

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE
Laboratoire d'étude et de recherche en technologie industrielle

Pour l'obtention du Diplôme de Master en Génie Mécanique Option :
Génie des Matériaux

Thème :

**Intercalation et exfoliation de la kaolinite : application comme lubrifiants
solide**

Réaliser par :

Drouiche Mohamed Reda

Elarbi Hadjala Walid

Proposé et dirigé par :

Dr. Benamor Abdessabour

Année universitaire 2021/2022

Remerciements

Ce mémoire a été effectué au Laboratoire de science des matériaux, au niveau de l'université de Blida 1.

Je remercie avant tout le Dieu tout puissant de m'avoir prêté santé et volonté durant tous ces années d'étude pour mener à terme cette mémoire.

Je tiens à remercier le chef de département de génie mécanique Mr.BRAHIMI, la responsable du laboratoire SDM Mme Hnifa de nous avoir accueilli au sein du laboratoire.

Je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères envers mon promoteur Docteur Dr. Benamor Abdessabour, d'avoir accepté de nous soutenir et de chaperonner l'aventure de ce mémoire. On est reconnaissants, de nous avoir apporté son aide, de nous faire part de ses connaissances et précieux conseils, et d'avoir contribué à l'élaboration de ce travail. Je pense à remercier également Professeur Hadji Mohamed le directeur du laboratoire ERTI.

Merci aux docteurs et doctorants qui nous ont aidé, conseillés et supportés durant notre projet de fin d'études : Dr. Adel HADDAD, Dr. Nabil CHIKER, Dr. Hadji Youcef, Dr. Yacine NEMRI, Mr. Koceila AKHMOUM.

On tiens à remercier sincèrement les membres du jury qui nous font le grand honneur d'évaluer ce travail.

Merci à toute notre famille qui nous soutient et qui nous motive à persévérer dans notre travail.

Un grand merci également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci à tous

Résumé

Dans ce travail la synthèse d'un matériau bidimensionnel à partir d'une argile (La kaolinite) est établis. Plusieurs méthodes de fabrication ont été exploitées, ces méthodes sont classifiées en deux catégories : par exfoliation mécanique, et par exfoliation thermochimique. Les matériaux produits sont sous forme de poudres afin de les appliquer comme des additifs lubrifiants dans une huile de paraffine. Les tests tribologiques ont été établis par le contact bille sur disque, où la nuance du matériau étudié été le 100Cr6 (AISI52100). Différents pourcentages de kaolinite bidimensionnels ont été testé dans l'huile de paraffine de 0.1% massique à 10 % massique et comparés à la kaolinite brute. Les résultats à 50N charge normale appliquée et une distance de 2km ont montrés une amélioration par rapport au coefficient de friction, où la valeur minimale obtenue été 0.07.

Abstract

In the present study, the synthesis of bidimensional kaolinite was addressed, starting from kaolinite clay. Several methods have been tried which we classified them by two major categories : mechanical exfoliation and thermochemical exfoliation methods. The materials were in a powder product form in order to easily apply them as additives in paraffin oil. Tribological tests have been conducted using a ball on disk apparatus by sliding the 100Cr6 balls on 100Cr6 polished disks. Different additive content was added starting from 0.1 wt. % to 10 wt. %. The results at 50N static loading and 2km sliding distance revealed good enhancement in frictional properties through decreased friction coefficient to 0.07.

Sommaire :

| | |
|--|----|
| Chapitre 1 | 1 |
| 1-Introduction..... | 2 |
| 2-Propriété : | 3 |
| 2-1Propriété chimique..... | 3 |
| 2-2Propriétés physiques..... | 3 |
| 3-Traitement du kaolin | 4 |
| 4-Application | 5 |
| 4-1-ARGILE KAOLIN EN CÉRAMIQUE..... | 5 |
| 4-2 KAOLIN DANS LE BÉTON ET LE CIMENT..... | 6 |
| 4-3-KAOLIN DANS LA PRODUCTION DE PAPIER ET DE CARTON..... | 7 |
| 4-4-KAOLIN DANS LA PRODUCTION DE PAPIER ET DE CARTON | 7 |
| 4-5 KAOLIN EN FIBRE DE VERRE..... | 8 |
| 4-6 UTILISATIONS DU KAOLIN DANS LES ADHÉSIFS..... | 8 |
| 4-7KAOLIN DANS LES PEINTURES ET REVÊTEMENTS..... | 9 |
| 5- La kaolinite et sa transformation de phase | 9 |
| 5-1 L'action de la chaleur sur les argiles..... | 9 |
| 5-2 Réaction avec ségrégation..... | 11 |
| 5-3Transformation directe..... | 11 |
| 6- Matériaux bidimensionnelle | 13 |
| 6.1 définition..... | 13 |
| 6-2 Propriétés Des matériaux 2D | 15 |
| 7-Technique d'élaboration du graphène | 15 |
| 7-1L'exfoliation par épitaxie..... | 15 |
| 7-2 Par décomposition..... | 16 |
| 8- Les matériaux bidimensionnels du future | 17 |
| 9- Transition metal dichalcogenides..... | 17 |
| 10- bismuthene biosphène et phosphène..... | 19 |
| 10-1 Bismuthene..... | 19 |
| 10-2 Brophene | 21 |
| 10-3 Phosphorene..... | 22 |
| Chapitre 2 : Tribologie lubrification et additifs solide | 24 |
| 1-Définition..... | 25 |
| 2 - Lubrification | 26 |
| 3 - Type de lubrification | 26 |
| 3-1 Huile | 26 |
| 3-2 Graisse | 27 |
| 3-3 Pâtes | 27 |
| 4- Lubrifiant sec (additifs solide) | 27 |
| Chapitre 3 : Partie expérimentale..... | 28 |
| 1-Matériaux utilisés | 29 |

| | |
|--|----|
| 2-Produit chimique | 29 |
| 2-1 Méthanol..... | 29 |
| 2-2 Ethanol..... | 30 |
| 2-3 CTAB | 31 |
| 2-4 DMSO | 32 |
| 2-5 Acide urique..... | 32 |
| 2-6 KnO ₃ | 32 |
| 3- Partie expérimentale | 28 |
| 3-1 Préparation kaolin purifier..... | 34 |
| 3-2 Méthode 1..... | 35 |
| 3-3 Méthode 2..... | 37 |
| 3-4 Méthode 3 | 38 |
| 3-5 Méthode 4..... | 38 |
| 4- Tribomètre..... | 39 |
| 5- Microscope optique..... | 39 |
| 6- profilometre | 40 |
| Chapitre 4 : Résultats et interprétation | 41 |
| Conclusion générale | 48 |

Liste des figures :

| | |
|---|----|
| Chapitre1 | |
| Figure1-1: roche de kaolin..... | 2 |
| Figure 1-2 : structure du kaolin..... | 4 |
| Figure 1-3 : Metakaolin flash | 12 |
| Figure 1-4 : mono couche de graphene..... | 12 |
| Figure 1- 5 : principe d'exfoliation avec du ruban adhésif..... | 15 |
| Figure 1- 6 : Graphene épitaxie..... | 16 |
| Figure 1- 7 : principe d'exfoliation par ultrason..... | 16 |
| Figure 1- 8 : Structure d'une monocouche hexagonale TMD..... | 18 |
| Figure1-9 : stabilité environnemental Du bismuthene..... | 20 |
| Figure 1-10 : structure cristalline du Brophene..... | 22 |
| Figure 1-11 : structure cristalline du phosphorene..... | 23 |
| Chapitre 2 : | |
| Figure 2-1 : tribomètre..... | 25 |
| Chapitre3 : | |
| Figure 3-1 : acier 100cr6..... | 29 |
| Figure 3-2 : méthanol..... | 30 |
| Figure 3-3 : Ethanol..... | 31 |
| Figure 3-4 : CTAB..... | 31 |
| Figure 3-5 : DMSO..... | 32 |
| Figure 3-6 : knO3..... | 33 |
| Figure 3-7 : polissage..... | 33 |
| Figure 3-8 : échelle utilisée..... | 34 |
| Figure 3-9 : agitateur utilisée..... | 34 |
| Figure 3-10 : filtration du mélange kaolin HCl..... | 35 |
| Figure 3-11 : four..... | 36 |
| Figure 3-12 : lavage a l'éthanol..... | 36 |
| Figure 3-13 : bain ultrasonique utilise | 37 |
| Figure 3-13 : sonicateur ultrasonique..... | 38 |
| Figure 3-14 : tribomètre..... | 39 |
| Figure 3-15 Microscope optique..... | 40 |
| Figure 3-16 : profilometre optique..... | 40 |

Chapitre 441

Figure 4.1 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.1% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.1% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.1% massique du kaolin bidimensionnel...42.....

Figure 4.2 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.2% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.2% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.2% massique du kaolin bidimensionnel...43..

Figure 4.3 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.5% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.5% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.5% massique du kaolin bidimensionnel.....45

Figure 4.4 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.7% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.7% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.7% massique du kaolin bidimensionnel.....46

Figure 4.5 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 1% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 1% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 1% massique du kaolin bidimensionnel.....47

Figure 4.6 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 5% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en rouge), 5% massique du kaolin non traitée (en noir).....48

Figure 4.7 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 10% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en rouge), 10% massique du kaolin non traitée (en noir).....49

Liste des tableaux

TABLEAU1 : Transformations thermiques de quelques minéraux argileux.....10

Chapitre 1 : **La kaolinite**

1. Introduction :

Les kaolins sont des argiles blanches, friables et réfractaires, composées principalement de kaolinite, soit des silicates d'aluminium.

Découverts à l'origine en Chine, ils sont à la base de la fabrication de la porcelaine, mais sont aussi utilisés dans l'industrie du papier, du verre, du cosmétique et de la médecine.

La kaolinite est un minéral argileux de formule chimique $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ qui a une structure de couche dioctaédrique non chargée où chaque couche se compose d'une seule feuille tétraédrique de silice et d'une seule feuille octaédrique d'alumine.

La kaolinite est un minéral d'argile de silicate stratifié qui se forme à partir de l'altération chimique du feldspath ou d'autres minéraux de silicate d'aluminium. Il a une faible capacité de retrait-gonflement et une faible capacité d'échange de cations, ce qui la rend idéale pour de nombreuses applications industrielles.

La kaolinite est importante pour la production de céramique et de porcelaine. Il est également utilisé comme charge pour la peinture, le caoutchouc et les plastiques car il est relativement inerte et de longue durée.

Le travail réalisé consiste à faire une exfoliation de la kaolinite afin de modifier sa structure cristalline pour obtenir de meilleures propriétés mécaniques et physiques

Les kaolins sont des argiles blanches, friables et réfractaires, composées principalement de kaolinite, soit des silicates d'aluminium. Découverts à l'origine en Chine, ils sont à la base de la fabrication de la porcelaine, mais sont aussi utilisés dans l'industrie du papier, du verre, du cosmétique et de la médecine [1].



Figure 1: la roche de kaolin.

2. Propriétés de la kaolinite :

La kaolinite minérale constitue principalement le kaolin. Selon sa source, le kaolin contient également divers autres minéraux, dont la muscovite, le quartz, le feldspath et l'anatase. Lorsque le kaolin sort de la terre, il est naturellement blanc brillant, mais peut avoir une tache jaune ou de couleur rouille en raison de son exposition à l'oxyde de fer. L'état naturel du kaolin est sous forme de poudre et sa texture est douce [2].

2-1 Propriété chimique :

Dans son état minéral naturel, la formule chimique du kaolin est $Al_2Si_2O_5(OH)_4$. La kaolinite est un minéral de silicate d'aluminium qui se développe par les intempéries chimiques des feldspaths riches en aluminium contenus dans les granites et les pegmatites.

Le kaolin a un niveau de pH neutre, ce qui le rend idéal pour une utilisation dans les produits pharmaceutiques, les cosmétiques et les mélanges industriels car il ne modifie pas la composition chimique du produit et ne favorise pas la croissance bactérienne.

L'une des principales utilisations de l'argile de kaolin est d'aider à l'adsorption d'autres substances. L'argile de kaolin est naturellement hautement adsorbant, elle peut donc aider à extraire et à éliminer les impuretés indésirables, les agents pathogènes ou d'autres substances dans un mélange ou une application donnée.

2-2 Propriétés physiques :

La surface de contact de la kaolinite est de 5 à 20 m²/g, donc peu réactive.

Parmi les propriétés physiques du kaolin on distingue :

- Luminosité élevée
 - Non abrasif
 - Particules naturellement fines
 - Réfractaire, reste blanc après calcination
 - Faible conductivité thermique et électrique
 - Hydrophile et facilement dispersible dans l'eau
- Structure du kaolin :

La composition du kaolin est constituée de cristaux hexagonaux dont la taille varie de 0,1 à 10 micromètres. Ces cristaux se forment en couches empilées et cette structure de kaolinite confère partiellement à l'argile ses propriétés souhaitables.

En raison de la composition chimique et structurale du kaolin, ses propriétés naturelles sont hautement souhaitables pour les utilisations industrielles.

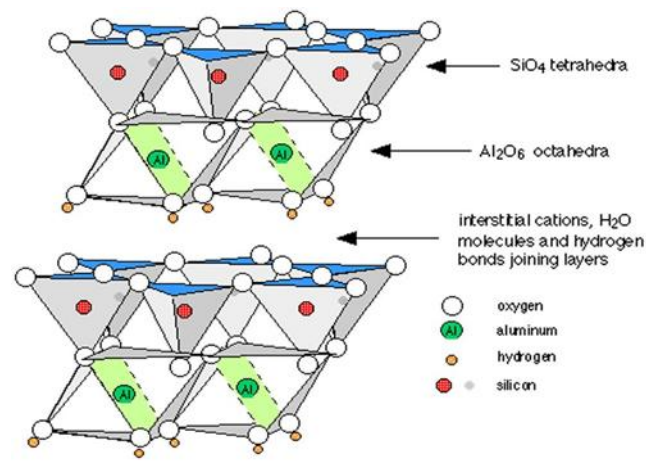


Figure 2 : structure cristalline du kaolin.

