



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

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie des Matériaux

Par :

Mr. CHIKHAOUI Djamal eddine
Mr. BENDOUDUCHE Zakarya

Sur le thème

Etude des propriétés des films PDLC à base des polymères acryliques et des Cristaux Liquides Recyclés (CLR) à partir des écrans LCD

Soutenu publiquement le 03 juin 2024 à Tlemcen devant le jury composé de :

Mme ZAIR Latifa	Maitre de conférences classe A	Université de Tlemcen	Présidente
Mme BOUAYED Yamina	Maitre de conférences classe B	Université de Tlemcen	Examinatrice
Melle BOURICHE Amina	Maitre de conférences classe B	Université de Tlemcen	Encadrante

Année Universitaire : 2023 ~ 2024

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire a été fait au sein du Laboratoire de Recherche sur les Macromolécules (LRM) de l'Université de Tlemcen (Algérie)

Tout d'abord, nous remercions le bon Dieu qui nous a donné la patience et le courage pour réaliser ce travail

*Nous voudrions adresser toute nos sincères remerciement à notre encadrante **Melle BOURICHE Amina**, Maitre de conférences classe B pour sa patience, sa disponibilité, ses judicieux conseils.*

*Nous remercions aussi **Mme BEDJAOUI Lamia**, Professeur à l'université de Tlemcen pour son suivi constant et ses orientations fructueuses.*

*Nous remercions aussi **Mme ZAIR Latifa**, Maitre de conférences classe A à l'université de Tlemcen d'avoir accepté de présider le jury de ce travail.*

*Nous remercions et nous exprimons toute notre reconnaissance à **Mme BOUAYED Yamina**, Maitre de conférences classe B de nous faire l'honneur pour s'être intéressé à ce travail et avoir bien voulu l'examiner.*

*Nous remercions spécialement à **Mr MASCHKE Ulrich**, Directeur de Recherche à l'Unité Matériaux et Transformation UMET Lille1 pour ses aides et ses soutiens.*

*Nous souhaitons exprimer notre profonde gratitude envers **Mr BENABDELLAH SID AHMED** ingénieur responsable au laboratoire LRM pour son aide, son soutien et pour les conseils précieux qu'il nous a donné au cours de manipulation.*

Nous remercions tous les membres de laboratoire de Recherche sur les macromolécules LRM à Tlemcen, tous les enseignants de département de chimie, ainsi nos collègues de la promo 2023-2024 chimie des matériaux

Merci à toutes et à tous.

TABLE DES MATIERES

Remerciements	
TABLE DES MATIERES	
LISTE DES FIGURE ET DES TABLEAUX.....	ii
LISTE DES ABDEVEATIONS.....	v
INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I : Partie bibliographique	
I. Les cristaux liquides dispersés dans une matrice polymère (PDLC) :	3
I.1. Les applications des cristaux liquides :	5
I.2. Les méthodes de préparation des PDLC :	5
I.3. Les applications des composites PDLCs :	6
II. Caractéristiques électro-optiques :	8
II.1. La réponse électro-optique :	10
III. L'influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés des PDLC :	11
III.1. L'influence du cristal liquide :	11
III.2. Influence du polymère :	12
III.3. Influence de la nature du monomère :	12
III.4. Effet des nanoparticules :	13
IV. Les écrans à cristaux liquides (LCD).....	13
IV.1. Fonctionnement d'un écran à cristaux liquide :	14
IV.2. Recyclage des CLs à partir des écrans LCD :	15
V. Conclusion :	16
Référence :	17
CHAPITRE II : Partie expérimentale :	
I. Matériaux utilisés :	20
I.1. Le cristal liquide recyclé :	20
I.2. Les produits principaux :	21
I.3. Mode opératoire :	22
II. Résultats et discussion :	23
II.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :	23
II.2. Caractérisation par microscope optique à lumière polarisé (MOP) :	26
II.3. L'analyse enthalpique calorimétrique (DSC) :	28
II.4. Analyse mécanique dynamique (DMA) :	29
II.5. Etude électro-optique E.O :	35
➤ Disposition de l'échantillon :	35
➤ Préparation d'échantillon pour le calibrage électro optique :	36
➤ MATLAB :	36

TABLE DES MATIERES

➤ Traitement des données :	37
III. Conclusion :	44
IV. Conclusion générale	45
ANNEXE	46

LISTE DES FIGURES ET DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES :

Figure I.1 : Représentation schématique des différentes phases d'un cristal liquide.....	4
Figure I.2 : Application des PDLC sur l'imagerie ultrasonore.....	7
Figure I.3 : Application des PDLC sur les vitrages à opacité contrôlée.....	8
Figure I.4 : Principe de fonctionnement d'un dispositif à cristaux liquides dispersé par polymère (PDLC).....	8
Figure I.5 : Film PDLC état OFF et ON	9
Figure I.6 : Courbe électro-optique « modèle » obtenue pour un film PDLC fonctionnant en mode normal élaboré par rayonnement UV.....	10
Figure I.7 : Effet des nanoparticules sur la réponse électro-optique des films PDLC	13
Figure I.8 : Structure d'un écran à cristaux liquides (coupe latérale).....	14
Figure I.9 : Les étapes d'ouverture d'un panneau LCD donnant accès aux LC	15
Figure I.10 : Illustration du recyclage des écrans LCD pour obtenir du CL.....	16
Figure II.1 : Cristal Liquide Recyclé (CLR)	20
Figure II.2 : A) pastille en 50%CLR/50% COP (50% IBOA / 50% TPGDA), B) pastille en 50%CLR/50 COP (70% IBOA / 30% TPGDA).....	22
Figure II.3 : Spectre infrarouge du cristal liquide recyclé (CLR).....	23
Figure II.4 : Spectre infrarouge du IBOA et TPGDA avant la polymérisation.....	24
Figure II.5 : Superposition des spectres du copolymère (50% IBOA/ 50%TPGDA) avant et après polymérisation.....	25
Figure II.6 : Superposition des spectres du mélange à 50% CLR et 50% COP (50%/50%) avant et après polymérisation.....	26
Figure II.7 : Photo MOP du film PDLC élaboré à partir du cristal liquide recycle (70%CLR/30%COP).....	27
Figure II.8 : Les photos MOP du film PDLC élaboré à partir du CLR (60% CLR/40% COP).....	27
Figure II.9 : Le programme d'analyse.....	28
Figure II.10 : Thermogramme des composites CLR / (50% IBOA +50% TPGDA).....	29
Figure II.11 : Le module de stockage E' en fonction de la température à différents de la concentration de l'IBOA.....	30
Figure II.12 : Le module de perte E'' en fonction de la température à différents concentrations du IBOA.....	30
Figure II.13 : La variation du $\tan \delta$ des mélanges IBOA/TPGDA en fonction de la température.....	31
Figure II.14 : Le module de stockage E' des mélange CLR / Copolymère (50%/50%) en fonction de la température.....	32
Figure II.15 : Le module de perte E'' des mélanges CLR / Copolymère en fonction de la température.....	33

Figure II.16 : La variation du $\tan \delta$ des mélanges CLR / Copolymère en fonction de la température.....	33
Figure II.17 : La variation du Tang delta δ des mélange CLR / Copolymère en fonction de la température à différent fréquence.....	34
Figure II.18 : Dispositif expérimentale pour la caractérisation électro-optique.....	35
Figure II.19 : Interface de commande réalisée sur le logiciel Matlab.....	36
Figure II.20 : Réponse électro-optique du film PDLC (30%IBOA/70%E7) pour différentes épaisseurs a, b, c et d.....	38
Figure II.21 : La variation du T_{ON} et T_{OFF} en fonction de l'épaisseur du film PDLC (30% IBOA /70% E7).....	39
Figure II.22 : Réponse électro-optique du film PDLC (60% CLR / 40% Copolymère (50%IBOA/50%TPGDA)) Pour différentes épaisseurs a, b, c et d.....	40
Figure II.23 : La variation du T_{ON} et T_{OFF} en fonction de l'épaisseur du film PDLC 60%/CLR 40% Copolymère (50%IBOA/ 50% TPGDA).....	41
Figure II.24 : Réponse électro-optique du film PDLC (70% CLR / 30% Copolymère (50%IBOA/50%TPGDA)) Pour différentes épaisseurs a, b, c, d, e et f.....	43
Figure II.25 : La variation du T_{ON} et T_{OFF} en fonction de l'épaisseur du film PDLC 70%/CLR/ 30% Copolymère (50%IBOA/ 50% TPGDA).....	43
Figure II.26: Superposition des réponses électro-optiques des film PDLC (70%E7/30%IBOA) (60%CLR/40% Cop(50% IBOA/50% TPGD)) et(70% CLR/30% Cop(50% IBOA/50% TPGDA)).....	44

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II.1 : Les composants utilisés, leurs structures chimiques et leurs propriétés Caractéristiques	21
Tableau II.2 : Constituants et composition massique des mélanges copolymères	22
Tableau II.3 : Attribution des bandes de vibration observées cristal liquide recyclé	23
Tableau II.4 : Les températures de la transition vitreuse obtenu par l'étude DMA.....	31
Tableau II.5 : Les températures de la transition vitreuse obtenu par l'étude DMA	34

LISTE D'ABREVEATION

CL : Cristal Liquide.

PDLC: Polymer Dispersed Liquid Crystals.

LCD : Liquid Crystal Display.

ITO : Oxyde d'Indium et d'étain.

CLR : Cristal liquide recyclé

n_e : Indice de réfraction extraordinaire.

n_o : Indice de réfraction ordinaire.

$\Delta\epsilon$: Anisotropie diélectrique.

ϵ_{\perp} : Constante diélectrique mesurée perpendiculairement.

$\epsilon_{//}$: Constante diélectrique mesurée parallèlement.

PIPS : Séparation de phases induite par polymérisation.

SIPS : Séparation de phases induite par évaporation de solvant.

TIPS : Séparation de phases induite thermiquement.

IBOA : Isobornyle acrylate.

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

MOP : Microscope optique à lumière polarisé

DSC : Analyse enthalpique calorimétrique

DMA : Analyse mécanique dynamique

INTRODUCTION GENERALE

L'objectif de notre étude est de poursuivre les travaux menés sur la création et la caractérisation des matériaux composites polymère/cristal liquide au sein de notre Laboratoire de Recherche sur les Macromolécules (LRM), à l'université de Tlemcen en Algérie, en partenariat avec l'Unité Matériaux et Transformation (UMET) à l'université de Lille1.

L'étude des matériaux composites polymère /cristal liquide regroupe plusieurs champs de recherche. Les travaux de plusieurs chimistes ont été aussi nécessaire pour étudier les cristaux liquides ainsi que les diverses matrices de polymère importantes pour des applications désirées.

Les déchets DEEE qui rassemblent tout l'électroménager, l'électronique, la téléphonie, les téléviseurs et les ordinateurs constitue plus de 5% des déchets municipaux mondiaux et représentent la catégorie des déchets qui croit le plus rapidement, pour cela la meilleure solution de ce problème est le recyclage et la réutilisation de ces déchets et surtout les écrans LCD qui contient une quantité importante des cristaux liquides.

Les « PDLC » (Polymer Dispersed Liquid Crystals) sont des matériaux composites constituent d'un cristal liquide dispersé dans une matrice polymérique. Grâce à leur propriété électro-optique basée sur la transmittance optique, ces matériaux intelligents peuvent être utilisés dans divers domaines optiques [1], tels que les vitrages à opacité contrôlée et les écrans de visualisation [2],les composants de diodes électroluminescentes organiques (OLED) [3],le transistors à effet de champ (FET) [4],le stockage d'énergie [5] et la récupération d'énergie solaire [6].

Notre travail vise à créer, analyser et étudier électro optiquement les films PDLC à base d'un Copolymère (IBOA/TPGDA) avec un cristal liquide recyclé à partir des écrans LCD dans une entreprise de recyclage à Lille, suite à la collaboration avec Pr. Ulrich MASCHKE directeur de Recherche à l'Unité Matériaux et Transformation UMET Lille 1 (France) qui nous a fourni ces nouveaux CLR.

Les différentes méthodes de caractérisation ont été utilisés pour étudier les propriétés des mélanges polymère/CLR, notamment la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR), le Microscope à Lumière Polarisé (MOP), l'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC), l'Analyse Dynamique Mécanique (DMA) et la caractérisation électro-optique.

Nous avons consacré deux chapitres à ce travail :

Le premier chapitre est dédié à la recherche bibliographique, où nous avons abordé les matériaux composites PDLC, ainsi leurs différentes applications. Ensuite, nous avons présenté un aperçu sur la récupération et la réutilisation des cristaux liquides provenant des écrans LCD.

Dans **le deuxième chapitre**, nous avons exposé les matériaux utilisés, la méthode de préparation des mélanges polymère/cristal liquide. Par la suite, nous avons exposé et discuté les résultats expérimentaux obtenus.

Finalement, nous concluons notre travail par une conclusion générale, mettant en évidence les points essentiels de cette étude et également quelques perspectives.

References:

- [1] Mouquinho, A. I., Petrova, K., Barros, M. T., & Sotomayor, J. New polymer networks for PDLC films application. *New Polymers for Special Applications*, 139-164. 2012.
- [2] Dzhons, M. M., Bulgakova, S. A., Pantyukhina, I. A., & Kazantzeva, I. A. Effects of chemical structure and composition of the polymer matrix on the morphology and electrooptical performance of polymer-dispersed liquid crystal films. *Liquid Crystals*, 38(10), 12631268. 2011.
- [3] Jiang, J.; McGraw, G.; Ma, R.; Brown, J.; Yang, D.-K. Selective scattering polymer dispersed liquid crystal film for light enhancement of organic light emitting diode. *Opt. Express* 2017, 25, 3327–3335.
- [4] Seo, J.; Nam, S.; Jeong, J.; Lee, C.; Kim, H.; Kim, Y. Liquid Crystal-Gated-Organic Field-Effect Transistors with In-Plane Drain–Source–Gate Electrode Structure. *ACS Appl. Mater. Interfaces* 2015, 7, 504–510.
- [5] Labeeb, A.M.; Ibrahim, S.A.; Ward, A.A.; Abd-El-Messieh, S.L. Polymer/liquid crystal nanocomposites for energy storage applications. *Polym. Eng. Sci.* 2020, 60, 2529–2540.
- [6] Nasir, N.; Hong, H.; Rehman, M.A.; Kumar, S.; Seo, Y. Polymer-dispersed liquid-crystal-based switchable glazing fabricated via vacuum glass coupling. *RSC Adv.* 2020, 10, 32225–32231.

CHAPITRE I
PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans ce premier chapitre, nous présentons la partie bibliographique de notre étude. Tout d'abord, nous commençons par la présentation des matériaux composites polymère/cristaux liquides, leurs classifications, leurs caractéristiques, leurs utilisations récentes et aussi les paramètres influençant sur les propriétés électrooptiques des films PDLC. Nous terminons ce chapitre par les procédés du recyclage des CLs à partir des écrans LCD.

I. Les cristaux liquides dispersés dans une matrice polymère (PDLC) :

Les PDLC sont des matériaux électro-optiques, ils se composent de gouttelettes de cristaux liquides dispersées dans une matrice polymère solide et plus ou moins flexible [1]. Ces matériaux ont suscité un grand intérêt en raison de leurs propriétés électro-optiques [1]. Ils peuvent en effet basculer entre un état opaque très diffus (état off) et un état transparent (état on) après application d'un champ électrique [2].

En ce qui concerne le polymère, c'est une macromolécule, organique ou inorganique, constituée de l'enchaînement répété d'un même motif de faible masse moléculaire appelé monomère (du grec mono : un seul, et meros : partie), reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes [3]. Il peut être : naturel, artificiel et synthétique et il existe trois types de polymères qui sont : Les homopolymères, les copolymères et les polymères réticulés.

Les polymères ont trois types de structure : amorphes, cristallins et semi-cristallin. Sans oublier qu'il existe des thermoplastiques, thermodurcissables et Elastomères.

Les cristaux liquides sont un état intermédiaire de la matière dont les propriétés se situent entre les états liquides et les états solides. Les cristaux liquides sont des molécules de type cyano biphenyl possédant un grand axe moléculaire, et donc fortement polarisées. Un cristal est caractérisé par un ordre tridimensionnel d'orientation et de position alors qu'il y a à la fois un désordre d'orientation et de position dans un liquide [4]. On distingue deux catégories de cristaux liquides selon les mécanismes moteurs de l'organisation. Les cristaux liquides sont dits Thermotropes lorsque la transition de phase est induite par la température et ils sont dits Lyotropes si la mésophase apparaît lors de l'ajout d'un solvant, et dépend alors de la concentration et de la température [5]. Il existe trois différentes phases d'un cristal liquide :

- **La phase Nématique :** La première phase que l'on peut observer lorsqu'on part de la phase liquide et que l'on diminue la température est la phase nématique. Cette phase est la plus connue, la plus simple et aussi celle que l'on trouve le plus souvent dans les cristaux liquides.

- **La phase choléstérique** : La phase choléstérique ou encore cristal chiral nématique (la molécule est chirale) est une phase différente : les molécules possèdent des forces intermoléculaires qui favorisent l'alignement, avec un léger angle. Dans cette phase, la direction n'est pas fixée dans l'espace comme dans une phase nématique. La direction pivote progressivement à travers l'échantillon.

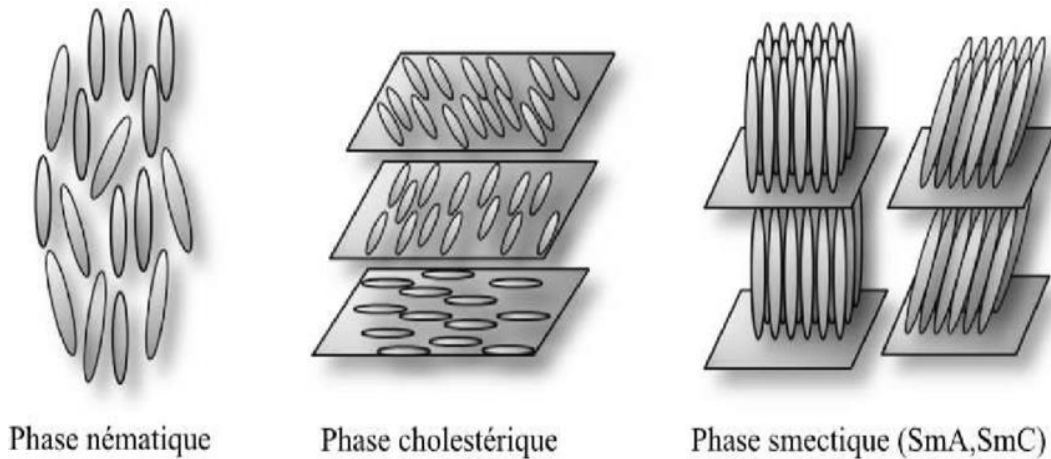


Figure.1.1 : Représentation schématique des différentes phases d'un cristal liquide.

- **La Phase Smectique** : La phase smectique est semblable à la phase nématique en ce sens dans les deux cas les molécules sont alignées suivant un même axe directionnel. Par contre, dans la phase smectique, il y a un ordre translationnel qui est absent de la phase nématique. Les molécules tendent à former des plans ou des couches, ce qui crée un ordre positionnel (ou translationnel).

Les cristaux liquides ont deux propriétés principales : La biréfringence et l'anisotropie diélectrique.

1. La biréfringence (anisotropie des indices de réfraction) :

Il possède deux axes optiques et deux indices de réfraction. On définit la biréfringence [6] par $\Delta n = n_e - n_o$ où n_e et n_o sont respectivement les indices de réfraction extraordinaire et ordinaire du cristal liquide, Δn peut être positif ou négatif.

2. L'anisotropie diélectrique :

Chaque cristal liquide possède une composante de la permittivité le long de son directeur $\epsilon_{//}$, et une autre composante perpendiculaire au directeur ϵ_{\perp} . On définit donc l'anisotropie.

Diélectrique comme étant la différence des deux composantes selon l'équation suivantes [7] :

$$\Delta\epsilon = \epsilon_{//} - \epsilon_{\perp}$$

Le signe de $\Delta\epsilon$ dépend de la position relative des dipôles engendrés par la structure chimique de la molécule. Cette anisotropie diélectrique est à l'origine de l'orientation des molécules sous l'effet d'un champ électrique ou magnétique.

