

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار تليدجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOuat
كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
قسم علوم المادة
DEPARTEMENT Sciences de la Matière



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie Inorganique

Par :

ZOUNBOT OUMSSOUD & MGOUSI FATIMA

THEME

Elaboration et caractérisation d'un Nanocomposite de type PMMA /ZnO

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

Dr. Hamdi Ahmed	MCA	(UAT)	Président
Dr. Batana Fatima Zohra	MCA	(UAT)	Examinatrice
Pr. Zoukel Abdelhalim	MCA	(UAT)	Encadreur
Dr. Boulerba Djilali	MCA	(UAT)	Co-encadreur

Année Universitaire 2021/2022

Remerciements

-Nous remercions dieu tout-puissant de nous avoir donné la Santé et la volonté de commencer et de terminer ce mémoire.

-Ce travail a été réalisé au le plateau technique d'analyse physique-chimique (PTAPC) Université AMAR TELEDJI Laghouat.

-Tout d'abord nous tenons à remercier Pr. Abdelhalim Zoukel Notre encadreur pour nous avoir proposé ce sujet de thèse et Pr. Djilali BOULERBA Notre Co-encadreur pour tout le soutien et l'assistance Orientation, disponibilité, suivi, conseils Et constructifs qui nous ont permis de bien Avancer dans ce travail de recherche.

-Nos remerciement s'adressent aussi à toute l'équipe pédagogique de l'université Amar Telidji pour tous les enseignements qu'ils nous ont dispensés tout au long de Ces cinq années d'études.

-Nous remercions (Hamdi Ahmed), de l'université de Laghouat, département de science de la matière, de nous avoir fait l'honneur de présider le Jury de ce mémoire.

-Nous remercions vivement (Batana Fatima Zohra), de l'université de Laghouat, département de science de la matière,de nous avoir fait l'honneur de juger ce travail.

-Finalement nos profond remerciement vont également à tous ceux qui nous ont aidés et encouragés de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Par oumssoud :

Je dédie ce mémoire A mes parents : Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont Ils ne cessent de me combler. Que dieu leur procure bonne santé, longue vie et vous Gardez.

-Cher père « **Ahmida** » la personne le plus digne mon estime et de mon respect. Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, merci infiniment pour tous les sacrifices que t'es imposé pour m'assurer une belle vie.

-Chère mère «**Belmechri Fatima**»source d'amour, de tendresse, perle de ma vie

-À mon cher fiancé «**Grinat Ali**» ce qui était avec moi dans le doux et l'amer, qui a été patient et encourage et qui s'est tenu à ma côtéen me soutenant... merci infiniment.

-À mes frères: « **Abdelhak ; Mihoub ; Mohamed ; Idriss**»

-À mes sœurs: « **Assmaa ; Oumaima** »

-Pour famille et tous chers amis et à tous qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.

Par Fatima :

Je dédie ce mémoire A mes parents : Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont Ils ne cessent de me combler. Que dieu leur procure bonne santé, longue vie et vous Gardez.

-Cher père «**Abbes**» la personne le plus digne mon estime et de mon respect. Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, merci infiniment pour tous les sacrifices que t'es imposé pour m'assurer une belle vie.

-Chère mère «**Ferchene Fatiha**»source d'amour, de tendresse, perle de ma vie.

-À mon cher fiancé «**Hamdi Ismail**» ce qui était avec moi dans le doux et l'amer, qui a été patient et encourage et qui s'est tenu à ma côtéen me soutenant... merci infiniment.

-À mes frères: «**Abdsamed ; Saber ; Amar**»

-À mes sœurs: «**Marwa ; Aya**»

-Pour famille et tous chers amis et à tous qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.

Sommaire

Remerciements	I
Dédicaces.....	II
Liste des figures	V
Liste des tableaux	III
Liste des schémas	III
Liste des abréviations.....	III
INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre I :Etude bibliographiques	
I.1. Introduction	4
I.2. L'historique de la nanotechnologie.....	4
I.3. La nanotechnologie	4
I.4.Polymère	5
I.5.Nano charge.....	5
I.6. Les nanocomposites.....	5
I.6.1. Définition	5
I.6.2. Propriétés et avantages des nanocomposites.....	6
I.6.3. Applications des nanocomposites	6
I.7.Nanocomposites PMMA/ZnO	6
I.8.Poly méthacrylate de méthyle (PMMA).....	7
I.8.1.préparation du poly méthacrylate de méthyle (PMMA).....	7
I.9. Les Propriétés (PMMA)	9
I.9.1.Propriétés physiques	9
I.9.2.Propriétés mécaniques	9
I.10.Utilisation du (PMMA)	9
I.11.Dégradation du (PMMA).....	Erreur ! Signet non défini.
I.12.L'oxyde de zinc	Erreur ! Signet non défini.
I.12.1.Définition	Erreur ! Signet non défini.
I.12.2. Le choix du ZnO	Erreur ! Signet non défini.
I.13.Les propriétés de l'oxyde de zinc	Erreur ! Signet non défini.
I.13.1. Propriétés cristallographiques.....	Erreur ! Signet non défini.
I.13.2. Propriétés électriques.....	Erreur ! Signet non défini.
I.13.3. Propriétés optiques.....	Erreur ! Signet non défini.
I.13.4. Propriétés chimiques et catalytiques.....	Erreur ! Signet non défini.

I.14. Différents type de défauts dans le ZnO	Erreur ! Signet non défini.
I.15.Applications de ZnO.....	Erreur ! Signet non défini.
I.15.1. Le domaine médical.....	Erreur ! Signet non défini.
I.15.2. Le domaine cosmétique	Erreur ! Signet non défini.
I.15.3. Le domaine électrique.....	Erreur ! Signet non défini.
I.15.4.Additif alimentaire	Erreur ! Signet non défini.

Chapitre II :Matériels et méthodes expérimentales

II.1.Introduction	Erreur ! Signet non défini.
II.2.produit utilisé	Erreur ! Signet non défini.
II.2.1 Poly méthacrylate de méthyle (PMMA)	Erreur ! Signet non défini.
II.2.2 La charge Oxyde de zinc (ZnO)	Erreur ! Signet non défini.
II.2.3.Le chloroforme.....	17
II.3. Elaboration des nanocomposites (PMMA/nano charge).....	17
II.3.1.La Méthode de synthèse	17
II.4..Préparation des nanocomposite PMMA/ZnO	18
II.4.1.Préparation des films PMMA pur.....	18
II.4.2.Préparation de nanocomposite de PMMA /ZnO.pur.....	19
II.5.caractérisation des nanocomposites PMMA/ZnO.....	21
II.5.1.Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	21
II.5.2.Analyse thermogravimétrique (ATG)	Erreur ! Signet non défini.

Chapitre III :Résultats et discussions

III.1.Introduction.....	Erreur ! Signet non défini.
III.2.Caractérisation des nanocomposites PMMA/ZnO	25
III.2.1.Analyse spectre FTIR du PMMA Pur	25
III.2.2. Analyse spectre FTIR des nanocomposite PMMA /ZnO.....	26
III.2.3. Interprétation :.....	27
III.2.4. Analyse thermogramme ATG du PMMA Pur	28
III.2.5. Analyse thermogramme ATG des nanocomposite PMMA /ZnO.....	28
III.2.6. Interprétation :.....	Erreur ! Signet non défini.
Conclusion générale	32
Références biographique	33
الملخص	35
Résumé	35
Abstract.....	35

Listedesfigures

Chapitre II

Figure II.1: Structure de molécule du PMMA	Erreur ! Signet non défini.
Figure II.2: structure de molécule de ZnO	Erreur ! Signet non défini.
Figure II.3 : Montage expérimental de la méthode	18
Figure II.4 : Film du PMMA	18
Figure II.5 : (b). Film du PMMA/ZnO.....	19
Figure II.6 : (b).Film du PMMA/ZnO. Li	Erreur ! Signet non défini.
Figure II.7 : (b).Film du PMMA/ZnO.Pb.....	Erreur ! Signet non défini.
Figure II.8: (b).Film du PMMA/ZnO.Ca	Erreur ! Signet non défini.
Figure II.9: Photographie de la spectrophotomètre d'absorption JASCO IRTF	Erreur ! Signet non défini.
Figure II.10: Photographie d'ATG SETARAM.....	Erreur ! Signet non défini.

Chapitre III

Figure III.1: Spectres IRTF de PMMA	Erreur ! Signet non défini.
Figure III.2: Spectres IRTF : (a).Nc-PMMA/ZnO, (b).Nc-PMMA/ZnO.Li,(c).Nc-PMMA /ZnO.Ca, et(d). Nc-PMMA/ZnO.Pb	Erreur ! Signet non défini.
Figure III.3: Thermogramme ATG du PMMA	28
Figure III.4: Thermogramme ATG: Nc-PMMA/ZnO, Nc-PMMA/ZnO.Li, Nc-PMMA/ZnO.ca etNc-PMMA/ZnO.Pb	29

Liste destableaux

Chapitre I

Tableau I.1 :Types de poltmésation du PMMA8

Tableau I.2 :Quelques propriétés électriques de ZnO **Erreur ! Signet non défini.**

Tableau I.3 :Quelques propriétés optiques de ZnO **Erreur ! Signet non défini.**

Chapitre II

Tableau II.1:Les propriétés physiques du PMMA. **Erreur ! Signet non défini.**

Tableau II.2:Les propriétés physiques de l'oxyde de zinc **Erreur ! Signet non défini.**

Tableau II.3:Quelques propriétés physico-chimie de solvant (Le chloroforme).17

Chapitre III

Tableau III.1:Fréquences d'absorption et déplacements du pic C=O.....27

Tableau III.2: Quantités résiduelles et T_{deg}

..... **Erreur ! Signet non défini.**

Listedes schémas

Chapitre I

Schéma I.1:Polymérisation radicalaire du PMMA8

Schéma I.2:Polymérisation anionique du PMMA.8

LISTE DES ABRÉVIATIONS

Chl	Chloroforme
IRTF	Spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier
ATG	Analyse thermogravimétrique
MMA	Méthacrylate de méthyle
PMMA	Poly méthacrylate de méthyle
Nc	Nanocomposite
ZnO	Oxyde de zinc

INTRODUCTION GENERALE

Les nanomatériaux envahissent de plus en plus le monde car raison de l'extraordinaire apport qu'ils procurent à savoir , la manipulation de la matière à l'échelle nanométrique , chose qui était impossible auparavant , permettant ainsi d'explorer ce monde si mystérieux et de dévoiler les propriétés intrigantes de la matière à cette échelle .