Entre chaque couche de cristaux de kaolinite se trouvent des liaisons hydrogène qui empêchent les molécules d'eau de s'infiltrer dans les couches. Cette capacité à empêcher l'eau de pénétrer dans la structure cristalline du kaolin lui confère des propriétés non gonflantes. Le non-gonflement est une propriété précieuse des additifs comme le kaolin, de sorte qu'ils ne modifient pas les propriétés physiques du mélange ou du produit en question.

3. Traitement du kaolin : Les sociétés minières extraient l'argile de kaolin de la terre par des méthodes d'extraction à ciel ouvert, par des draglines ou plus communément des excavatrices pour décaper, extraire et charger des camions de transport. Selon l'exploitation minière, les travailleurs peuvent également extraire le kaolin par une méthode hydraulique ou de dragage. Au fur et à mesure que les godets miniers ramènent l'argile à la surface, les chargeurs transportent l'argile extraite vers des camions, qui emportent les minéraux pour une transformation ultérieure en utilisations industrielles. Il existe différentes méthodes de traitement du kaolin, allant du concassage au broyage en passant par le criblage. Ces techniques ne modifient pas les propriétés chimiques ou physiques de l'argile, mais les transforment simplement en une forme plus facile à gérer pour l'utilisation souhaitée. Dans certains cas, l'argile de kaolin traitée peut subir d'autres préparations telles que le séchage, la calcination, le blanchiment, le soufflage et l'extrusion.

Les procédés de préparation du kaolin comprennent le traitement par voie humide et sèche. Le kaolin traité à sec est broyé et pulvérisé jusqu'à ce qu'il atteigne le grain ou la grossièreté souhaités. Ce kaolin est généralement utilisé dans des applications telles que la fabrication de caoutchouc, le remplissage de papier ou la production d'articles en fibre de verre et en céramique sanitaire..Le traitement du kaolin humide consiste à l'écraser pour le transformer en bouillie. Ensuite, il passe à travers des centrifugeuses ou d'autres séparateurs. L'argile de kaolin peut subir de nombreux processus supplémentaires, notamment le blanchiment, le filtrage et la déshydratation. Il peut également nécessiter un traitement chimique, y compris une lixiviation avec de l'acide sulfurique ou une réduction avec de l'hydrosulfite ou un agent réducteur similaire. Selon son utilisation éventuelle, le kaolin filtré et essoré peut également subir des processus de séchage et de calcination. La calcination du kaolin se produit dans des fours à sole, ainsi que par calcination rotative ou flash. Le kaolin calciné est une charge ou un matériau réfractaire. L'industrie papetière utilise principalement du kaolin traité par voie humide [3].

4. Application :

L'argile de kaolin, également connue sous le nom de kaolinite, est un minéral argileux naturel utilisé dans diverses applications industrielles, de la céramique, des peintures et des pigments aux cosmétiques, aux produits pharmaceutiques et aux produits agricoles. Des gisements de kaolin apparaissent dans le sol et la roche dans de vastes régions du monde, notamment en Asie du Sud-Est, en Europe occidentale et orientale, en Amérique du Sud, en Australie et en Afrique subsaharienne. L'extraction de l'argile de kaolin de la terre nécessite une exploitation minière. Ensuite, les fabricants traitent les minéraux de kaolin extraits et les préparent sous forme de poudre à des fins commerciales [4].

4-1-ARGILE KAOLIN EN CÉRAMIQUE :

L'une des utilisations industrielles les plus répandues du kaolin est la fabrication de céramiques, de porcelaine et de carreaux de sol ou de mur. En raison de ses propriétés idéales pour la fabrication de céramique, certaines personnes appellent l'argile de kaolin l'argile de porcelaine pour son rôle dans la production de vaisselle blanche. L'argile de kaolin a une température de fusion élevée et sa couleur blanche naturellement brillante la rend utile pour la fabrication de céramique blanche pure, de porcelaine, de porcelaine, d'appareils sanitaires et

Parce que le kaolin contient de faibles concentrations de fer ou d'alcalis, il est idéal pour une utilisation dans diverses formes de céramique. Lors de la production de céramiques et d'articles blancs, les fabricants combinent généralement du kaolin avec de la silice et du feldspath supplémentaires, ainsi qu'une petite quantité d'un autre type d'argile appelée ball clay, qui est une argile plastique brûlant la lumière. La combinaison de kaolin et d'autres ingrédients permet aux fabricants de céramique d'obtenir la plasticité, le retrait, la vitrification et d'autres processus idéaux pour façonner et chauffer correctement la vaisselle. Le kaolin offre une résistance à sec élevée, ce qui signifie qu'en tant qu'additif, il aide à renforcer et à renforcer le produit final, ce qui est crucial dans la fabrication d'articles en céramique [5].

4-2 KAOLIN DANS LE BÉTON ET LE CIMENT :

Traditionnellement, les produits en béton sont constitués d'un mélange de ciment Portland, d'eau et de granulats, comme le gravier, le sable ou la silice. En fonction de leurs mélanges exclusifs, les producteurs de béton peuvent utiliser d'autres agrégats ou charges pour donner à leur mélange des propriétés supplémentaires qui le rendent utile pour d'autres produits, y compris les matériaux de construction.

Le kaolin est un produit additif populaire à utiliser dans les mélanges de béton car il s'agit d'un minéral silicaté, nécessaire pour donner au béton les propriétés requises. L'argile de kaolin est de plus en plus recherchée dans l'industrie de la construction en raison de sa capacité à fournir une coloration blanche brillante aux mélanges de ciment. En tant qu'additif au mélange de béton, le kaolin est également idéal car il est chimiquement inerte et aura un effet minimal sur les propriétés chimiques ou physiques de la formule. Il contribue également à augmenter la résistance et la durabilité des matériaux en béton ou en ciment.

Le kaolin est également souhaitable dans les systèmes de ciment en raison de sa forte activité pouzzolanique, qui est sa capacité à réagir avec le ciment Portland. En d'autres termes, il peut accélérer l'hydratation du ciment Portland dans le mélange de béton. Le kaolin se comporte comme un superfiller, emballant ses fines particules dans la matrice cimentaire et améliorant sa densité. Des études ont montré que, par rapport à d'autres minéraux de silice, l'utilisation d'argile de kaolin dans le ciment améliore les propriétés mécaniques des produits en béton, notamment en augmentant leur résistance à la compression

4-3-KAOLIN DANS LA PRODUCTION DE PAPIER ET DE CARTON :

L'industrie de la production de papier et de carton innove en permanence pour fournir des produits de haute qualité avec une luminosité, une brillance, une opacité et une qualité de surface améliorées pour une meilleure impression. Les fabricants ont également besoin de produits respectueux de l'environnement, recyclables et respectueux de l'environnement, notamment en réduisant la nécessité d'une consommation d'eau extrême.

Les installations de production de papier et de carton utilisent l'argile de kaolin comme agents de contrôle qui réduisent la consommation d'eau et la pollution. Le kaolin contribue à améliorer la rentabilité et le respect de l'environnement des procédés conventionnels de fabrication de pâtes et papiers, ce qui permet d'obtenir des pâtes et papiers plus propres et de meilleure qualité. En tant que charge particulière, il remplit et enduit les produits en papier pour améliorer leur lissé, leur brillance et leur imprimabilité. Non seulement le kaolin aide à rendre le papier plus attrayant, mais il peut également prolonger la fibre et améliorer la longévité, la durabilité et la résistance globales des produits.

La taille, la forme et la distribution structurelle des cristaux naturels du kaolin en font un produit de remplissage et de revêtement exceptionnel. Comparé à d'autres charges minérales dont la résistance diminue à mesure qu'elles deviennent plus petites, le kaolin ne perd pas ses effets de résistance à mesure que sa taille de particule diminue.[6]

4-4 KAOLIN DANS LES MATÉRIAUX POLYMÈRES :

Dans la fabrication de polymères, y compris les caoutchoucs et les plastiques, les propriétés naturelles du kaolin rendent cette argile idéale comme charge et additif naturel. Comme le kaolin se lie aux polymères pendant le traitement, il améliore naturellement les propriétés mécaniques, y compris la résistance, l'impact et la flexibilité. Le kaolin confère aux plastiques et aux caoutchoucs des propriétés souhaitables, comme une meilleure résistance aux déchirures et à l'abrasion. Il améliore également la résistance à la traction de ces produits et empêche le gauchissement. Le kaolin offre une résistance chimique et électrique améliorée. Dans l'ensemble, le kaolin est une charge et un renfort efficaces pour améliorer la durabilité et la rigidité du caoutchouc et des plastiques, prolongeant ainsi la longévité et la qualité du produit. Le kaolin aide également à étendre le pigment et à produire des couleurs plus nettes

dans les polymères, tout en aidant à améliorer la douceur et la luminosité des produits finaux. Il peut améliorer la production, notamment en augmentant les taux de durcissement tout en réduisant les temps de durcissement. Ces qualités offrent aux fabricants une rentabilité et une productivité globales.[7]

4-5 KAOLIN EN FIBRE DE VERRE :

Le kaolin est vital dans la production de fibre de verre. Les usines s'appuient sur du kaolin de haute qualité pour tisser et renforcer les produits en fibre de verre, notamment en tant que charge de renforcement pour la fibre de verre à filaments continus. Le kaolin fournit l'alumine, nécessaire pour améliorer la durabilité de surface des produits. La fibre de verre agit comme une charge naturelle, grâce à sa structure en couches qui ajoute de la densité sans augmenter le poids. Le kaolin garde la fibre de verre légère mais solide, lui donnant une meilleure structure et durabilité.

Le kaolin est également un minéral recherché dans la fabrication d'isolants en fibre de verre. Grâce à sa faible conductivité thermique, il maximise la qualité isolante du produit. Le kaolin est un ingrédient de nombreux autres produits en fibre de verre ou contenant de la fibre de verre, notamment les voitures, les bateaux, les avions, les circuits imprimés, les filtres à air, les réservoirs, les tuyaux et les matériaux de construction.

Les fabricants de fibre de verre utilisent le kaolin pour améliorer la qualité des produits, optimiser leurs processus de fabrication, augmenter la rentabilité et maximiser la production [8].

4-6 UTILISATIONS DU KAOLIN DANS LES ADHÉSIFS:

Comme pour d'autres produits industriels, le kaolin est également une charge et un additif dans la fabrication d'adhésifs, de produits d'étanchéité et de produits de calfeutrage. Les propriétés naturelles du kaolin en font un ingrédient utile dans la fabrication d'adhésifs, en particulier sa taille et sa forme de particules uniques, qui permettent aux minéraux de kaolin de bien s'extruder et de se déposer lentement. Le kaolin est également à faible teneur en résidus, à faible humidité et à faible absorption d'huile, ce qui en fait une excellente charge. Le kaolin aide également à étendre et à renforcer les pigments dans les calfeutrant et les scellant. Le kaolin fournit la résistance à l'état humide, la blancheur et la résistance du film

résistance et la durabilité globales. De plus, le kaolin réduit le retrait et contrôle la modification de la viscosité, augmentant les capacités de liaison tout en améliorant les propriétés de barrière nécessaires à la fabrication des mastics. Toutes ces propriétés améliorent la rentabilité des produits adhésifs et d'étanchéité [9].

4-7KAOLIN DANS LES PEINTURES ET REVÊTEMENTS:

Pour produire des peintures et des revêtements performants et durables, les fabricants ont besoin d'ingrédients additifs qui prolongent le pigment et stabilisent le mélange. Les produits de kaolin sont bénéfiques dans de nombreuses applications, des apprêts et teintures à bois aux émaux et scalants.

Le kaolin améliore l'apparence des peintures et des revêtements, offrant un meilleur contrôle de la brillance et de la brillance et une meilleure tenue de l'émail. Le kaolin est également idéal pour rehausser la blancheur et la luminosité. Pour les peintures et revêtements spécifiques, le kaolin est également excellent pour conférer aux produits des propriétés supplémentaires telles qu'une meilleure résistance à la corrosion et au frottement.

Outre ses qualités esthétiques, le kaolin offre également des avantages d'amélioration des performances. Le kaolin aide à prévenir la sédimentation et maintient une durée de conservation longue et stable. Les revêtements et peintures à base de kaolin peuvent présenter une dispersion, un lissé et une stabilité améliorés. Ils peuvent également être résistants aux intempéries, en particulier dans des applications telles que les peintures automobiles et routières.[10]

5 - La kaolinite et sa transformation de phase:

5-1 L'action de la chaleur sur les argiles:

Le groupe des phyllo silicates représente une famille très riche de minéraux naturels. La plupart des argiles. Sont des aluminosilicates hydrates présentant des degrés variables de pureté et de cristallinité en fonction de leur origine.

Malgré cette complexité, un schéma réactionnel commun est généralement observé lorsque ces solides sont soumis à des températures croissantes. Dans le cas typique de la kaolinite, trois étapes apparaissent successivement :

La dés hydroxylation (500-600 °C), c'est-à-dire l'élimination de l'eau de cristallisation accompagnée d'une disparition progressive de la cristallinité (Bragg et al., 1923). Le produit obtenu est une méta-phase amorphe, mais gardant un certain degré d'organisation bidimensionnelle dans les plans (a, b) de la structure mère.

Une étape de transition (900-1 000 °C) au cours de laquelle la métaphase amorphe se réorganise comme l'indiquent l'apparition de raies de diffraction X caractéristiques d'une phase cubique de type spinelle, ainsi qu'un pic exothermique observé par ATD.