I.1. Les applications des cristaux liquides :

a) affichage à cristaux liquides :

L'application la plus connue des cristaux liquides est l'affichage à Cristaux Liquides (ACL) aussi connu dans le commerce sous le sigle anglais « LCD » (Liquid Crystal Display). L'affichage à cristaux liquides est constituée de deux plaques de support généralement en verre, liées l'une à l'autre par un joint périmétrique, fournissant une fine cavité remplie des cristaux liquides [8]. La propriété du changement de couleur par rapport à l'angle d'observation a aussi été utilisée dans les billets de banque, sur certains logos, ou certaines peintures décorative [9].

b) dans l'industrie :

Les cristaux liquides sont couramment employés en raison de leur capacité à être facilement enveloppés en films très fins et très efficaces pour des températures élevées, ce qui rend les influences externes négligeables. Lorsqu'ils sont utilisés sur un circuit électronique ou sur un métal, ils offrent la possibilité de visualiser les imperfections pour les circuits électroniques ou la conductivité thermique pour le métal [10].

c) En médecin :

Les cristaux liquides ont largement été employés comme phase stationnaire dans le domaine de la chromatographie [9]. Ils sont extrêmement efficaces pour créer une véritable carte des températures corporelles et repérer les tumeurs, et ils permettent également de visualiser le flux sanguin lorsque l'organisme est exposé à des conditions extrêmes.

I.2. Les méthodes de préparation des PDLC :

Il existe deux méthodes principales : la micro-encapsulation et la séparation de phase. La micro-encapsulation est la plus simple méthode utilisée, on mélange un cristal liquide avec un polymère dissous dans l'eau. Avec l'évaporation de l'eau, le cristal liquide est recouvert d'une couche de polymères. On fabrique et distribue des milliers de ces petites « capsules » dans le

polymère en vrac. Les gouttelettes obtenues à l'aide de cette technique ont tendance à avoir une taille variable et peuvent même être interconnectées. Les matériaux encapsulés sont connus sous le nom de NCAP ou de phase incurvée nématique alignée [11].

En ce qui concerne la deuxième méthode, elle a des différents types tels que la séparation de phase induite par polymérisation (PIPS), la séparation de phase induite par refroidissement (TIPS) et la séparation de phase induite par évaporation de solvants (SIPS).

➤ **La séparation de phase induite par polymérisation (PIPS) :**

Cette méthode consiste à induire la séparation de phases par polymérisation. On doit d'abord préparer une solution homogène entre le cristal liquide et un monomère, après on initie une réaction de polymérisation. La polymérisation peut être amorcée par voie thermique ou photochimique (rayonnement ultra-violet) ou par bombardement électronique.

➤ **La séparation de phase induite par refroidissement (TIPS) :**

Le cristal liquide est d'abord miscible avec des polymères thermoplastiques fondus à des températures élevées. Pour de nombreux mélanges binaires formés de polymères et de petites molécules, le refroidissement de la dernière solution conduit à une séparation de phase entre le CL et le polymère. Cette méthode est moins utilisée pour préparer des films minces PDLC.

➤ **La séparation de phase induite par évaporation de solvant (SIPS) :**

Cela se produit lorsque le polymère et le CL dissous dans le même solvant et l'évaporation du solvant provoque une séparation de phases. Les domaines CLs débutent à se développer lorsque le polymère sort de la solution et que la croissance s'arrête lorsque le solvant est complètement éliminé. Le fondamental facteur affectant la taille des gouttelettes CL est le taux d'évaporation. Semblable à l'effet de la vitesse de refroidissement dans les TIPS, la taille des gouttelettes diminue avec l'augmentation de la vitesse d'évaporation du solvant [12].

I.3. Les applications des composites PDLCs :

a) L'imagerie ultrasonore et les essais aux ultrasons :

L'ultrason est une technique performante pour effectuer des tests non destructifs, où des ondes dont les fréquences sont habituellement comprises entre 50 KHz et 10 MHz sont employées. Il a été démontré précédemment que les CLs sont sensibles aux champs ultrasonores et que l'effet acousto-optique dans les CLs a également été mis en évidence. L'utilisation de l'échographie

peut entraîner une modification de l'orientation des molécules mésogéniques, ce qui entraîne une variation de la performance optique des CLs [13].



Figure I.2 : Application des PDLCs sur l'imagerie ultrasonore.

b) Les fenêtres intelligentes :

L'application « Smart Windows » est l'une des plus performantes pour les PDLC. Les fenêtres intelligentes des PDLC peuvent commuter la transmission de lumière électriquement en utilisant les champs électriques externes pour réguler l'orientation des molécules CLs. Malgré le développement et la commercialisation de fenêtres intelligentes de PDLC depuis de nombreuses années, l'amélioration de la performance et le développement de nouveaux PDLC fonctionnels ont toujours été des éléments clés dans la recherche.

c) Les vitrages à opacité contrôlée :

L'application consiste à passer de l'état opaque OFF (il n'y a pas de champ électrique) à l'état transparent ON (il y a un champ électrique). On retrouve souvent cette méthode dans les bureaux, les banques, les hôtels et les hôpitaux [14].

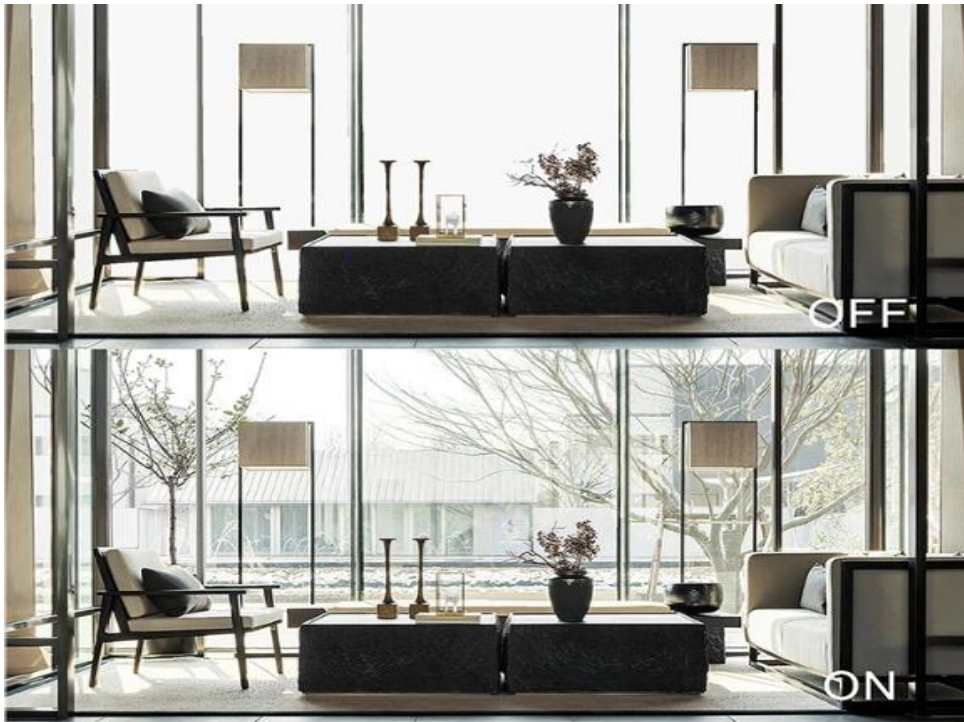


Figure I.3 : Application des PDLCs dans les vitrages à opacité contrôlée.

II. Caractéristiques électro-optiques :

La figure I.4 présente le schéma fonctionnel d'un système électro-optique. Le matériau composite est constitué d'une lame de verre avec deux électrodes, recouverte sur une face d'une couche conductrice et transparente d'oxyde d'indium et d'étain (ITO). L'orientation moyenne des directeurs moléculaires des cristaux liquides dans la goutte est incertaine en l'absence de champ électrique. Le matériau présente une apparence laiteuse et opaque grâce à l'indice de réfraction différent entre le cristal liquide séparé et la matrice macromoléculaire, tout en diffusant la lumière (état off).

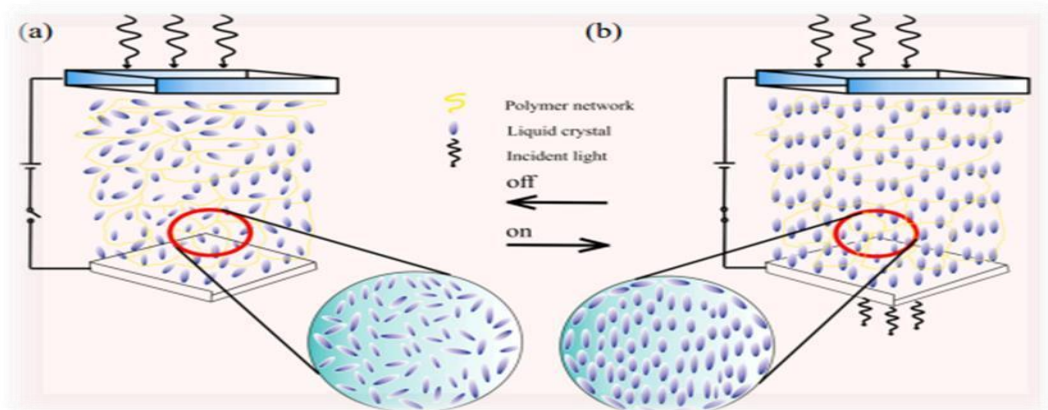


Figure I.4 : Principe de fonctionnement d'un dispositif à cristaux liquides dispersés par polymère (PDLC).

Lorsqu'un champ électrique est appliqué entre les électrodes de la batterie, le directeur moléculaire se dirige vers le champ. Un faisceau d'incidence normal traverse la gouttelette avec un indice de réfraction de n_o , qui est l'indice de réfraction normal des molécules de cristaux liquides. Si cet indice est proche de celui de la matrice polymère, le film est clair et transparent (état on). Après avoir terminé la scène, les réalisateurs retournent à leur état aléatoire et le film redevient sec et obscur (état off) [15].

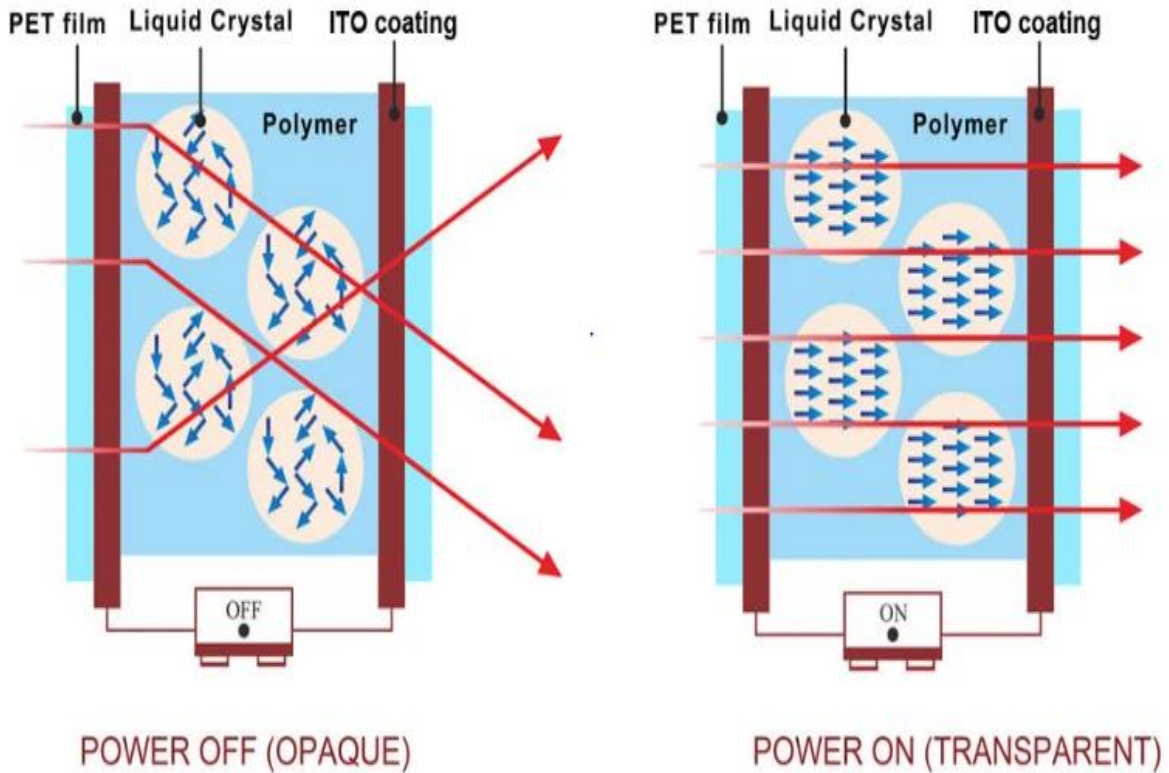


Figure I.5 : Film PDLC état OFF et ON.

II.1. La réponse électro-optique :

Les spécialistes sont intéressés par de nombreux paramètres électrooptiques, dont certains sont indispensables pour les diverses applications électrooptiques, comme la tension de seuil, la tension de commande, le contraste de l'image et les temps de réponse. La réaction électro-optique "traditionnelle" des films PDLC est représentée dans la figure I.6 [16], où une tension appropriée est utilisée pour assurer une transmission maximale et constante.

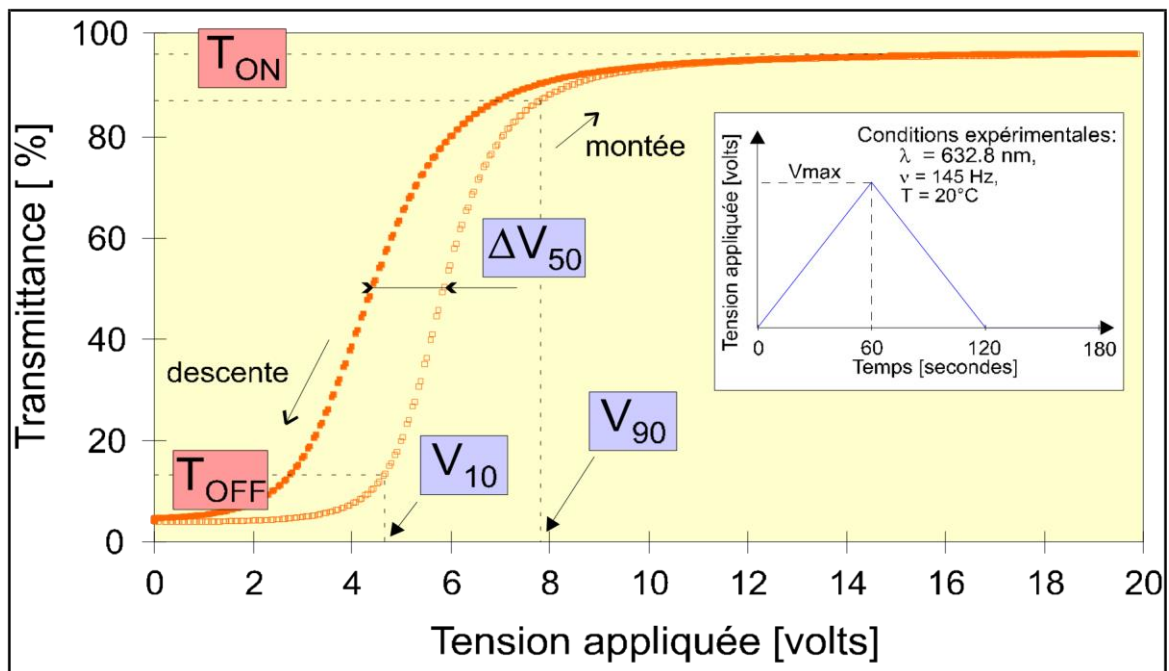


Figure I.6 : Courbe électro-optique « modèle » obtenue pour un film PDLC fonctionnant en mode normal élaboré par rayonnement UV [16].

Au commencement, la tension est absente, l'échantillon est transparent et la lumière transmise est très faible. Cet état est caractérisé par une interruption de la transmission et est appelé T_{OFF} . L'augmentation de la tension entraîne une transparence accrue du film, jusqu'à atteindre la valeur maximale de transmission, connue sous le nom d'état passant. Cet état se caractérise par la présence de la transmission dans l'état de conduction, appelé T_{ON} . Plus tard, on a graduellement diminué la tension jusqu'à 0 V et l'échantillon est revenu à son état opaque initial. Ce retour à l'arrêt initial est généralement accompagné d'une hystérèse. Les conditions de l'analyse électro-optique ont un impact sur cette hystérèse, notamment la rapidité avec laquelle le champ électrique est appliqué.

Les différentes caractéristiques peuvent être définies à partir de la figure I.6 :

- La transmission initiale de l'échantillon est appelée T_{OFF} .
- Le T_{ON} représente la transmission la plus élevée de l'échantillon.
- La tension de seuil, connue sous le nom de V_{10} , est la tension appliquée pour obtenir T_{10} .
- La différence de tension obtenue pour T_{50} entre la montée et la descente en tension est représentée par hystérésis, notée ΔV_{50} .

III. L'influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés des PDLC :

Les propriétés électro-optiques finales des films des PDLC sont grandement influencées par les microstructures des films nématiques dispersés [17], telles que : L'épaisseur du film, la taille et la forme des domaines de CL, les caractéristiques des polymères et le niveau de résistance dans la polymérisation des systèmes PDLC.

Beaucoup de recherches ont été menées dans le domaine des composites polymères/cristaux liquides autour de la nature des composants de départ, de leurs proportions respectives, de la méthode de préparation utilisée (TIPS, PIPS, SIPS), de la température et de la nature du solvant utilisé dans le cas de la méthode d'élaboration SIPS.

Les divers éléments susceptibles d'être examinés sont résumés dans les points suivants :

III.1. L'influence du cristal liquide :

Les propriétés des composites polymères/cristaux liquides peuvent être directement influencées par la nature du cristal liquide, ses caractéristiques intrinsèques telles que sa viscosité, sa biréfringence, ses constantes élastiques, son anisotropie diélectrique et ses interactions avec le constituant polymère, telles que son affinité chimique ou sa miscibilité.

Selon une étude, les valeurs des tensions appliquées peuvent différer en fonction du type de polymère utilisé et de la nature du cristal liquide utilisé [18]. Par exemple, des tensions appliquées sont généralement réduites pour des cristaux liquides fluorés, par rapport à un cristal liquide de même structure moléculaire, sans fluor.

La structure des PDLC est influencée par divers facteurs, notamment la concentration en cristal liquide dans le mélange initial. On a observé que la taille de la gouttelette augmentait

avec une concentration plus élevée de cristal liquide [19], tandis que pour les concentrations faibles en cristal liquide, les molécules restent dispersées dans la matrice polymère monophasique formée.

En général, une concentration plus élevée du cristal liquide dans le mélange entraîne une baisse des performances électro-optiques, telles que les tensions de seuil et de saturation [20] et [21].

III.2. Influence du polymère :

La matrice polymère joue un rôle essentiel dans les caractéristiques des films PDLC en fonction de leur nature et de la méthode de préparation employée.

Comme mentionné précédemment, la principale méthode employée pour créer des composites polymères/cristaux liquides est la méthode PIPS à partir de monomères.

Les monomères mono-, di- ou polyfonctionnels sont employés pour obtenir un polymère linéaire, ramifié ou encore un réseau plus ou moins dense. Il est supposé que le poids molaire de la partie polymère aura un impact sur les caractéristiques finales des matériaux biphasiques. Prenons l'exemple où la masse d'un polymère linéaire formé augmente, ce qui diminue la compatibilité entre les molécules de cristal liquide et le polymère. De la même manière, pour un réseau peu réticulé, il est possible de prévoir que l'incorporation d'un agent réticulant (un monomère trifonctionnel) réduira la distance moyenne entre les nœuds de réticulation et créera un réseau plus dense, ce qui entraînera une taille des gouttelettes plus réduite.

III.3. Influence de la nature du monomère :

Les propriétés des films PDLC sont également fortement influencées par l'utilisation de plusieurs monomères. Selon Huang et ses collègues [22], il a été démontré qu'il était envisageable de créer une fine couche de polymère différent de la matrice à l'interface avec les molécules de cristal liquide en utilisant des monomères polymérisés différents. Grâce à cette méthode, il est possible d'établir un ancrage spécifique à l'interface en choisissant judicieusement les monomères de départ, indépendamment du choix de la matrice polymère.

