effet sa température de dégradation (700-1000°C).

Tableau des apprentissages critiques et ressources

Tableau des apprentissages critiques mis en œuvre (mettre une croix dans la case correspondante)			
	Très présente	Peu présente	Absente
UE 2.1			
Suivre un protocole ou une norme	Protocole doc machine ATG		
Rendre compte du déroulement de l'élaboration et relever les éventuels écarts	Application de protocole + analyse et cohérence des résultats		
Respecter les règles HSE	Port des EPI		
Identifier un matériau	Analyse des transformations présentes		
UE 2.4			
Réaliser les essais en respectant les règles HSE	Réalisation de l'expérience en portant les EPI et en respectant la doc machine		
Relier les propriétés aux familles de matériaux	Mise en relation des transformations au cours de l'expérience avec les données bibliographiques		
Estimer la pertinence d'un résultat d'essai	Conclusion sur la cohérence des résultats		
Rédiger le rapport d'essai	Rédaction du chapitre ATG du rapport SAE 24		
Identifier les principes de caractérisation utilisés	Description de la méthode, de la machine et étude des résultats obtenus		

Ressources utilisées :

- **R208 Caractérisation 2 : Analyse thermique** : informations sur l'ATG et sur l'analyse des courbes
- **Doc machine ATG Netzsch** : Protocole d'expérience de la machine Netzsch pour un essai d'ATG.

CONCLUSION :

L'objectif de notre projet était de créer une fiche technique sur notre charge, grâce à nos tests on obtient cela :

	Mélange chargé à 45%	Mélange chargé à 65%
Masse volumique (kg/m^3)	453.20	769.32
Temps de gel (s)	4300	3300
Température exothermie ($^\circ\text{C}$)	26.1	40.5
Module d'Young (MPa)	592.0	207.5
Résistance à la rupture (MPa)	1220	425
Allongement à l'effort max en %	2.65	2.40
Conductivité thermique ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	0.484	0.422
Tg ($^\circ\text{C}$)	54	55
Module d'Young en compression	6520	5430
Contrainte maximale en compression	79	78

Pour commencer on a analysé que la Fillite apporte une diminution de la masse volumique sur le mélange réactif due à sa structure (microsphères de verres creuses, avec des espaces entre ces microsphères) et à sa composition (verre et air).

Pour nos essais mécaniques : traction et compression on analyse que nos mélanges chargés ont de largement moins bonnes propriétés que le mélange non chargé ce qui veut dire que notre charge n'a pas de bonnes propriétés mécaniques. Cela est due à sa structure et sa composition, en effet le verre est très « cassant » ce qui entraîne ses mauvaises propriétés, de plus nos microsphères de verres sont creuses cela conduit donc à une moins bonne capacité à résister à des charges mécaniques. La paroi des microsphères est fine et donc moins capable de supporter des contraintes élevées sans se déformer ou se casser.

Nous avons fait une étude de la réticulation de nos mélanges chargés et non chargé. On a pu observer que La résine produit de l'énergie exothermique lors de sa réticulation. L'ajout de fillite dans le mélange réactif diminue cette énergie car il y a moins de réactions entre le catalyseur et la résine, ce qui prolonge le temps de réticulation et donc le temps de gel. Néanmoins l'ajout de Fillite entraîne une diminution de la température d'exothermie. Cela est due à sa structure et sa composition, en effet ces microsphères creuses offrent des propriétés isolantes. Par ailleurs, Les microsphères de verre creuses n'interviennent pas directement dans la réaction chimique entre la résine et le catalyseur. Leur présence dilue les réactifs, ce qui réduit la concentration des composants réactifs et, par conséquent, la quantité de chaleur générée.

La structure et la composition de notre charge à aussi un impact sur la conductivité, l'air qui remplit ces microsphères à une conductivité très faible et donc même si le verre à une conductivité plus élevé que celle de notre mélange non chargé, l'air à l'intérieur de nos microsphères à un plus grand impact sur la conductivité thermique. Et donc cela entraîne une légère diminution de la conductivité thermique. On peut donc dire que la Fillite est plutôt isolant.

On remarque aussi qu'elle a une influence sur la température de transition vitreuse ; en effet plus on ajoute de charge plus la température de transition vitreuse augmente. On remarque aussi que la charge est réfractaire dans les essais de DSC et ATG car le verre à des températures de fusion et de dégradation sont beaucoup plus élevées.

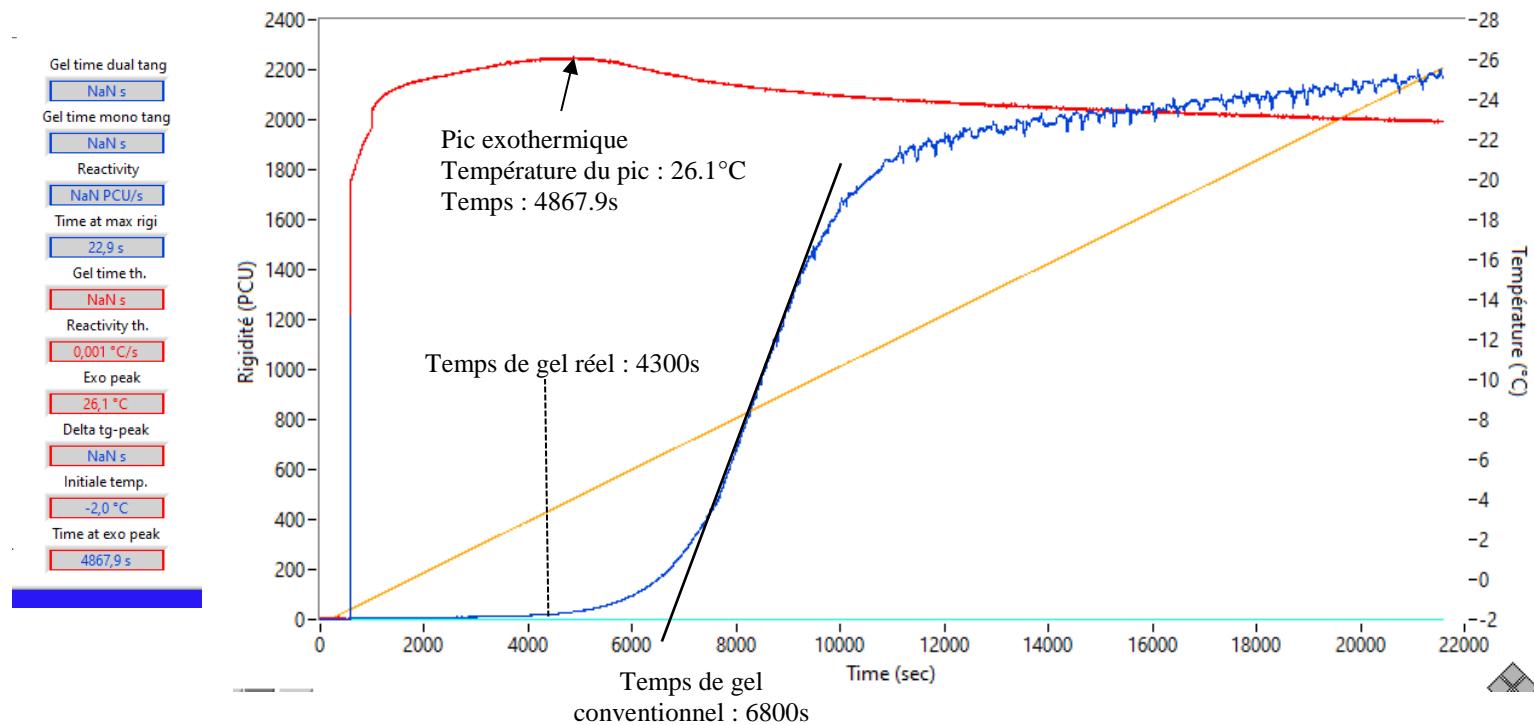
Il serait intéressant de faire d'autres essais avec des mélanges réactifs chargés à différents pourcentages pour avoir de meilleures conclusions sur l'impact de la Fillite sur un mélange réactif. Evidemment il aurait été intéressant d'effectuer d'autres tests comme la flexion, dureté... par exemple.