Une étape de recristallisation (> 1100 °C) au cours de laquelle les phases transitoires se transforment en phases bien cristallisées et stables à haute température, c'est-à-dire, la mullite et la cristobalite. D'autres exemples typiques de cette séquence en trois étapes sont rassemblés

| Minéral | Tempe de Deshydr c° | Phase cristalline. Intermédiaire | Phase Cr final |
|--|---------------------|---|---|
| Kaolinite $Al_2Si_4O_5(OH)_4$ | 450-600 | Metakaol \longrightarrow γ - Al_2O_3 ou spinelle 700-900 +cristobalite | \longrightarrow 1200c° mullite |
| Pyrophyllite $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$ | 500-800 | Des hydroxylation \longrightarrow | 1200c° mullite + cristobalite |
| Montmorillonite $Mo_6(mgo_6al_{3.4})$ $Si_8O_{20}(OH)_4$ | 550-700 | Des hydroxylation \longrightarrow + cristobalite | spinelle \longrightarrow 1200c° mullite |
| Muscovite k2 $Al_4(Al_2Si_6)O_{20}(OH)_4$ | 750-900 | Des hydrox \longrightarrow 1050c° mullite + lucite | spinelle + sanidine \longrightarrow 1300c° $KAlSi_3O_4$ |
| Chysotile $Mg_3Si_2O_5(OH)$ | 600-750 | Phase transitoire \longrightarrow + enstatite $MgSiO_3$ | forsterite \longrightarrow 1100c° forsterite Mg_2SiO_4 |
| Talc $Mg_2Si_4O_{10}(OH)_2$ | 850-1000 | Phase transitoire \longrightarrow | enstatite \longrightarrow 900c° enstatite |
| Vermiculite | 800-900 | Phase transitoire \longrightarrow | enstatite \longrightarrow 900c° enstatite |

TABLEAU1 : Transformations thermiques de quelques minéraux argileux.

Au cours de la présente étude, deux problèmes importants, ayant largement contribué à la confusion créée par quelques résultats contradictoires apparus dans la littérature, ont été rencontrés. La première difficulté concerne l'identification précise et, si possible, quantitative des diverses phases produites au cours des traitements thermiques ; ainsi, dans le cas de la méta kaolinite, des phases transitoires apparaissent tellement mal cristallisées et si intimement mélangées qu'il est très difficile de déterminer dans quelle mesure une ségrégation chimique se produit réellement. Des méthodes spéciales d'identification doivent être

Utilisées pour lever ces indéterminations. La seconde difficulté rencontrée concerne les chemins réactionnels possibles conduisant des phases transitoires aux produits finaux et les facteurs de réactivité qui les gouvernent. En effet, la présente contribution vise à montrer que, dans le cas des transformations de la méta kaolinite, il n'existe pas un chemin réactionnel unique. De plus, il est apparu que moyennant un contrôle des paramètres de la réactivité. Il était possible d'orienter la transformation dans une direction donnée. Ce fait surprenant est le résultat de la réactivité chimique très élevée des phases transitoires mal organisées produites par la destruction du réseau de la met kaolinite [11]

5-2 Réaction avec ségrégation.

On suppose que la méta kaolinite se décompose complètement en $7\text{-Al}_2\text{O}_3$, et en silice amorphe. Ces phases se recombinaient à plus haute température pour former la nullité (Insley and Ewell, 1935 ; Richardson. 1951). La silice excédentaire cristallise en cristobalite. D'autres auteurs (Glass, 1954) ont défendu la formation de nullité en deux étapes, c'est-à-dire, une formation primaire directement à partir du metakaolin et une formation secondaire par recombinaison d'alumine et de silice.[12]

5-3. Transformation directe :

En 1948, Comeforo, Fischer et Bradley ont envisagé la formation directe de la mullite par réorganisation de la métakaolinite et ont attribué à celle-ci l'effet exothermique observé à 980 °C par ATDL l'hypothèse la plus intéressante, due à Brindley et Nakahira (1959), consistait en un modèle de transformation « continue », dans lequel la métakaolinite se transformait d'abord en un spinelle Si-Al mal cristallisé et ensuite en mullite, avec expulsion progressive de la silice en excès.

Selon le modèle choisi, l'effet exothermique apparaissant aux environs de 950 °C a été attribué à des phénomènes très différents: recristallisation de l'alumine gamma (Colegrave et Rigby, 1952; Richardson et Wilde, 1952, Lundin, 1958), nucléation de la mullite (Roy et al., 1955; Comeforo et al, 1948), formation d'un spinelle Si-Al (Brindley et Nakahira, 1959), recristallisation de la silice amorphe en quartz haute température (Nicholson et Fulrath, 1970) et même la libération d'énergie due à l'effondrement de la structure de la métakaolinite (Freund, 1974).

L'idée d'un mécanisme de transformation du Méta kaolin en mullite assurant une continuité structurale était évidemment tentante pour les Cristallographes et était appuyée par les conceptions Des chimistes du solide à propos des transformations topo-tactiques. Si cette hypothèse était correcte, elle Devrait avoir été observée, en généralisant, sur D'autres minéraux argileux. Cependant, la discordance des résultats obtenus à partir de différentes kaolinites suggère que des paramètres importants de la réactivité peuvent affecter la transformation thermique de ce minéral, et donc son mécanisme. Ainsi, la transformation continue idéale peut ne pas apparaître à cause de facteurs tels que la présence d'impuretés ou de défauts cristallographiques [13].

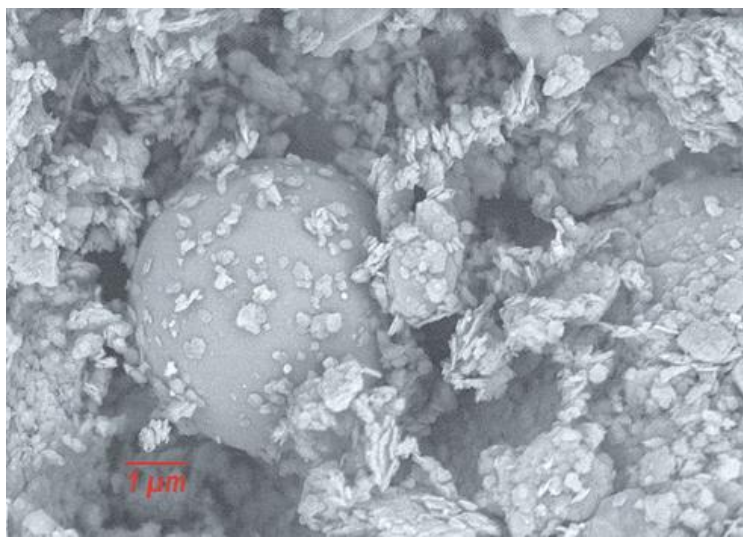


Figure 3 : Imagerie par microscope électronique à balayage du Métakaolin flash.

Il est connu que de faibles quantités d'impuretés (oxydes métalliques) peuvent avoir un effet marqué sur la formation de mullite à partir de kaolinite (Parmelee et Rodriguez, 1942; Palmeri, 1952; Moore et Prasad, 1955; Prabhakaram, 1968). En général, les oxydes d'alcalins,

terreux, de fer et de titane ont un effet positif sur la formation de la mullite (Chaudhuri, 1969); l'efficacité de ces additifs augmente en même temps que le rapport de leur rayon ionique à leur charge (Budnikov et Shmukler, 1946). En ce qui concerne l'effet possible du degré de cristallinité de la kaolinite (défini empiriquement par l'index C.I. de Hinckley 1963), les auteurs sont généralement d'accord sur le fait qu'une mauvaise cristallinité de la kaolinite retarde sa transformation en mullite (Brindley et Hunter, 1955 ; Glass, 1954 ; Johns, 1953). Ce fait a également été observé dans le cas de phyllosilicates désordonnés tels l'halloysite (Wahl et Grim, 1963). Sur la base des remarques ci-dessus, les transformations de la kaolinite ont été réexaminées sur base de l'hypothèse que plus d'un mécanisme était possible ; on a supposé par exemple que plusieurs phases (cristallines ou amorphes) pouvaient être présentes simultanément lors des étapes de transitions, comme cela va être décrit dans le paragraphe suivant.

6- Matériaux bidimensionnelle :

6.1 définition :

Un matériau bidimensionnel, parfois appelé matériau monocouche ou matériau 2D, est un matériau constitué d'une seule couche d'atomes ou de molécules.

Depuis la première préparation réussie du graphène par exfoliation mécanique en 2004 à partir de cristaux de graphite, les matériaux bidimensionnels (2D) ont suscité un vif intérêt en raison de leurs propriétés physiques extraordinaires (ultra-faible poids, haut module de Young et haute résistance) et d'excellentes propriétés électriques par rapport aux matériaux en vrac conventionnels. Au cours des dernières années, le graphène, avec le module de Young le plus élevé, est le matériau 2D le plus étudié [14].

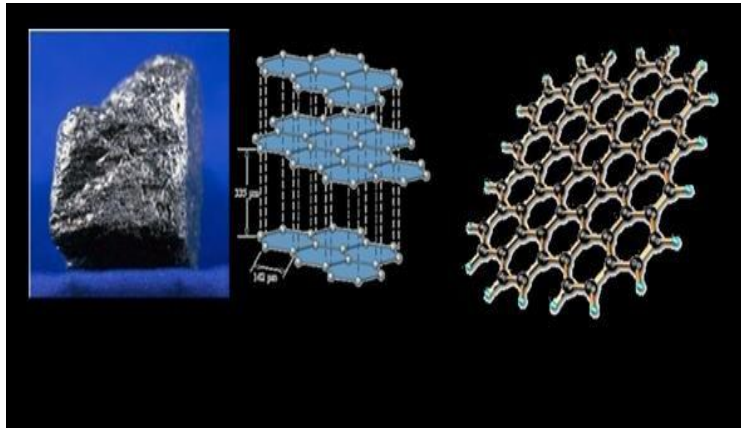


Figure 4 : mono couche de graphène.

Des études ont montré que le graphène chargé dans les matrices polymères peut renforcer considérablement les propriétés mécaniques des composites. Cependant, le graphène vierge n'a pas de bande interdite, ce qui limite ses applications dans certains domaines nécessitant un matériau semi-conducteur. En tant que matériau de substitution potentiel du graphène, les dichalcogénures de métaux de transition (TMDC, par exemple, MoS₂ et WSe₂) et le phosphore noir (BP) avec une bande interdite intrinsèque présentent le potentiel pour des applications en électronique et optoélectronique et ouvrir un nouveau champ pour l'étude des matériaux 2D.

6-2 Propriétés Des matériaux 2D :

Le graphène est le matériau 2D le plus étudié, trois propriétés exceptionnelles l'imposent comme un des plus intéressants sujets d'étude du moment. La première est une structure périodique parfaite. L'ordre cristallin parfait semble dériver des liens interatomiques forts, qui donnent une substance plus résistante que le diamant, tout en étant très flexible. La qualité de ce réseau donne aussi une conductivité électrique remarquable pour le graphène, car ses électrons peuvent circuler sans être ralentis par les défauts de réseau. La deuxième caractéristique exceptionnelle est que les électrons de conduction bougent beaucoup plus vite, comme s'ils avaient une masse beaucoup plus petite que les électrons qui circulent dans des métaux et semi-conducteurs normaux. La troisième propriété est que le graphène est stable aux échelles nanométriques, ouvrant un chemin vers des dispositifs électroniques ultimes. Ce matériau possède aussi le record de conduction thermique : jusqu'à $5\,300\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. De plus, il possède une excellente résistance mécanique ainsi qu'une résistance à la rupture 200 fois supérieure à celle de l'acier et alors qu'il est 6 fois plus léger. Cependant, les effets intéressants

du graphène au niveau électronique n'apparaissent que dans le domaine quantique, c'est-à-dire quand l'épaisseur des couches de graphène est proche du libre parcours moyen de l'électron. En pratique, au-delà d'une dizaine de couches de graphène, les effets électroniques perdent nettement en qualité

7-Technique d'élaboration du graphène :

L'exfoliation avec du ruban adhésif :consistant à arracher couche après couche directement sur un morceau de graphite jusqu'à ce qu'il ne reste plus qu'une couche de graphène sur le substrat. Cette méthode est particulièrement longue et laborieuse [15].

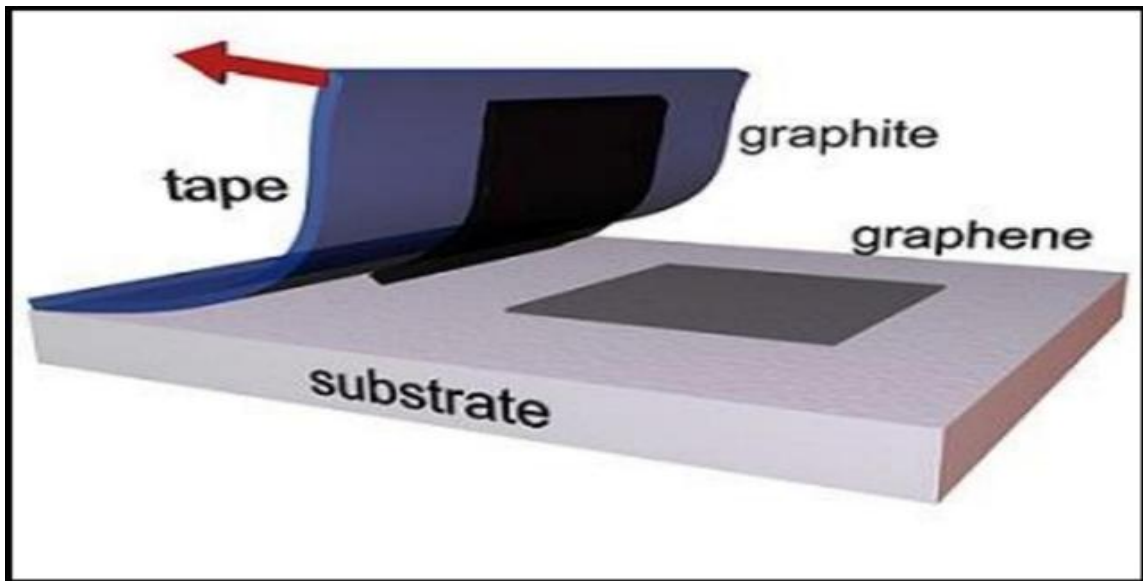


Figure 5 : principe d'exfoliation avec du ruban adhésif.

7-1. L'exfoliation par épitaxie :

Il s'agit du chauffage d'un cristal de carbure de silicium, Afin de libérer les atomes de silicium. Ne restant plus que ceux de carbone, ils se Re combineront en graphène. Mais cette technique est limitée au support de SiC.