III.4. Effet des nanoparticules :

L'étude de l'impact de l'incorporation des nanoparticules (NPs) dans un matériau composite des cristaux liquides dispersés dans un polymère sur leurs propriétés électrooptiques est intéressante [23]. Le rôle crucial de l'incorporation des nanoparticules métalliques dans une microstructure réside dans la capacité d'excitation extérieure du plasma à l'interface du NPs-polymère et leur impact sur les caractéristiques électro-optiques des PDLC.

Le changement majeur des propriétés électro-optiques des PDLCs contenant des NPs d'or (Au) est exposé par Sharma et ses collègues. La variation de la transmission relative en fonction d'un champ électrique extérieur appliqué (1Hz) est illustrée dans la figure I.7 [23].

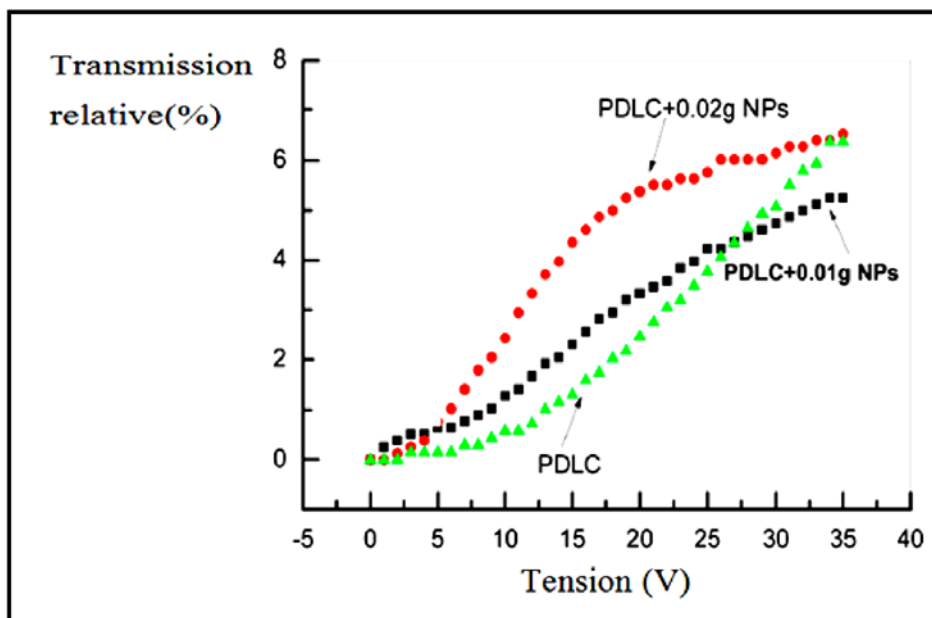


Figure I.7 : Effet des nanoparticules sur la réponse électro-optique des films PDLC [23].

IV. Les écrans à cristaux liquides (LCD) (Liquide Crystal Display) :

Une technologie d'affichage appelée écran à cristaux liquides (LCD) utilise des cristaux liquides qui s'ouvrent ou se ferment lorsqu'ils sont soumis à un courant électrique. L'écran LCD est perçu comme une avancée significative dans les appareils d'affichage et est couramment employé dans les produits électroniques de base tels que les fours à micro-ondes, les ordinateurs portables, les smartphones et les téléviseurs. La technologie LCD est privilégiée par rapport aux autres technologies d'affichage en raison de sa légèreté, de sa finesse et de son utilisation réduite d'énergie [24].

IV.1.Fonctionnement d'un écran à cristaux liquide :

Le système d'affichage LCD comprend deux éléments principaux :

- Toutes les cellules LCD sont essentielles pour l'affichage des images et le contrôle de leur passage (allumage) ou de leur arrêt (cellules éteintes).
- L'image affichée par les cellules LCD est révélée par une source de lumière, qui peut être combinée avec l'écran d'affichage ou avec la lumière extérieure (lumière environnementale).

Les différentes surfaces planes de l'écran sont juxtaposées en sandwich, avec le panneau d'affichage composé de cellules de cristaux liquides. Différents films sont utilisés devant le panneau pour améliorer la qualité d'affichage (antireflet, anti-éblouissement, amélioration du rendement lumineux, etc.). La source lumineuse est diffusée derrière le panneau afin d'obtenir un éclairage homogène sur toute la surface de l'écran. Toutes les couches sont très fines, l'épaisseur de l'écran est principalement causée par le dispositif d'éclairage [25].

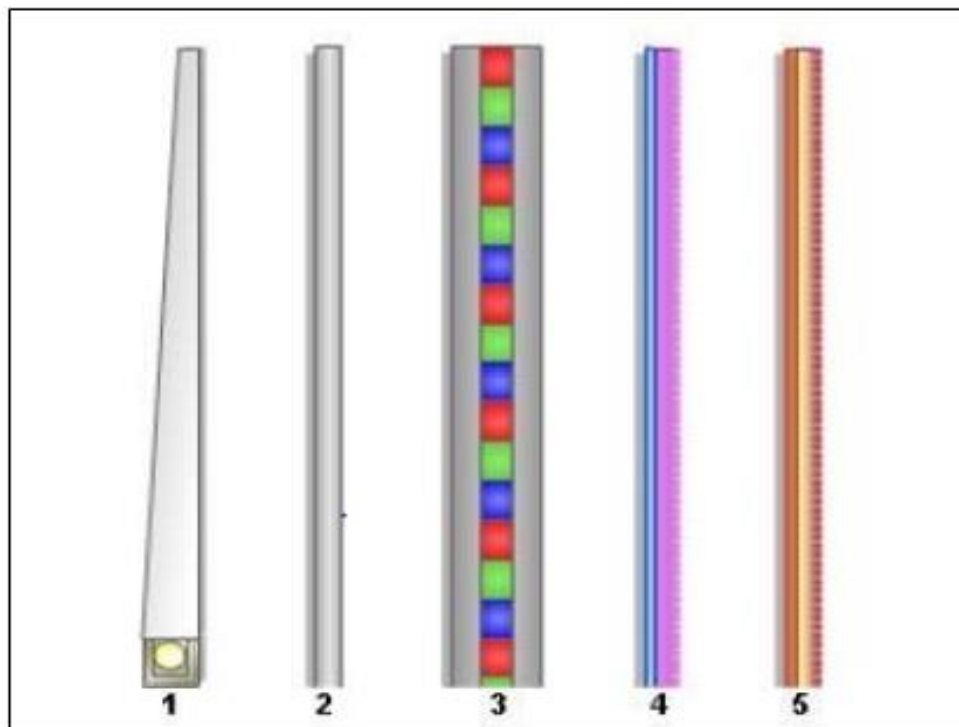


Figure I.8 : Structure d'un écran à cristaux liquides (coupe latérale). L'écran est constitué d'un(e) : dispositif d'éclairage (1), surface diffusante (2), panneau de cellules de cristaux liquides (3), films améliorant l'affichage (4) et surface protectrice (5).

IV.2. Recyclage des CLs à partir des écrans LCD :

Les mélanges de CL recyclés ont reçu de la société française de recyclage EN VIE2E, située à Lesquin, en France. Une ligne de démontage organisée et manuel des dalles LCD afin de les recycler est mise en place. Pour extraire les CL, 65700 panneaux LCD ont été ouverts et ont été extrait les molécules de CL en utilisant un bain de solvant organique. Un brevet déposé par U. MASCHKE et al. (2015) [26] a fourni des informations supplémentaires sur le processus d'extraction des CL appliqué. Les molécules CLs, le solvant organique et les impuretés organiques et inorganiques, notamment des ions, sont présentes dans la solution finale. La filtration des impuretés solides a été effectuée, puis le solvant a été évaporé sous vide primaire (recyclage du solvant).

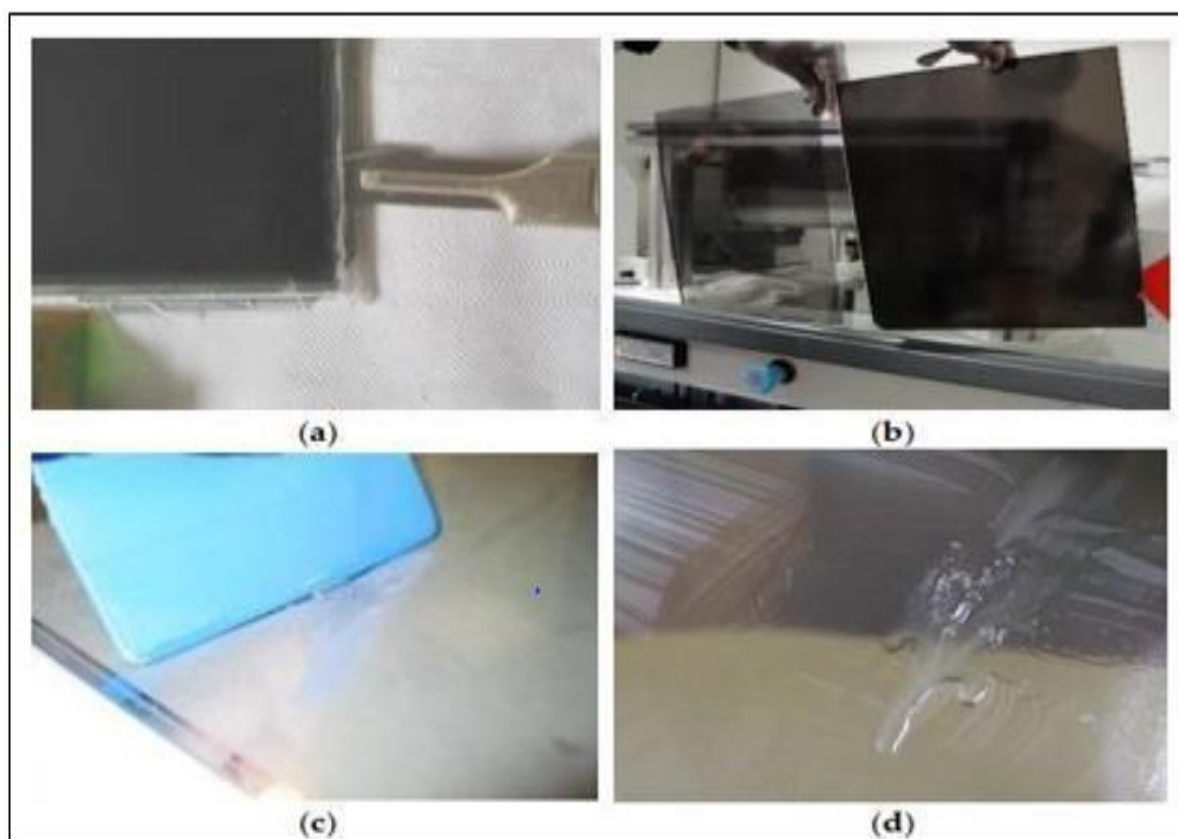


Figure I.9 : Les étapes d'ouverture d'un panneau LCD donnant accès aux LC [26].

(a, b) Ouverture manuelle des plaques de verre en sandwich à l'aide d'un scalpel.

(c) Séparation des deux plaques de verre, côté gauche, avant du panneau composé de filtres de couleur et d'une matrice noire ; sur le côté droit, côté arrière.

(d) Molécules de CL collectées avec des aspects translucides et légèrement visqueux.

Les échantillons de CL collectés ont une teinte vert-noir étrange. On peut expliquer cette couleur par la dissolution de la colle utilisée pour fixer les deux plaques de verre dans la dalle LCD et/ou par d'autres matériaux dissous lors de l'extraction. Pour améliorer la pureté des mélanges CL, il est essentiel de procéder à d'autres étapes de purification.

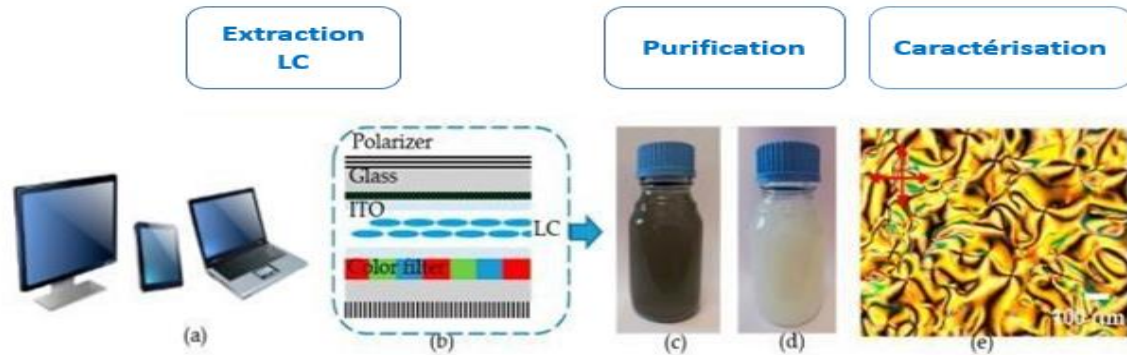


Figure I.10 : Illustration du recyclage des écrans LCD pour obtenir du CL.

Pour notre étude, le CL recyclé est fourni par Mr le directeur de recherche MASCHKE Ulrich, suite à la collaboration entre notre laboratoire LRM et UMET, afin de faire des caractérisés en présence des monomères de type acrylique et ce cristal liquide recyclé.

V. Conclusion :

Dans ce premier chapitre, nous avons présenté les matériaux composites PDLC avec une description des polymères et cristaux liquides et de leurs différentes phases de manière générale. Ensuite, nous avons présenté les différentes applications des CLs ainsi que celles des PDLCs. Les écrans à cristaux liquides(LCD) en eu lieu dans ce chapitre at aussi nous avons fini par la présentation du protocole de récupération des CLs à partir des écrans LCDs.

Référence :

- [1] Zhang, Y., Zhou, L., Yang, J., Zhang, J., Hai, M., Zhang, L., ... & Zhu, S. Effects of crosslinking agent/diluents/thiol on morphology of the polymer matrix and electro-optical properties of polymer-dispersed liquid crystal. *Liquid Crystals*, 45(5), 728-735, 2018.
- [2] Ding, X., Cao, M., Liu, H., Cao, H., Li, W., & Yang, H. A study of electro-optical properties of PDLC films prepared by dual UV and heat curing. *Liquid Crystals*, 35(5), 587-595, 2008.
- [3] W.kurz, J.P.Mercier, G.Zambelli « *Traité des matériaux .Voll : Introduction à la science des matériaux* », Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (1991)
- [4] P.S.DRZAIC .*Liquide Crystal Dispersions*, World Scientific .Singapore .1995.
- [5] Guiot, C. Utilisation de cristaux liquides minéraux comme «Template» pour l'élaboration de solide hybride mésostructuré. Stabilisation d'un sol mixte de nanoparticules de zirconie yttrée et de rubans d'oxyde de vanadium (Doctoral dissertation, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc), 2009.
- [6] R Meziane. Structure, dynamique et transition de phases d'un cristal liquide smectique en milieu polymère. Université des Science et Technologies de Lille. Thèse doctorat 2008.
- [7] HADJOU BELAID. Z. Cinétique de séparation de phases dans les mélanges polymères/cristaux liquides. Département de physique. Université Abou Bekr Belkaid de Tlemcen. Thèse doctorat 2013.
- [8] Dettwiller, L. Comparaison de théories sur les afficheurs à cristaux liquides. *Bulletin de l'Union des Professeurs de Physique et de Chimie*, 112(1009), 1291-1302,2018.
- [9] Mitov, M. (2017). Les merveilleux cristaux liquides du professeur Lehmann : Le long et douloureux chemin vers une vision nouvelle de la matière. *Alliage : Culture-Science-Technique*, (78), 116-128, 2017.
- [10] Le Barny, P. Les cristaux liquides. *Actualite Chimique*, (3), 95-97, 2002.
- [11] Ahmad, F., Jamil, M., Lee, J. W., Kim, S. R., & Jeon, Y. J. The effect of UV intensities and curing time on polymer dispersed liquid crystal (PDLC) display: a detailed analysis study. *Electronic Materials Letters*, 12, 685-692, 2016.

- [12] Bronnikov, S., Kostromin, S., & Zuev, V. Polymer-dispersed liquid crystals: progress in preparation, investigation, and application. *Journal of Macromolecular Science, Part B*, 52(12), 1718-1735, 2013
- [13] Zhang, H., Miao, Z., & Shen, W. Development of polymer-dispersed liquid crystals: From mode innovation to applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 107234, 2022.
- [14] Jain, A. K., & Deshmukh, R. R. (2020). An overview of polymer-dispersed liquid crystals composite films and their applications. *Liq. Cryst. Disp. Technol*, 1, 68, 2020.
- [15] Dubois, F. Elaboration et caractérisations électro-optique et diélectrique de composites à cristaux liquides ferroélectriques dispersés dans une matrice polymère. Université du Littoral Côte d'Opale, 2004.
- [16] GYSELINCK, F. Elaboration de composites polymères cristaux liquides : Approche comparative de deux méthodes de polymérisation sous rayonnement. Université des Science et Technologies de Lille. Thèse doctorat 2000.
- [17] P.S.Drzaic, Chapitre 2 (Recipes) Liquid crystals Dispersion. World Scientific.
- [18] P.Nolan, E.Jolliffe, D.Coates. Film-formation parameters affecting the electro-optic properties of low-voltage polymer-dispersed liquid crystal (PDLC) films, 2, SPIE 2408(1995).
- [19] Nicoletta, M.Santangelo, H.-A.Hakemi, C.Caruso, G. Chidichimo, On the Onest of Phase Separation in Polymer Dispersed Liquid Crystal Film. *Mol. Cryst.Liq.Cryst.* 299, 353 (1997).
- [20] D.A.Higgins, Probing the Mesoscopic Chemical and Physical Properties of polymer Dispersed Liquid Crystals.*Adv.Mat.*12, 251(2000).
- [21] B. G.Wu, J.L.West, J.W. Doane, Angular discrimination of light transmission through polymer-dispersed liquid-crystal films .*J.Appl.Phys.*62, 3925(1987).
- [22] J.P.Fouassier, J.F.Rabek (Eds), Radiation Curing in Polymer Science and Technology Volume 1 (Fundamentals and Methods), Elsevier Applied Science, London (1993).
- [23] T.Zhu, B.Tan, X. Pan, W.Tao, and J.Xu, Proceeding of the symposium on Photonics and Optoelectronics, Wuhan, China New York, 4 (2009)

[24] Sylvain TOURANCHEAU. Caractérisation objective et modélisation psychovisuelle du flou de mouvement sur les écrans à cristaux liquides. Impact sur la qualité perçue. L'Université de Nantes. Thèse de doctorat. 2009.

[25] Moundoungou, I., Boubarka, Z., Fossi Tabieguia, G. J., Barrera, A., Derouiche, Y., Dubois, F., & Maschke, U. End-of-Life Liquid Crystal Displays Recycling : Physico-Chemical Properties of Recovered Liquid Crystals. *Crystals*, 12(11), 1672.2022.

[26] Barrera, A., Binet, C., Dubois, F., Hébert, P. A., Supiot, P., Foissac, C., & Maschke, U. Dielectric spectroscopy analysis of liquid crystals recovered from end-of-life liquid crystal displays. *Molecules*, 26(10), 2873.2021.

CHAPITRE II
PARTIE EXPERIMENTALE

Nous présentons dans ce chapitre l'étude expérimentale ou nous avons commencé par la présentation des diverses matériaux utilisées au cours de cette étude. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été employée pour évaluer les différentes bandes caractéristiques. Par la suite, nous avons effectué une analyse thermo-optique à l'aide du microscope optique à lumière polarisée (MOP) pour étudier la morphologie de nos échantillons. Ensuite, nous avons examiné leurs comportements thermiques ou nous avons utilisé la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). L'analyse mécanique à l'aide de la DMA nous a permis d'analyser les propriétés mécaniques dynamiques des mélanges. En fin et pour déterminer les propriétés électro-optique de nos matériaux, nous avons utilisé l'étude électro-optique à l'aide d'un banc électro optique.

I. Matériaux utilisés :

Afin de faire toutes les analyses, nous avons commencé par la préparation des échantillons ou nous avons utilisé un cristal liquide recyclé (CLR) et des monomères de type acrylique qui sont présentés dans le tableau II.1.

I.1. Le cristal liquide recyclé :

Dans le cadre de notre recherche, nous avons utilisé un nouveau cristal liquide recyclé provenant des écrans LCD. Suite à la collaboration avec Ulrich MASCHKE, directeur de recherche à l'Unité Matériaux et Transformation UMET Lille1, nous avons reçu ces cristaux liquides recyclés (CLR).