L'utilisation de la Fillite dans les mélanges réactifs offre des avantages spécifiques qui peuvent être exploités dans divers domaines industriels, l'ajout de fillite dans un mélange peut augmenter le temps de travail avant que le mélange durcisse, de plus cette charge réduit le risque de surchauffe qui peut provoquer des défauts ou des dégradations dans le matériau final. Pour maximiser ces avantages, il serait intéressant de réaliser des tests supplémentaires avec différents pourcentages de charge et d'étudier d'autres propriétés mécaniques, comme la flexion et la dureté, afin de mieux comprendre et optimiser l'impact de la Fillite sur les matériaux composites.

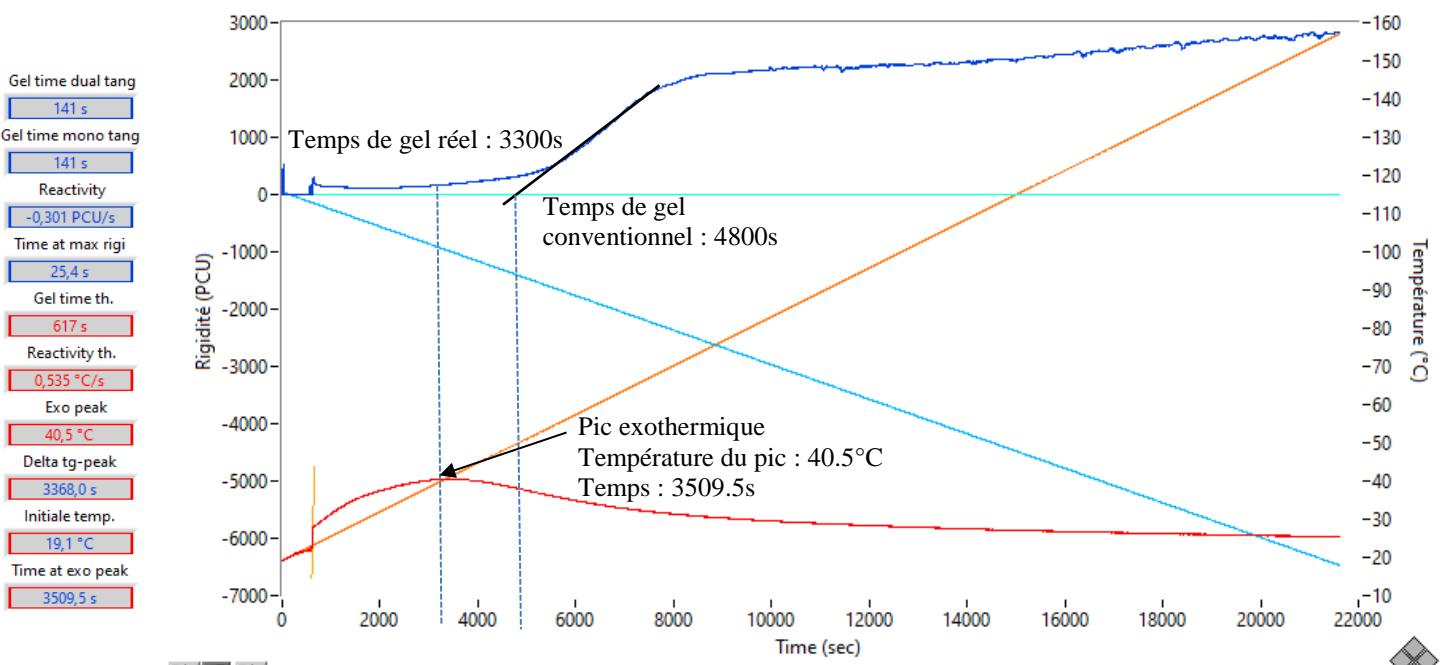
CHAPITRE ANNEXES

14.1 Annexe TROMBOTECH

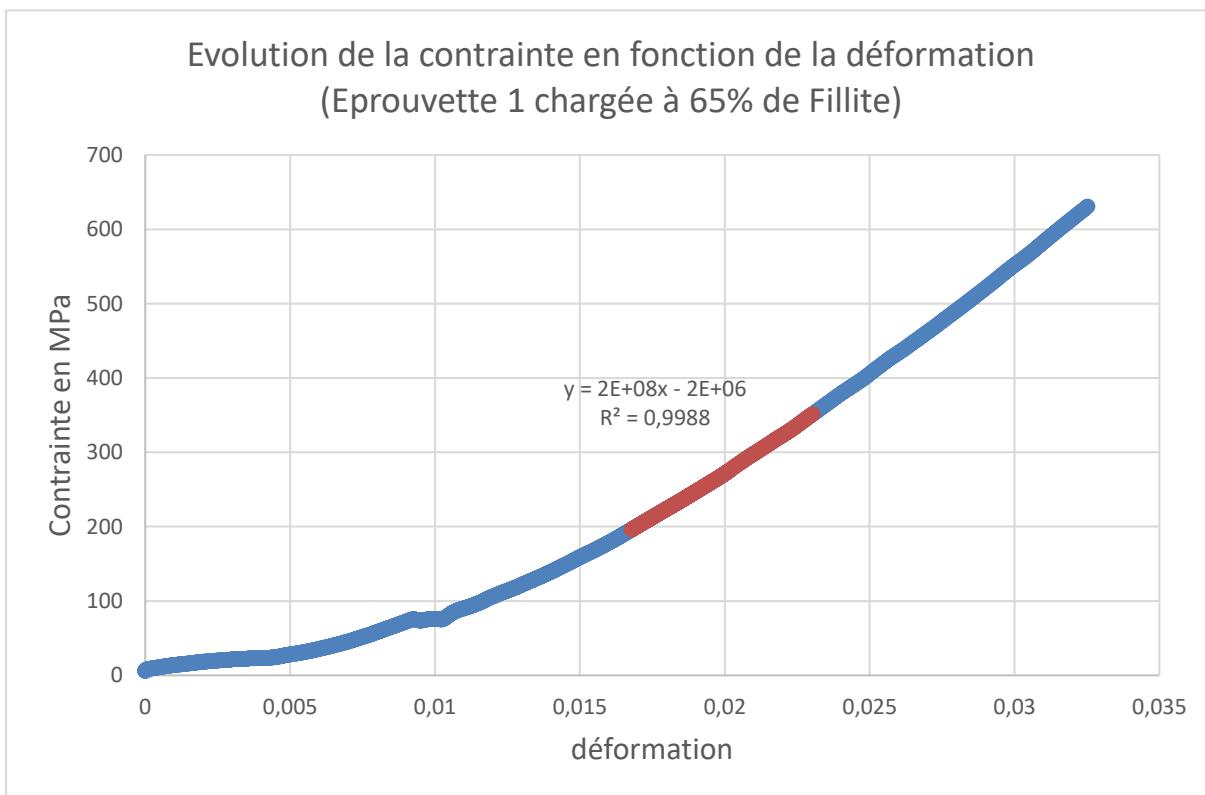
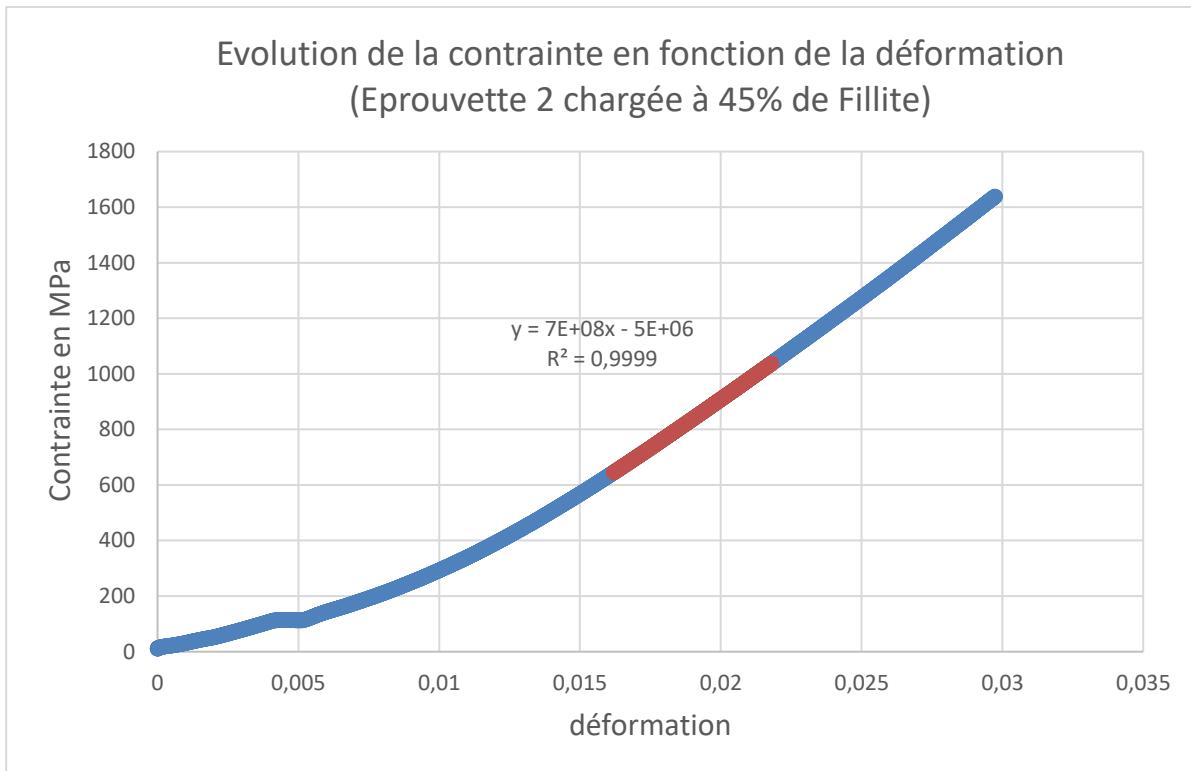
Mélange 1 : Résine époxy : 15g (27%) Fillite : 36g (65%) Durcisseur : 4.5g (8%)