Les nanoparticules sont des matériaux qui se placent entre les particules massives et les molécules, L'intérêt principal des nanomatériaux réside dans les propriétés physiques qui sont considérablement modifiées par rapport à celles de particules massives. Dans ce contexte, une recherche vaste a été développée pour l'utilisation de semi - conducteurs de taille nanométrique ; ce qui a permis d'exploiter leurs incroyables propriétés. Sous forme de films, ces derniers ont permis l'intégration de milliers de composants conduisant ainsi à la miniaturisation des dispositifs utilisés dans des applications technologiques tel que: les diodes électroluminescentes, les dispositifs laser, et les cellules photovoltaïques[1].

L'interaction entre la charge et la matrice est un facteur crucial dans les propriétés finales des nanocomposites. La nature d'interaction charge/polymère conditionne l'état de dispersion de la charge dans le polymère. Les interactions fortes toujours entraînent une bonne dispersion[2].

Les interactions PMMA/Solvants et ZnO/Solvants et la procédure d'évaporation du solvant ont des influences majeures sur la qualité des interactions PMMA/ZnO, l'état de dispersion de l'oxyde de zinc dans le PMMA et par conséquent sur la stabilité thermique des nanocomposites.

Dans ce travail, le procédé du mélange en solution est utilisé pour l'élaboration des nos nanocomposites. Une seule méthode et un seul solvant sont utilisées afin d'optimiser les conditions expérimentales, pour obtenir un film ayant une meilleure dispersion et distribution des charges nanométriques au sein de la matrice polymérique. Ce Mémoire comporte :

- **L'introduction générale** précisera le contexte de l'étude ainsi que les objectifs à atteindre.
- **Le premier chapitre** constituera la partie bibliographique. Ce chapitre décrira les différentes classes des nanocomposites et leurs méthodes de synthèse, les nanocomposites PMMA/ZnO et leurs applications ainsi que la matrice et la charge utilisée.
- **Le deuxième chapitre** constituera la partie expérimentale. Ce chapitre présentera la méthode de disperser les particules de l'oxyde de zinc dans le polymère PMMA par la

voie en solution, des matériaux utilisés, leurs propriétés, les différentes techniques utilisées pour la caractérisation structurale et thermique des matériaux préparés telle que la caractérisation par la spectroscopie FTIR et l'analyse thermogravimétrique (ATG).

- **Le troisième chapitre** sera consacré à l'étude du comportement réactionnel et thermique des nanocomposites d'oxyde de zinc et du PMMA dans le solvant utilisé et la discussion de l'ensemble des résultats obtenus après caractérisation.
- **La conclusion générale** rassemblera les principaux résultats et les perspectives envisagées pour une poursuite potentielle de ce travail.

Chapitre I

Etude bibliographiques

I.1. Introduction

Les nanotechnologies représentent aujourd'hui un domaine scientifique et technique en plein essor. Elles sont en voie de constituer le cœur de la révolution industrielle. Il est clairement établi qu'à cette échelle, le comportement de la matière donne lieu à de nouvelles propriétés fondamentales.

Les matériaux de taille nanométrique ont particulièrement attiré l'attention, grâce à leurs propriétés thermiques, électriques, magnétiques et optiques qui diffèrent de celles du matériau solide massif correspondant. Depuis plusieurs années, grâce à ces propriétés singulières, l'étude des nanoparticules a suscité beaucoup d'intérêt, aussi bien d'un point de vue théorique qu'expérimental[1].

I.2. L'histoire de la nanotechnologie

Lors d'une conférence en 1959, le physicien Richard Feynman déclare " Les principes de la physique, per autant que nous puissions en juger, ne s'opposent pas à la possibilité de manipuler des choses atome par atome ". Par cette déclaration, le physicien américain suggérait à la communauté scientifique d'explorer l'univers de l'infiniment petit. Le terme «nanotechnologie » fut utilisé la première fois en 1974 par Norio Tanigushi. Dans les années 1980, avec la découverte de substrat à effet tunnel (STM), puis celle du microscope à force atomique (AFM), le nano mode s'ouvre réellement aux chercheurs. A partir de là, grâce à l'extrême précision de leurs outils, les scientifiques pouvaient alors démarrer à manipuler les atomes un à un[1].

I.3. La nanotechnologie

La nanotechnologie est une combinaison de deux mots, « NANO » plus petite et de « LA TECHNOLOGIE ». La nanotechnologie est la technologie des petites choses ou la technologie qui traite avec des nanomatériaux.

Le terme nanotechnologie est l'étude, le traitement et la manipulation des matériaux au niveau atomique, moléculaire et sous - moléculaires c'est - à - dire une dimension située dans la plage de 1 à 100 nm pour créer des matériaux et des produits nouveaux et uniques[1].

Un nanomètre, c'est environ 500 000 fois plus fin que l'épaisseur du trait d'un stylo à bille : 30 000 fois plus fin que l'épaisseur d'un cheveu et 100 fois plus petit que la molécule d'ADN. Puisqu'elle est une technologie révolutionnaire, la nanotechnologie a déjà un impact sur de nombreux produits, et elle possède plusieurs domaines d'applications médicales informatiques, électriques et alimentaires

I.4.Polymère

Un polymère pur, très performant à température ambiante, verra souvent ses propriétés chuter lorsque la température augmente. Dans un nano composite, le polymère va jouer le rôle de matrice dans laquelle les charges renforçantes vont être incorporées. L'idée de ce mélange est de conjuguer les avantages des polymères aux propriétés d'une phase inorganique rigide et de donner naissance à des matériaux aux propriétés modifiées et améliorées[3].

I.5.Nano charge

La nano charge est un renfort rigide introduit dans une matrice polymère pour améliorer ses propriétés physico-chimie. Plusieurs paramètres caractérisent les nano charges : leur forme, leur surface spécifique et leur interaction avec le polymère. Ces paramètres vont conditionner la qualité de la dispersion des charges dans la matrice polymère.

I.6. Les nanocomposites

I.6.1. Définition

Les systèmes nanocomposites ont été largement étudiés depuis les années 1990. Les nanocomposites sont des combinaisons de deux matériaux dans lesquels au moins un des matériaux indique les dimensions de l'ordre du nanomètre, ce dernier est appelé à phase de renforcement , il peut avoir différentes formes : nanofibres (nanotube) , nanofeuilles (argiles) ou nanoparticules (minéraux) , la phase majoritaire appelée matrice (polymère , céramique ou matrice métallique) .

Le résultat de l'addition des nano-renforts dans des structures polymères est l'amélioration de leurs propriétés mécaniques, thermiques ou électriques ; ce qui permet d'élargir leur champs d'applications. Des nano charges comme les nanotubes de carbone. Les nanofibres de carbone et les nanoplaquettes d'argile ont été largement utilisées pour avoir des nanocomposites à hautes performances[4].

Ces changements des propriétés peuvent être attribué l'augmentation du rapport surface / volume et à la taille des particules. La surface importante des nanoparticules permet une meilleure interaction avec la matrice polymérique.

Ce rapport implique qu'un faible pourcentage de renfort nanométrique peut avoir effet observable sur les propriétés macroscopique du composite Par exemple. L'ajout de nanotubes de carbone améliore les conductivités électrique et thermique d'un matériau composite. D'autres types de nanoparticules peuvent conduire l'amélioration des propriétés optiques, diélectrique ou des propriétés mécaniques.

I.6.2. Propriétés et avantages des nanocomposites

Les nanocomposites ont montré un intérêt particulier dans l'amélioration des propriétés mécaniques face aux composites traditionnels[5.6].

On observe principalement en présence de charges lamellaires :

- ✓ Une augmentation du module de Young et de la limite élastique.
- ✓ Une augmentation de la conductivité thermique et de diverses propriétés notamment les propriétés optiques qui ne s'expliquent pas par les approches classiques des mélanges de composants.
- ✓ Un gain de poids important ainsi qu'une diminution des coûts puisque l'on utilise moins de matières premières.
- ✓ Une augmentation des propriétés de barrière pour une épaisseur donnée.

I.6.3. Applications des nanocomposites

Les nanocomposites sont actuellement utilisés dans un certain nombre de domaines et des nouvelles applications sont continuellement développées[2]. Les domaines de nanocomposites comprennent :

- ✓ Condensateurs à film mince pour les puces d'ordinateur.
- ✓ Électrolytes polymères solides pour les batteries.
- ✓ Pièces de moteur automobile et les réservoirs de carburant.
- ✓ Les lames de turbines.
- ✓ Comme barrières à l'oxygène et gaz.
- ✓ Emballages alimentaires.
- ✓ Réduction d'inflammabilité.

I.7. Nano composites PMMA/ZnO

Le renforcement du PMMA par des nanoparticules d'oxyde de zinc a fait l'objet de nombreuses études afin d'améliorer des propriétés mécaniques, thermiques, optiques, morphologiques et diélectriques de ces nanocomposites. Les nano/composites PMMA/ZnO ont été préparés par différentes méthodes telles que la polymérisation in situ, le mélange à l'état fondu et le mélange en solution[2].

I.8.Poly méthacrylate de méthyle(PMMA)

Le PMMA a été découvert au début des années 1930 par des chimistes britanniques, Rowland Hill et John Crawford, suivi de sa première application par le chimiste allemand, Otto Rohm, en 1934[62].

Le PMMA est un polymère transparent et rigide, il est souvent utilisé comme substitut du verre dans des produits tels que des fenêtres antibrouillées, des lucarnes, des panneaux lumineux et des toits d'avion. D'autres applications comprennent l'utilisation du PMMA semblables les applications biomédicales, les électrolytes polymères, la viscosité des polymères et la distribution des médicaments dans l'organisme par l'électro diffusion ou le flux électro-osmotique. En raison de sa compatibilité et son traitement facile en tant que polymère, le PMMA avec des matériaux inorganiques jouent un rôle important dans le développement des nanotechnologies[2].

Le poly (méthacrylate de méthyle) (PMMA) est largement utilisé dans de nombreuses applications industrielles en raison de son faible coût, excellente résistance, haute transparence et stabilité environnementale unique par rapport aux autres polymères[7.8]. Ainsi, il peut être utilisés pour différentes applications allant de l'optique au capteur de gaz[6], en passant par les appareils électriques, médicament (en raison de sa non-toxicité), etc.[10.13]. Des chercheurs ont rapporté que l'incorporation des charges inorganiques dans des films minces en polymères peut améliorer considérablement ses propriétés ; une pratique industrielle courante de nos jours. Par conséquent, ces dernières années, une grande part d'intérêt été dédié à l'amélioration des propriétés physico-chimiques tel que les propriétés optiques (opacité, couleur), mécaniques (résistance aux chocs, à l'abrasion) et même chimiques (propriétés de barrière : anti-feu, anticorrosion, anti-UV) des films nano composite[11.12].