Figure II.1 : Cristal Liquide Recyclé (CLR).

I.2. Les produits principaux :

Le tableau suivant regroupe les monomères utilisés au cœur de cette étude. Le premier monomère est l'Isobornyl acrylate (IBOA). Le deuxième monomère est le Tri-Propylène-Glycol-Di-Acrylate (TPGDA) et le Darocur 2-hydroxy-2-méthyl-1-phenyl propane-1 one (Darocur-1173) est utilisé comme un photoamorceur. Ces produits sont fournis par Sigma Aldrich.

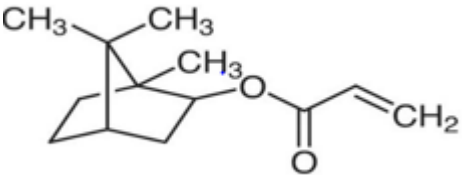
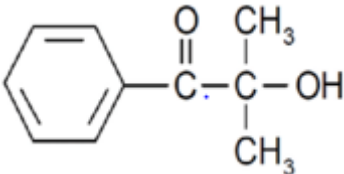
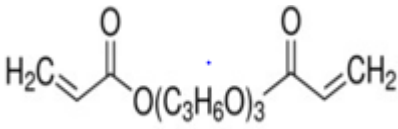
Produit	Formule chimique	Structure chimique	Propriété caractéristique
Isobornyle Acrylate (IBOA)	$C_{13}H_{20}O_2$		Masse molaire : 208,3g/mol Densité : 0,97 g/cm³ à 25°C Température de transition vitreuse : 94°C Viscosité : 7,5mPa.S
2-hydroxy-2-méthyl-1-phenyl propane-1 one (Darocur-1173)	$C_{10}H_{12}O_2$		Masse molaire : 164,2g/mol Densité : 1,08g/cm³ Viscosité : 25mPa. S à 20°C Apparence : transparent
Tri-Propylène-Glycol-Di-Acrylate (TPGDA)	$C_{15}H_{24}O_6$		Masse molaire : 300.35g/mol Densité : 1,04 g/cm³ Viscosité : 15.1mPa. S à 20°C Apparence : transparent

Tableau II.1 : Les composants utilisés, leurs structures chimiques et leurs propriétés caractéristiques.

I.3.Mode opératoire :

Au début nous avons commencé par la préparation des copolymères à base du (IBOA/TPGDA), comme il montre le tableau II.2 :

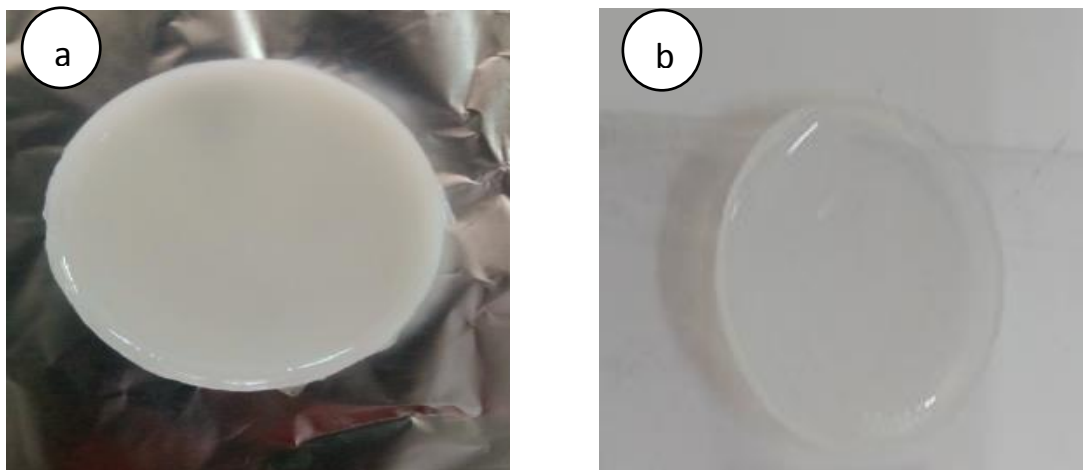
	Composition (%) Darocur	Composition (%) TPGDA	Composition (%) IBOA
Mélange	0.5	50	50

Tableau II.2 : Constituant et composition massique des mélanges copolymères.

Dans le but de mener nos études, nous avons utilisé les copolymères avec en le cristal liquide recyclé (CLR). Pour vérifier l'uniformité des mélanges, nous les avons agités mécaniquement pendant 24 heures.

Pour effectuer les analyses selon les différentes méthodes, nous avons placé une quantité de 1 g des mélanges préparés précédemment dans un moule en téflon, on maintient le temps de polymérisation à 40 minutes.

Nous utilisons une lampe Ultra-Violet (UV) composée de deux lampes fluorescentes TL08, avec une plage d'absorption de 365 nm, et une intensité de 0.64 mW/cm^2 .



*Figure II.2 : A) Pastille en 50%CLR/50% COP (50% IBOA / 50% TPGDA),
B) pastille en 70%CLR / 30 COP (50% IBOA / 50% TPGDA).*

I. Résultats et discussion :

II.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

L'Analyse FTIR nous a permis d'identifier les différentes bandes caractérisées des différents composites. Pour notre étude nous avons utilisé au FTIR Cary 600, la figure II.3. Correspond au spectre IR du CLR ou il présente les différentes bandes d'absorption caractéristique comme la bande 1300cm^{-1} correspondant à la liaison C-O, la liaison acrylique (C=C) situé à 1635cm^{-1} il y a aussi la liaison CH_2 située à 2920cm^{-1} .

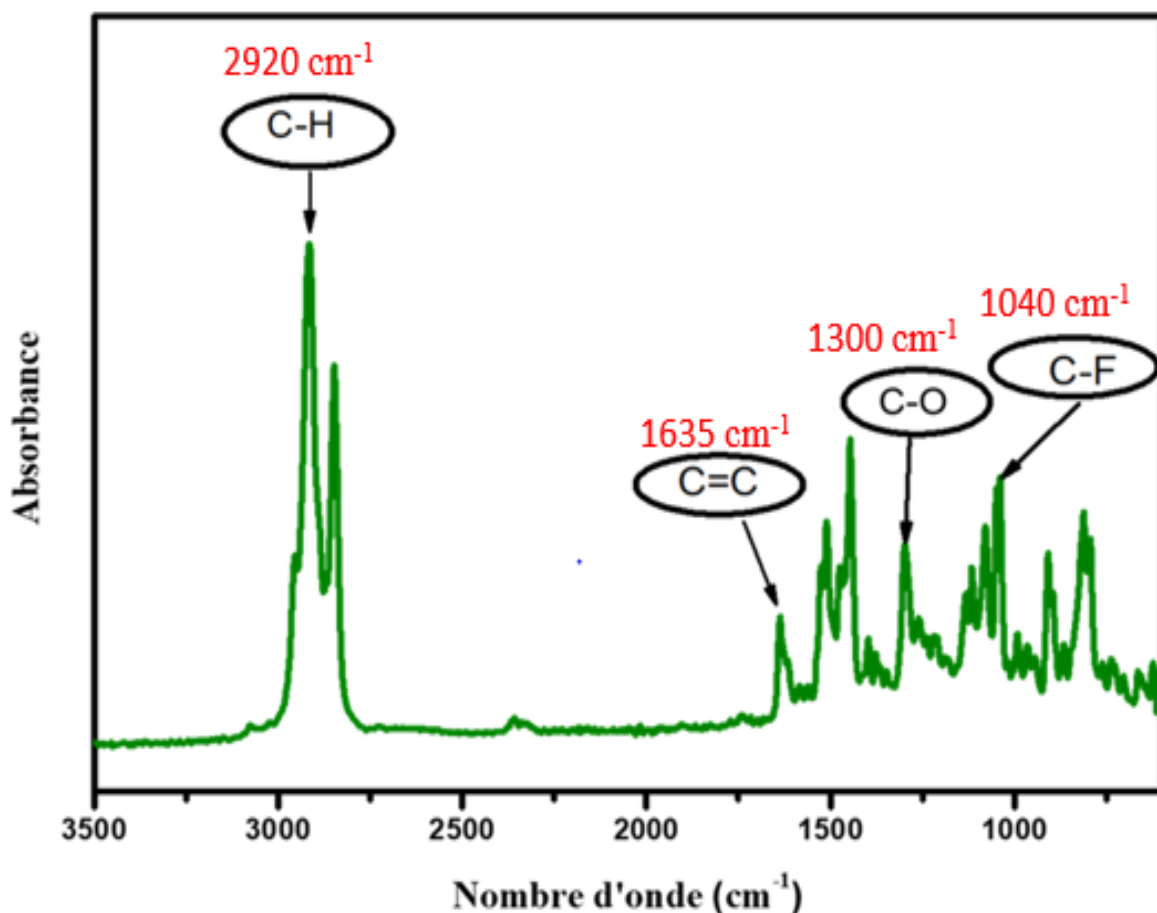


Figure II.3 : Spectre infrarouge du cristal liquide recyclé (CLR).

Le tableau II.3 regroupe les différentes bandes caractérisées du ce CLR.

$\nu(\text{cm}^{-1})$	Nom	Description des vibrations
2700-3100	C-H	Elongation C-H
1635	ν C=C	Bandes d'élongation C=C
1504	ν C=C	Bandes d'élongation phényle
1399	δ C - H	Déformation C-H de la chaîne latérale
1387	δ Ssym CH3	Déformation symétrique de CH3
1300	ν C - O	Elongation du CO
1117	ν C - C	Elongation du squelette carboné
1075-1038	δ C - H	Déformation dans le plan du C - H aromatique
1040	C - F	
907	CH3	Balancement du CH3 terminal
812	ν C=C	Elongation aromatique

Tableau II.3 : Attribution des bandes de vibration observées cristal liquide recyclé.

Les deux monomères (IBOA et TPGDA) sont aussi analysés par le FTIR et la *figure II.4* correspond à leur spectre IR avant polymérisation. On distingue la liaison C-H d'élongation situé à 2950 cm^{-1} , une élongation C-O situé à 1720 cm^{-1} , la double liaison C=C est situé à 1635 et à 810 cm^{-1} .

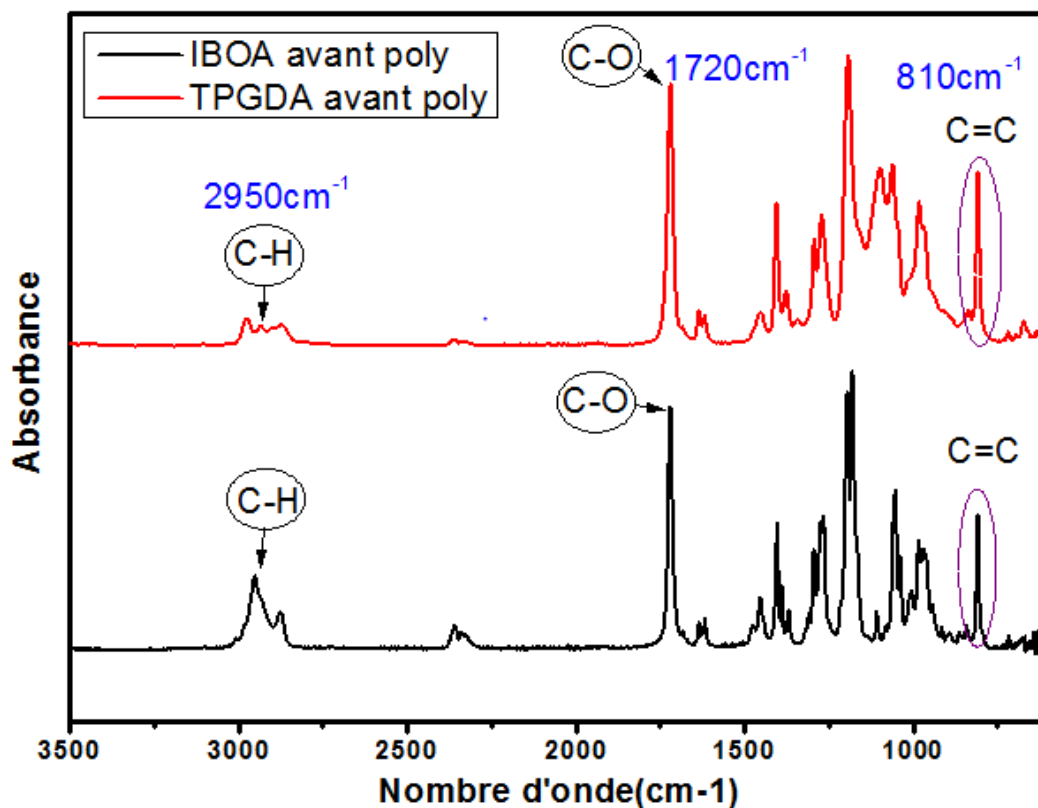


Figure.II.4 : Spectre infrarouge du l'IBOA et le TPGDA avant polymérisation.

La figure suivante représente la superposition des spectres IR du copolymère (50% IBOA et 50% TPGDA) avant et après la polymérisation. Dans cette figure nous avons remarqué la disparition de la double liaison C=C située à 810 cm^{-1} qui n'est totalement disparu au bout du 40 min de polymérisation. Cette superposition montre qu'on n'a aucune différence au niveau des pics mais l'intensité est diminuée après polymérisation.

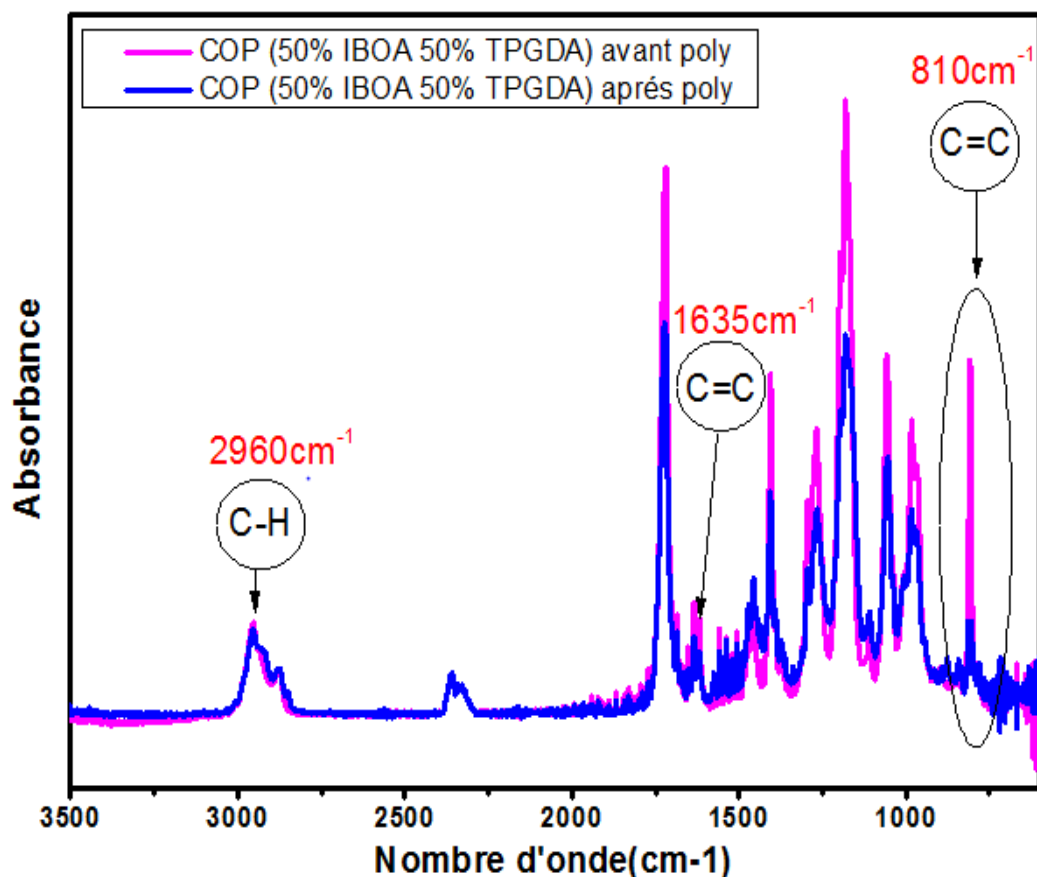


Figure.II.5 : Superposition des spectres du copolymère (50% IBOA/ 50%TPGDA) avant et après polymérisation.

Afin d'analyser l'effet de l'ajout du cristal liquide recyclé sur nos mélanges, la figure II.6. illustre le spectre du mélange à 60% en CLR et 40% en copolymère (50%IBOA+50% TPGDA) obtenu par le FTIR avant et après polymérisation. La bande de la double liaison C=C situé à 810 cm^{-1} n'est pas totalement disparu au bout de 40 min de polymérisation ou on peut dire qu'on n'a pas une polymérisation totale à la composition.

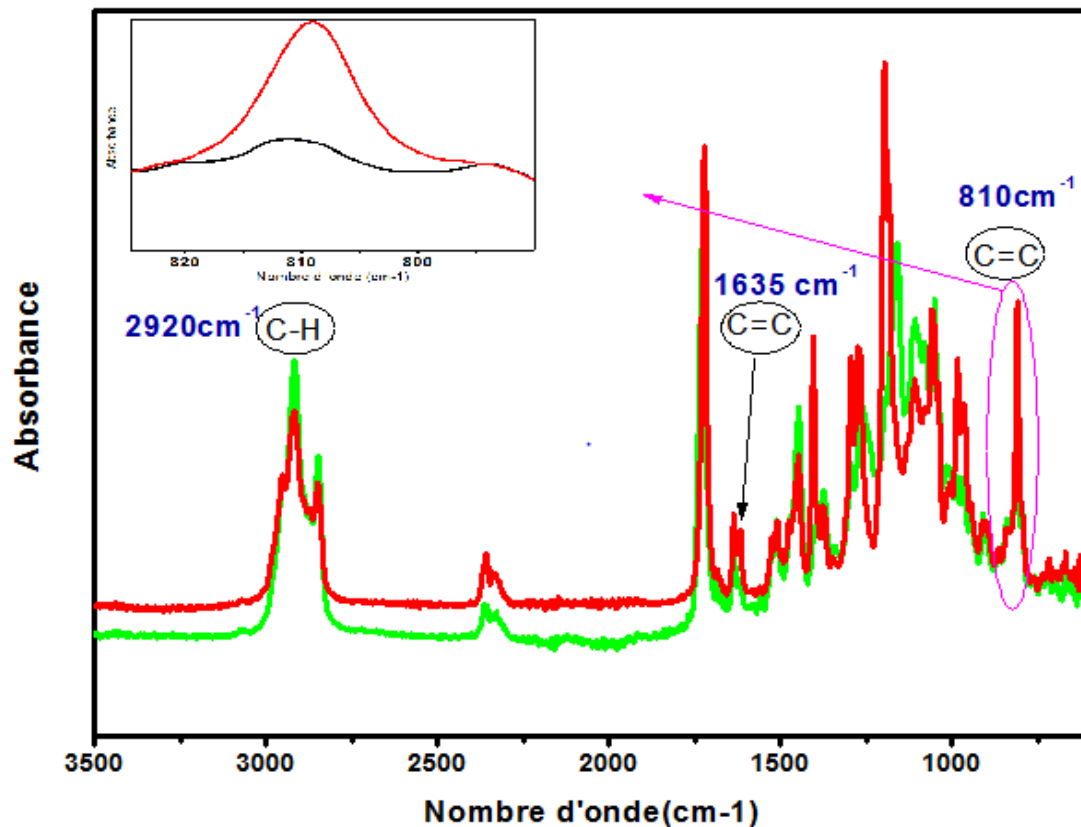


Figure.II.6 : Superposition des spectres du mélange à 60% CLR et 40% COP (50%/50%) avant et après polymérisation.

II.2 Caractérisation par microscope optique à lumière polarisé (MOP) :

L'appareil utilisé pour notre étude est un microscope optique de type Olympus BX41. Cette technique est utilisée pour étudier la morphologie des différents systèmes.

Les films sont préparés d'une solution qui contient le CLR et le copolymère (50% IBOA+50% TPGDA). Les morphologies des films PDLC préparés avec 70% et 60% en CLR dans le copolymère (50% IBOA / 50% TPGDA) sont présentés dans les figures II.7 et II.8 respectivement.