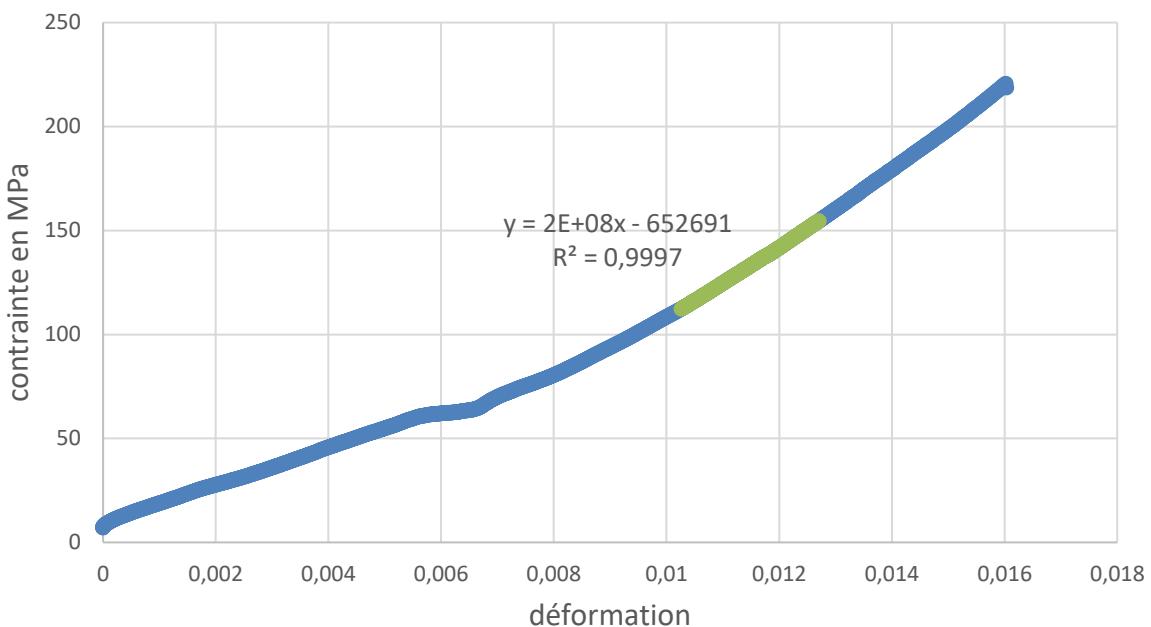
Mélange 2 : Résine époxy : 15g (40%) Fillite : 17g (45%) Durcisseur : 5.6g (15%)