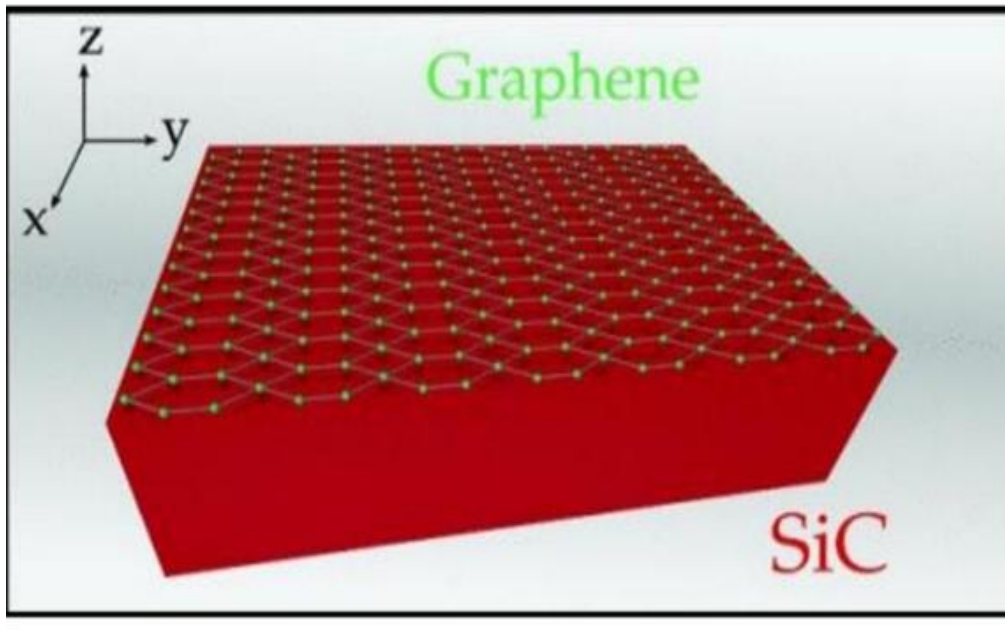


Figure 6 : Graphene épitaxie.

7-2 Par décomposition :

Catalytique à haute température d'un gaz carboné sur un métal tel que du cuivre, nickel ou iridium. Cependant, le graphène risque de s'oxyder et d'avoir un grand nombre d'impureté.

L'exfoliation par ultrason, avec l'utilisation d'un dispersant. Actuellement, cette méthode fait l'objet de nombreux sujets d'étude afin d'évaluer son efficacité. Pour notre expérience, nous utiliserons cette méthode.

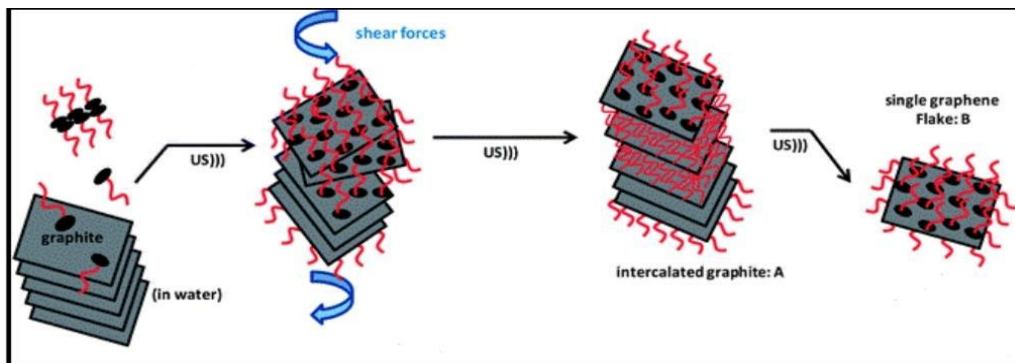


Figure 7 : principe d'exfoliation par ultrason

8- Les matériaux bidimensionnels du future :

Les MXènes sont produits à partir de matériaux ternaires, c'est-à-dire constitués de trois éléments de type carbures ou nitrures. Si leur composition n'est pas nouvelle en soi, les céramiques massives entrant dans cette catégorie, appelées phases MAX, ont la particularité de présenter une structure hexagonale et d'être ductiles. Ces céramiques s'appellent ainsi en raison de leur formulation $M_{n+1}AX_n$ où M est un métal de transition, A un élément de type aluminium ou silicium et X est du carbone ou de l'azote, avec $n=1, 2$ ou 3 .

Les MXènes s'obtiennent généralement par exfoliation, c'est à dire en dissolvant la phase A dans de l'acide fluorhydrique. Ce procédé permet ainsi de passer d'un matériau massif à des nanofeuilles quasi bidimensionnelles. L'exemple le plus célèbre de MXene est Ti_3C_2 , le premier nanocristal élaboré à l'université Drexel à partir de la MAX phase Ti_3AlC_2 [16]

9- Transition metal dichalcogenides:

Les dichalcogénures de métaux de transition (TMDC) sont une nouvelle famille de nanofeuillets 2D généralement sous la forme de MX_2 où M est le métal de transition et X est le chalcogène

Les monocouches de dichalcogénure de métal de transition (TMD ou TMDC) sont des semi- conducteurs atomiquement minces du type MX_2 , avec M un atome de métal de transition (Mo , W , etc.) et X un atome de chalcogène (S , Se ou Te). Une couche d'atomes M est prise en sandwich entre deux couches d'atomes X. Ils font partie de la grande famille des matériaux dits 2D, nommés ainsi pour souligner leur extraordinaire finesse. Par exemple, un MoS_2 monocouche n'a que $6,5 \text{ \AA}$ d'épaisseur. La principale caractéristique de ces matériaux est l'interaction de gros atomes dans la structure 2D par rapport aux dichalcogénures de métaux de transition de première rangée, par exemple, WTe_2 présente une magnétorésistance géante anormale et une supraconductivité.

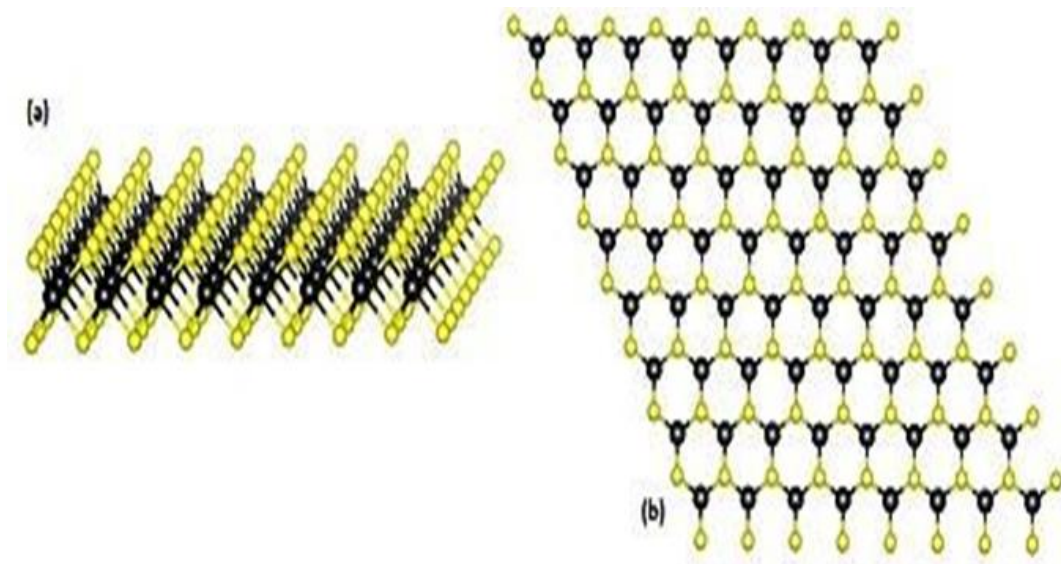


Figure 8 : Structure d'une monocouche hexagonale TMD

La découverte du graphène montre comment de nouvelles propriétés physiques émergent lorsqu'un cristal massif de dimensions macroscopiques est aminci en une seule couche atomique. Comme le graphite, les cristaux massifs de TMD sont formés de monocouches liées les unes aux autres par l'attraction de van-der-Waals. Les monocouches de TMD ont des propriétés nettement différentes de celles du graphène semi-métallique :

Les monocouches TMD MoS_2 , WS_2 , MoSe_2 , WSe_2 , MoTe_2 ont une bande interdite directe et peuvent être utilisées en électronique comme transistors et en optique comme émetteurs et détecteurs.

La structure cristalline monocouche TMD n'a pas de centre d'inversion, ce qui permet d'accéder à un nouveau degré de liberté des porteurs de charge, à savoir l'indice k-valley, et d'ouvrir un nouveau domaine de la physique : la valleytronique

Le fort couplage spin-orbite dans les monocouches TMD conduit à une séparation spin-orbite [10] de centaines de meV dans la bande de valence et de quelques meV dans la bande de conduction, ce qui permet de contrôler le spin de l'électron en ajustant l'énergie des photons du laser d'excitation et latéralité. La nature 2D et le couplage spin-orbite élevé dans les couches TMD peuvent être utilisés comme matériaux prometteurs pour les applications sp

Le travail sur les monocouches TMD est un domaine de recherche et développement émergent depuis la découverte de la bande interdite directe et les applications potentielles en électronique et en physique des vallées. Les TMD sont souvent combinés avec d'autres matériaux 2D comme le graphène et le nitrure de bore hexagonal pour créer des hétérostructures de van der Waals . Ces hétérostructures doivent être optimisées pour être éventuellement utilisées comme blocs de construction pour de nombreux dispositifs différents tels que les transistors, les cellules solaires , les LED , les photodétecteurs , les piles à combustible , etc. dispositifs photocatalytiques et de détection. Certains de ces appareils sont déjà utilisés dans la vie quotidienne et peuvent devenir plus petits, moins chers et plus efficaces en utilisant des monocouches TMD. [17]

10- bismuthène biosphène et phosphène

10-1Bismuthène :

Le bismuth est actuellement l'élément le plus lourd utilisé dans la création d'un matériau 2D. Le bismuthène est une seule couche atomiquement mince d'atomes de bismuth disposés dans un réseau hexagonal. Comme de nombreux matériaux 2D, la bismuthine a été cultivée sur d'autres substrats. Dans le cas de la bismuthine, elle est développée sur des substrats en carbure de silicium. Les substrats en carbure de silicium ont montré la plus grande promesse de croissance car la structure des molécules de carbure de silicium dirige la croissance dans la structure hexagonale régulière vue par de nombreux matériaux 2D. Cependant, contrairement au graphène, le processus de dépôt lie les atomes de bismuth à la feuille de carbure de silicium, donnant lieu à certaines propriétés électroniques bénéfiques.

Contrairement au graphène et à d'autres matériaux 2D, la bismuthine est un isolant topologique à température ambiante, pas un conducteur. Cependant, lorsque le graphène est appliqué en couche sur des substrats, il peut également agir de manière isolante similaire. Le bismuthène est un nouveau matériau car la plupart des isolants topologiques fonctionnent à des températures bien inférieures au point de congélation. En tant que tel, le bismuthène est considéré comme ayant une stabilité élevée par rapport à de nombreux autres matériaux 2D.

En fonction de la taille et de l'empilement des feuilles, les propriétés électroniques peuvent varier entre les semi-conducteurs à bande interdite étroite et les états semi-métalliques et métalliques. Une séparation de spin de type Rashba des états de surface se produit également dans le bismuthène en raison d'un fort couplage spin-orbite. Le couplage spin-orbite dans le bismuthène est également responsable de la détermination des constantes de réseau, des fréquences de phonons, des bandes interdites et de la cohésion au sein de la feuille.

Le bismuthène est considéré comme un semi-conducteur non magnétique à bande étroite. C'est pour plusieurs raisons. Premièrement, les atomes de bismuth individuels sont stables à la fois aux vibrations à grande longueur d'onde et aux excitations thermiques à haute température, et deuxièmement, le réseau dimensionnel 2D d'atomes de bismuth correspond aux minima locaux de la surface de Born-Oppenheimer (énergie potentielle) [18].

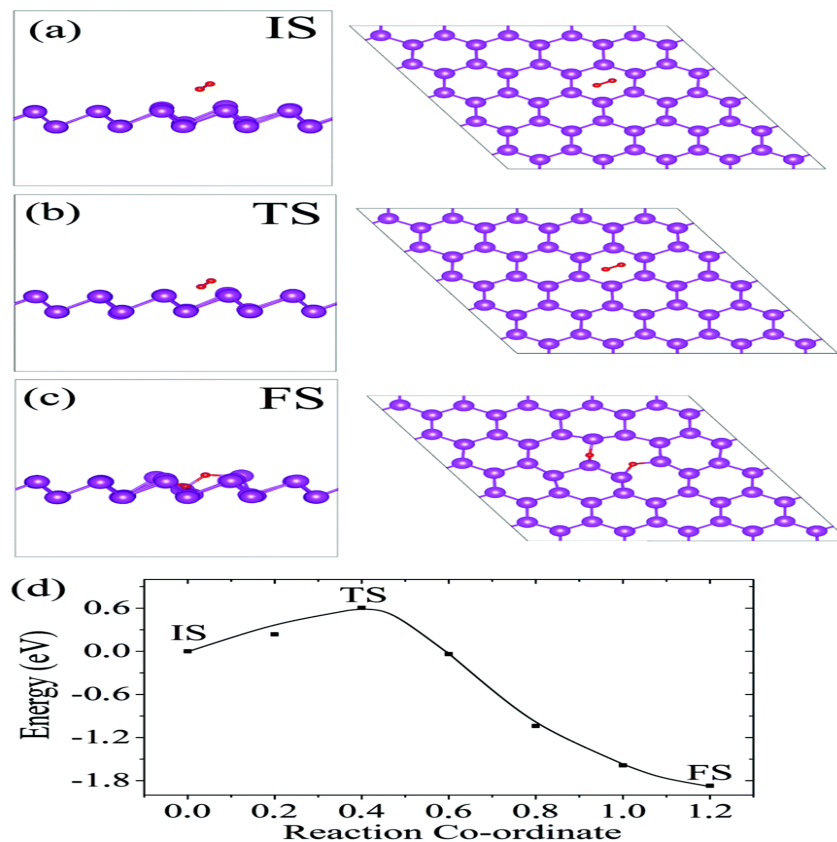


Figure 8 : stabilité environnemental du bismuthene.