Ces échantillons sont polymérisés sous rayonnement UV pendant 40 minutes afin d'obtenir un film PDLC. L'étude a été faite avec une vitesse de 5°C/min du 20°C jusqu'à 80°C. Les figures suivantes montrent l'évolution de la morphologie du film PDLC en fonction de la température.

Ces clichés montrent qu'à des températures inférieures à la température de transition Nématique-Isotrope du CLR, un réseau dense qui contient des gouttelettes CLR de faibles tailles, à son état nématique, la température de la transition Nématique-Isotrope est enregistrée à 70°C pour le mélange à 70% en CLR et elle est autour de 74°C pour le mélange à 60% en CLR.

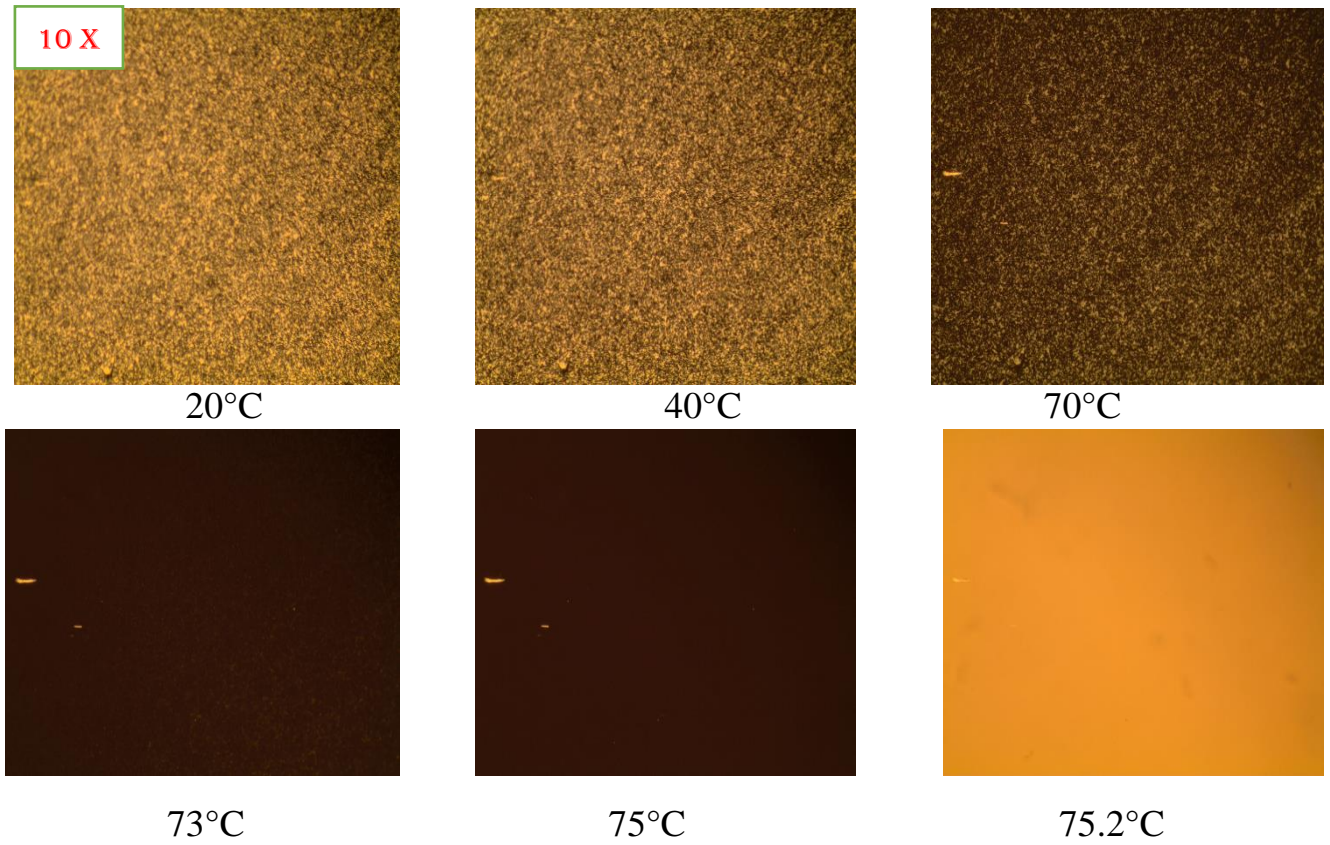


Figure II.7 : Photo MOP du film PDLC élaboré à partir du cristal liquide recycle (70%CLR 30%COP).

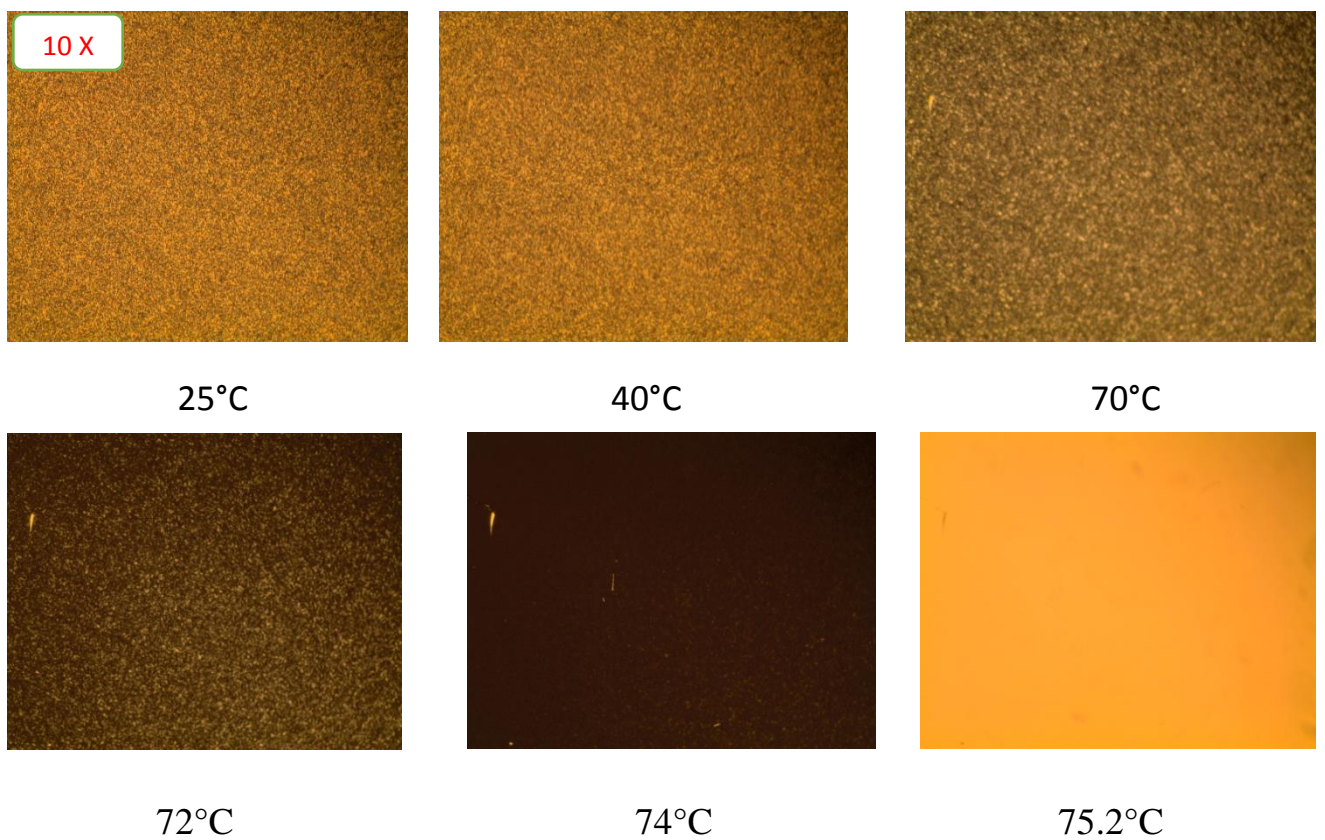


Figure II.8 : Les photos MOP du film PDLC élaboré à partir du CLR (60%CLR / 40%COP).

II.3. L'analyse enthalpique calorimétrique (DSC) :

Les analyses ont été effectuées par une DSC TA Instrumentes Q2000. Le programme d'analyse :

- ❖ Refroidissement des échantillons pendant 2 min à la température -80°C (système isotherme).
- ❖ Le chauffage des échantillons à partir de -80°C jusqu'à 100°C avec une vitesse de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.
- ❖ Les échantillons sont restés 2 min à la température 100°C (système isotherme)
- ❖ Refroidissement des échantillons du 100°C à -80°C à la même vitesse.
- ❖ Les échantillons dans un système isotherme ($T = -80^{\circ}\text{C}$) pendant 2 min.
- ❖ L'augmentation de la température à partir de -80°C jusqu'à 100°C avec la même vitesse.

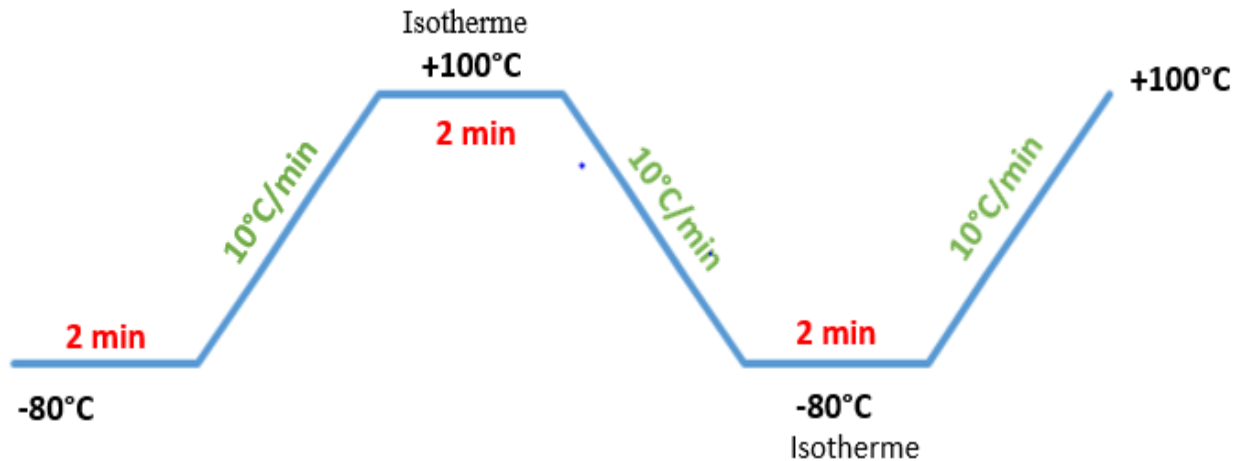


Figure II.9 : Le programme d'analyse.

La figure II.10 illustre les thermogrammes obtenues par DSC du composite Copolymère (50%IBOA/50%TPGDA) / CLR à différentes concentrations massiques en présence de 0,5 % en darocur.

Le CLR possède une température de transition nématique-isotrope T_{NI} autour de 70°C et une température de transition smectique-nématique T_{SN} à -45°C . La température de transition vitreuse T_g est autour de -90°C [25] mais malheureusement on ne peut pas détecter cette température avec notre appareil où l'analyse commence de -80°C . Le composite du 20% en CLR et 80% en Copolymère. La T_{NI} du mélange à 60% en CLR est autour de 69°C .

Pour la température de transition nématique isotrope T_{NI} , on ne peut pas voir cette température dans les autres mélanges à partir de 50% CLR parce que les goulettes des CLR sont encapsulés au sein du ce réseau qu'empêche sa mobilité.

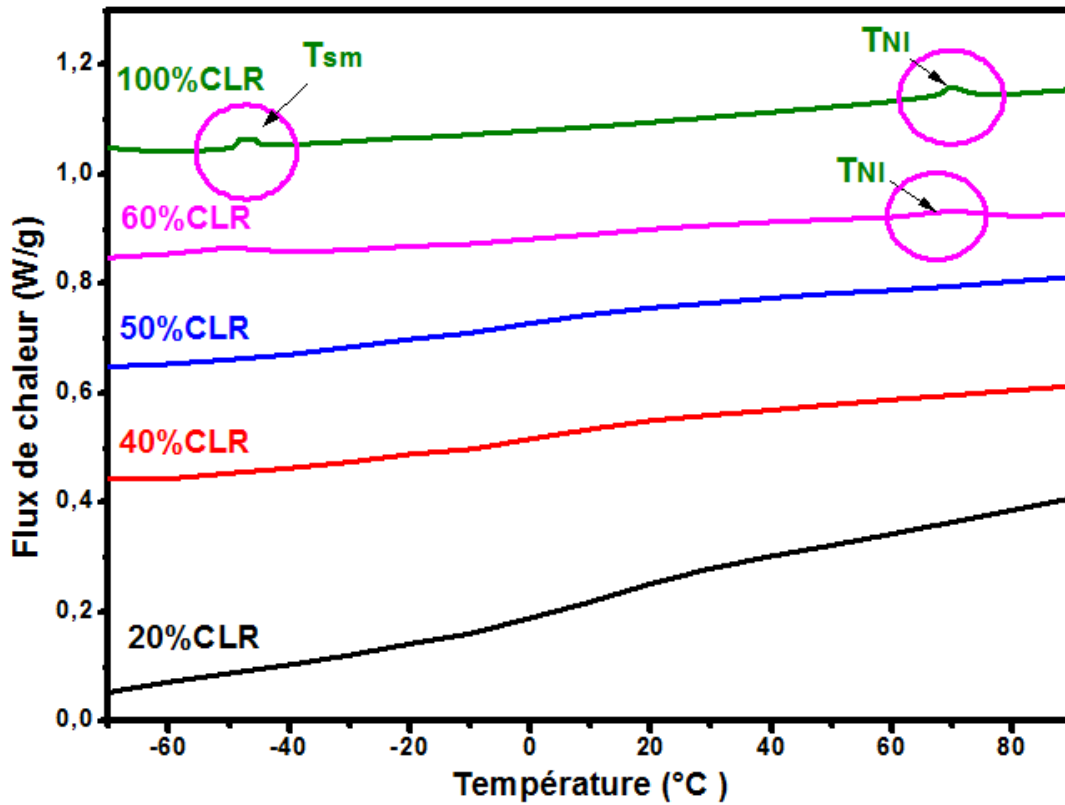


Figure II.10 : Thermogramme des composites CLR / (50%IBOA +50%TPGDA).

II.4. Analyse mécanique dynamique (DMA) :

Cette étude a été faite à l'aide un appareil DMA Q800 de TA Instrument d'un balayage de température de l'ambiante jusqu'à 180°C une vitesse de chauffage 5°C / min.

Nous avons étudié des copolymères (IBOA/TPGDA) contenant du monomère TPGDA avec des concentrations différentes en IBOA (100%, 80% ,70%,60% ,50% et 0%), le darrocur est de concentration 0.5%. L'évolution du module de stockage E' en fonction de la température est illustrée dans la figure II.11. pour les six concentrations de IBOA. Il est observé que les valeurs initiales des modules de stockage sont très élevées, mais elles diminuent progressivement.

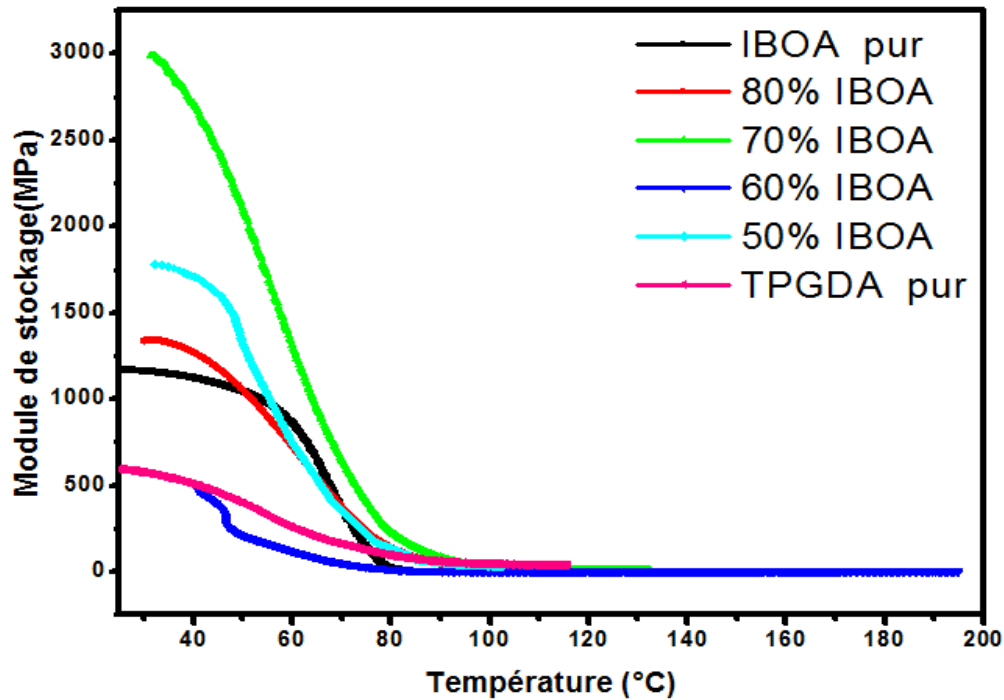


Figure II.11 : Le module de stockage E' en fonction de la température à différents de la concentration de l'IBOA.

La variation du module de perte E'' en fonction de la température est illustrée dans la figure II.12 pour les mélanges avec des concentrations différentes en IBOA. On remarque une diminution du module E'' avec l'augmentation de concentration du TPGDA dans le mélange, et pour le mélange qui contient 70% d'IBOA, on observe un module de perte plus élevé ce qui signifie que le réseau est devenu flexible.

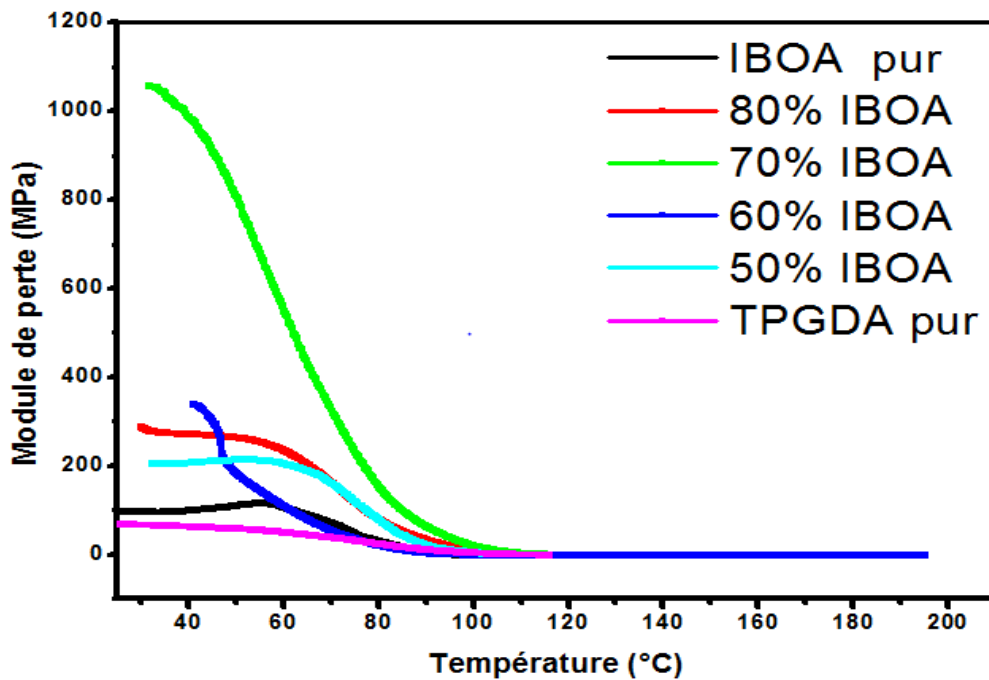


Figure II.12 : Le module de perte E'' en fonction de la température à différents concentrations de l'IBOA.

La figure II.13 montre la variation du $\tan \delta$ en fonction de la température pour les mélanges à base d'IBOA/TPGDA avec 0.5% du darocur à différentes concentrations d'IBOA. On remarque que la T_g diminue avec l'augmentation de la concentration du TPGDA (la diminution de %IBOA). Le tableau II.4 regroupe les valeurs de T_g en fonction de la concentration de l'IBOA.

Concentration (%) d'IBOA	100%	80%	70%	50%	0%
T_g (°C)	94.34	89.44	85.22	81.23	78.50

Tableau II.4 : Les températures de la transition vitreuse obtenu par l'étude DMA.