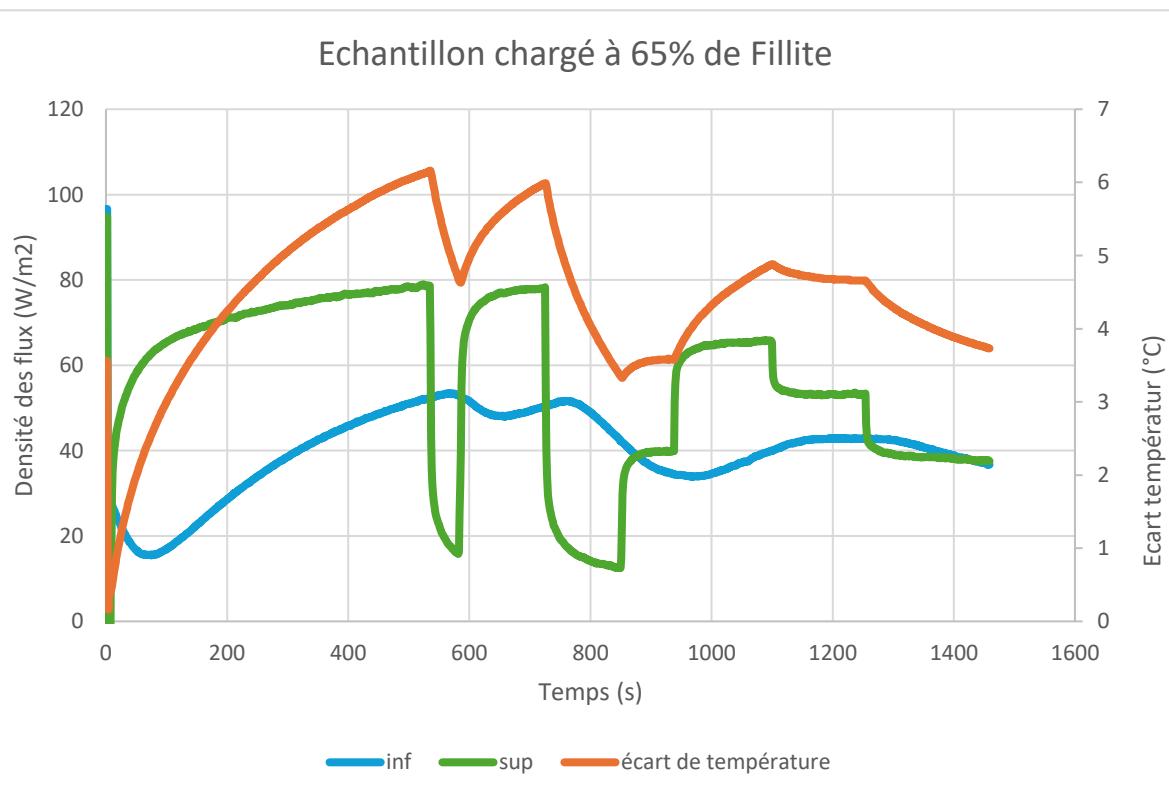
14.2 Annexe TRACTION

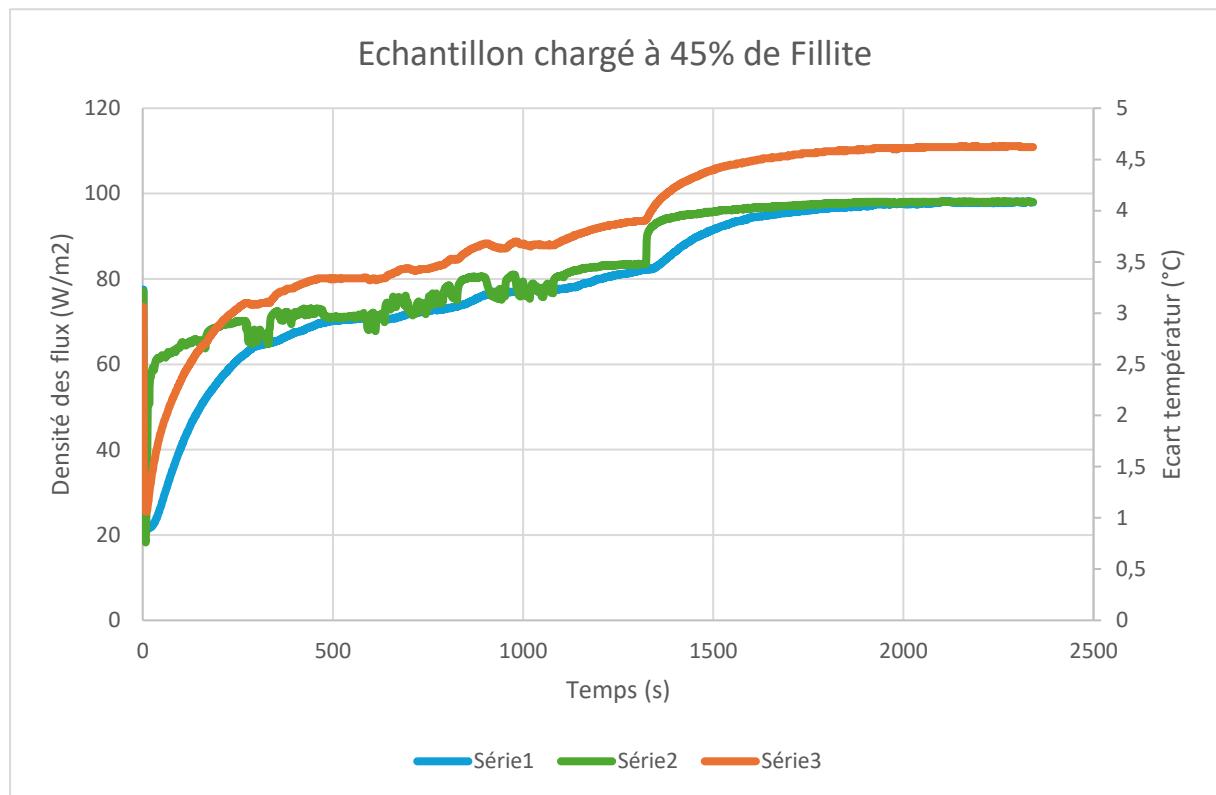


**Evolution de la contrainte en fonction de la déformation
(Eprouvette 2 chargée à 65% de Fillite)**

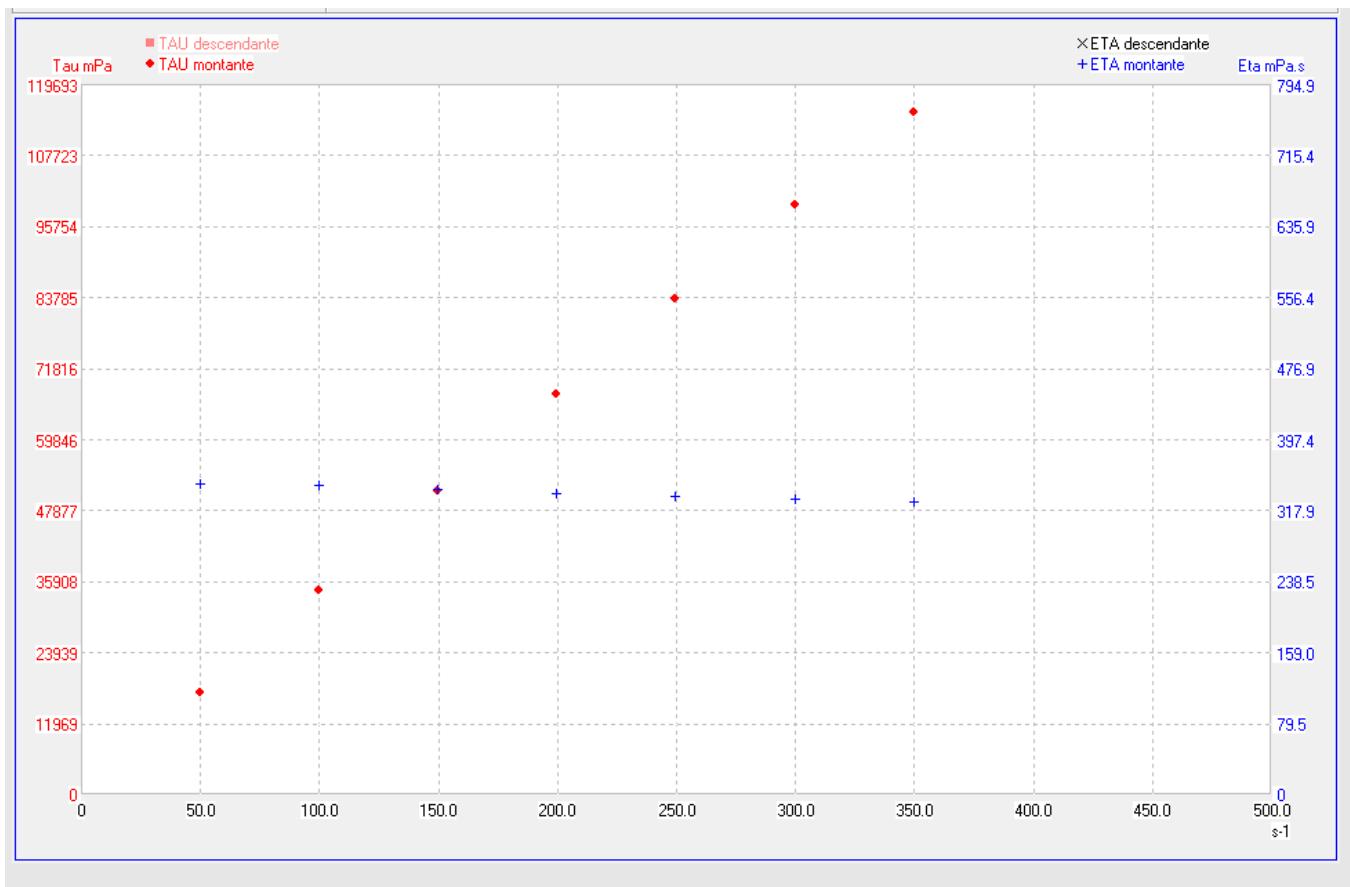


14.3 Annexe CONDUCTIVIMETRE



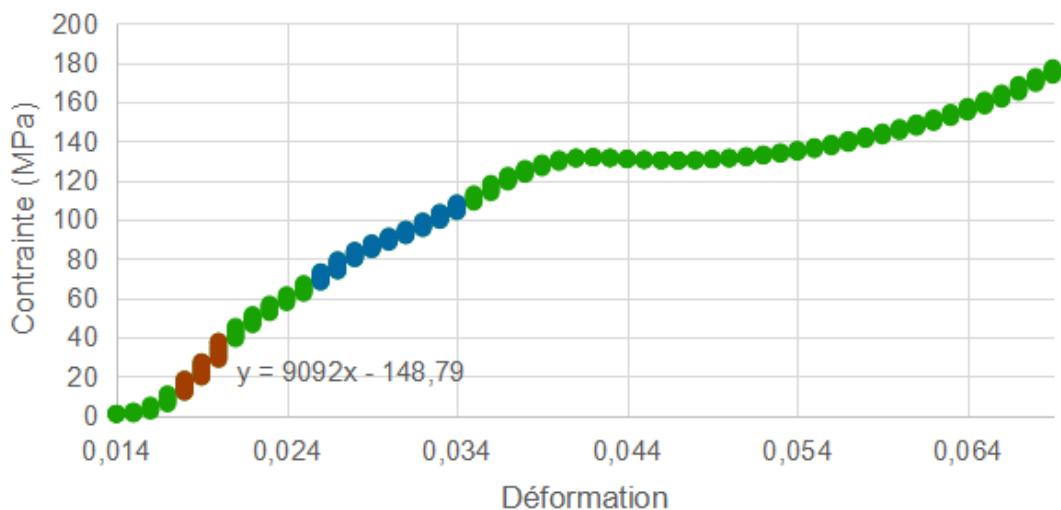


Acquisition viscosité durcisseur SD2505



14.5 Annexe COMPRESSION

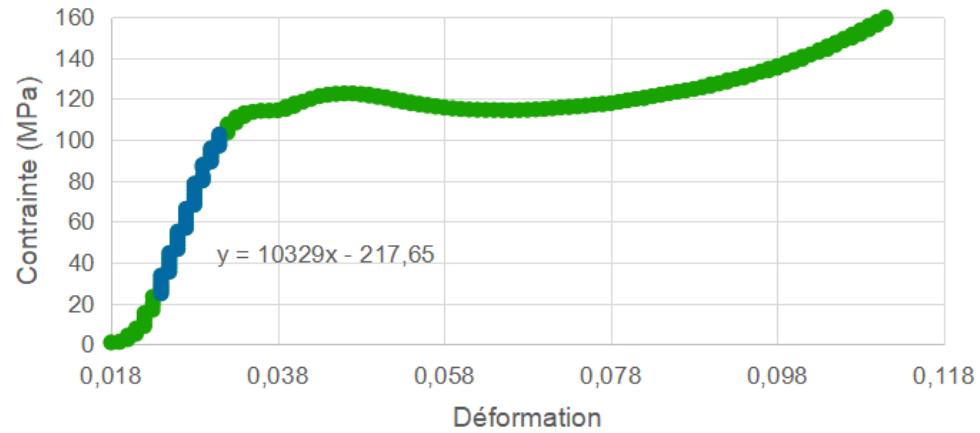
Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du bas, résine seule