L'état électronique du bismuthène est très différent de son cristal 3D massif. Le bismuthène n'est qu'un semi-conducteur à bande étroite car le réseau 2D est comprimé, ce qui entraîne un confinement des électrons dans la feuille. En comparaison, son allotrope massif 3D est un semi-métal.

Il existe de nombreuses façons de modifier les propriétés du bismuthène, ce qui en fait un matériau polyvalent. Lorsque les couches de bismuthène sont empilées les unes sur les autres, c'est-à-dire pour créer des bicouches, la bande interdite du bismuthène est diminuée. On pense que l'empilement de plus de deux couches au-dessus de chacune fermerait complètement la bande interdite, modifiant les propriétés topologiques de la feuille. Ces propriétés topologiques et électroniques peuvent également être ajustées par déformation et alliage de substitution isoélectronique.

La structure électronique, la structure magnétique, les propriétés optiques et la phase topologique peuvent également être modifiées en introduisant des défauts ponctuels (ie lacunes atomiques, substitution atomique ou atomes interstitiels). Même après modification atomique, les feuilles de bismuthène restent stables à haute température. Le degré de modification des propriétés dans cette approche dépend à la fois des énergies des états localisés et de la force de couplage entre les défauts ponctuels.

Jusqu'à présent, les propriétés du bismuthène (en particulier la capacité de fonctionner à température ambiante et au-dessus) se prêtent à de nombreuses applications électroniques, notamment dans les dispositifs spintroniques, l'informatique et les transmissions de données, les matériaux isolants à spin quantique et les absorbeurs saturables.

10-2 Borophene :

Le borophène, une monocouche de bore, est devenu un nouveau matériau bidimensionnel (2D) passionnant doté de propriétés extraordinaires, notamment un comportement métallique anisotrope et des propriétés mécaniques et optiques flexibles (dépendant de l'orientation). Cette revue résume les progrès actuels dans la synthèse de borophène sur divers substrats métalliques, notamment Ag(110), Ag(100), Au(111), Ir(111), Al(111) et Cu(111), ainsi comme hétérostructuration du borophène. En outre, il traite des propriétés mécaniques, thermiques,

magnétiques, électroniques, optiques et supraconductrices du borophène et des effets du dopage élémentaire, des défauts et des contraintes mécaniques appliquées sur ces propriétés. En outre, les applications potentielles prometteuses du borophène pour la détection de gaz, le stockage et la conversion d'énergie, les applications de capture et de stockage de gaz, et le réglage possible des performances du matériau dans ces applications par le dopage, la formation de défauts et les hétérostructures sont illustrés sur la base des études théoriques disponibles. Enfin, les défis de recherche et d'application et les perspectives de l'ensemble du domaine du borophène sont donnés.

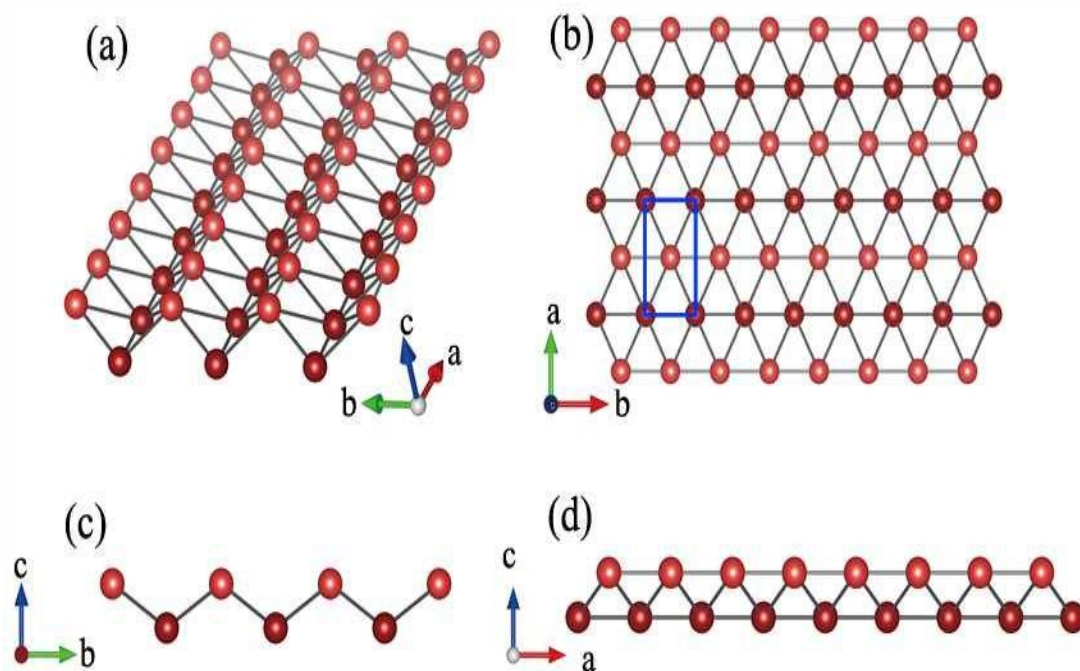


Figure 9 : structure cristalline du Brophene.

10-3 Phosphorene:

Le phosphorène est un matériau bidimensionnel constitué de phosphore . Il se compose d'une seule couche de phosphore noir stratifié artificiellement , l' allotrope le plus stable du phosphore . La désignation phosphorène a été introduite par analogie avec la désignation du graphène en une seule couche de graphite . Parmi les matériaux bidimensionnels , le phosphorène est apparu comme un concurrent sérieux du graphène car, contrairement au graphène, le phosphorène a une bande interdite fondamentale non nulle qui peut en outre être modulée par la contrainte et le nombre de couches dans un empilement. Le phosphorène a été isolé pour la première fois en 2014 par exfoliation mécanique.

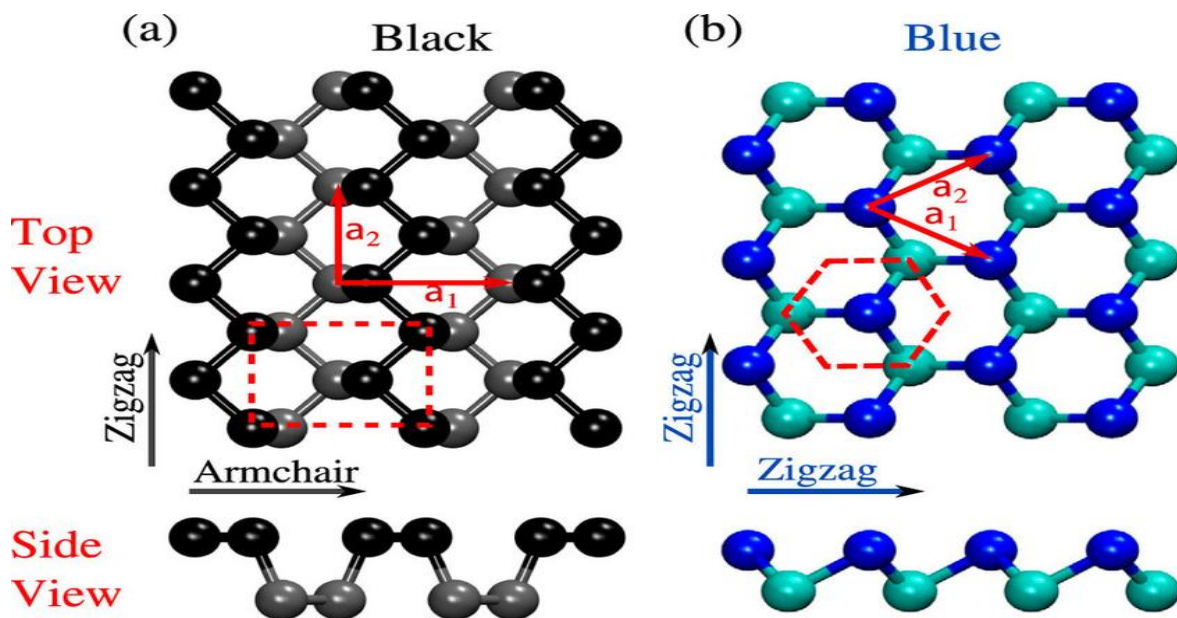


Figure 10 : structure cristalline du phosphorene

Les matériaux phosphorène 2D sont composés de couches individuelles maintenues ensemble par les forces de van der Waals au lieu des liaisons covalentes ou ioniques que l'on trouve dans la plupart des matériaux. Il y a cinq électrons sur les orbitales 3p de l'atome de phosphore, donnant ainsi lieu à l'hybridation sp^3 de l'atome de phosphore dans la structure du phosphorène. Le phosphorène monocouche présente la structure d'une pyramide quadrangulaire car trois électrons de l'atome P se lient avec trois autres atomes P de manière covalente à $2,18 \text{ \AA}$, laissant une paire isolée. [16] Deux des atomes de phosphore sont dans le plan de la couche à 99° l'un de l'autre, et le troisième phosphore est entre les couches à 103° , donnant un angle moyen de 102° . Selon les calculs de la théorie fonctionnelle de la densité (DFT), le phosphorène se forme dans une structure en treillis en nid d'abeille avec une non-planarité notable sous la forme de crêtes structurales. Il est prédit que la structure cristalline du phosphore noir peut être discriminée sous haute pression. Cela est principalement dû à la compressibilité anisotrope du phosphore noir en raison des structures cristallines asymétriques. Par la suite, la liaison de van der Waals peut être fortement comprimée dans la direction z . Cependant, il existe une grande variation de compressibilité sur le plan xy orthogonal. Il est rapporté que le contrôle de la vitesse centrifuge de production peut aider à réguler l'épaisseur d'un matériau. Par exemple, une centrifugation à $18\,000 \text{ tr/min}$ pendant la synthèse a produit du phosphorène d'un diamètre moyen de 210 nm et d'une épaisseur de $2,8 \pm 1,5 \text{ nm}$ (2 à 7 couches).

Chapitre 2 :

-Tribologie lubrification et additifs solide

Tribologie lubrification et additifs solide :

1-Définition : La tribologie est la science qui étudie les phénomènes susceptibles de se produire entre des systèmes en contact, immobiles ou en mouvements relatifs. Elle regroupe ainsi la lubrification, le frottement et l'usure des éléments. La tribologie intervient dans des domaines très variés, allant du comportement des articulations, à l'adhérence des pneumatiques sur la route, en passant par la tenue du fœtus dans le placenta. La tribologie a été subdivisée en deux grands domaines : les contacts lubrifiés par des fluides et les contacts dits secs pour lesquels le lubrifiant est soit un lubrifiant solide, soit un revêtement ou un traitement de surface. L'étude des contacts en frottement sec est plus complexe et reste difficile à modéliser. Chaque contact tribologique constitue un cas d'étude particulier qui est lié à sa conception, aux choix des matériaux et à l'environnement du contact [19].

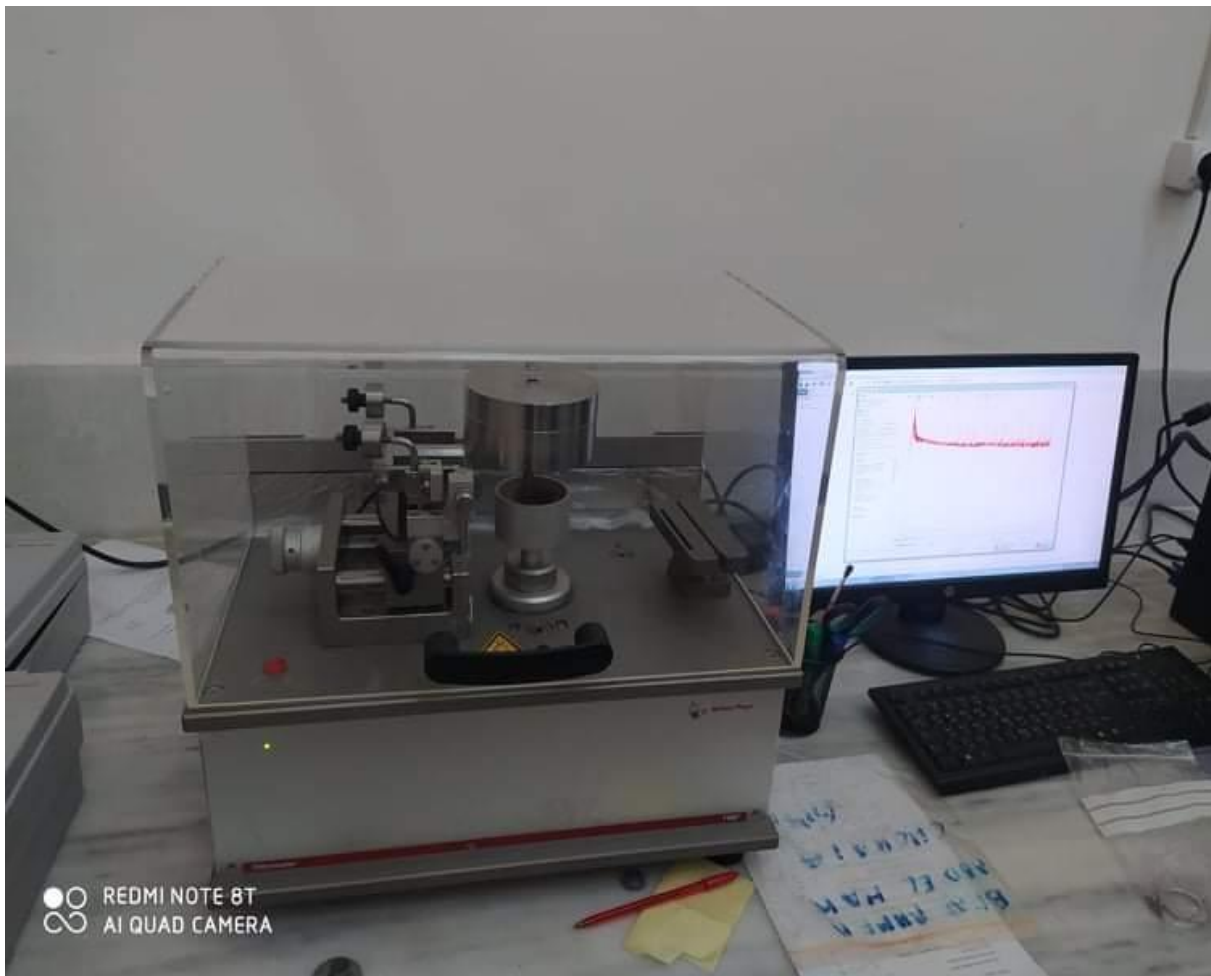


Figure 2-1 : tribomètre pion sur disque.