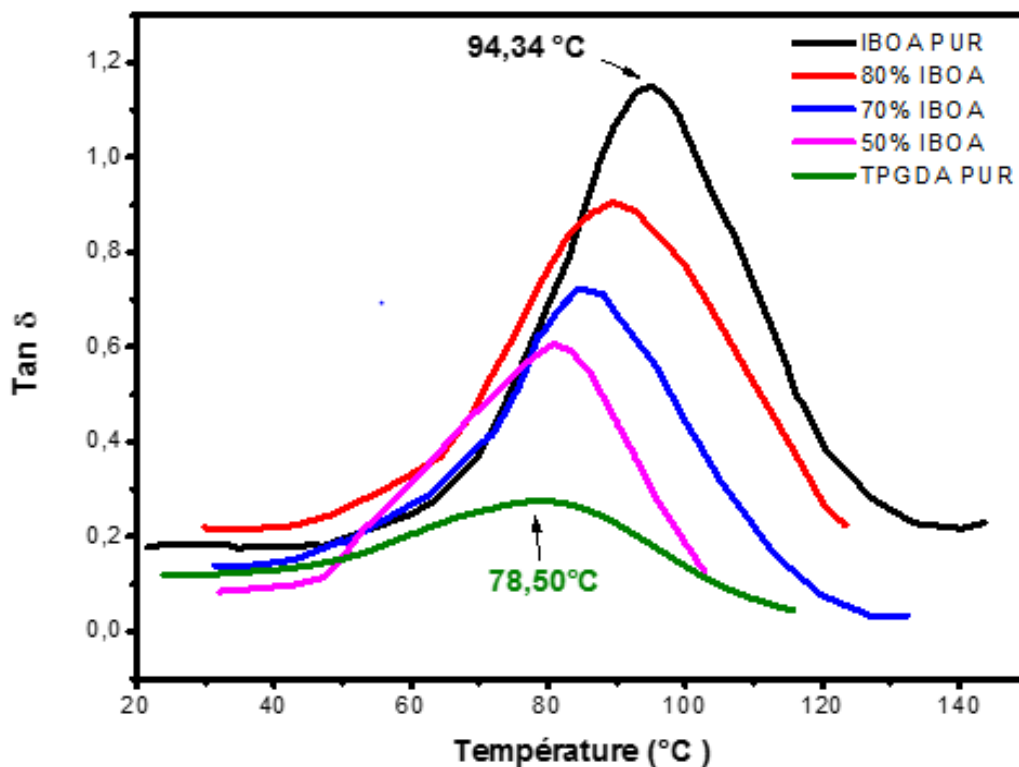


Figure II.13 : La variation du $\tan \delta$ des mélanges IBOA/TPGDA en fonction de la température.

Afin d'étudier l'effet de la présence du CLR sur la température de transition vitreuse T_g du IBOA dans le mélange, la figure II.14 montre la variation du module de stockage E' en fonction de la température à différente concentration CLR dans le mélange Copolymère/CLR avec un 0.5% en darocur. En raison de la flexibilité de nos pastilles, nous n'avons pas pu préparer des pastilles en fortes concentrations en CLR.

On remarque que le copolymère pure (50%IBOA/50%TPGDA) possède le module de stockage E' le plus élevé autour de 307 MPa. Ce module présente une baisse significative lorsque la concentration du cristal liquide recyclé augmente dans tous les mélanges. La composition à 50%

CLR/ 50% Copolymère révèle que son module de stockage est le plus bas, avec un module de 30 MPa. Cela indique la souplesse du Copolymère/CLR, qu'est rendue flexible grâce à la présence de CLR.

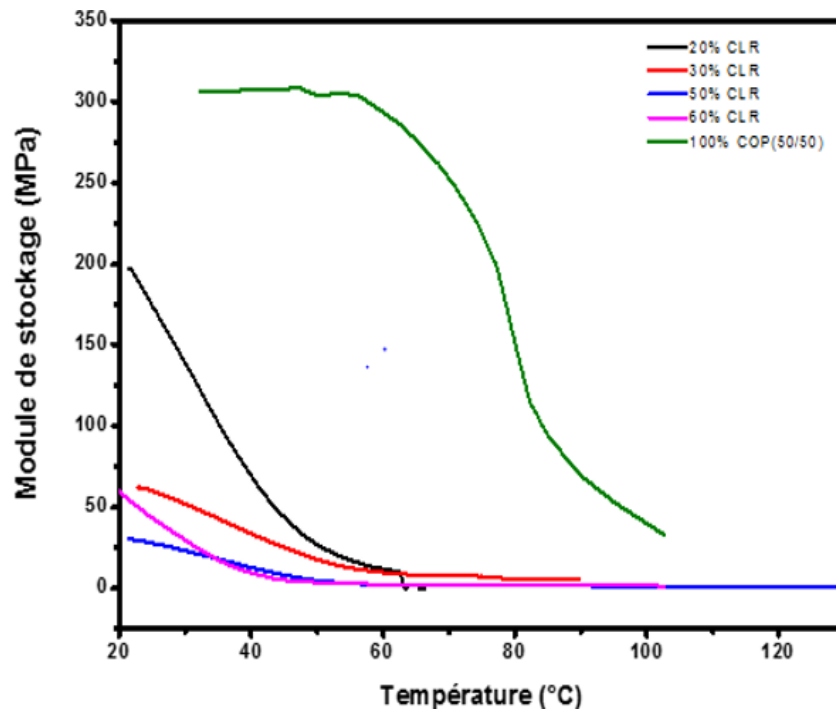


Figure II.14 : Le module de stockage E' des mélange CLR / Copolymère (50% IBOA / 50% TPGDA) en fonction de la température.

L'évolution du module de perte E'' pour les différentes concentrations du CLR est illustrée dans la figure II.15. Selon cette figure, on remarque une diminution de ce module lorsque la concentration du CLR augmente dans le mélange. On constate également que la concentration 100% Copolymère présente le module de perte le plus élevé autour de 217 MPa, ce qui indique que la rigidité du réseau devient plus souple et flexible en présence du CLR. En revanche, nous observons un module E'' faible autour de 16 MPa pour les mélange à 50% CLR / 50% Copolymère.

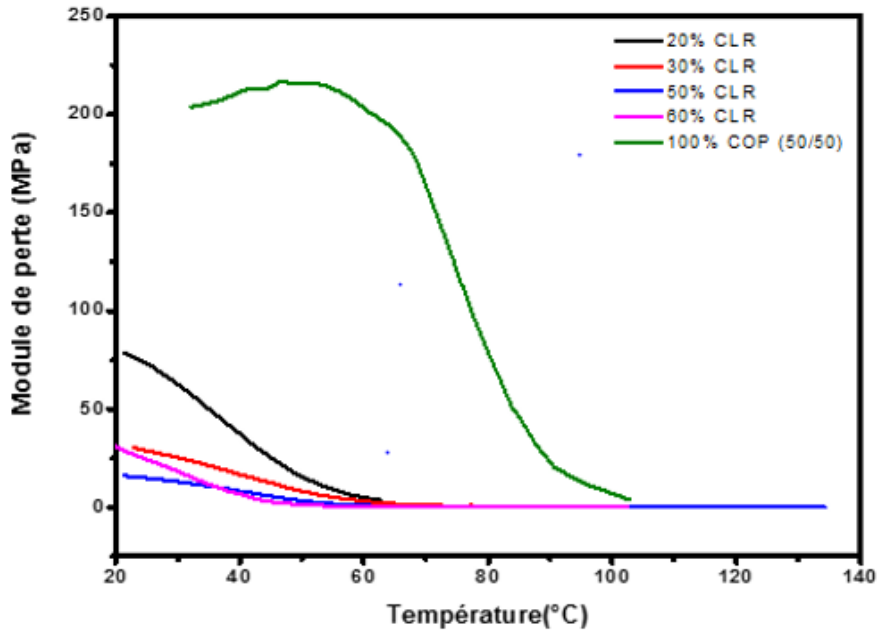


Figure II.15 : Le module de perte E'' des mélanges CLR / Copolymère en fonction de la température.

La variation du Tang delta (δ) en fonction de la température est présenté dans la figure II.16 pour les mélanges CLR / Copolymère avec 0.5% de Darocur à différentes concentrations en CLR. Le maximum du pic du $\tan \delta$ diminue, ce qui indique une diminution de la T_g d' IBOA dans le mélange en raison de l'augmentation de la concentration du CLR. Le tableau II.5 regroupe les valeurs de T_g en fonction de la concentration du CLR.

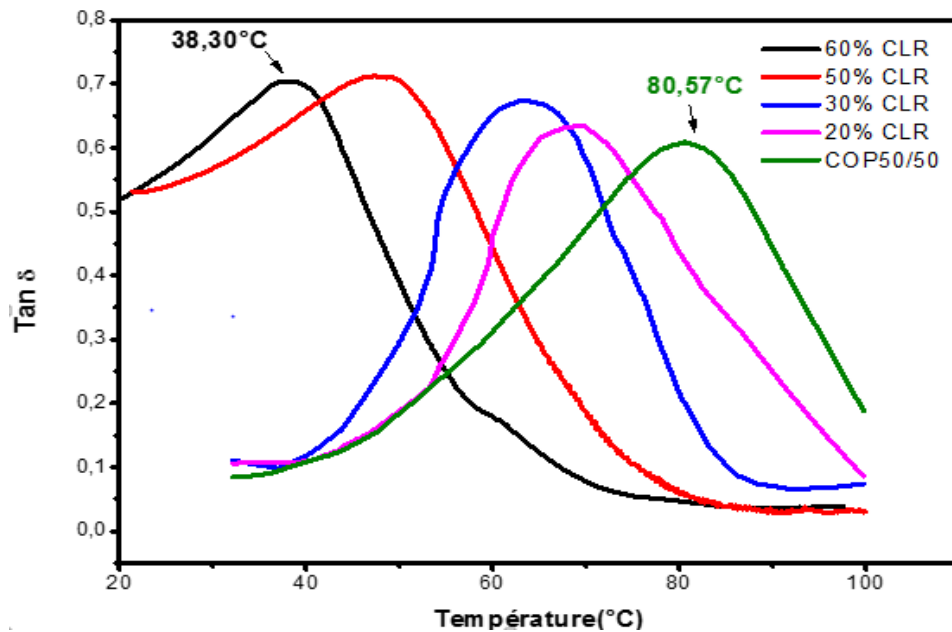


Figure II.16 : La variation du $\tan \delta$ des mélanges CLR / Copolymère en fonction de la température.

Concentration (%) de CLR	0	20	30	50	60
Tg (°C)	80.57	68.85	63.55	48.03	38.30

Tableau II.5 : Les températures de la transition vitreuse obtenu par l'étude DMA.

L'étude de l'effet de la fréquence a été faite pour un mélange 60% CLR/Copolymère et la figure II.17 représente la variation de la Tan δ en fonction de la température. On remarque que la Tg du IBOA dans le mélange augmente par l'augmentation de la fréquence par exemple pour une fréquence de 1Hz la Tg est autour de 38°C qui atteint 49°C pour une fréquence de 50Hz.

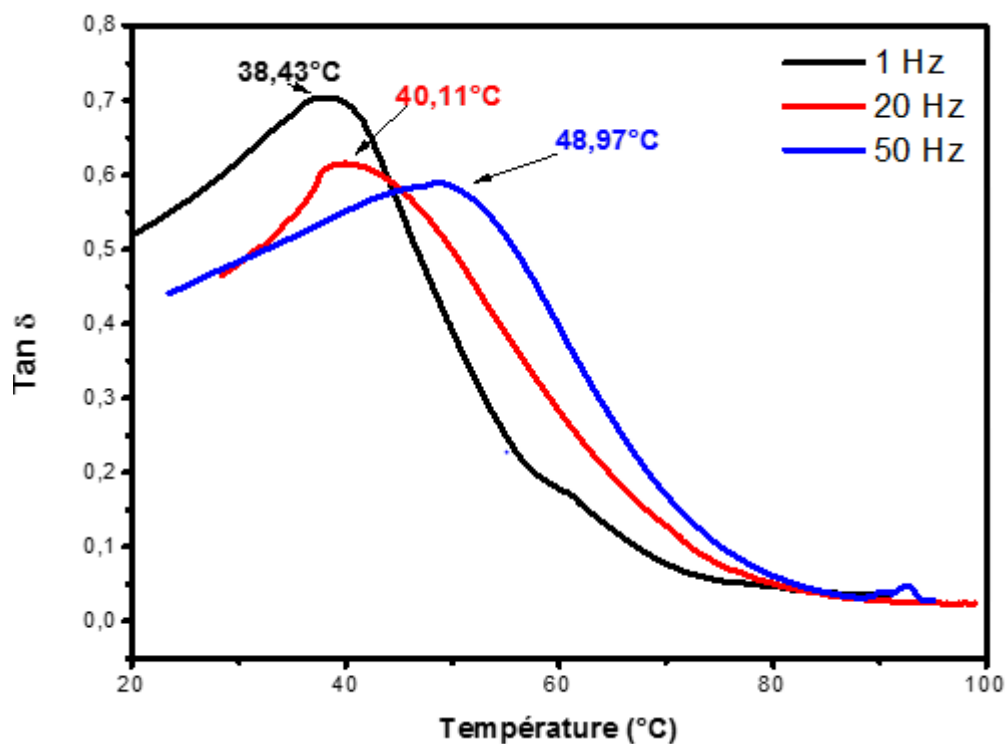


Figure II.17 : La variation du Tang delta δ des mélange 60% CLR / 40% Copolymère en fonction de la température à différent fréquence.

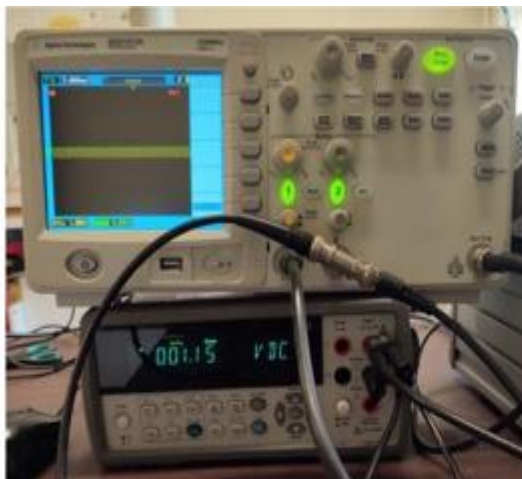
II.5. Etude électro-optique E.O :

Cette étude a été faite au niveau de l'unité Matériaux et Transformation UMET à l'université de Lille car il y'a un problème technique au niveau de montage électro-optique à laboratoire de Recherche (LRM) de l'université Tlemcen (Algérie). Elle a été faite par notre encadrante suite à un stage d'haute performance d'un mois réalisé en mois de Décembre 2023 à l'aide d'un dispositif présenté dans la figure II.18. Il contient :

Un oscilloscope, un multimètre, une génératrice basse fréquence et une amplification qui doivent être mis sous tension un par un et il faut veiller à ce que l'ordinateur les reconnaisse. Si une case est blanche dans le menu, il faut sélectionner l'appareil manquant en vérifiant que le code corresponde à l'appareil en question.

➤ Disposition de l'échantillon :

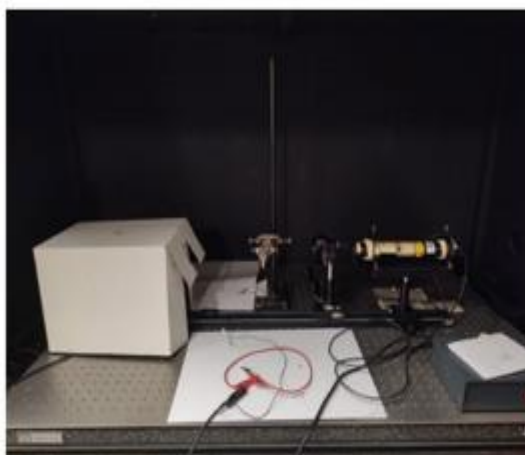
La cellule PDLC doit être déposée entre les deux morceaux de cartons (pour la rendre stable). Ensuite, il faut brancher les 2 pinces crocodiles de chaque côté de l'échantillon.



Oscilloscope (en haut) et multimètre (en bas)



Générateur basse fréquence (en haut) et Amplificateur (en bas)



Banc électro-optique



Cellule PDLC soumise à un champ électrique

Figure II.18 : Dispositif expérimentale pour la caractérisation électro-optique.

➤ **Préparation d'échantillon pour le calibrage électro optique :**

Déposer une goutte de glycérol entre deux cellules et lancer une analyse. Cette valeur sert de background et devra être utilisés dans les calculs. Il faut éviter de bouger les lunettes noires qui permettent d'atténuer la puissance du laser auquel cas il faudra effectuer de nouveau la calibration pour les analyses suivantes. Le signal devant être obtenu doit être une large bande plus ou moins constante. A l'inverse, le calibrage n'est pas bon et doit être recommencé.

➤ **MATLAB :**

V finale : C'est l'amplitude maximale (V-MAX) du signal sinusoïdal fourni par le GBF. On peut choisir, abaisser ou augmenter cette valeur en fonction de l'épaisseur de ton échantillon. Un échantillon très fin devra être soumis à des tensions plus faibles au risque de faire griller la cellule. A l'inverse, un échantillon plus épais pourra être voire même devra être soumis à des tensions plus élevées. On peut faire des essais en augmentant peu à peu la tension afin de voir comment se comporte le signal obtenu. Si on atteint un plateau, c'est une tension acceptable pour exploiter les résultats.

A l'inverse, si aucun plateau n'est observée mais uniquement une montée, il faudra augmenter cette valeur. Il faut faire attention à l'amplification du signal (facteur 100) : $0,3 = 30V$.

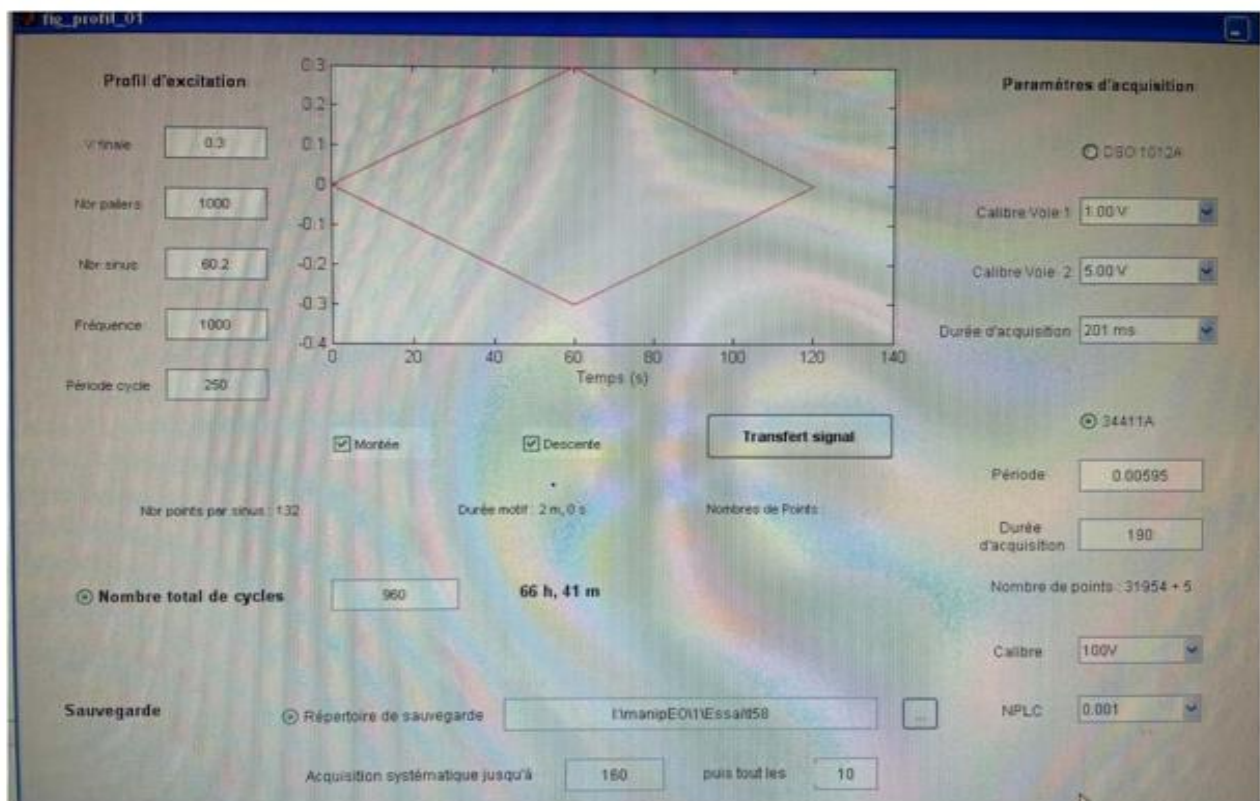


Figure II.19 : Interface de commande réalisée sur le logiciel Matlab.