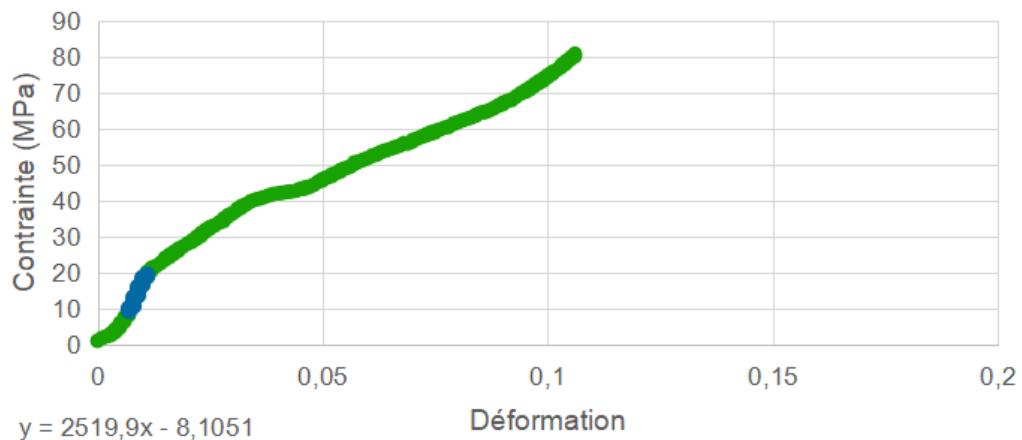
Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du milieu, résine seule



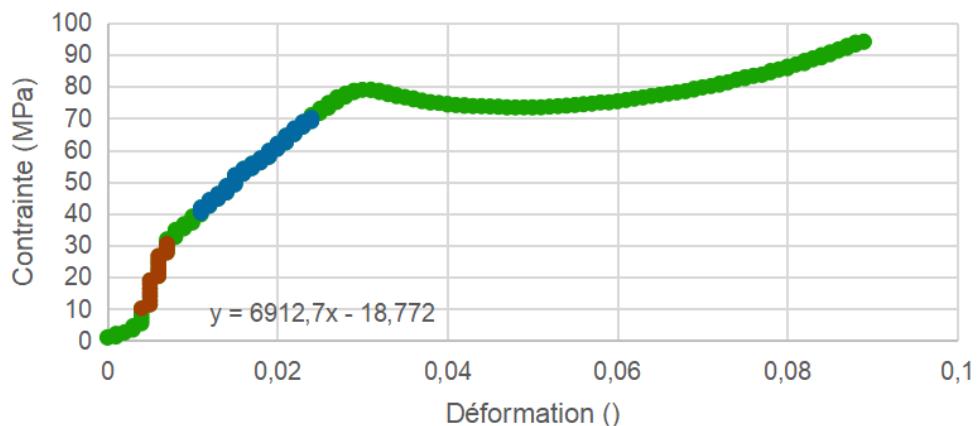
Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du haut, résine seule



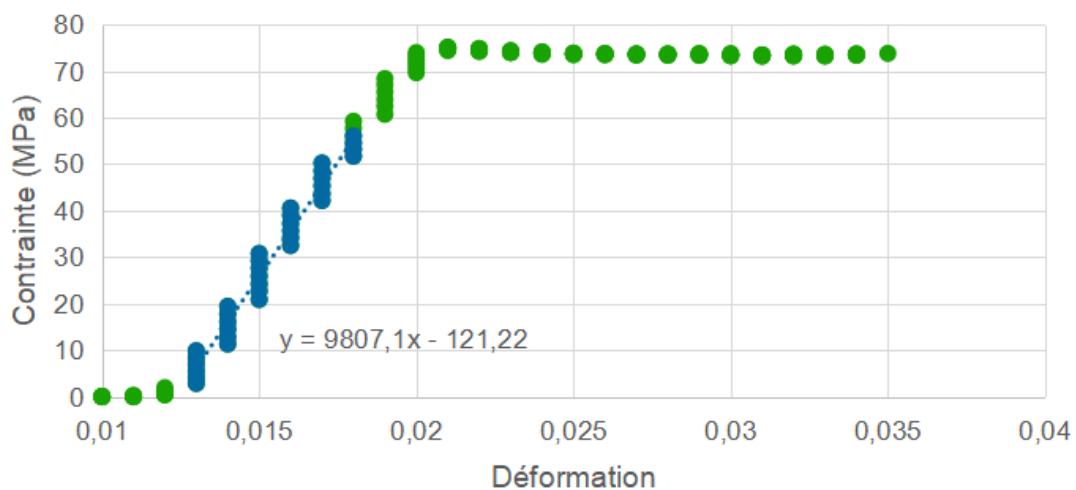
Contrainte en fonction de la déformation -
Echantillon du bas, chargé à 45%



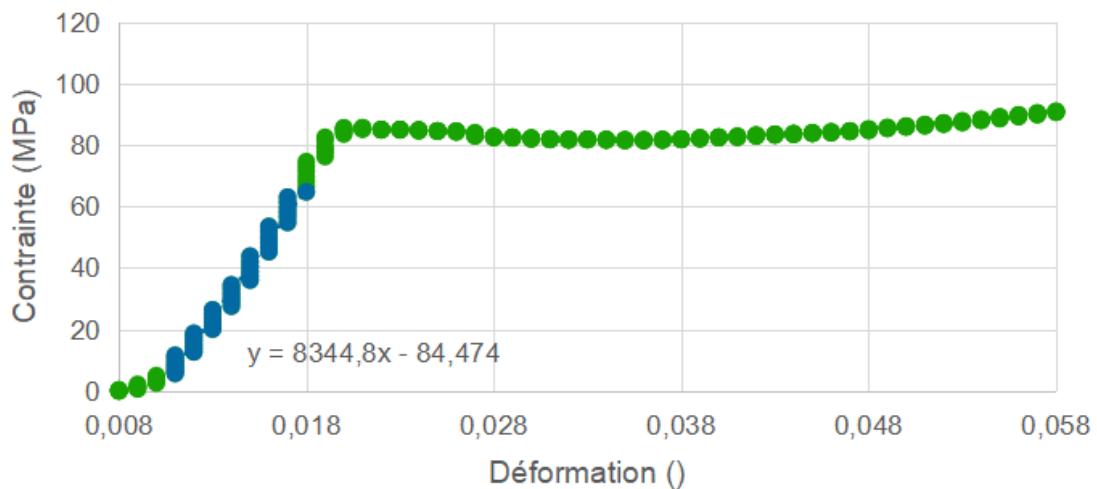
Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon
du milieu, chargé à 45%