2 - Lubrification :

La lubrification ou le graissage est un ensemble de techniques permettant de réduire le frottement, l'usure entre deux éléments en contact et en mouvement l'un par rapport à l'autre. Elle permet souvent d'évacuer une partie de l'énergie thermique engendrée par ce frottement, ainsi que d'éviter la corrosion... Dans ces situations, les écoulements fluides sont parallèles aux surfaces, ce qui simplifie leur description et leur calcul (théorie de la lubrification).

On parle de lubrification dans le cas où le lubrifiant (mécanique) est liquide et de graissage dans le cas où il est compact.

En mécanique, on lubrifie généralement les pièces de métal ou de céramique avec un corps gras, comme de l'huile ou de la graisse. Les lubrifiants sont des produits liquides, pâteux ou solides d'origine minérale (hydrocarbures pour l'essentiel), animale, végétale ou synthétique.

En biologie, la lubrification intervient sous la forme de production, par les muqueuses concernées, d'un mucus à base d'eau. Elle intervient également dans le fonctionnement des articulations qui comptent parmi les meilleurs mécanismes « glissants » que l'on connaisse (Lubrifiant anatomique). Dans les rapports sexuels, la lubrification se pratique naturellement ou avec la salive, l'emploi de gels lubrifiants.[19]

3 - Type de lubrification :

La tribologie traite de la description scientifique du frottement, de l'usure et de la lubrification ainsi que du développement de technologies d'optimisation des processus de frottement.

On distingue les effets « tribomécaniques » et « tribochimiques ». -On distingue différents types de lubrification [20] :

3-1 Huile :

Les huiles dissipent bien la chaleur du point de lubrification. En outre, elles ont une excellente capacité de fluage et de mouillage. La lubrification à l'huile est donc souvent utilisée à des températures élevées ou à des vitesses élevées.

3-2 Graisse :

Les graisses sont constituées d'une huile de base qui est liée par un épaississant (savon). Cela garantit que le lubrifiant reste au point de lubrification. Il y assure une protection durablement efficace contre les frottements et l'usure et assure l'étanchéité du point de lubrification contre les influences extérieures telles que l'humidité et les corps étrangers.

3-3 Pâtes :

La structure des pâtes correspond en principe à celle des graisses. Cependant, la teneur en lubrifiants solides est nettement plus élevée. Ceci garantit un effet sûr de lubrification, de séparation et de protection contre la corrosion, même en cas d'utilisation dans des conditions extrêmes de température et de pression et avec des fluides agressifs.

4- Lubrifiant sec (additifs solide) :

Les lubrifiants secs peuvent être classés en lubrifiants solides en poudre, en films de glissement cireux et en vernis de glissement contenant des matières solides -kaolinite dans l'huile (wear lubrification).

Au cours des dernières années, les nanocomposites ont suscité beaucoup d'intérêt pour la recherche en raison d'améliorations notables dans les propriétés composites à des fractions de très faible volume. En mettant l'accent sur la zone de miniaturisation, des facteurs tels que la surface des matériaux caractéristiques sont particulièrement importantes, car ils sont très faible adhérence et les forces de frottement doivent être atteints l'introduction des nanoparticules dans les lubrifiants est une tâche complexe en raison de la taille, la forme, la concentration et bien sûr les matériaux eux-mêmes sont tous des facteurs importants pour influencer la performance de lubrification d'un système spécifique . Les paramètres importants dans les lubrifiants sont la concentration de nanoparticules, étant donné que le diamètre de la cicatrice d'usure et le coefficient de frottement dépendent de la concentration des additifs. La chaleur est produite par frottement, de sorte que les lubrifiants

Chapitre 3 :

Partie expérimentale

1- Matériaux utilisés :

Pour nos essais on a utilisé l'acier 100Cr6 l'acier 100Cr6 est un acier utilisé dans plus de 90% des paliers à roulement, grâce à ses propriétés :

Haute résistance à l'usure adhésive, grâce aussi à la lubrification ; résistance à l'usure par abrasion, date à partir des faibles inclusions non métalliques et l'uniformité dans la distribution du disque carbures, qui broient les inclusions ; une bonne résistance à la fatigue par l'homogénéité de structure : l'acier est durci à cœur à cause de la présence de chrome.



Figure 3-1 : barre cylindrique de l'acier 100cr6.

2-Produit chimique : Pour réaliser notre travail qui consiste à modifier la structure cristalline du kaolin pour obtenir de meilleures propriétés autant que additifs de lubrification on a utilisé plusieurs produits chimiques.

2-1 Méthanol :

Le méthanol (ou alcool méthylique, carbinol, alcool de bois, naphte de bois ou esprit de bois) est un composé organique de formule : CH_3OH (souvent abrégé en MeOH). C'est le plus

simple des alcools. Il se présente sous la forme d'un liquide léger, volatil, incolore, inflammable, toxique ayant une odeur caractéristique, plus douce et sucrée que celle de l'éthanol (alcool éthylique).



Figure 3-2 : méthanol (pureté 98% ; Honeywell).

2-2 Ethanol :

L'éthanol, ou alcool éthylique ou plus simplement alcool, est un alcool de formule semi-développée $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$. C'est un liquide incolore, volatil, inflammable et miscible à l'eau en toutes proportions. C'est un psychotrope, et l'une des plus anciennes drogues récréatives, sous la forme de boisson alcoolisée



Figure 3-3 : Ethanol

2-3 CTAB :

Le bromure de cetyltriméthylammonium, ou CTAB , est un composé organique de formule chimique $[(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3]\text{Br}$. Il se présente sous la forme d'une poudre blanche utilisée comme tensioactif.

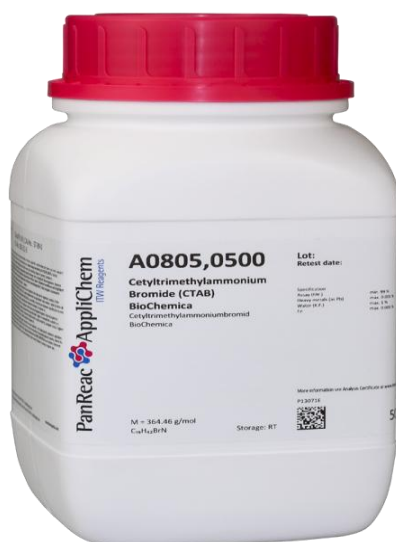


Figure 3-4 : bromure de cetyltriméthylammonium (CTAB).

2-4 DMSO :

Le diméthylsulfoxyde noté aussi DMSO est un solvant polaire organosulfuré, aprotique, de formule C_2H_6OS . Il se présente comme un liquide incolore, qui dissout à la fois des composés polaires et non-polaires, et qui est miscible dans une large gamme de solvants organiques, ainsi que dans l'eau.

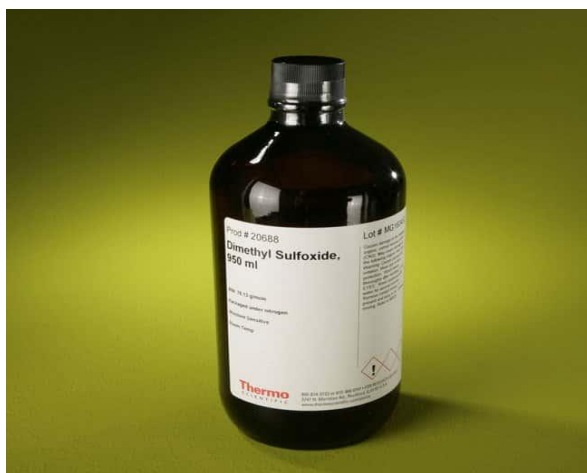


Figure 3-5 : DMSO

2-5 Acide urique :

L'acide urique est un composé chimique de formule brute $C_5H_4O_3N_4$. C'est une molécule quasiment insoluble dans l'eau résultant de la dégradation et de l'excrétion des purines (principalement la guanine et l'adénine) chez l'être humain et les primates supérieurs, qui ne possèdent plus l'enzyme (uricase) conduisant à l'allantoïne présente chez la plupart des autres mammifères.

2-6 KNO3 :

Le nitrate de potassium est un corps chimique, ionique, anhydre, composé d'anions nitrates et de cations potassium, de formule brute KNO_3 . Ce composé minéral salin de densité entre 2,1 et 2,2 suivant sa pureté, soluble dans l'eau, est le nitre des minéralogistes, caractéristiques des zones désertiques, ou le salpêtre, bien connu probablement avant le Moyen Âge, des anciens chimistes ou collecteurs-fabricants de poudre noire. Il était aussi nommé dans l'ancienne nomenclature chimique française « nitrate de potasse », voire nitre de potasse.



Figure 3-6 : Nitrate de potassium.

3- Partie expérimentale :

Pour faire nos essais tribologiques on a utilisé l'acier 100Cr6 récupéré de chez sarl moussaoui qui a été découpé au laser , puis on est passé au polissage pour avoir une surface lisse et finie a l'aide de papier de polissage p80 et p280 et p400 et p600 et p1200 et p4000



Figure 3-7 : polissage

Après cela, on a commencé notre travail.

3-1 Préparation kaolin purifier :

Pour commencer on a fait la purification du kaolin .

On a pris 100 g de kaolin mélanger à 1000 ml de hcl de concentration 5 mol pris du laboratoire.



Figure 3-8 : balance analytique utilisée.

Puis, on a mis le mélange dans l'agitateur à une température de 80 ° pendant 8h.

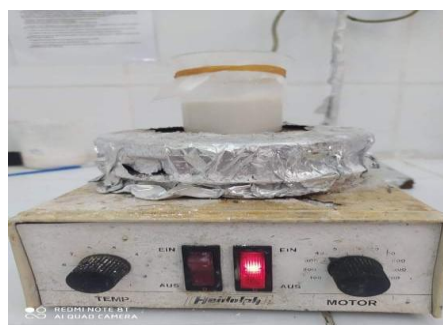


Figure 3-9 : agitateur magnétique utilisée

Après cette opération on a rajouter 100 ml d'eau distillée pour passer au lavage à l'aide du papier filtre



Figure 3-10 : filtration du mélange kaolin par le chlorure d'hydrogène (HCl).

On continue le lavage avec l'eau distillée jusqu'à obtention de $\text{pH}=7$ L'opération a duré 3h .

Puis on est passer au séchage , on a mis notre kaolin traité au four 5 h a une température de 100° . Finalement en a récupéré notre poudre de kaolin purifier

3-2 1^{ère} Méthode :

On un pris un mélange de 50g de kaolin purifié avec 100 ml de dmso , le melange a été soumis à un traitement mécanique

(Broyage), on pris une boîte de prélèvement de 50 ml et récupérer des bille de roulement de diamètre 8 et 10 mm Puis on a fait le broyage manuellement pendant 10h

On récupère la poudre qui a été mise dans des boîtes de prélèvement pour les mettre au four à 120° pendant 2h.



Figure 3-11 : étuve marque memmert.

Puis la poudre récupérée a été filtrée et lavée avec l'éthanol pendant 5 séries pour éliminer l'excès de molécules de DMSO (Diméthyl sulfoxyde).



Figure 3-12 : lavage à l'éthanol (5 rinçage).

Ensuite, les échantillons ont été séchés sous vide à 50° pendant 48 heures pour obtenir une poudre de kaolin K1M10I2.

3-3 Méthode 2 :

On a pris 25g de kaolin purifié avec une solution de 50 ml DMSO (20% eau distillée + 80% DMSO) sous agitation pendant 24h pour obtenir un matériau hybride, ensuite une filtration a été faite pour séparer le kaolin et le DMSO qui a été ensuite lavé avec du méthanol pendant 5 reprises de environ 20 mn puis on est passé au séchage pendant 5 h.

Grâce à ce procédé on a obtenu de la méthoxykaolinite.

On récupère 12g de méthoxykaolinite on la mélange à 100 ml de CTAB de concentration 0.1 mol et on l'agite pendant 12h dans le bain ultrasonique.



Figure 3-13 : bain ultrasonique utilisée.

En plus de 3 h avec le probe sonicator (homogénéisateur de solution).



Figure 3-13 : Probe ultrasonique.

Après cela on a fait une filtration de la solution a l aide de papier filtre avec de l eau distillée et du méthanol.

3-4 Méthode 3 :

On a pris 25 g de kaolin purifier melanger a 12,5g d acide urique Le melange a été soumis a une température de 95° Puis on a fait 3 série de lavage a filtration avec de l'eau distillée

Pour récupérer la poudre on fait un sechage a 60° pendant 24h

3-5 Méthode 4 :

On a pris 25g de kaolin purifier melanger a 480mol kno3 de concentration de 2mol mis dans l agitateur pendant 48 h a une température de 90°

On est passer au filtrage a l'eau distillée puis on a laisser secher 1h a une température de 120°

4- Tribomètre :

Un tribomètre est un appareil utilisé pour mesurer en particulier le coefficient de frottement entre deux surfaces en contact, μ , et la durée de vie des lubrifiants, en simulant différentes conditions tribologiques.