➤ **Selon le type de données voulu :**

Le mode 2 « n cycles » permet de mesurer avec précision les signaux de montée et de descente contrairement au mode 1 global qui permet d'obtenir un signal entier. »

➤ **Transmittance :**

Un cycle dure environ 4 minutes. Nombre de cycle : Environ 8-10, 40 minutes. On peut changer le nombre de cycle. L'abaisser si on peut obtenir des données exploitables avec un nombre de cycle plus bas ou à l'inverse l'augmenter si ce n'est pas assez.

➤ **Durée de vie de la cellule :**

Le nombre de cycles est beaucoup plus élevé. On peut choisir un nombre de cycle qui couvre toute une nuit ou bien tout un weekend.

➤ **Traitement des données :**

Lorsque tu obtiens tes résultats, on doit les exporter sur Excel et tracer tes courbes. Pour ce faire on doit prendre les 60 premières secondes (0-60) qui correspondent à la montée. Puis on doit prendre les 60 prochaines secondes (60-120) qui correspondent à la descente et utiliser la fonction permettant de trier les valeurs dans l'ordre croissant. Ainsi on obtient à partir des valeurs (après les avoir traitées via les formules) 2 courbes.

II.5.1 Résultats obtenus :

Les mesures électro-optiques du composite 30% IBOA/70% E7 sont illustrées dans la figure II.20. Les transmittances ont été mesurées pour différentes épaisseurs en fonction du voltage appliqué. Les films qu'ayant une épaisseur de 20,21 et 27 μm présentent un T_{OFF} inférieur à 10%, ce qui démontre une bonne séparation de phase entre CL et le mélange. On observe que le transmittance à l'état OFF est supérieur à 30% pour le film restant (faible épaisseur 13 μm), ce qui indique que la transparence du film, ce qui entraîne une mauvaise séparation de phase. Et on remarque que la transmittance à l'état ON du film de 21 μm est le meilleur par rapport les autres épaisseurs avec une valeur de 85%.

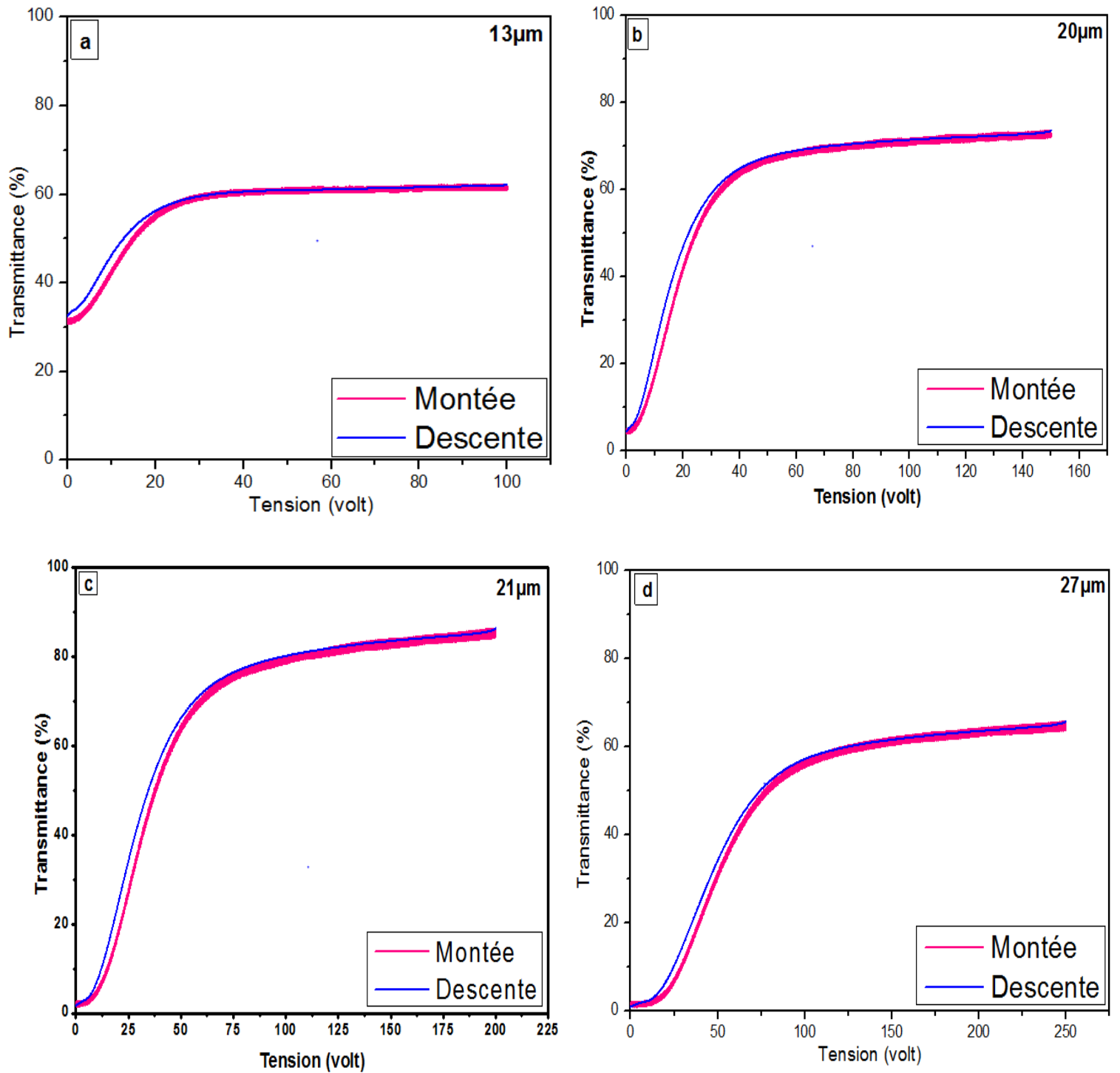


Figure.II.20 : Réponse électro-optique du film PDLC (30%IBOA/70%E7)

pour différentes épaisseurs a, b ,c et d.

La figure II.21 montre que la transmittance à l'état ON est presque identique parce que toutes sont alignées en fonction du champ, indépendamment du film, et elles sont comprises entre 60% et 80%. La transmittance à l'état OFF diminue en fonction de l'épaisseur c'est-à-dire le film le plus épais est plus opaque.

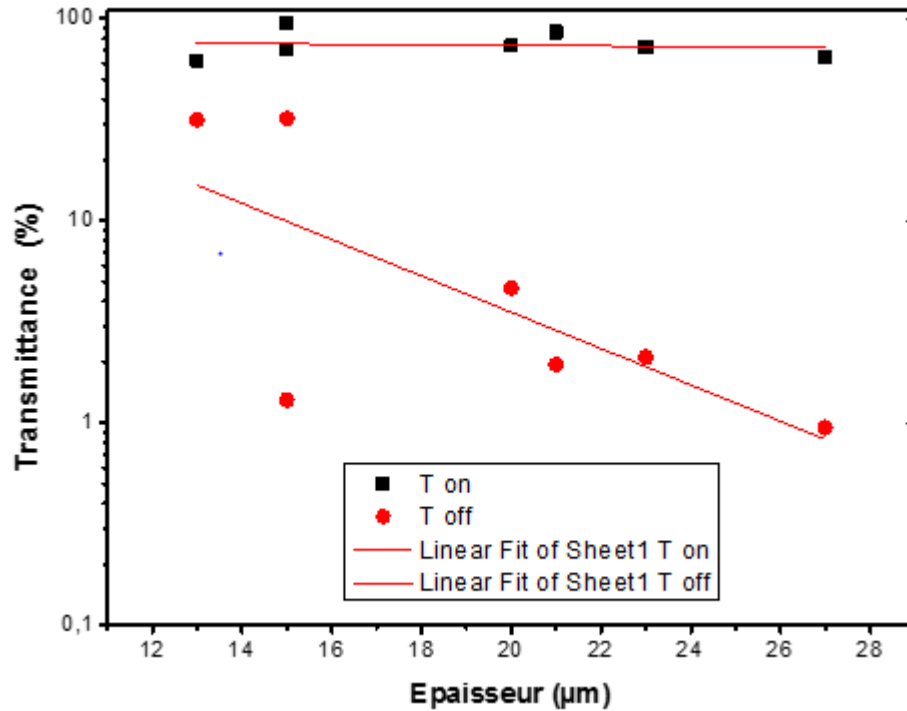


Figure II.21 : La variation du T_{ON} et T_{OFF} en fonction de l'épaisseur du film PDLC IBOA/E7 (30/70)%.

Les mesures électro-optiques des films 60% CLR / 40% Copolymère (50% IBOA / 50% TPGDA) sont illustrées dans la figure II.22. Les transmittances ont été mesurées pour différentes épaisseurs en fonction du voltage appliqué. On remarque que les films ayant les épaisseurs au-delà de 25 μm présentent une transmittance à l'état OFF inférieur à 20%, ce qui confirme l'opacité des films. Et pour les autres films qui ayant des épaisseurs faibles (10 μm) présente une T_{OFF} supérieur à 40%, ce indique que les films sont transparents et qu'on a une mauvaise séparation de phase. Concernant la transmittance à l'état ON, on a des trop élevées qui sont autour de 90% pour toutes les échantillons.

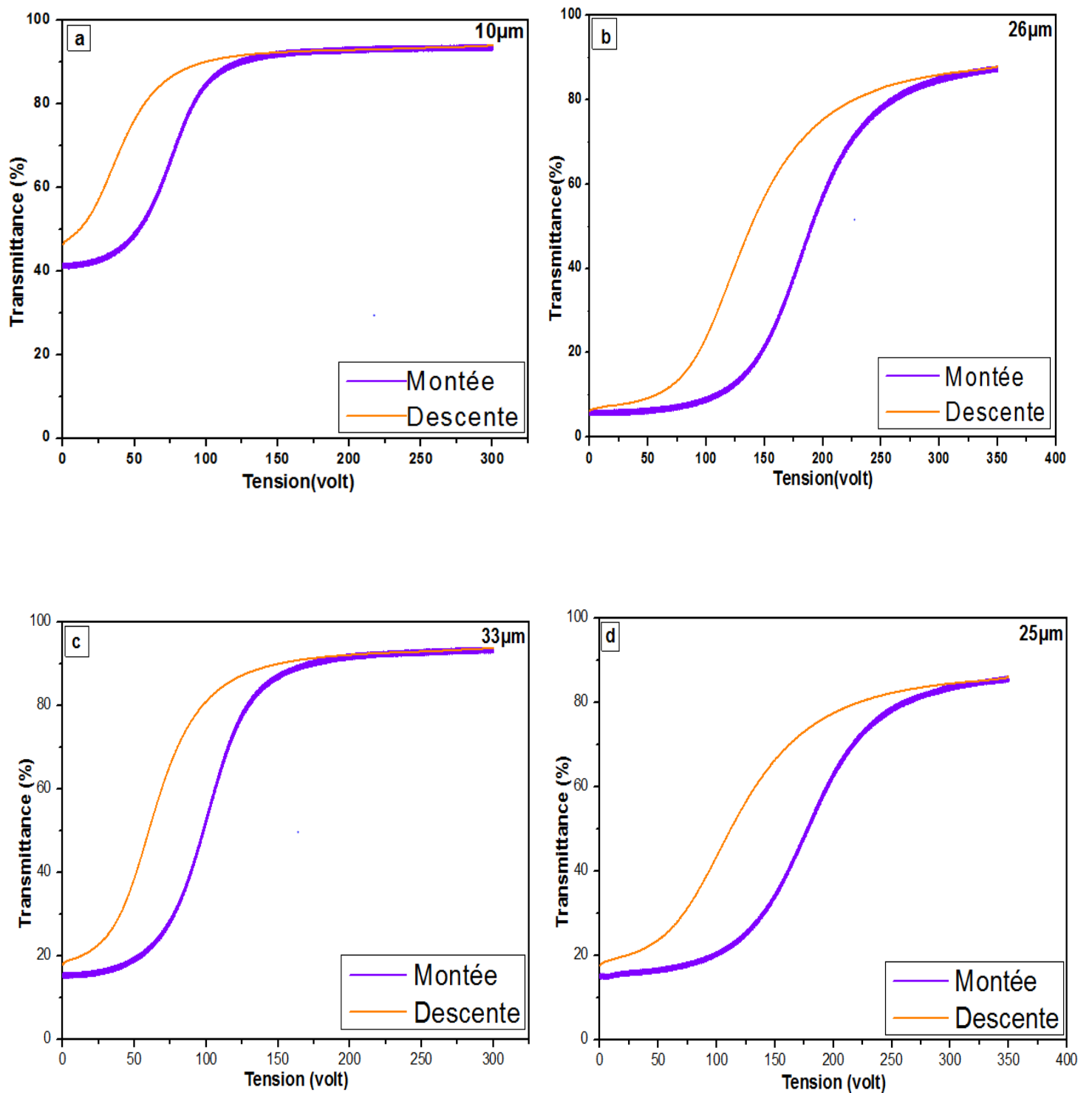


Figure.II.22 : Réponse électro-optique du film PDLC (60% CLR / 40% Copolymère (50%IBOA/50%TPGDA)) pour différentes épaisseurs a, b ,c et d.

Selon la figure II.23, il est évident que la transmittance à l'état ON est pratiquement élevée, et elles sont entre 85% et 95%. La transmittance à l'état OFF diminue en fonction de l'épaisseur c'est-à-dire le film qu'est plus épais est plus opaque.

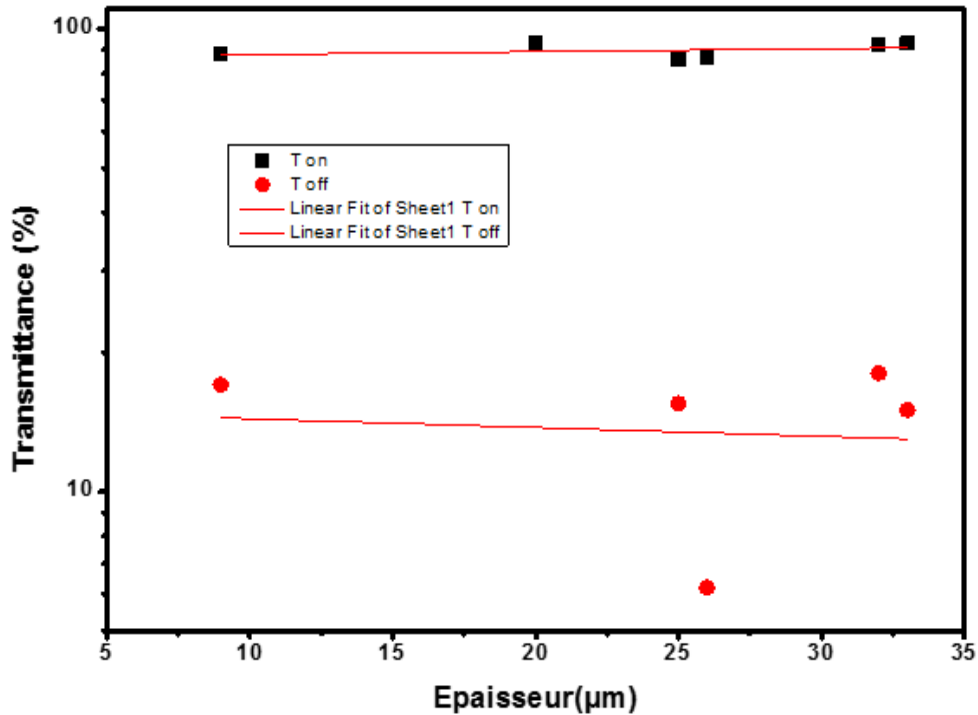
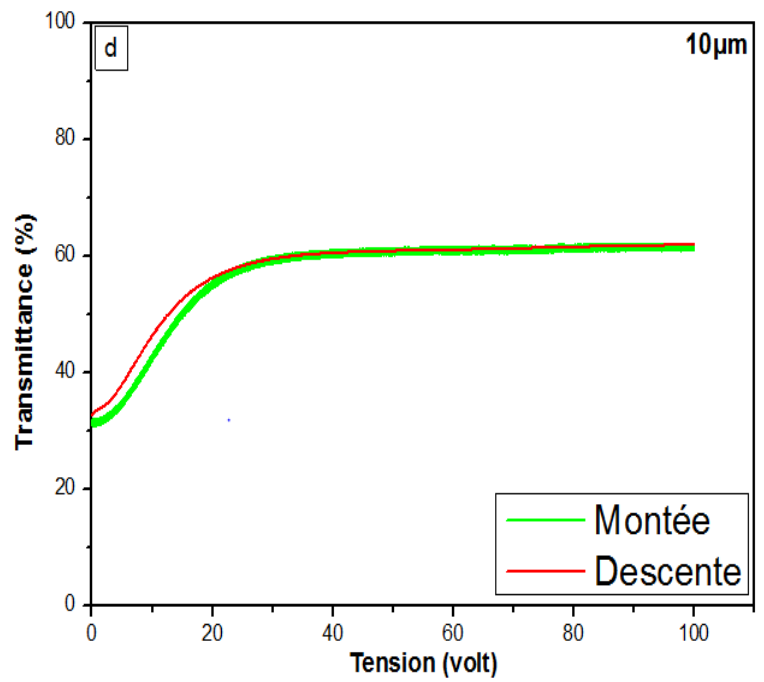
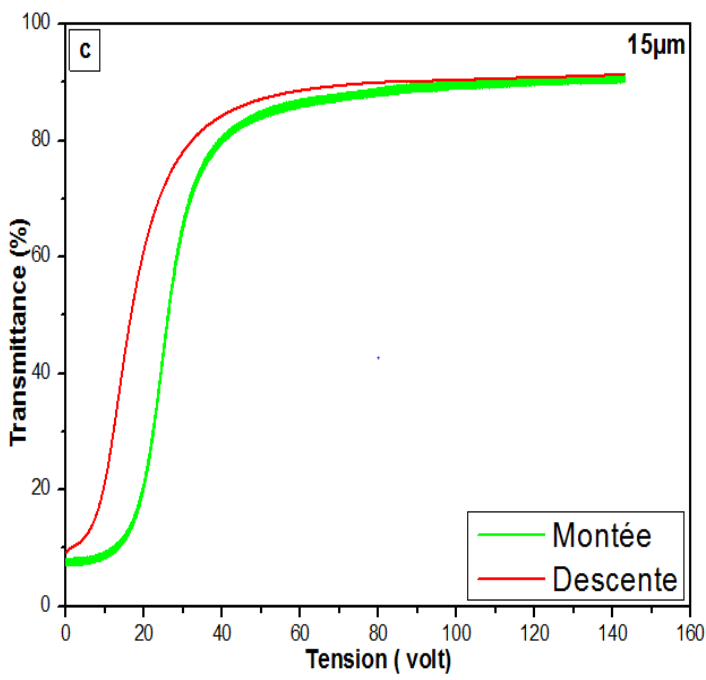
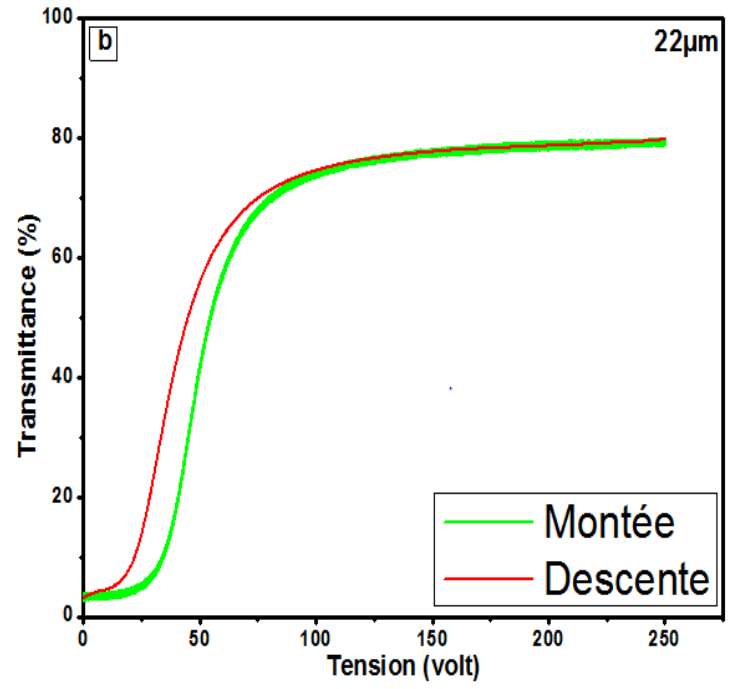
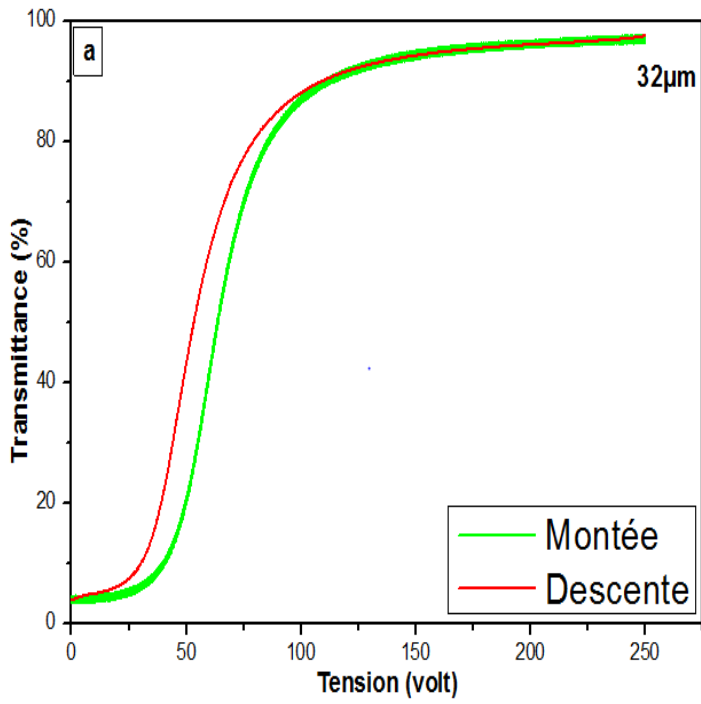


Figure II.23 : La variation du T_{ON} et T_{OFF} en fonction de l'épaisseur du film PDLC 60%/CLR/40% Copolymère (50%IBOA/ 50% TPGDA).