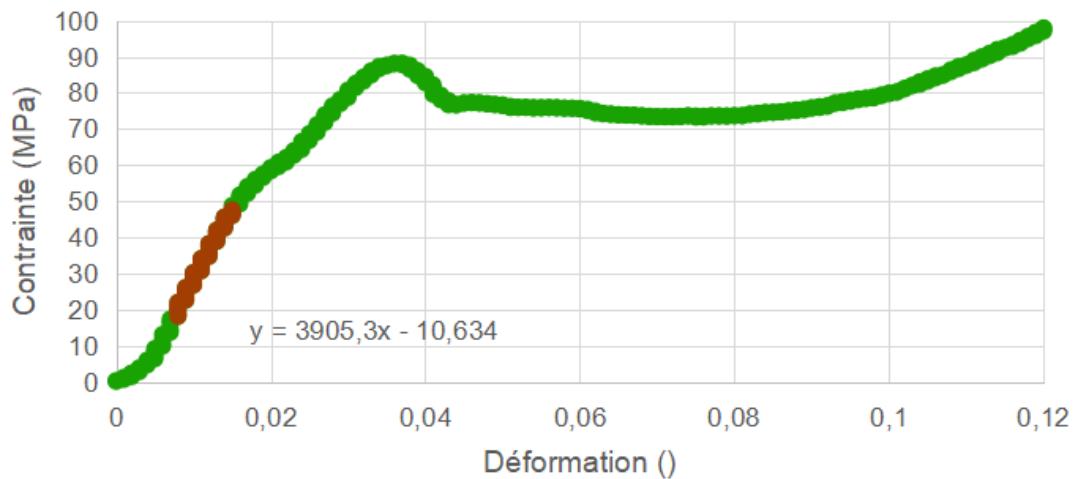
Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du haut,
chargé à 45%



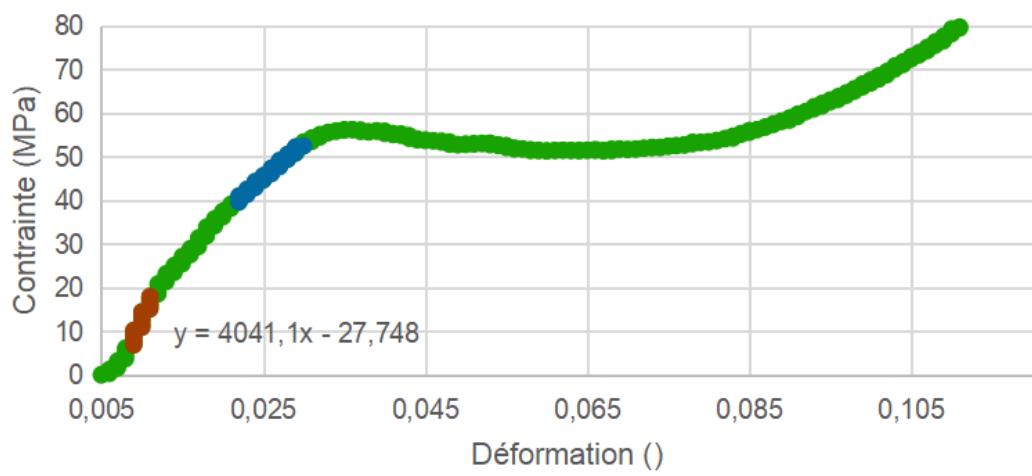
Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du bas, chargé à 65%



Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du milieu, chargé à 65%

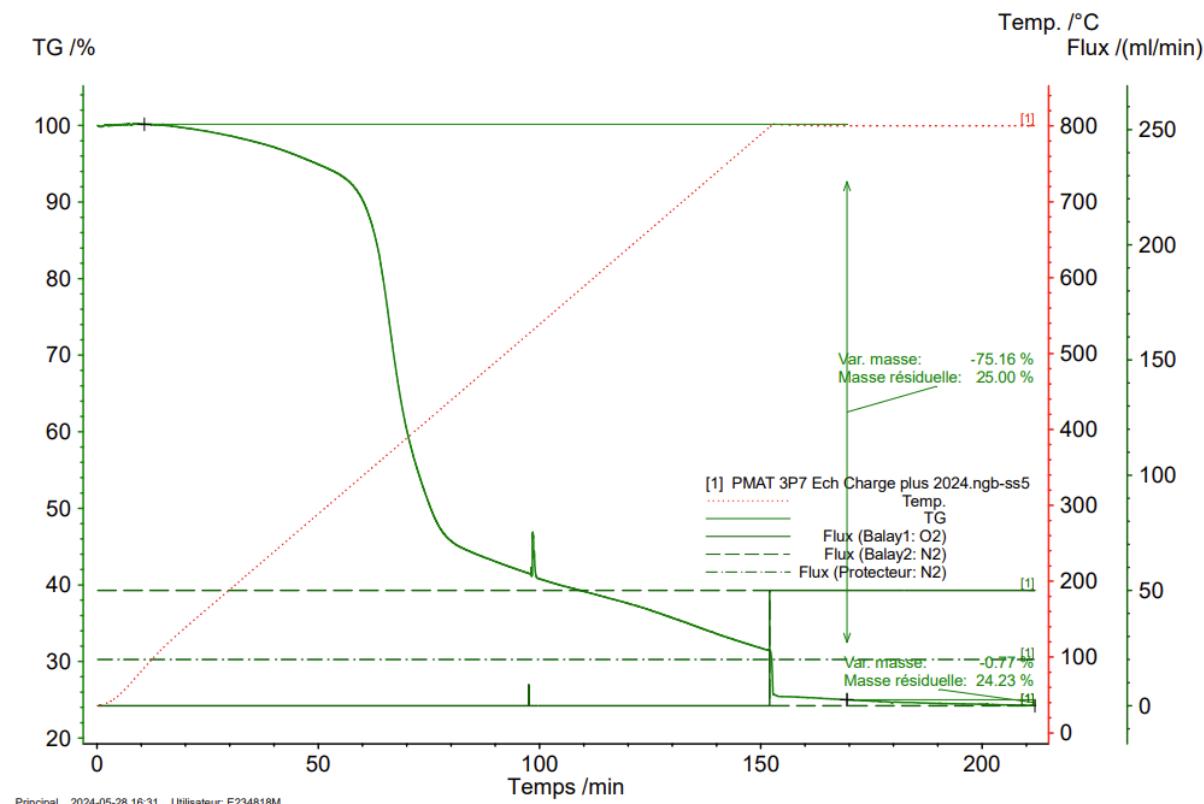


Contrainte en fonction de la déformation - Echantillon du haut, chargé à 65%

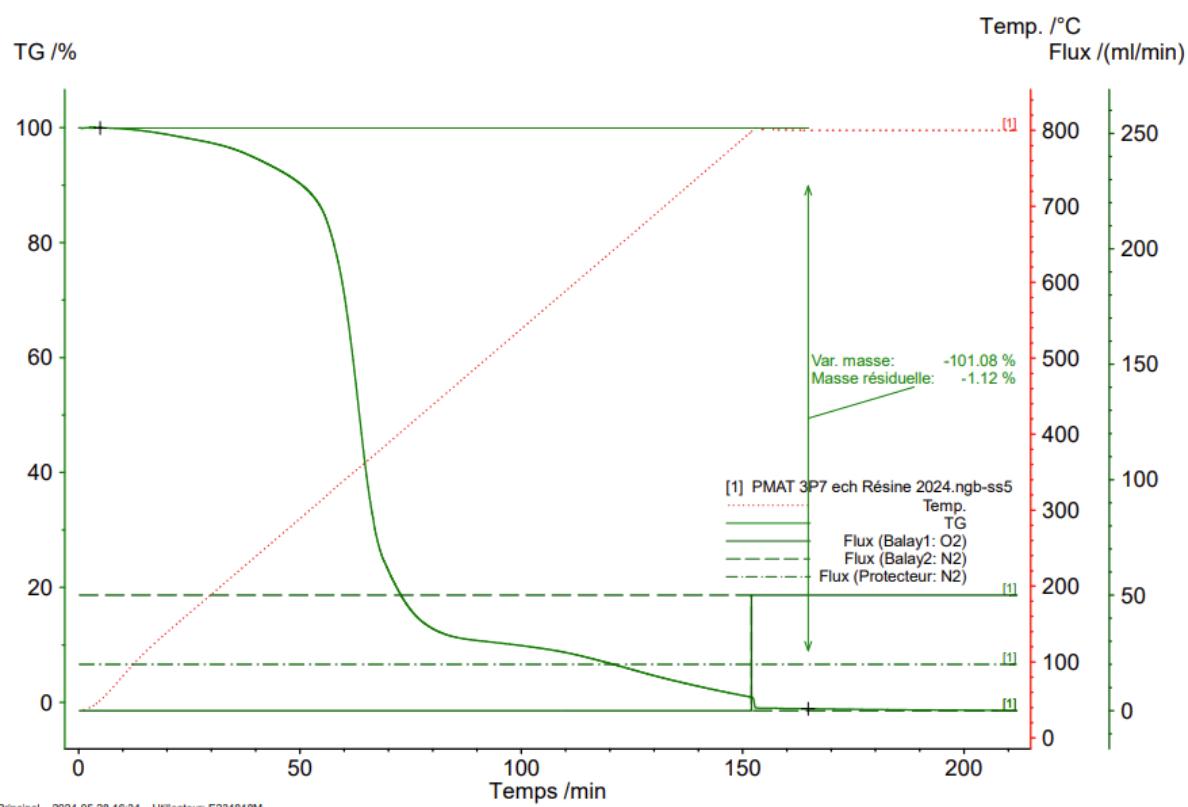


14.6 Annexe ATG

Échantillon résine seule :



Échantillon chargé à 65% :

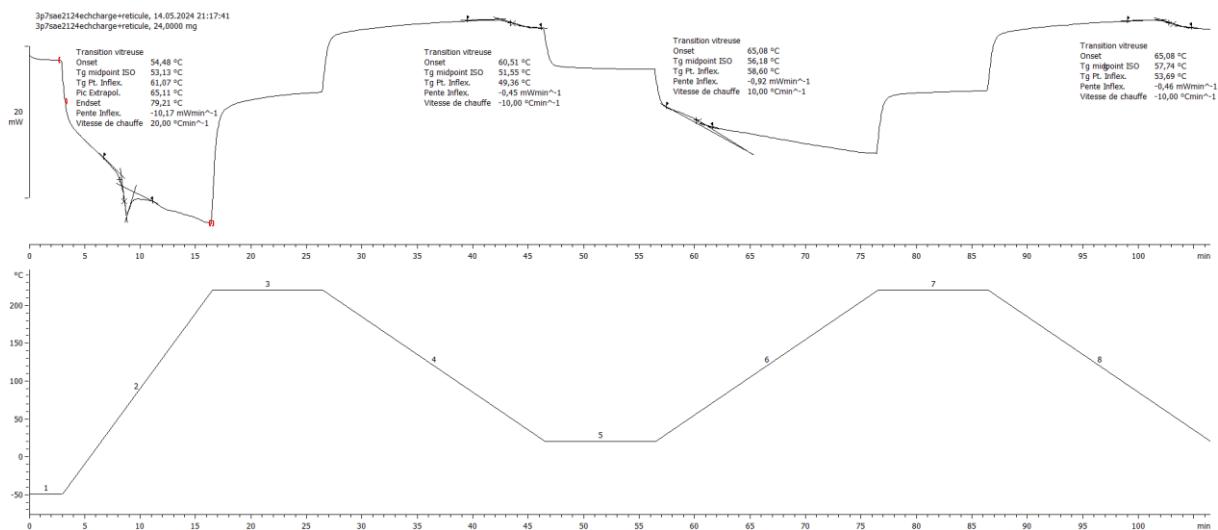


14.7 Annexe MICROGRAPHIE

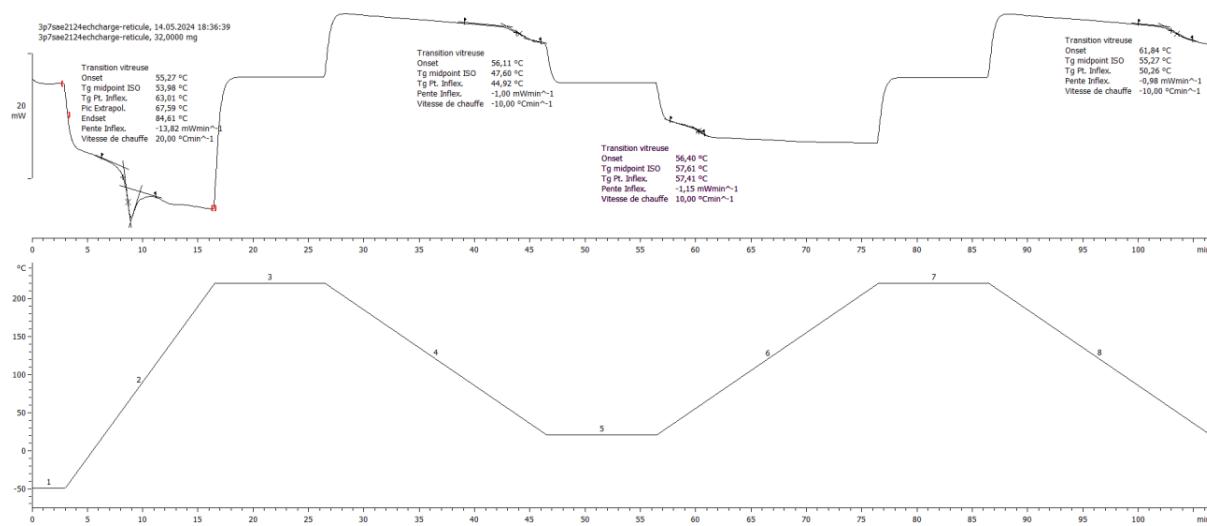
	Résine seule	Résine avec 40%	Résine avec 65%
Partie haute du pot			
Milieu du pot			
Partie basse du pot			

14.8 Annexe DSC

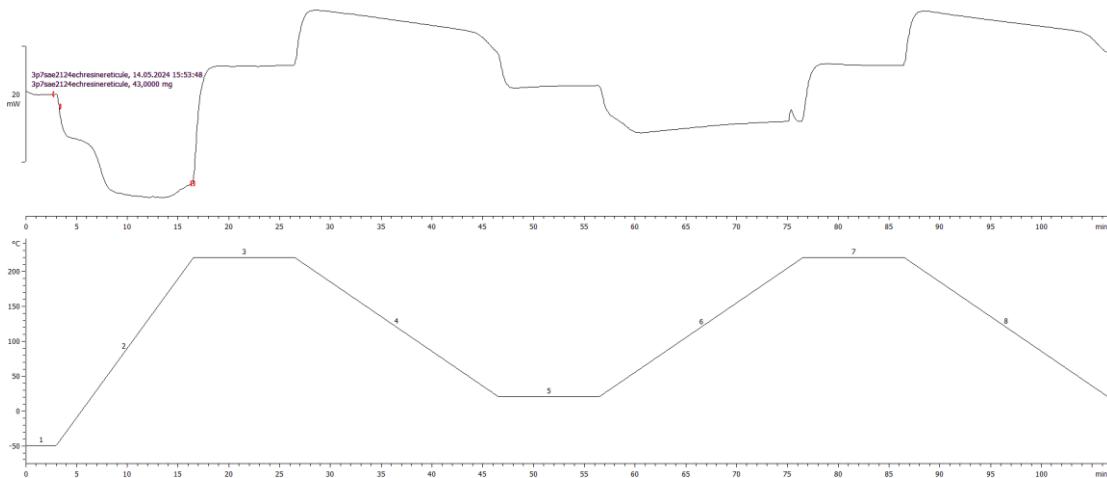
Echantillons chargés à 65% en fillite – Résine réticulée