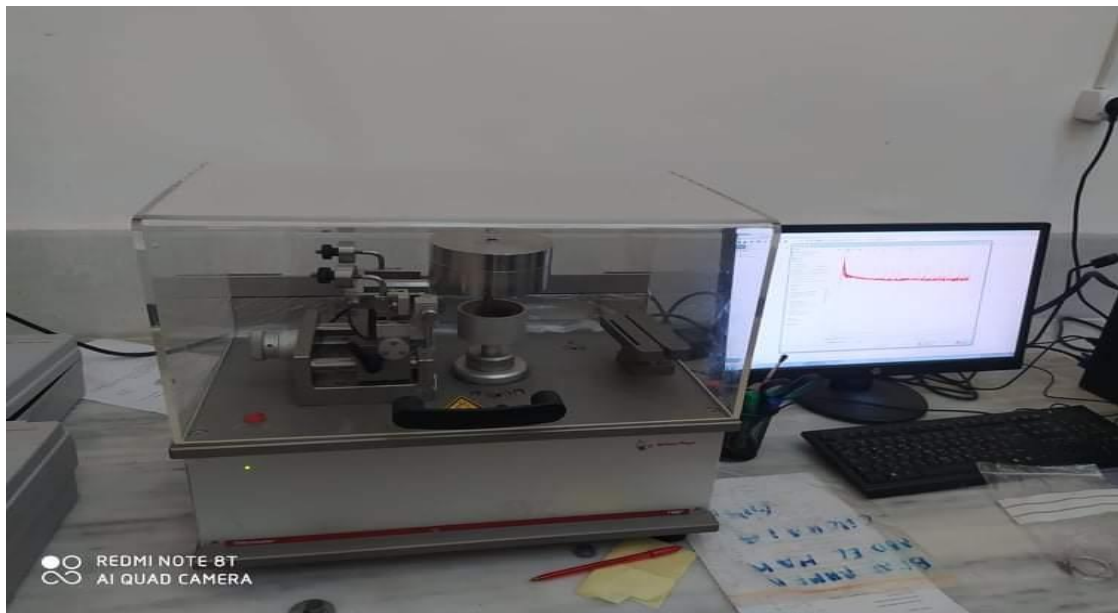


Figure 3-14 : tribomètre pion sur disque de marque Nabertherm.

5- Microscope optique :

Le microscope optique ou microscope photonique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (ce qui caractérise sa puissance optique) et de séparer les détails de cette image (et son pouvoir de résolution) afin qu'il soit observable par l'œil humain. Il est utilisé en biologie pour observer les cellules, les tissus, en pétrographie pour reconnaître les roches, en métallurgie et en métallographie pour examiner la structure d'un métal ou d'un alliage.



Figure 3-15 Microscope optique

6- Profilomètre :

Un profilomètre est un instrument utilisé pour mesurer le relief d'une surface, notamment dans le but d'en évaluer la rugosité ou la micro-géométrie. Les profilomètres sont à leur origine dotés d'une pointe très fine en diamant qui lit l'altitude lorsqu'on la déplace le long de la surface.

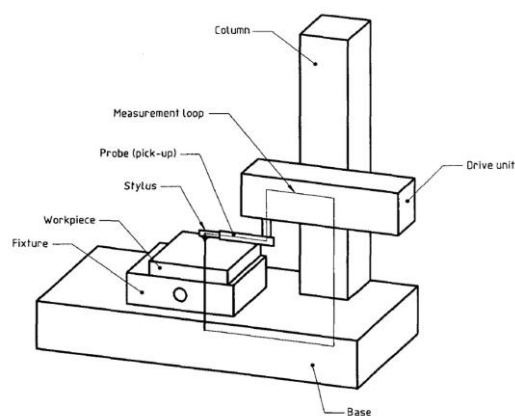


Figure 3-16 : profilomètre contact aiguille bidimensionnel.

Chapitre 4 :

Résultats et interprétation

Résultats et interprétation :

Ce quatrième et dernier chapitre va adresser les résultats tribologiques obtenus. La charge normale utilisé pour tous les tests a été fixé à 50N avec une vitesse de rotation de 150 rotations par minute. La figure suivante montre la variation du coefficient de frottement par rapport à la distance parcouru du tes tribologique :

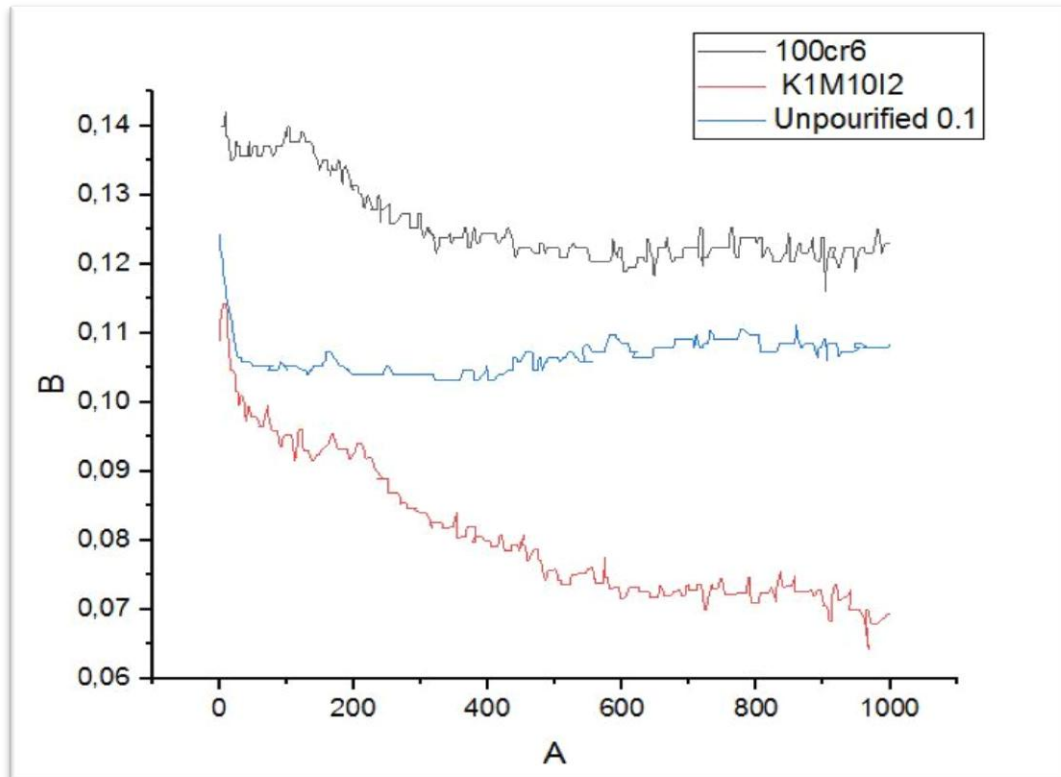


Figure 4.1 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.1% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.1% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.1% massique du kaolin bidimensionnel.

Les résultats montre que l'utilisation au kaolin à son état naturel (brute) a améliorer les propriétés lubrifiante de l'huile de paraffine, ainsi le meilleur résultat obtenue dans ce mémoire consiste en l'utilisation de 0.1 pourcent massique du kaolin traité par exfoliation thermochimique et mécanique. L'utilisation de ce traitement a considérablement améliorer les propriétés lubrifiante de l'huile utilisé.

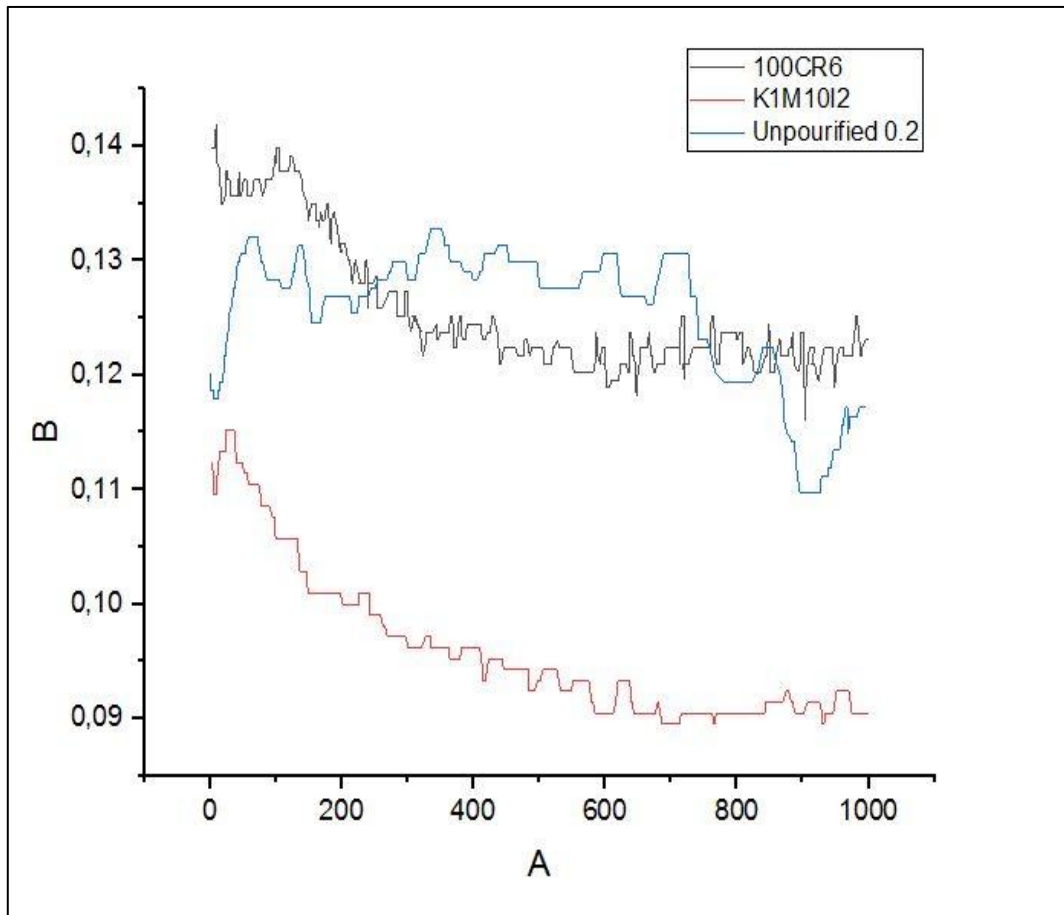


Figure 4.2 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.2% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.2% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.2% massique du kaolin bidimensionnel.

L'utilisation de 0.2 pourcent massique de l'additif a montré que le kaolin brute détériore les propriétés lubrifiante et joue un rôle abrasif, dans ce cas ce lubrifiant solide n'est d'aucune utilité. Cependant, l'utilisation de la kaolinite bidimensionnel a amélioré les propriétés lubrifiante du contact tribologique.

Les figures suivantes montrent bien l'effet de l'ajout du lubrifiant solide dans l'huile de paraffine. Le traitement utilisé a amélioré considérablement le frottement en minimisant les forces de frottement exercées sur les deux surfaces en contact. La morphologie bidimensionnelle joue un rôle glissant par un effet de feuillets qui minimise l'aire de contact entre la bille de l'acier et le disque.

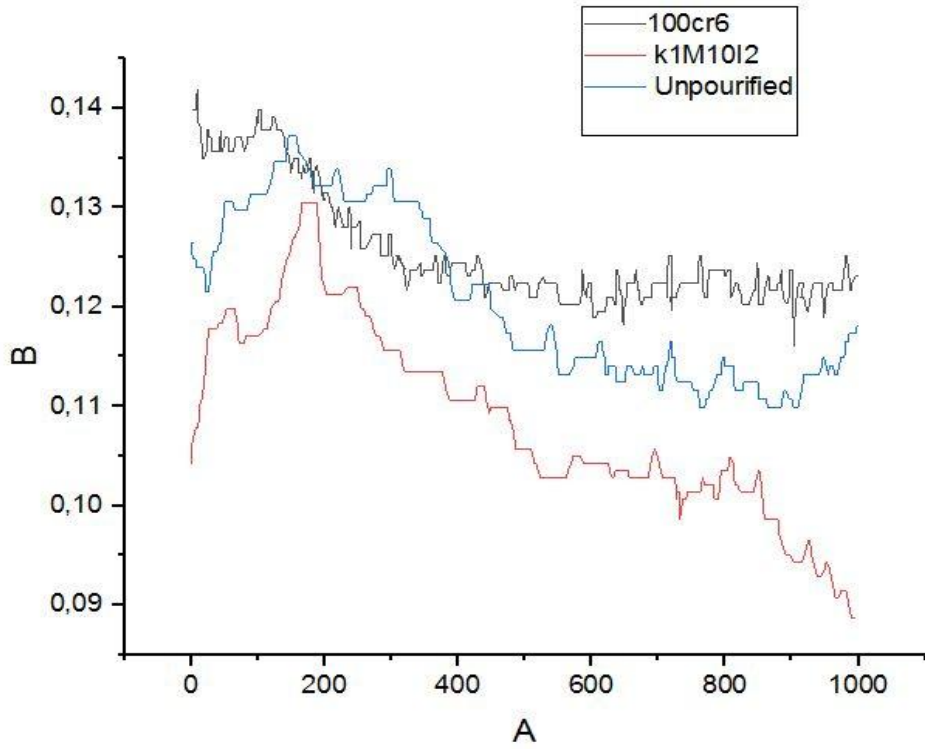


Figure 4.3 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.5% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.5% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.5% massique du kaolin bidimensionnel.

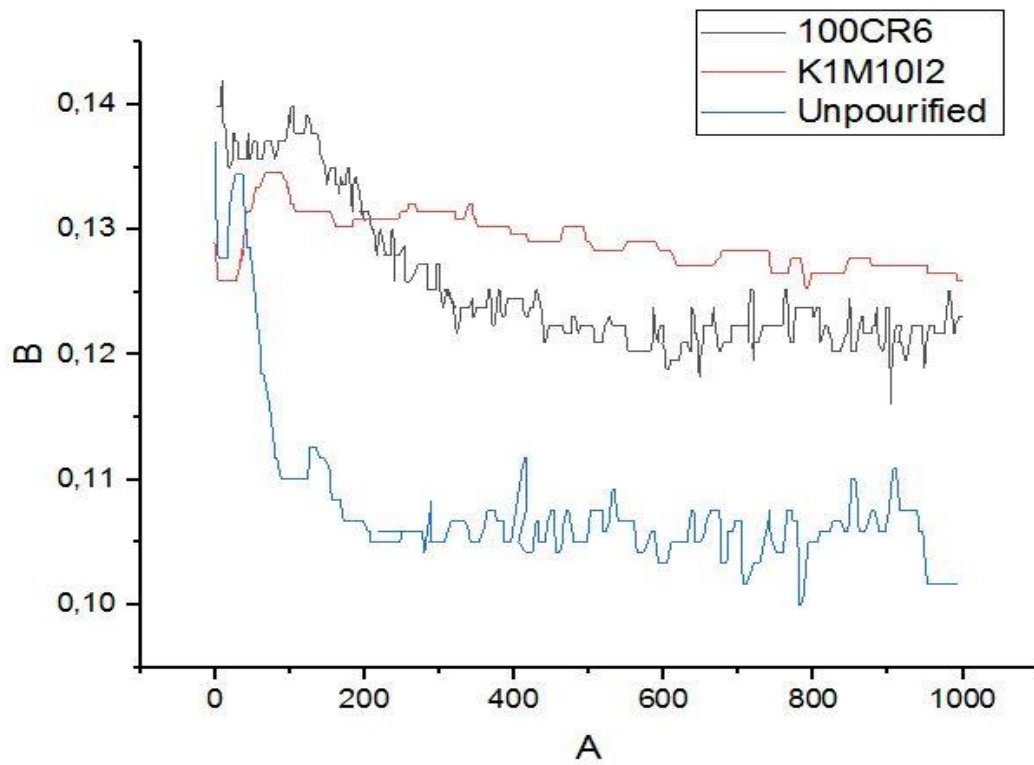


Figure 4.4 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 0.7% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 0.7% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 0.7% massique du kaolin bidimensionnel.