I.8.1.préparation du poly méthacrylate de méthyle (PMMA)

Le PMMA peut être synthétisé par la polymérisation de son monomère méthacrylate de méthyle (MMA) en utilisant deux techniques de polymérisation: la polymérisation radicalaire et la polymérisation anionique.

- La polymérisation radicalaire est une polymérisation en chaîne qui fait intervenir comme espèce active des radicaux. Elle se caractérise par des réactions d'amorçage, de propagation, de terminaison et de transfert de chaîne.

Schéma I.1: Polymérisation radicalaire du PMMA

- La polymérisation anionique est une polymérisation dans laquelle le centre actif est de nature anionique. Elle se caractérise par des réactions d'amorçage, de propagation et de terminaison[2].

Schéma I.2: Polymérisation anionique du PMMA

Le tableau suivant présente les deux types de polymérisation selon la voie d'amorçage :

Tableau I : Types de polymérisation du PMMA

Type de polymérisation	Centre actif	Amorceur	Voies d'amorçage
Radicalaire	Radical	Peroxyde (peroxyde de benzoyle)	Chimique
		Dérivées azoïque	Photochimique
		Benzoïne	Thermique
		Système redox	Radiochimique
Anionique	Anion	Dérivés d'organométalliques	Chimique
		Bases	

I.9. Les Propriétés (PMMA)

Le PMMA possède des propriétés physiques, mécaniques et thermiques très intéressantes qui rendent son utilisation possible dans de nombreux secteurs.

I.9.1. Propriétés physiques

Le PMMA est connu pour ses propriétés optiques exceptionnelles. Ce polymère amorphe est d'une transparence remarquable (92% de transmission lumineuse) dans le visible (380 à 780 nm). Son indice de réfraction est de 1,491 ce qui en fait un matériau très utilisé dans le domaine optique. La température de la transition vitreuse du PMMA est de 130 à 140°C [14].

I.9.2. Propriétés mécaniques

Le PMMA a un module de traction très élevé (3,1 GPa) et un faible allongement à la rupture (5%). Par conséquent, il ne se brise pas lors de la rupture. Le PMMA est l'un des thermoplastiques les plus durs avec une résistance élevée aux rayures [15].

I.10. Utilisation du (PMMA)

✓ Construction

Les propriétés uniques du PMMA (clarté optique, stabilité aux UV, résistance, etc.) en font le matériau idéal pour les applications de construction telles que les écrans acoustiques, les façades, les aquariums et les serres. Sa haute résistance mécanique et sa fiabilité permettent aux architectes d'imaginer et de construire de superbes pièces décoratives d'architecture.

✓ Electronique & Energie

Le PMMA est largement utilisé dans la fabrication d'appareils électroniques. La clarté optique, la dureté de surface et la résistance aux rayures sont des propriétés importantes pour les appareils utilisés quotidiennement.

✓ Mobilier et Design

Le PMMA a cette combinaison parfaite de caractéristiques de haute performance et d'une belle esthétique que les concepteurs adorent.

✓ Santé

Le PMMA est utilisé dans une large gamme d'applications médicales allant du diagnostic, de l'incubateur au dentaire grâce à sa biocompatibilité, sa résistance aux UV, sa clarté optique et sa dureté de surface.

✓ **Éclairage**

Le PMMA permet de créer des luminaires élégants, minces et économes en énergie, des produits d'éclairage pour les présentoirs, des étagères éclairées, des surfaces et des enseignes lumineuses. Les qualités supérieures de transmission de la lumière inhérentes au PMMA offrent une combinaison unique d'illuminations superbes et uniformes.

✓ **Sanitaire**

Le PMMA est résistant aux produits chimiques, aux UV et à l'abrasion, durable et facile à nettoyer. Le PMMA offre une large gamme de couleurs et de formes, ce qui en fait un matériau idéal pour les applications sanitaires.

✓ **Communications visuelles**

Le PMMA peut être conçu et moulé dans n'importe quelle forme souhaitée. Il est extrêmement robuste, résistant aux intempéries et optiquement clair. Cette combinaison de propriétés a abouti à des objets d'un attrait inégalé.

I.11.Dégradation du (PMMA)

Le PMMA présente ; par rapport aux isolants classiques l'avantage d'avoir des propriétés mécaniques meilleures et une mouillabilité plus faible, Néanmoins, l'inconvénient d'être plus vulnérable à l'action des décharges de surface qui provoquent sa dégradation [1].

I.12.L'oxyde de zinc

I.12.1.Définition

L'oxyde de zinc est une matière appartenant à la famille des oxydes transparents conducteurs (TCO), à large gap de l'ordre de 3.3 eV. Vu leurs bonnes propriétés optoélectroniques, il est le plus utilisé dans le domaine des couches minces, ces couches minces trouvent plusieurs applications telles que : cellules solaires, capteurs à gaz, capteurs piézoélectrique, guides d'ondes...etc.[16]. Les films minces ZnO peuvent être préparés par plusieurs techniques, il faut citer : spray pyrolyse, spray ultrasonique, évaporation thermique, pulvérisation réactive, sol gel, ablation laser...etc.

I.12.2. Le choix du ZnO

Le principal avantage du ZnO est le fait que ses composants sont non toxiques, et très abondants sur Terre. C'est un atout indéniable car il permet de réduire les coûts de production[1].

I.13. Les propriétés de l'oxyde de zinc

I.13.1. Propriétés cristallographiques

ZnO est un matériau de semi-conducteur d'oxyde de métal montrant une structure en cristal appelée la structure de wurtzite. Il est constitué de couches d'atomes de zinc en alternance avec des couches d'atomes d'oxygène (ABAB...)[17].

I.13.2. Propriétés électriques

Le ZnO est un semi-conducteur à gap direct. La largeur de la bande interdite varie suivant le mode de préparation et le taux de concentration. Elle est située entre 3.3eV et 3.4eV. Les propriétés électriques des cristaux de ZnO dépendent fortement de la méthode et des conditions thermodynamiques de croissance de ces derniers. Le tableau suivant résume quelques propriétés électriques de ZnO : Le ZnO présente une conductivité électrique naturelle de type n qui est due à la présence des atomes de zinc interstitiels[18.19].

Tableau I.2 : Quelques propriétés électriques de ZnO.

Nature de la bande interdite	Directe
Largeur de la bande interdite à 300 K	3.34 ± 0.02
Type de conductivité	n et (p)
Masse effective des électrons	$0.28 m_0$
Masse effective des trous	$0.60 m_0$
Densité d'états dans BC	$3.71 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
Densité d'états dans BV	$1.16 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$
Résistivité maximale	$10^6 \Omega \cdot \text{cm}$
Résistivité minimale	$10^{-1} \Omega \cdot \text{cm}$

I.13.3. Propriétés optiques

Le ZnO est un matériau transparent dans le visible, il présente un intérêt considérable qui réside dans ses propriétés remarquables telles que la largeur de sa bande interdite ; qui permet d'émettre du visible à l'ultraviolet. D'autre part, son gap direct induit des recombinaisons radiatives très efficaces. Le tableau suivant résume quelques propriétés optiques de ZnO[20.21].

Tableau I.3 : Quelques propriétés optiques de ZnO.

Constante diélectrique	$\varepsilon_{//} = 8.7$ $\varepsilon_{\perp} = 7.8$
Coefficient d'absorption	10^4 cm^{-1}
Indice de réfraction à 560 nm	1.8-1.9
Indice de réfraction à 590 nm	2.013-2.029
Largeur de la bande excitonique	60 meV
Transmittance	> 90%

I.13.4. Propriétés chimiques et catalytiques

La capacité d'une substance d'être un catalyseur dans un système spécifique dépend de sa nature chimique et de ses propriétés de surface. L'efficacité de l'oxyde de zinc dépend de son mode de préparation. Elle est essentiellement due au degré de perfection du réseau cristallin, et aux propriétés semi-conductrices (lacunes, atomes en positions interstitiels,...)

L'oxyde de zinc est utilisé en tant que piège et capteur chimique de gaz (H₂S, CO₂, H₂, CH₄). En suspension dans l'eau, il peut jouer le rôle de catalyseur photochimique pour un certain nombre de réactions comme l'oxydation de l'oxygène en ozone, l'oxydation de l'ammoniaque en nitrate, la réduction du bleu de méthylène, la synthèse du peroxyde d'hydrogène, ou encore l'oxydation des phénols. Les couches minces de ZnO ont été aussi utilisées pour catalyser la réaction de dépôt de cuivre.

I.14. Différents type de défauts dans le ZnO

Les défauts présents dans le ZnO dépendent de la méthode de croissance et des conditions d'élaboration de ce matériau[16]. On pourra énumérer les défauts suivants :

- défauts ponctuels (interstitiels, lacunes, atomes étrangers).
- défauts linéaires (dislocations et sous joint de grains).
- défauts plans (macles, joints de grains).

Il existe d'autres types de défauts d'ordre thermique (Phonon) ou électrique (électrons, trous, excitons,.....).

I.15.Applications de ZnO

Les applications de la poudre d'oxyde de zinc sont nombreuses [1], les principaux sont résumés ci – dessous :

I.15.1. Le domaine médical

L'oxyde de zinc est largement utilisé pour traiter une variété de maladies de la peau, dans des produits tels que la poudre de bébé, crème pour traiter les érythèmes fessiers. Crème de calamine, les shampooings antipelliculaires, et pommades antiseptiques sont aussi utilisés par les athlètes comme un pansement pour éviter d'endommager des tissus mous pendant l'entraînement.

I.15.2. Le domaine cosmétique

L'oxyde de zinc peut être utilisé dans des pommades, des crèmes et lotions pour se protéger contre les coups de soleil et d'autres dommages de ultraviolet.

I.15.3. Le domaine électrique

Utiliser largement dans la protection de dispositifs électroniques et notamment dans la station électrique à haute tension.

I.15.4. Additif alimentaire

L'oxyde de zinc est ajouté dans de nombreux produits alimentaires, y compris les céréales pour petit déjeuner, en tant que source de zinc, un complément nutritionnel (pour renforcer le système immunitaire) certains aliments préemballés comprennent également de trace de ZnO.

Chapitre II

Matériels et méthodes expérimentales

II.1.Introduction

Dans ce chapitre, nous allons montrer comment préparé des films des nacomposites PMMA/ZnO en utilisant les nano charge (ZnO, ZnO.Li, ZnO.Ca, ZnO.Pb)et les différents techniques utilisées pour la caractérisation structurale des échantillons étudiés.

Ces échantillons ont été caractérisés à l'aide de deux techniques:

(Spectroscopie infrarouge à Transformer de Fourier et Analyse thermogravimétrique (ATG))

II.2.produit utilisé

II.2.1 Poly méthacrylate de méthyle(PMMA)

Le polymère utilisé pour cette étude est le poly méthacrylate de méthyle (PMMA), de formule brute $(C_5H_8O_2)_n$, et structure chimique représentée dans la **Figure II.1**. Le matériau est un grade commercial connu sous le nom Acryrex[®] CM205 et produit par Chi Mei Corporation, ([Taïwan](#))[2].Les propriétés physico-chimiesont citées dans le **tableau II.1**.