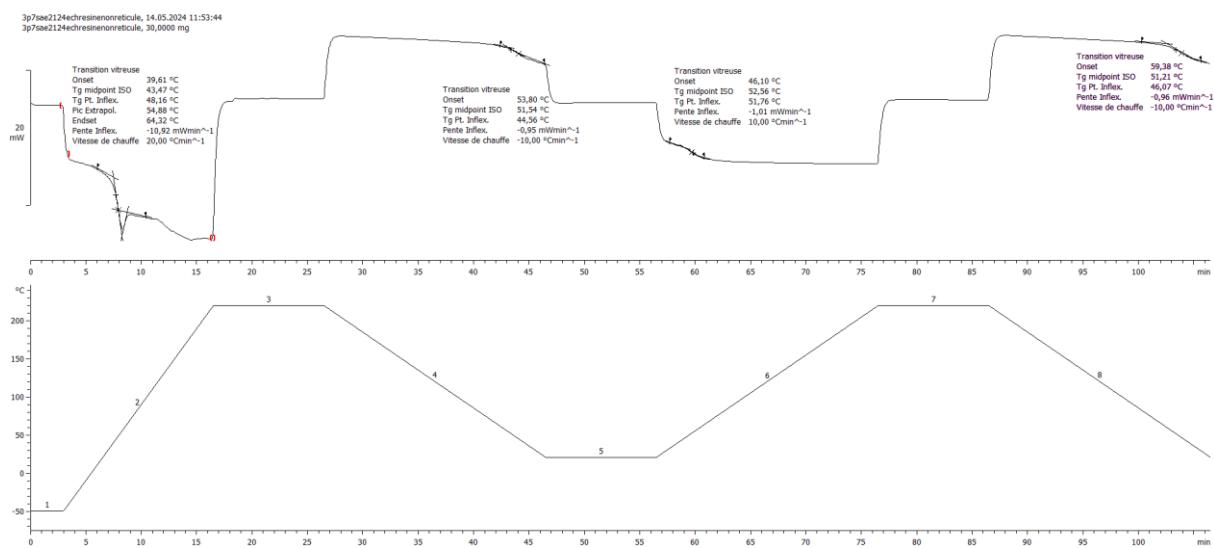
Echantillon de résine chargée à 45%, non réticulée :



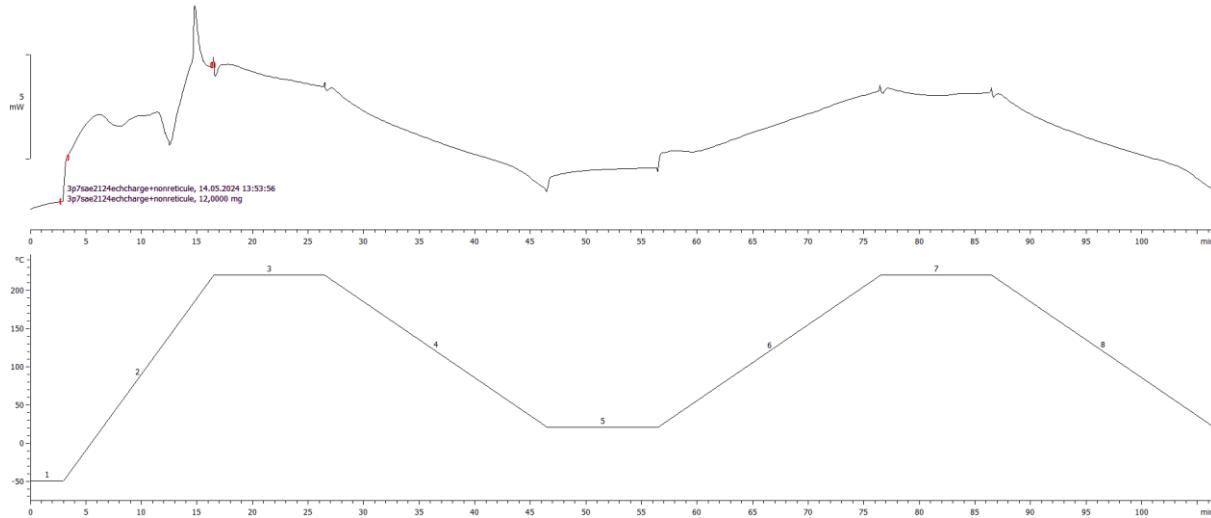
Echantillon de résine seule, réticulée :



Résine seule non réticulée

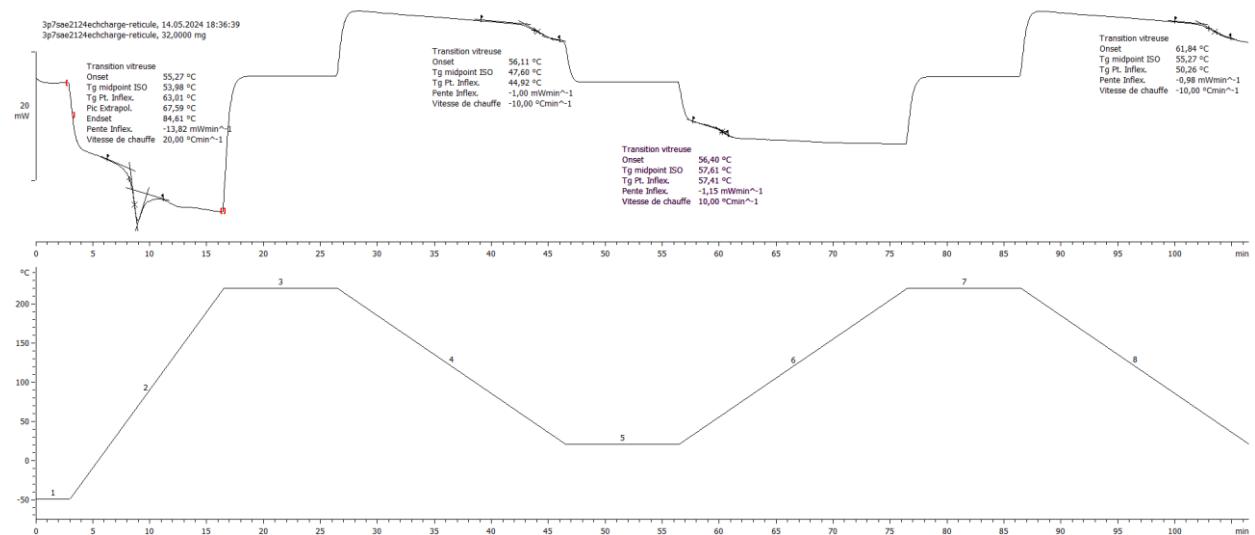


Echantillon de résine chargée à 65%, non réticulée:



Groupe 3P7

Echantillon de résine chargée à 45%, réticulée



REFERENCES

- [1] : NAUDIN Cécile-Anne. Charges. Techniques de l'ingénieur, 1987, Disponible sur Madoc -(date de consultation : 25 janvier 2024)
- [2] : site internet pollen.am dans la catégorie matériaux puis dans charges et renforts https://pollen.am/fillers_general_introduction/ (date de consultation : 24 janvier 2024)
- [3] : ecomposites.fr Qu'est-ce qu'une charge quelles sont les charges courantes ?
- [4] : Cours polymère de Madame Athouel (date de consultation : 1 février 2024)
- [5] : CHATAIN Michel. Matières thermodurcissable introduction. Technique de l'ingénieur, 1998, Disponible sur Madoc (date de consultation : 25 janvier 2024)
- [6] : BARDONNET Pierre. Résines époxydes EP – Mise en œuvre et applications (date de consultation : 12 février 2024)
- [7] : BIRON Michel. Propriétés des thermodurcissables-tableaux comparatifs, Technique de l'ingénieur, 2001, Disponible sur Madoc (date de consultation : 23 janvier 2024)
- [8] : WIKIPEDIA, Polyépoxyde, <https://fr.wikipedia.org/wiki/Poly%C3%A9poxyde> (date de consultation : 1 février 2024)
- [9] : Boutique Sicomin, charges, fillite [FILLITE - Charge résine époxy Fillite \(boutique-resine-epoxy.fr\)](https://boutique-resine-epoxy.fr) (date de consultation : 22/02/2024)
- [10] : Boutique Sicomin, Résine et durcisseur, [Résine époxy SR 1500 + Durcisseur standard SD 2505 - Sicomin \(boutique-resine-epoxy.fr\)](https://boutique-resine-epoxy.fr) (date de consultation : 22/02/2024)
- [11] GRANTA