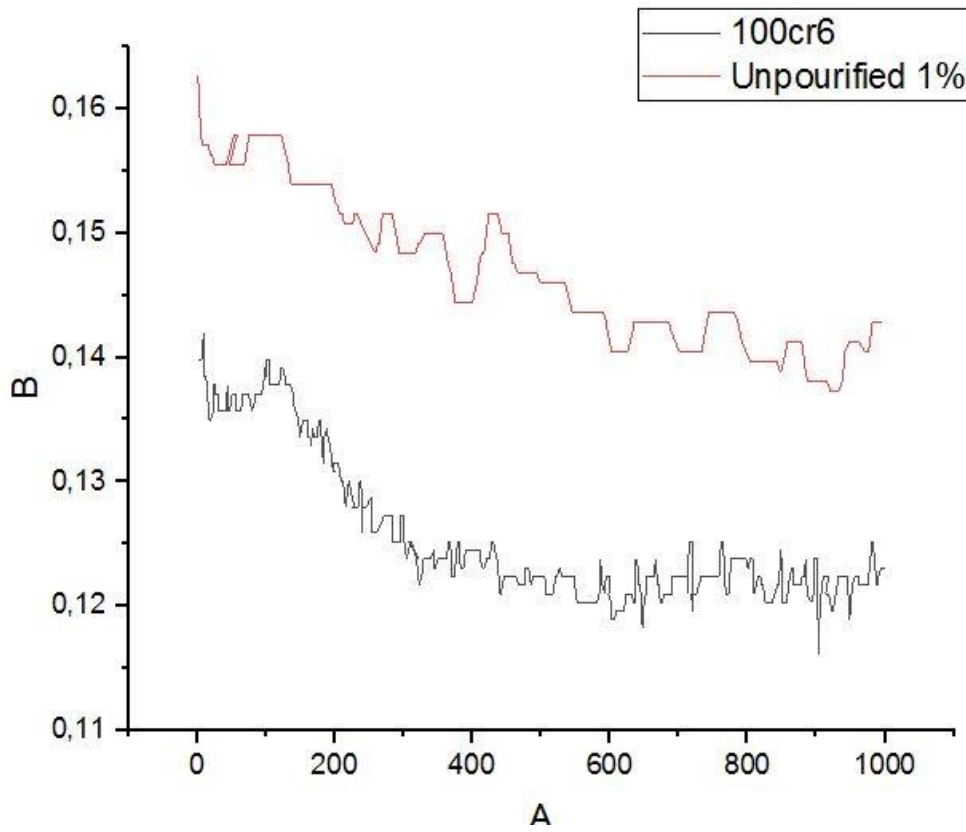


Figure 4.5 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 1% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en noir), 1% massique du kaolin non traitée (en bleu), et 1% massique du kaolin bidimensionnel.

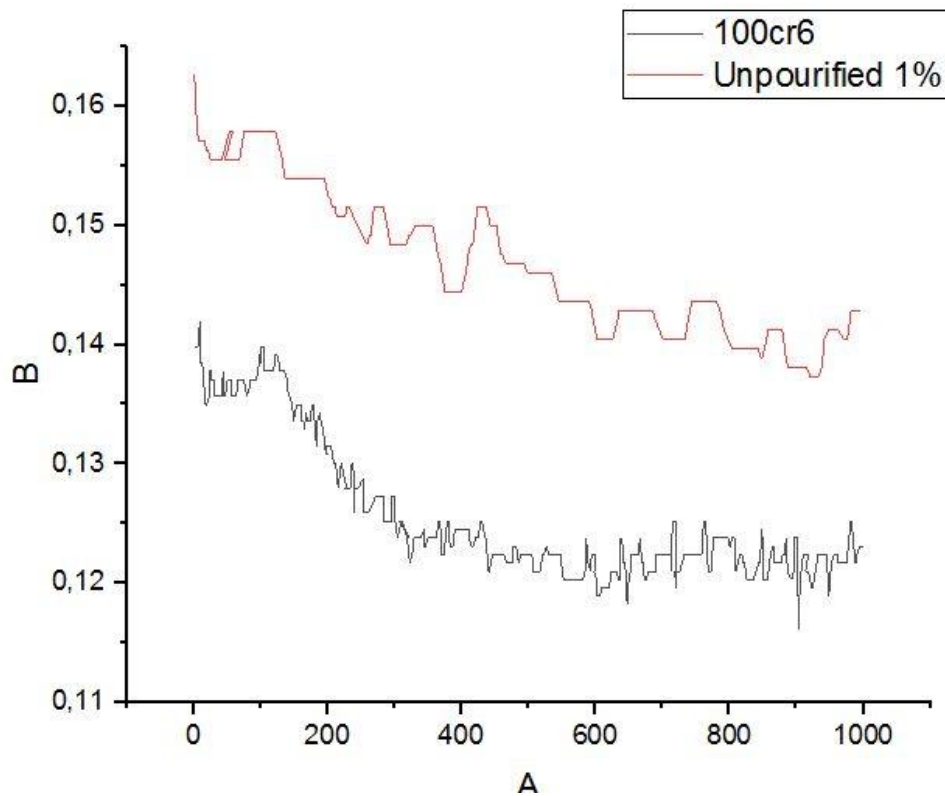


Figure 4.6 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 5% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en rouge), 5% massique du kaolin non traitée (en noir).

Le dernier graphe sur la figure 4.7 montre clairement l'effet de l'ajout excessif du kaolin brute. Afin de montrer l'effet abrasif de ce matériau lorsqu'il est inadéquatement utilisé. Ainsi, il devient claire que le traitement thermochimique accompagné d'une exfoliation mécanique a procurer a ce matériau des propriétés lubrifiante exceptionnels et a modifier les propriétés originale du kaolin naturel.

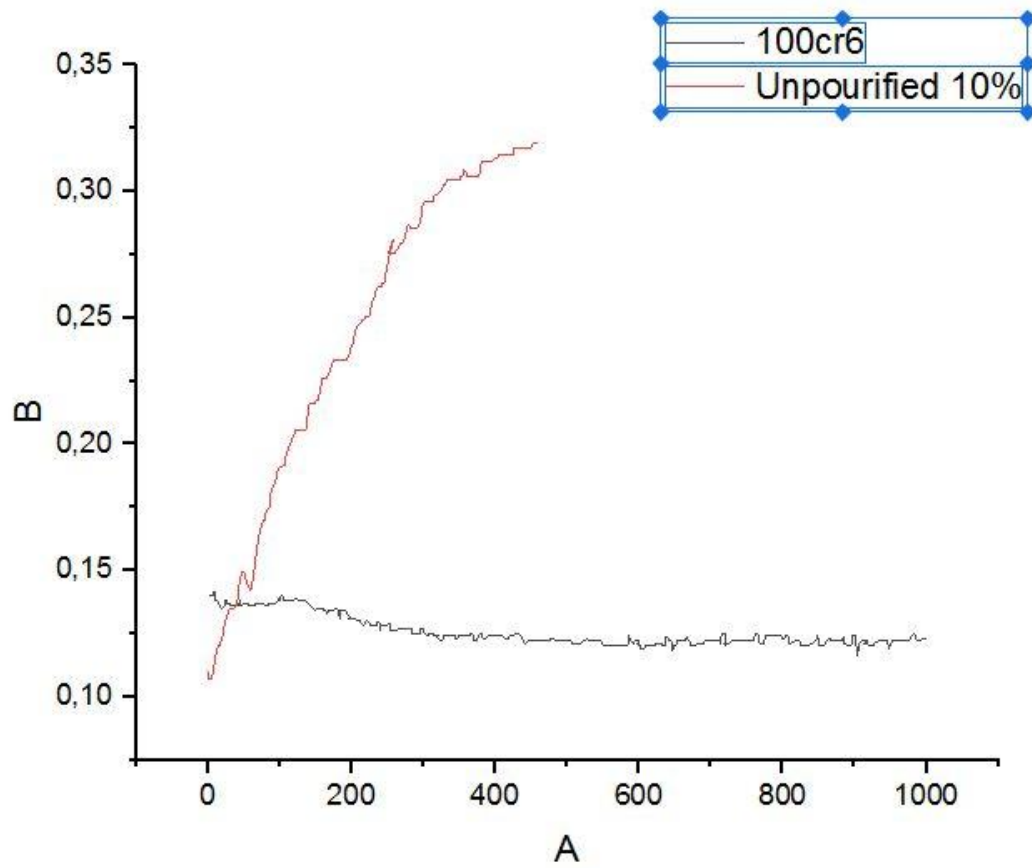


Figure 4.7 : La variation du coefficient de frottement par rapport à la distance des tests lubrifié à 10% massique du : contact sans additif, huile de paraffine seulement (en rouge), 10% massique du kaolin non traitée (en noir).

Conclusion générale :

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une étude sur l'effet des traitements thermochimiques sur le kaolin naturel ; ce traitement procure au matériau une échelle bidimensionnelle, ou le kaolin s'avère être un bon candidat pour son utilisation comme lubrifiant solide ; les conclusions les plus importantes sont les suivantes :

- 1) Le Kaolin à son état naturel a présenté une détérioration des propriétés lubrifiantes de l'huile testée, l'ajout de ce matériau a augmenté le coefficient de frottement.
- 2) Dans toutes les concentrations d'additifs utilisées le kaolin traité a montré une aptitude exceptionnelle à diminuer le coefficient de frottement et jouer un rôle d'additif lubrifiant solide.
- 3) Le meilleur résultat obtenu dans cette étude est l'utilisation de 0.1% massique du kaolin traité, le coefficient de frottement a diminué de 0.13 à 0.07 qui est une diminution de 47%.

Références bibliographique :

- [1] M. P. Villanueva, L. Cabedo, E. Giménez, J. M. Lagarón, P. D. Coates, A. L. Kelly, *Polym. Test.*, 2009, 28, 277–287, doi: 10.1016/j.polymertesting.2008.12.009.
- [2] G. Choudalakis, A. D. Gotsis, *Eur. Polym. J.*, 2009, 45, 967–984, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2009.01.027.
- [3] J. Gilman, *Appl. Clay Sci.* 1999, 15, 31–49, doi:10.1016/S0169-1317(99)00019-8.
- [4] J. Jancar, J. F. Douglas, F. W. Starr, S. K. Kumar, P. Cassagnau, A. J. Lesser, S. S. Sternstein, M. J. Buehler, *Polymer (Guildf)*.2010, 51, 3321–3343, doi:10.1016/j.polymer.2010.04.074.
- [5] A. D. Pomogailo, *Polym. Sci. Ser. C*, 2006, 48, 85–111, doi:10.1134/S181123820601005X.
- [6] F. Uddin, *Metall. Mater. Trans. A*, 2008, 39, 2804–2814, doi:10.1007/s11661-008-9603-5.
- [7] J. E. Gardolinski, L. C. M. Carrera, M. P. Cantão, F. Wypych, *J. Mater. Sci.* 2000, 35, 3113–3119 de S. Santos, *Ciência e Tecnologia de Argilas*, 2nd ed.; Edgard Blücher, 1999.
- [9] J. Gardolinski, *Interlayer Grafting and Delamination of Kaolinite*, Christian Albrechts University, 2005.
- [10] P. Aparicio, J. L. Pérez-Bernal, E. Galán, M. A. Bello, *Clay Miner.* 2004, 39, 75–84, doi:10.1180/000985543910121.
- [11] C. Oh Choo, S. Jin Kim, *Clays Clay Miner.* 2004, 52, 749–759, doi: 10.1346/CCMN.2004.0520610.
- [12] R. D. Hart, W. Wiriyakitnateekul, R. J. Gilkes, *Clay Miner.*, 2003, 38, 71–94, doi: 10.1180/0009855033810080.
- [13] M. Alexandre, P. Dubois, *Mater. Sci. Eng. R*, 2000, 28, 1–63, doi:10.1016/S0927-796X(00)00012-7.
- [14] Y. A. Shchipunov, T. Y. Karpenko, *Langmuir*, 2004, 20, 3882–3887, doi:10.1021/la0356912.
- [15] B. Sahu, G. Pugazhenthii, *J. Appl. Polym. Sci.*, 2011, 120, 2485–2495, doi:10.1002/app.33467.
- [16] R. Botan, T. R. Nogueira, L. M. F. Lona, F. Wypych, *Polímeros*, 2011, 21, 34–38, doi: 10.1590/S0104-14282011005000017.
- [17] T. Nogueira, R. Botan, F. Wypych, L. Lona, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, 2011, 42, 1025–1030, doi:10.1016/j.compositesa.2011.04.006.
- [18] C. Nyambo, P. Songtipya, E. Manias, M. M. Jimenez-Gasco, C. A. Wilkie, *J. Mater. Chem.*, 2008, 18, 4827, doi:10.1039/b806531d.
- [19] C. Detellier, S. Letaief, *Develop. Clay Sci.*, 2013, 5, 707–719, doi: 10.1016/B978-0-08-098258-8.00022-5.
- [20] S. Doagou-Rad, A. Islam, T. D. Merca, *Polym. Compos.*, 2020, 41, 1153–1189, doi: 10.1002/pc.25461