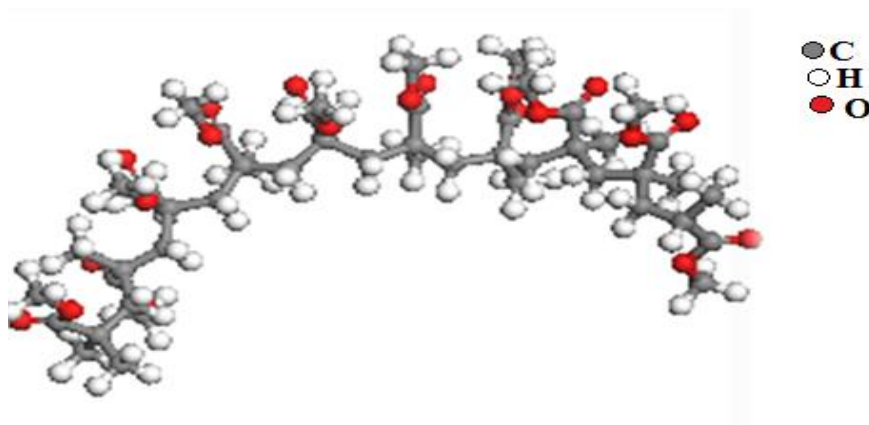


Figure II.1: Structure de molécule du PMMA.

Tableau II.1: Les propriétés physiques du PMMA.

Propriétés	Densité	Masse molaire	Transition vitreuse	T ⁰ fusion	T ⁰ ébullition
Valeurs	1.08 g.cm ⁻³	9000 g.mol ⁻¹	95°C	130 à 140°C	200°C

II.2.2 La charge Oxyde de zinc (ZnO)

Oxyde de zinc (ZnO), Il a été incorporé dans une matrice de polyéthylène haute densité à l'échelle nanométrique résultant de techniques thermiques et physiques. Les propriétés mécaniques des nano composites ont également été évaluées. L'étude des nano composites pour leurs propriétés d'absorption des UV s'est avérée avoir de très bonnes propriétés spectrales et mécaniques qui le rend un candidat idéal pour les applications où les rayons UV sont essentiels par exemple les emballages alimentaires, les écrans UV et de nombreuses autres applications[15].La structure est représentée dans la **figureII.2**.Les principales propriétés sont représentées dans le **tableau II.2**.

La structure Wurtzite contient quatre atomes par maille dont les positions sont : $O^{2-} : (0, 0, 0); (2/3, 1/3, 1/2)$. et $Zn^{2+} : (0, 0, 3/8); (2/3, 1/3, 7/8)$. (fig 1.2)

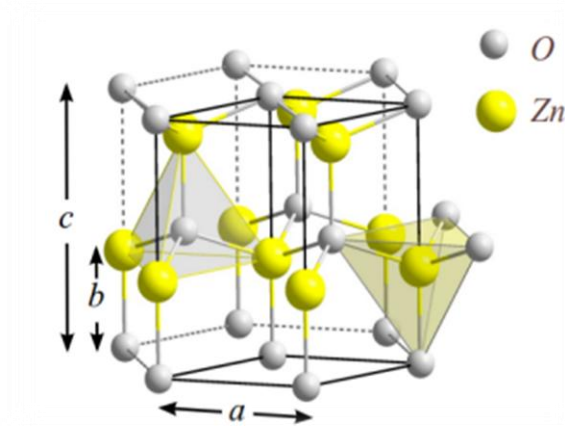


Figure II.2: structure de molécule de ZnO

Tableau II.2: Les propriétés physiques de l'oxyde de zinc.

Propriétés	Densité	Masse moléculaire	Masse volumique	T ⁰ ébullition	T ⁰ fusion
Valeurs	5,606 g/cm ³	81,38 g/mol	5.47 g.cm-1	2360 °C	1975 °C

I.2.3. Le chloroforme

Le chloroforme, ou trichlorométhane de formule chimique CHCl_3 est un composé chimique organochloré hautement volatil. Toutefois les vapeurs de chloroforme ne forment pas de mélanges explosifs avec de l'air **Tableau II.3**. Le chloroforme est un excellent solvant pour de nombreux matériaux organiques tels que les graisses, huiles, résines, cires, etc. [6].

Tableau II.3: Quelques propriétés physico-chimie de solvant (Le chloroforme) :

Propriétés	Densité	Masse molaire	Masse volumique	T° d'ébullition	T° de fusion
Valeurs	1.4892 g.cm^{-3}	119.38 g.mol^{-1}	1.49 g/cm^3	62°C	-63,5 °C

II.3. Elaboration des nanocomposites (PMMA/nano charge)

Afin d'élaborer les nanocomposites (PMMA/nano charge) on a utilisé la méthode suivante :

II.3.1. La Méthode de synthèse

Dans cette méthode, les nanocharge sont ajoutées au mélange (PMMA dissout dans le solvant). Ce dernier a été obtenu en mélangeant une quantité de PMMA ($m= 0.15\text{g}$) en granules dissoute dans le chloroforme ($V= 20\text{mL}$). La solution est maintenue à une température ($T= 40\text{C}^\circ$) dans un bécher couvert sous agitation permanente (**Figure II.3**). Une fois le mélange est homogénéisé, le couvercle est retiré et un volume d'oxyde ($V= 10\text{ml}$) est ajouté. La solution est gardée sous la même température, pour une durée d'environ 2 heures, afin de garantir le séchage et l'évaporation du solvant. La même opération est répétée avec les autres charges.

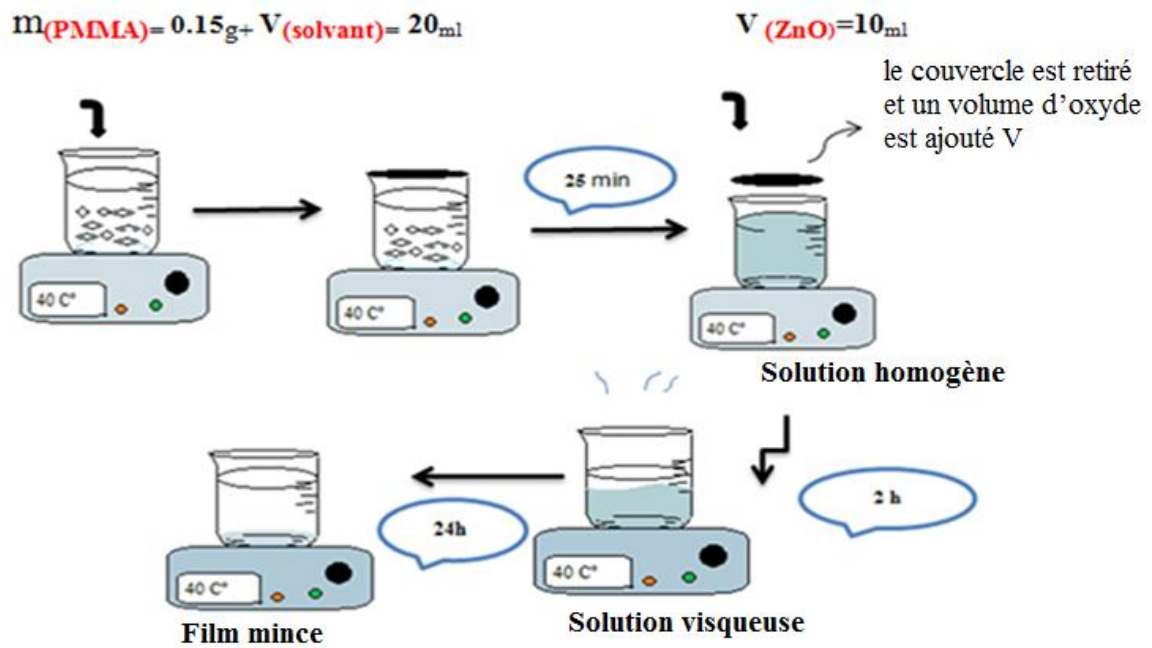


Figure II.3 : Montage expérimental de la méthode

II.4. Préparation des nanocomposite PMMA/ZnO

Dans le cadre de cette étude expérimentale, nous avons préparé 4 films polymérique de PMMA dopé par différentes de nanoparticule d'oxyde de zinc et un film de PMMA pur.

II.4.1. Préparation des films PMMA pur



Figure II.4 : Film du PMMA

II.4.2. Préparation de nanocomposite de PMMA /ZnO.pur

Pour l'obtention des films du PMMA /ZnO pure (**Figure II.5**), une quantité de PMMA ($m= 0.15\text{g}$) en granules, de densité de 1.08 g/cm^3 , est dissoute dans le chloroforme ($V= 20\text{mL}$). Le mélange est maintenu à une température ($T= 40\text{ C}^\circ$) dans un b cher couvert sous agitation permanente. Une fois le m lange est homog n is , le couvercle est retir . Apr s une demi-heure, nous ajoutons le ZnO pur. La solution est gard e sous la m me temp rature, pour une dur e d'environ 2 heures, afin de garantir le s chage et l' vaporation du solvant. La m me op ration est r p t e avec les autres charges.

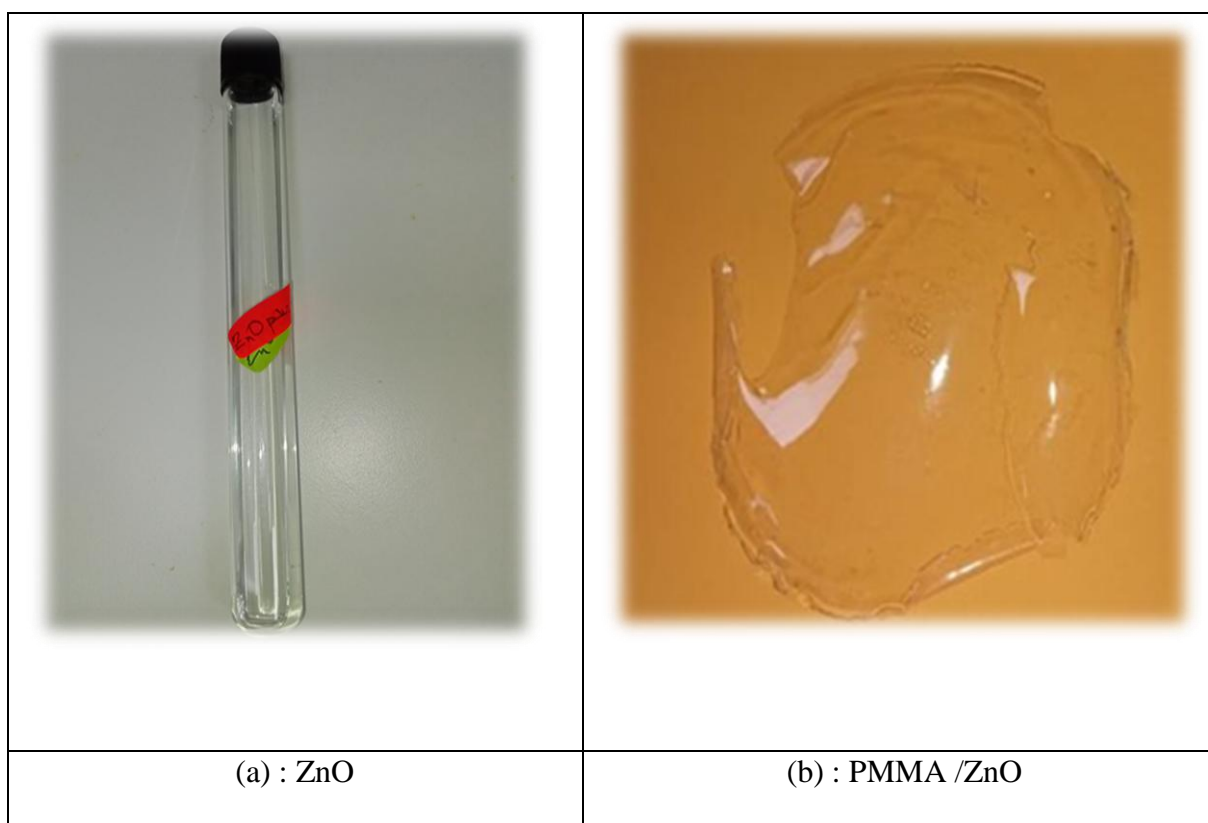


Figure II.5:(b). Film du PMMA/ZnO

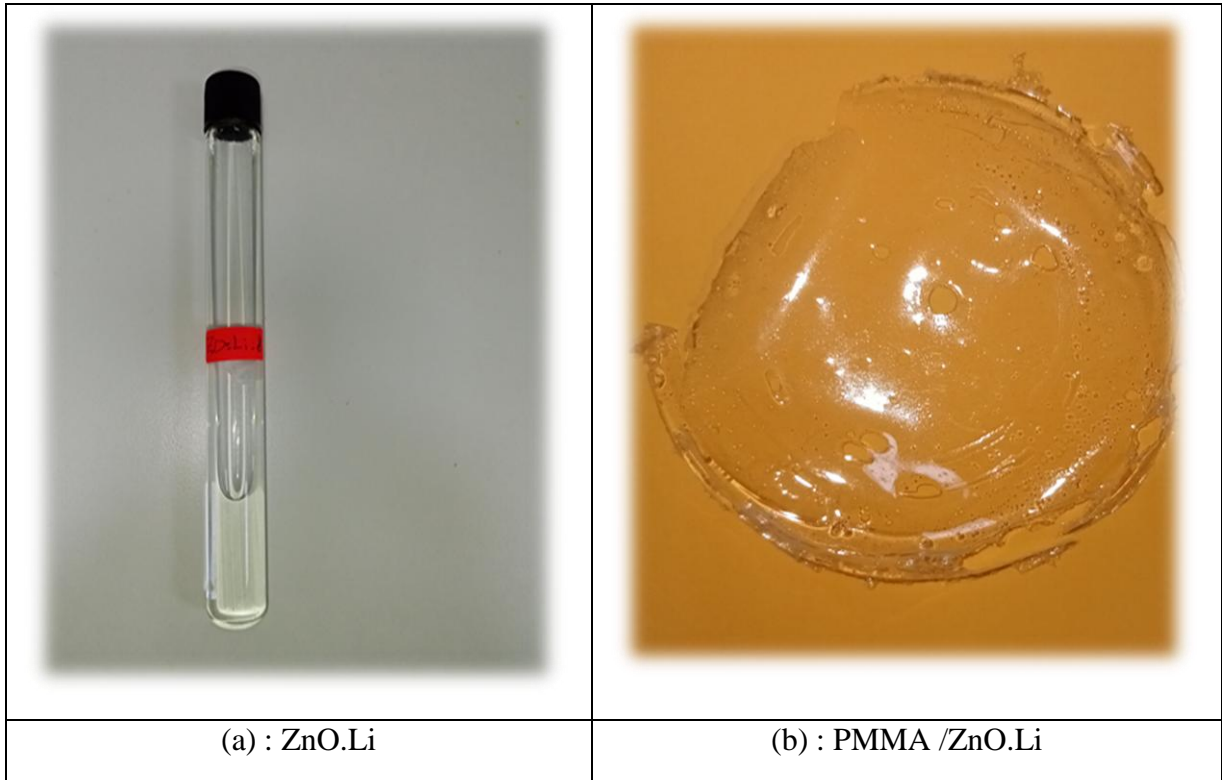


Figure II.6:(b).Film du PMMA/ZnO. Li.

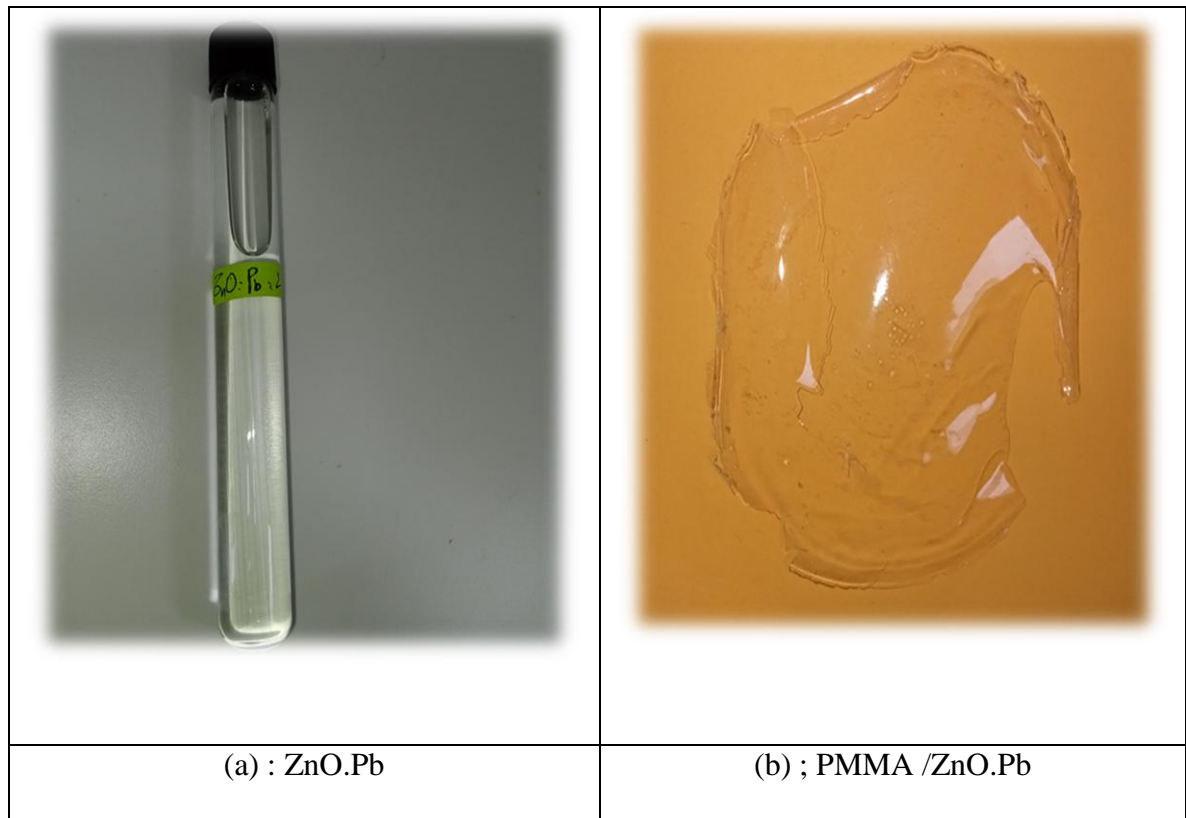


Figure II.7:(b).Film du PMMA/ZnO.Pb

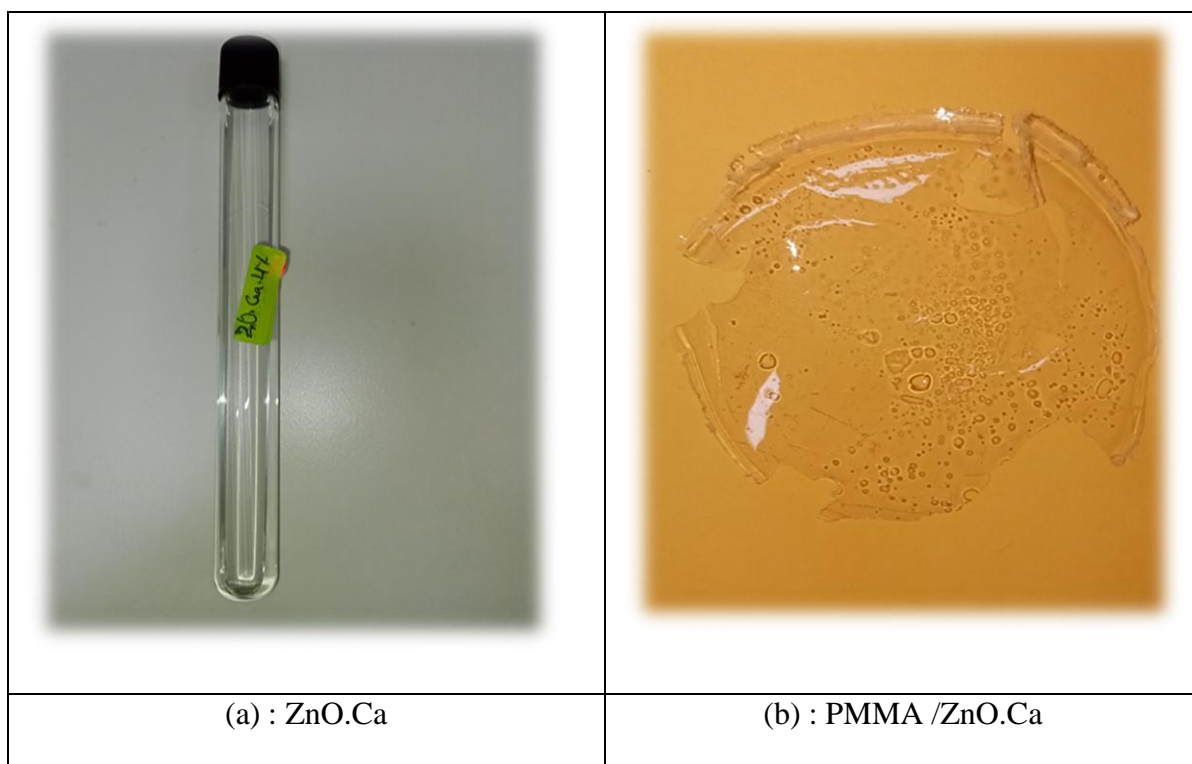


Figure II.8:(b).Film du PMMA/ZnO.Ca.

II.5.caractérisation des nanocomposites PMMA/ZnO

Le matériel utilisé pour la caractérisation des nanocomposites se résume comme suit:

II.5.1.Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) consiste à obtenir le spectre d'absorbance d'un échantillon en comparant, à plusieurs longueurs d'onde l'intensité du rayonnement infrarouge initial (I_0) à l'intensité du rayonnement non absorbé (I) à la sortie de l'échantillon.

La spectroscopie infrarouge est l'un des outils spectroscopiques les plus utilisés pour la caractérisation des liaisons moléculaires. En effet, la position des bandes d'absorption est directement liée à la force de liaison entre les noyaux atomiques. L'analyse des bandes d'absorption permettra alors de remonter à la structure des molécules[2].

En plus de sa rapidité d'exécution, cette méthode de caractérisation est relativement sensible et non destructrice. La spectroscopie (IRTF) est utilisée pour l'identification des produits chimiques qui peuvent être organiques ou inorganiques et pour la détermination des groupements fonctionnels dans une solution ou un matériau solide donné.

Dans notre cas, nous avons utilisé le spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier pour caractériser le type et la qualité des interactions présentés dans les nanocomposites synthétisés.

Le spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier utilisé est de type JASCO IRTF 4500 spectrophotomètre (Figure II.9) dont la gamme spectrale est dans l'intervalle $[4000\text{cm}^{-1} - 400\text{cm}^{-1}]$.



Figure II.9: Photographie de la spectrophotomètre d'absorption JASCO IRTF

I.5.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'ATG (Analyse Thermo Gravimétrique) consiste à mesurer la masse d'un échantillon en fonction de la température du milieu ou du temps à une température donnée. La variation de masse permet de mettre en évidence les phénomènes physiques et chimiques que subit l'échantillon lors de son chauffage (dégradations, déshydratations, volatilisations des composés ... etc.) ou de son refroidissement. Cette technique est ainsi très employée pour évaluer la stabilité thermique d'un échantillon et identifier les produits libérés lors d'une réaction chimique.

L'appareil utilisé pour l'étude de la stabilité thermique ainsi que la vitesse de dégradation des matériaux est de marque ATG SETARAM. Les différents échantillons ont été soumis à une rampe de température ambiante à 500°C réalisée à 5°C/min sous un flux d'azote. La masse des échantillons introduite est de l'ordre environ de 10 mg.

Parmi les facteurs influents sur la stabilité thermique qui nous intéressent : l'état de dispersion, le type des interactions, les conditions préparatoires et la méthode de synthèse qui sont prises en compte dans l'explication de la stabilité thermique des nanocomposites. Nous avons utilisé aussi l'ATG pour en quantifier les solvants résiduels dans les échantillons[2].



Figure II.10: Photographie d'ATG SETARAM

Chapitre III

Résultats et discussions

partie, on a étudié des influences des nano charges utilisées sur les interactions PMMA/ZnO . . la stabilité thermique des nanocomposites élaborés.L'analyse des échantillons obtenus a été réalisée par les méthodes de caractérisation suivantes :

L'analyse ATG pour l'étude les stabilités thermiques et l'infrarouge à transformation de fourrier(IRTF) pour déterminer la nature des différentes liaisons présentes dans les nanocomposites.L'analyse de ces résultats nous a conduits à la compréhension de l'influence des paramètres d'élaboration, sur les propriétés des nanocomposites dans le but d'atteindre les conditions optimaux.

III.2.Caractérisation des nanocomposites PMMA/ZnO

III.2.1.Analyse spectre FTIR du PMMA Pur

- La présence d'une bande large qui enveloppe plusieurs épaulements dont les plus importants sont situés à 2995 cm^{-1} et 2950 cm^{-1} correspondant à élongations de la liaison (C-H) des groupements (-CH₃) et (-CH₂) respectivement du PMMA. La présence d'une bande située à 1240 cm^{-1} attribué à la torsion du groupement méthylène (-CH₂).
- La présence d'une bande d'absorption à 1733 cm^{-1} correspondant au groupement carbonyle C=O et l'apparition de deux pics voisinés à 2991 cm^{-1} et 2948 cm^{-1} correspondant respectivement aux CH₃ et CH₂.Un autre pic intense situé à 1448 cm^{-1} caractéristique à la vibration de la liaison (C-O) du PMMA.
- Un pic à 1138 cm^{-1} est attribué à la vibration d'étirement C-O-C du PMMA

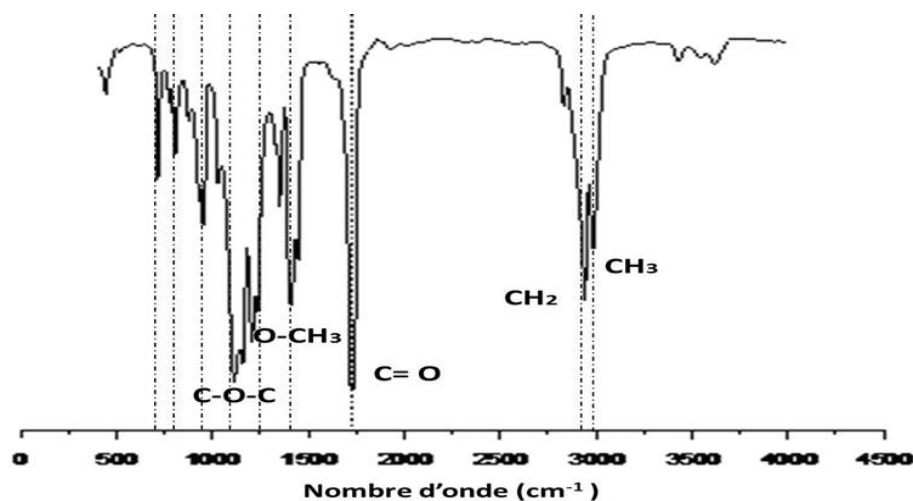
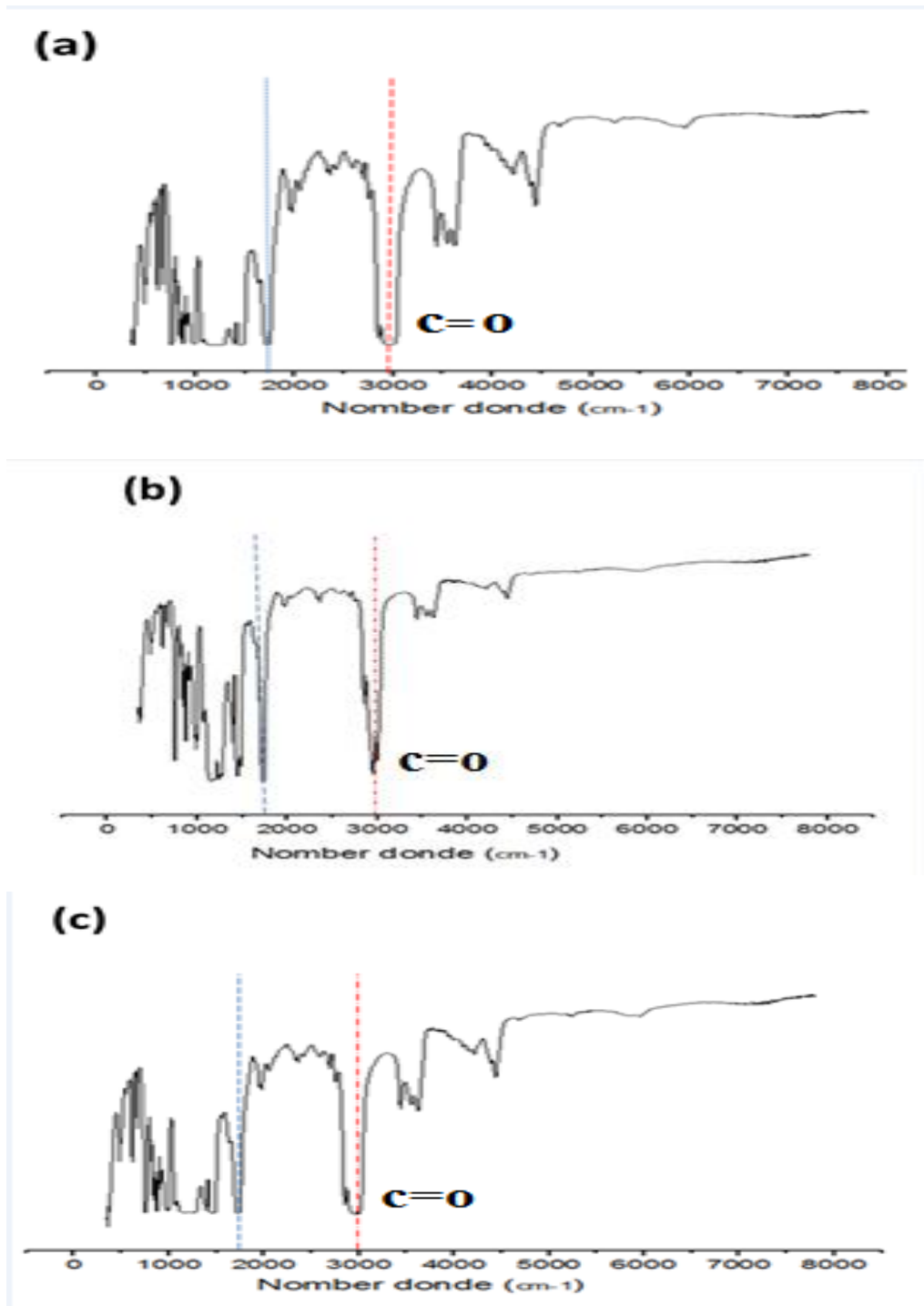


Figure III.1:Spectres IRTF de PMMA

III.2.2. Analyse spectre FTIR des nanocomposite PMMA /ZnO

La figure III. 2présentes les spectres IRTF des nanocomposites Nc-PMMA/ZnO, Nc-PMMA/ZnO.Li, Nc-PMMA/ZnO.Ca et Nc-PMMA/ZnO.Pb. Les fréquences d'absorption et les déplacements du groupement carbonyle pour les échantillons préparés par notre méthode sont montrés dans le tableau III. 2.



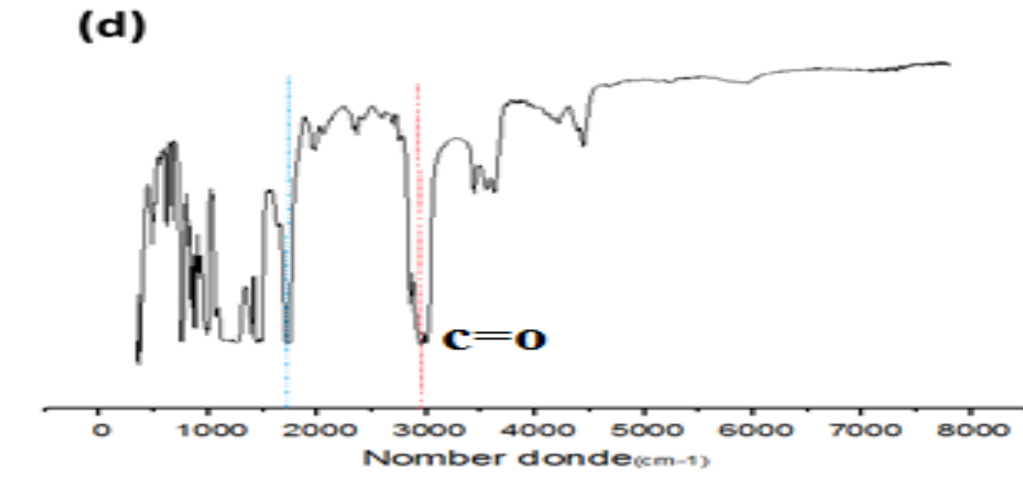


Figure III. 2: Spectres IRTF : (a).Nc-PMMA/ZnO, (b).Nc-PMMA/ZnO.Li, (c).Nc-PMMA /ZnO.Ca, et(d). Nc-PMMA/ZnO.Pb

Tableau III. 3:Fréquences d'absorption et déplacements du pic C=O

Absorbance (cm ⁻¹)					Déplacement (cm ⁻¹)			
PMMA	ZnO	ZnO.Ca	ZnO.Li	ZnO.Pb	ZnO	ZnO.Ca	ZnO.Li	ZnO.Pb
1733	1718	1721	1743	1734	1512	10	01	

-Tous les spectres montrent un déplacement de bande d'absorption correspondants au groupement (C=O) des nanocomposites par rapport au PMMA pure. Un déplacement de 15 cm⁻¹ pour ZnO, un déplacement de 12cm⁻¹ pour ZnO.Ca, un déplacement de 10cm⁻¹ pour le ZnO.Li un déplacement de 01cm⁻¹ pour le ZnO.Pb.

III.2.3. Interprétation

-Les spectres IRTF des films élaborés par ce système représentent un décalage au pic du carbonyle (C=O).

-Le déplacement important du pic attribué au groupement carbonyle (C=O) dans les nanocomposites élaborés (PMMA/ZnO, PMMA/ZnO.Li, PMMA/ZnO.Ca, ZnO.Pb) par rapport le PMMA pure confirme la formation des interactions Physiques (Forces de London, Forces de Vander Waals) entre PMMA et les quatre oxydes (ZnO, ZnO.Pb, ZnO.Ca, ZnO.Li).

(Un grand déplacement indique des fortes interactions).

-Le déplacement de pic attribué au groupement carbonyle (C=O) dans le nanocomposite (PMMA/ZnO) est le plus grand ce qui signifie que l'interaction est la plus forte. Suivi par (PMMA/ZnO.Ca), est après le (PMMA/ZnO.Li), est en fin le (PMMA/ZnO.Pb).

III.2.4. Analyse thermogramme ATG du PMMA Pur

Le mécanisme de dégradation thermique du PMMA sous atmosphère inerte dépend de la manière dont le polymère a été synthétisé. La courbe ATG du PMMA obtenue avec une vitesse de chauffage de 5 °C/min dans un intervalle de température ambiante à 500 °C (**Figure III.3**). La courbe montre une seule perte de masse, ce qui suggère une synthèse par polymérisation anionique.

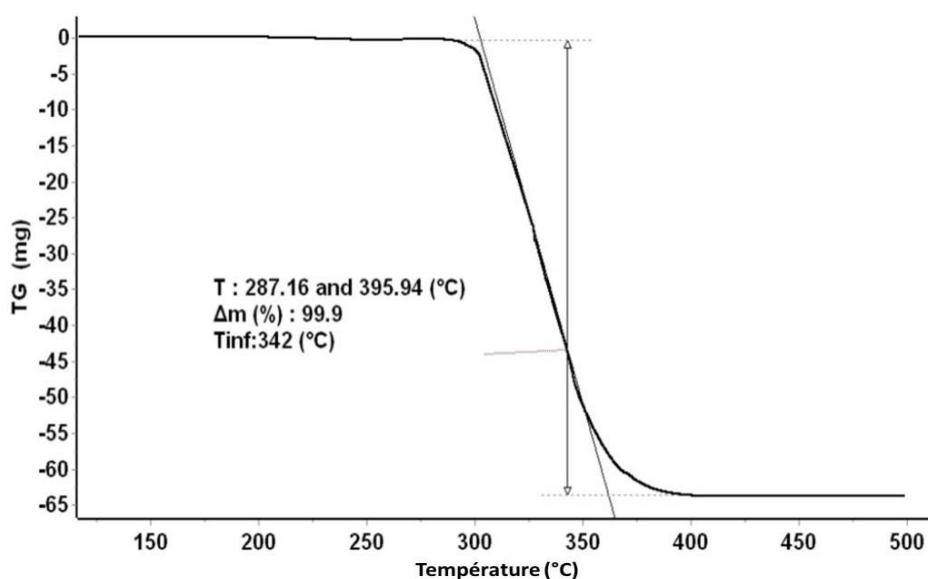


Figure III.3: Thermogramme ATG du PMMA

Le thermogramme ATG montre que notre PMMA se dégrade presque totalement ($\Delta m = 99,90\%$) à $T_{dég} = 395,94^\circ C$ en seule étape de dégradation. L'absence d'une perte de masse avant le processus de dégradation du PMMA, indique qu'il n'y a pas de l'eau physisorbée dans le PMMA.

III.2.5. Analyse thermogramme ATG des nanocomposites PMMA /ZnO

La **figure III.4** illustre les courbes ATG des nanocomposites, Nc-PMMA/ZnO, Nc-PMMA/ZnO.Li, Nc-PMMA/ZnO.ca et Nc-PMMA /ZnO .Pb. Les quantités résiduelles des solvants et les températures de dégradation sont regroupés dans le **tableau III.2**

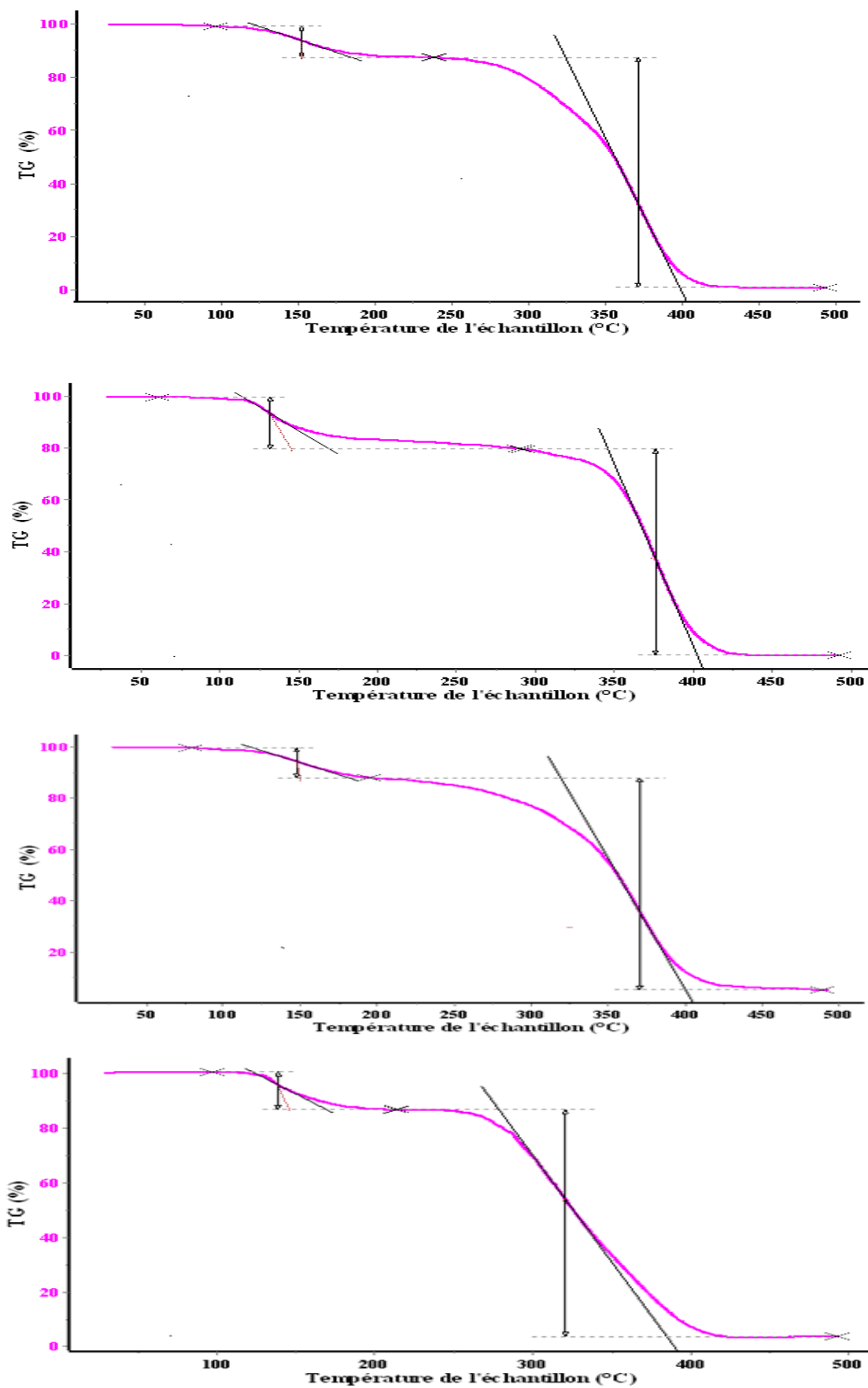


Figure III. 4: Thermogramme ATG: Nc-PMMA/ZnO, Nc-PMMA/ZnO.Li, Nc-PMMA/ZnO.ca Et Nc-PMMA/ZnO.Pb

Tableau III.2:Quantités résiduelles, T_{deg} et ΔT

	PMMA.pur	PMMA ZnO	PMMA ZnO.Li	PMMA ZnO.Ca	PMMA ZnO.Pb
Quantité résiduelle (%)		11.778	20.01	11.682	13.797
T_{deg} (°C)	395.94	492.99	492.85	489.11	492.79
ΔT°	95.05	97.05	96.91	93.17	96.85

-D'après les résultats d'ATG des nanocomposites Nc-PMMA/ZnO., Nc-PMMA/ZnO.Li,

Nc-PMMA/ZnO.Ca et Nc-PMMA/ZnO.Pb nous pouvons noter que :

- Tous les films préparés montrent deux étapes de perte de masse. La première étape située entre 50 et 200°C concernant l'élimination du solvant. La deuxième étape située entre 250 et 500°C correspondant à la dégradation des échantillons.

- Les quantités résiduelles sont différentes selon chaque Nano charges. Le Nc-PMMA/ZnO présente la plus grande quantité par 20,01 % de chloroforme résiduel, le Nc-PMMA/ZnO.Pb par 13.79% de chloroforme résiduel, le Nc-PMMA/ZnO.Li Par 11.77 % de chloroforme résiduel et le Nc-PMMA/ZnO.Ca par 11.68 % de chloroforme résiduel.

- Tous les nanocomposites présentent des températures de dégradation plus importante que celles du PMMA pure. Un déplacement vers les hautes températures a été observé ; 97.05°C pour Nc-PMMA/ZnO, 96.91°C pour Nc-PMMA/ZnO.Li , 96.85 °C pour Nc-PMMA/ZnO.Pb et 93.17°C pour Nc-PMMA/ZnO.Ca.

III.2.6.Interprétation

La température de dégradation augmentéepour tous les nanocomposites élaborés. Cette augmentation peut être expliquée par :

- L'effet de piégeage des radicaux issus de la décomposition thermique du PMMA par les nanoparticulesl'oxyde de zinc.
- la formation des interactions entre PMMA et l'oxyde de zinc.
- Tous les films présentent une augmentation très importante aux températures de dégradation par rapport au PMMA pur.

-La température de dégradation de film Nc-PMMA/ZnO est le plus élevée, ce qui signifie qu'il est le plus stable.

- L'oxyde de zinc (ZnO) soit pur ou dopée augment la stabilité thermique.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce mémoire, on s'est intéressé à un domaine très en vogue ces dernières décennies, en l'occurrence les nanocomposites. Cela est dû principalement aux applications très variées de ce type de matériau.

L'objectif principal des travaux présentés était d'élaborer et caractériser un matériau hybride (nanocomposite) où la matrice est le PMMA renforcé avec de la nanoparticule ZnO. En premier lieu, on a commencé par la synthèse des nanocomposites de PMMA/ZnO au sein de notre laboratoire, par une méthode simple et moins coûteuse. La synthèse de PMMA/ZnO a été réalisée dans un seul type de solvant (chloroforme).

Pour cela notre travail est réparti en deux parties :

- Elaborations des échantillons : films en PMMA pur, ZnO et nanocomposites (PMMA/ZnO).
- Caractérisation des échantillons : ont été caractérisées par la spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier et Analyse thermogravimétrique.

Les résultats obtenus par la spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier des films PMMA / ZNO, nous ont montré que le nanocomposite PMMA/ZnO présente une grande valeur de déplacement du pic carbonyles (C=O), cela peut être expliqué que l'interaction est la plus forte entre la charge ZnO et la matrice polymère.

Les résultats obtenus par l'analyse thermogravimétrique des films PMMA / ZNO, nous ont montré que le film Nc-PMMA/ZnO présente la température de dégradation la plus élevée, cela peut être expliqué qu'il est le plus stable thermiquement.

Enfin, l'introduction du chloroforme comme solvant permet d'avoir une meilleure interaction entre la charge (ZnO) et la matrice polymère (PMMA). De plus, pour un même solvant utilisé, notre méthode semble être l'optimale vu la bonne dispersion et distribution de l'oxyde de zinc au sein du polymère.

Références biographique

- [1] Ahabab Ib. Aberkane M. Elaboration et caractérisation des nanoparticules ZnO et nano-composite PMMA/ZnO. Blida .octobre 2016
- [2] BOULERBA, D, "Nanoparticules de silice fonctionnalisées : Mécanismes de dispersion et distribution dans un nano composite à matrice polymère.", 2020 p 91.,.
- [3] Bretagne-sud UDE, Llb B, Laboratoire CEAS, Limatb B, Lorient UBS. Nicolas Jouault Nanocomposites Silice / Polymère Structure des charges Renforcement mécanique Conformation des chaînes Evolution sous déformation. 2009.
- [4] A. Illaik , Synthèse et caractérisation de nano composites polymères / hydroxydes doubles lamellaires (HDL) , Thèse de Doctorat , Université Blaise Pascal , Clermont Ferrand , (2008) .
- [5] S. Aurore , " matériaux nano hybrides à large bande interdite : étude de synthèse , propriétés et applications " , Thèse de doctorat , université de la méditerranée Aix Marseille II (2007) .
- [6] Matusevich V. Wolf F, Tolstik E and Kowarschik R 2013 IEEE Photonics Technol. Lett. 25 969-72.
- [7] Shekar BC , Sathish S and Sengoden R 2013 Phys . Proc. 49 145-57 .
- [8] Philip B, Abraham JK, Chandrasekhar A and Varadan VK2003 Smart Mater. Struct . 12 935
- [9] Tran T , Said S and Grohens Y 2005 Composites A36 461-5 .
- [10] Bettencourt A and Almeida A J 2012 J. Microencapsulation 29 353-67 .
- [11] StammMand Sommer J - U 2007 Nat . Matter. 6 260-1 .
- [12] BerryKR Jr , Russell AG , Blake P Aand RoperDK2012 Nanotechnology 23 375703 .
- [13] Mallette J , Marquez A , ManeroOand Castro - Rodriguez R 2000 Polym . Eng. Sci. 40 2272 8 .

- [14] Kaczmarczyk B, Morejko-Buż B, Stolarzewicz A. Investigation of infrared calibration methods for application to the study of methyl methacrylate polymerization. *Fresenius J Anal Chem.* 2001; 370(7):899-903.
- [15] Aller M. *Handbook of Materials Sensors.*; 2000.
- [16] DERBALI.A. L'effet de la distance du Bec et la température du substrat sur les propriétés des couche minces d'oxyde de zinc (ZnO). 2011 P71.
- [17] T.Steiner, «Semiconductor Nanostructures for optoelectronic Application», Artech House, Inc.Boston.London2000P33.
- [18] J. D. H. Donnay and Helen.M.Ondik, *Crystal data. Inorganic Compounds, Vol 2,3ème Edition JCPOS (1973).*
- [19] R. W. G. Wyckoff, *Crystal Structures, Inter Science Publishers, INC.New York (1960).*
- [20] M.L.Khan, M.Monge, V.Collière, F.Sencoq, A.Maisonnat, B.Chaudret, *Adv.Func.Mater,* 15(2005)P245
- [21] M.Monge, M.L.Khan, A. Maisonnat, B.Chaudret, *Angew.Chem.Int.Ed,* 42(2003)5321.
- [22] TSYBUSKKYA, B. K. V. K. (2010). "Propriétés optiques des films nano composites PMMA/Zn O, des alliages et des composés Journal."P 2-4.

الملخص:

تقوم هذه الدراسة على تعزيز البوليمر (PMMA) بواسطة الجسيمات النانوية (ZnO) من أجل البحث عن أفضل المساهمات لحالة التشتت والتفاعل البيئي على الخصائص المورفولوجية والحرارية للمركبات النانوية PMMA/ZnO وذلك من خلال العمل على نوع أكسيد الزنك الممزوج ، وقد تم اختيار طريقة الخلط بالإذابة لهذا العمل وهي تتشكل من طريقة تحضير واحدة و استعمال مذيب واحد (الكلوروفورم) . تمت دراسة البنية والخصائص الحرارية لهذه المركبات النانوية من خلال التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (IRTF) والتحليل الحراري الوزني (ATG). حيث تؤكد نتائج التحليل بأطياف الأشعة تحت الحمراء تشكل تفاعلات فيزيائية بين PMMA والأكاسيد الأربعة (ZnO, ZnO.Pb, ZnO, ZnO.Li,) ، وتحسنًا كبيرًا في الاستقرار الحراري. أخيرًا ، أظهرت النتائج أن ZnO الممزوج كان له أفضل تفاعل بين الجسيمات النانوية (ZnO) ومصفوفة PMMA.

الكلمات المفتاحية: المركبات النانوية ، بولي ميثيل ميثاكريلات (PMMA) ، أكسيد الزنك (ZnO) ، الكلوروفورم.

Résumé :

Cette étude s'intéresse au renforcement de polymère (PMMA) par des nanoparticules (ZnO) dans le but de chercher les meilleures contributions respectives de l'état de dispersion et de l'interface sur le comportement morphologique et thermique des PMMA/ZnO nanocomposites, en travaillant sur le type d'oxyde de zinc dopée, constitue une seule méthode d'élaboration et un solvant (chloroforme). La structure et les propriétés thermiques des nanocomposites élaborés ont été étudiées par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et l'analyse thermogravimétrique (ATG). Les spectres infrarouges confirment la formation des interactions physique entre PMMA et les quatre oxydes (ZnO, ZnO.Pb, ZnO.Ca, ZnO.Li). Les analyses ATG montrent une amélioration significative de la stabilité thermique. Enfin, Les résultats démontrent que le ZnO dopée était la plus meilleure interaction entre la nanoparticule (ZnO) et la matrice PMMA.

Motsclés: Nanocomposite, Poly méthacrylate de méthyle (PMMA), Oxyde de zinc (ZnO), Chloroforme.

Abstract:

This study focuses on the reinforcement of polymer (PMMA) by nanoparticles (ZnO) in order to investigate the best respective contributions of the dispersion state and the interface on the morphological and thermal behaviour of PMMA/ZnO nanocomposites, working on the type of doped zinc oxide, constitutes a single elaboration method and a solvent (chloroform). The structure and thermal properties of the elaborated nanocomposites were studied by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and thermogravimetric analysis (TGA). The infrared spectra confirm the formation of physical interactions between PMMA and the four oxides (ZnO, ZnO.Pb, ZnO.Ca, and ZnO.Li). The ATG analyses show a significant improvement in thermal stability. Finally, the results show that the doped ZnO was the best interaction between the nanoparticle (ZnO) and the PMMA matrix.

Keywords: Nanocomposite, Poly (methyl methacrylate) (PMMA), Oxyde de zinc (ZnO), Chloroforme.