La figure II.24 présente la transmittance en fonction de la tension appliquée pour des films 70% CLR / 30% Copolymère (50% IBOA / 50% TPGDA), à différentes épaisseurs. La majorité des films ont une transmittance à l'état OFF inférieur à 10%, sauf pour le film à faible épaisseur (10μm) a une T_{OFF} supérieur à 30%, ce indique une transparence du film, ce qui entraine une mauvaise séparation de phase.

On remarque que la meilleure transmittance à l'état ON est pour le film de 32μm et sa valeur est autour de 97%, ce qui en fait un bon résultat.



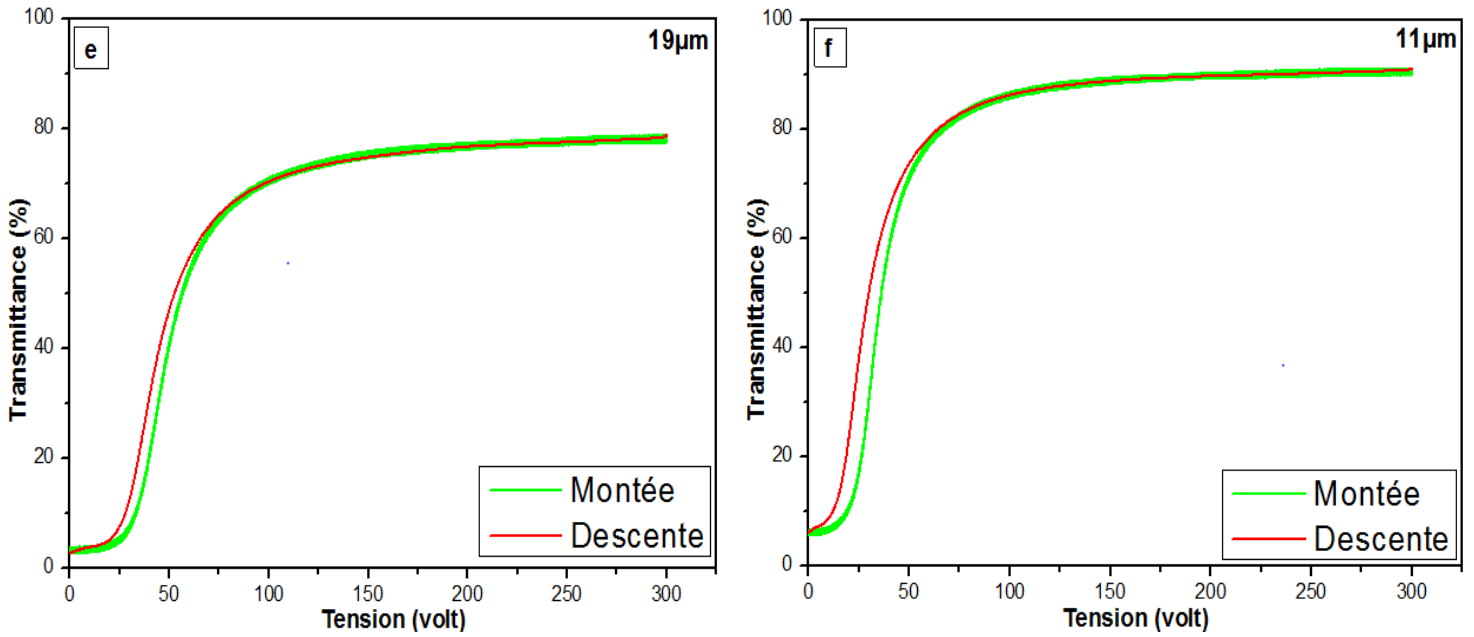


Figure.II.24 : Réponse électro-optique du film PDLC (70% CLR / 30% Copolymère 50%IBOA/50%TPGDA)) pour différentes épaisseurs a, b, c, d, e et f.

On remarque que pour toutes les réponses, au a faible effet d’hystérèse, revient aussi à état initial ce qui montre l’effet de mémoire du nos matériaux ce qui est important pour les applications industriel dans le domaine de l’afficheur et les vitrages intelligents.

La figure II.25 montre que la transmittance à l’état ON est presque identique et sa valeur entre 80% et 97%. Et aussi la transmittance à l’état OFF a la même valeur sauf le film d’épaisseur 10µm.

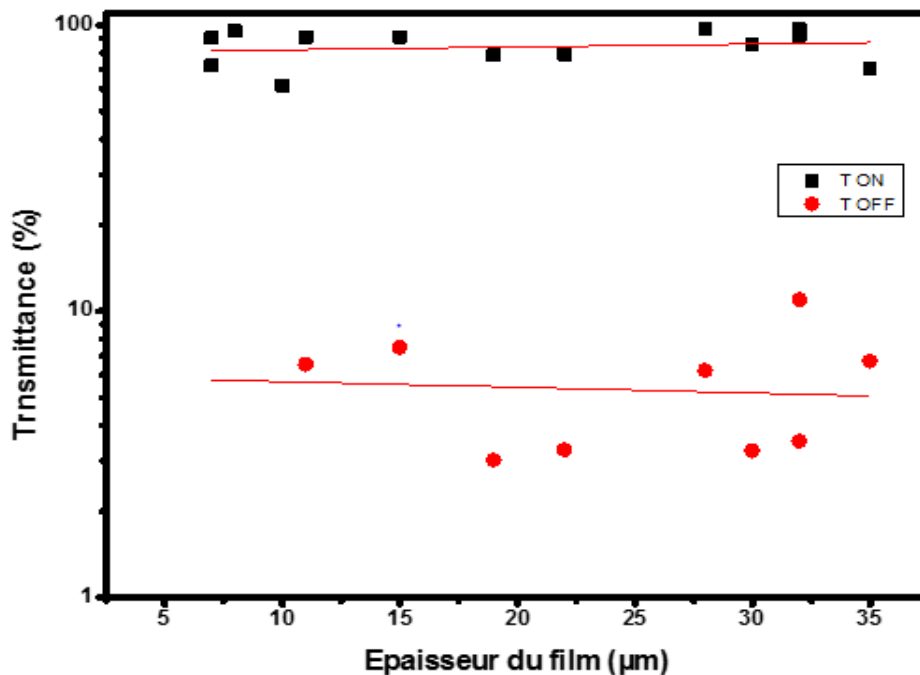


Figure II.25 : La variation du T_{ON} et T_{OFF} en fonction de l’épaisseur du film PDLC 70%/CLR / 30% Copolymère (50%IBOA/ 50% TPGDA).

La figure II.26 représente la superposition des réponses E.O., Des films PDLC préparé par différent mélanges avec le copolymère (50% IBOA/50% TPGDA) en présence du CL E7 et du CLR. On remarque que les films à base du 70% CLR représente la meilleur réponse E.O, ou elle montre une monté rapide, une transmittance max à 97% et aussi un effet de mémoire.

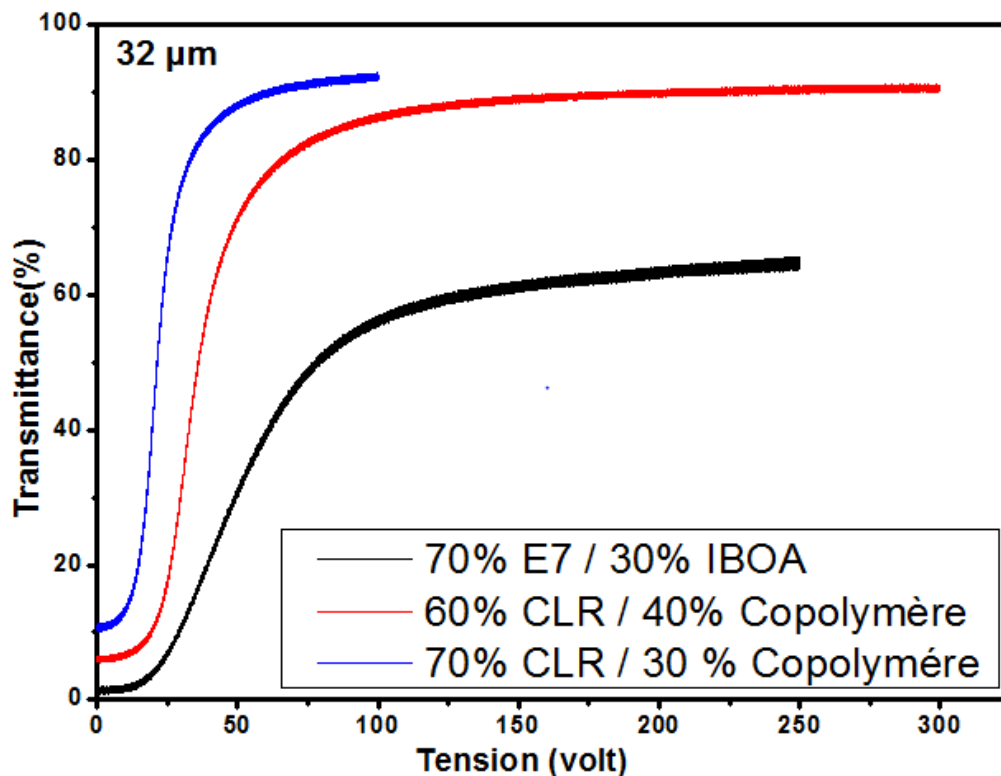


Figure II.26 : Superposition des réponses électro-optiques des films PDLC (70%E7/ 30% IBOA) (60%CLR/ 40% Cop (50% IBOA/ 50% TPGD)) et (70% CLR/30%Cop (50% IBOA/50% TPGDA)).

III. Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons étudié les films PDLC de système copolymère (IBOA/TPGDA)/ CLR en utilisant diverses méthodes de caractérisation. Au début, nous avons présenté les matériaux utilisés et la méthode de la préparation. Par la suite nous avons effectué une analyse spectroscopique infrarouge (FTIR) pour déterminer les bandes spécifiques de nos matériaux. Ensuite, nous avons étudié leurs morphologies qu'ont été analysées à l'aide d'un microscope optique à lumière polarisée (MOP). L'analyse enthalpique calorimétrique (DCS) a été utilisée pour étudier leurs propriétés thermiques, tandis que l'analyse mécanique dynamique (DMA) nous a donné l'opportunité d'étudier leurs propriétés mécaniques dynamiques. Finalement, nous avons effectué l'analyse des caractéristiques électro-optiques des films PDLC pour la réponse électro-optique satisfaisante.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de cette étude est d'étudier les matériaux composites polymères/cristaux liquides, en particulier les matériaux de type PDLC (Polymer Dispersed Liquid Crystal), à base d'un CL recyclé et un monomère de type acrylique.

Ce mémoire divise en deux parties ou la première partie traite les caractéristiques des mélanges polymères/cristaux liquides. Dans la deuxième partie, nous avons concentré sur l'élaboration, la caractérisation matériaux composites PDLC à base des monomères acryliques (IBOA / TPGDA) avec de cristaux liquides recyclés CLR à partir des écrans LCD.

Dans le premier chapitre nous avons traité la partie bibliographique, qui récapitule les généralités sur les polymères, les cristaux liquides et les PDLC, ainsi nous avons exposé une généralité sur les écrans LCD et le processus de recyclage des cristaux liquides à partir de ces écrans LCD.

Ensuite, dans le deuxième chapitre nous avons donné une description détaillée des techniques de caractérisation utilisées lors de notre travail. Le principe de fonctionnement et le mode opératoire de la Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (FTIR), l'analyse enthalpique différentielle (AED ou DSC), la microscopie optique à lumière polarisée (MOP), l'analyse mécanique dynamique (DMA) et le rhéomètre. Dans ce chapitre nous avons discuté les résultats obtenus :

- L'analyse spectroscopie à transformée de Fourier (FTIR) nous a permis d'identifier les différentes bandes caractéristiques de nos systèmes et nous avons confirmé la disparitions de la bande C=C après 40 min de polymérisation.
- L'étude par MOP nous a permis d'étudier la morphologie des matériaux composites polymère/CLR à différentes températures ou nous avons observé un réseau dense avec une dispersion homogène du CLR dans la matrice IBOA/TPGDA .
- Les différentes températures de transition vitreuse (T_g), smectique-nématique (T_{S-N}) et nématique-isotrope (T_{N-I}) du CLR ont été déterminé à l'aide de la DSC.
- Les résultats obtenus par l'analyse dynamique (DMA) ont montré que l'augmentation de la concentration massique du TPGDA dans le copolymère influe sur la température de transition vitreuse T_g de l'IBOA. L'augmentation de la concentration du CLR dans le mélange IBOA/CLR provoque une diminution la T_g de l'IBOA.
- Des tests électro-optiques ont été faite à université de Lille 1 des films PDLC à base de l'IBOA/ TPGDA/Darocur avec le cristal liquide recyclé CLR montrent des

bonnes réponses électro-optiques qui consacrent la qualité de notre cristal liquide recyclé.

En perspectives :

Dans l'avenir, plusieurs axes de recherche pourront nous permettre d'élargir et de compléter ce travail de mémoire vers différentes directions :

- ✓ Le recyclage des différents matériaux tels que le plastique, les cartes électroniques, les métaux, les cristaux liquides etc...
- ✓ L'identification des différents cristaux liquides du cristal liquide recyclé à l'aide des techniques de caractérisations telle que la GC-MS, HPLC, RMN,....
- ✓ Il est intéressant d'approfondir l'étude des propriétés électro-optiques des films PDLC à base des différentes matrices polymères avec les cristaux liquides recyclés.

ANNEXE

Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

PRINCIPE :

Nous utilisons fréquemment la spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier pour caractériser les polymères et vérifier la conversion des monomères. Cette technique est extrêmement pratique dans notre laboratoire.

La spectroscopie infrarouge transformée de Fourier repose sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon examiné. Cette méthode permet d'analyser les fonctions chimiques des matériaux en détectant les vibrations caractéristiques des liaisons chimiques. Lorsque la longueur d'onde du faisceau lumineux est proche de l'énergie de vibration de la molécule, celle-ci absorbe le rayonnement et on observe ainsi une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise. L'intervalle infrarouge compris entre 4000 et 400 cm^{-1} (2,5 à 25 μm) est le domaine de vibration moléculaire énergétique.

❖ **loi de BeerLambert :** $A = \log(I) = \epsilon \times \ell \times c$

A : est l'absorbance.

I : l'intensité transmise par l'échantillon.

ϵ : est le coefficient d'extinction molaire ($\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$).

ℓ : est la longueur du trajet optique en cm.

c : la concentration en espèce absorbante (mol/L)



Appareil spectromètre FTIR

Microscope optique à lumière polarisé MOP

PRINCIPE :

Le microscope optique à lumière polarisé, également appelé microscope analyseur de polarisation, est un microscope de polarisation composé de deux filtres de polarisation (polariseur et analyseur). Grâce à cela, nous avons pu identifier la structure des matériaux, ainsi que mesurer la transition entre la phase nématique et l'isotrope. Son utilisation de la lumière polarisée permet de détecter les corps biréfringents, et les nouvelles techniques d'inspection requièrent l'utilisation de microscopes polarisants ou de rayons X .

Cette méthode fonctionne en utilisant un faisceau de lumière polarisée pour analyser l'objet. En d'autres termes, la lumière passe dans un premier polariseur qui polarise la lumière blanche. Elle traverse un échantillon liquide cristallin, ce qui donne naissance à deux composantes en raison de la biréfringence du matériau. Par la suite, ces éléments se retrouvent dans l'analyseur qui polarise la lumière de manière perpendiculaire au polariseur .



Microscope optique à lumière polarisée

L'analyse enthalpique calorimétrique (DSC)

PRINCIPE :

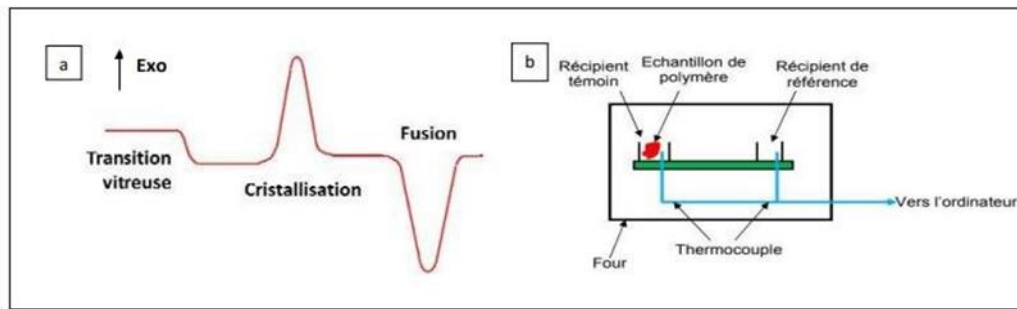
Dans une atmosphère contrôlée, l'analyse enthalpique calorimétrique (DSC) est une méthode d'analyse thermique qui évalue les variations de température à la suite des transitions de phase en fonction du temps et de la température. La matière se réchauffe ou se refroidit, ce qui entraîne une réaction chimique et/ou physique. On peut mesurer la quantité de chaleur absorbée ou libérée lors de cette réaction en utilisant un calorimètre différentiel à balayage [10]. Dans le cadre de notre recherche, nous avons effectué les analyses sur une DSC TA Instruments Q2000 qui est équipée d'un système de refroidissement appelé «refrigerated cooling system» qui peut être utilisé pour refroidir jusqu'à -90°C et chauffer jusqu'à 400°C .



DSC Q2000 de la société TA Instruments

Procédure :

Un échantillon de $\pm 5\text{mg}$ est mis dans un récipient en aluminium (creuset) et chauffé progressivement (par exemple à une température de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$). On mesure l'énergie requise pour cela. Une réaction endothermique ou exothermique se produit lors de la transition. On enregistre cette différence par rapport à la référence et on la reprend ensuite dans un thermographe spécifique pour le procès.



(a) Transition thermique dans les polymères, (b) Principe de l'analyse enthalpique différentielle d'un polymère.

Analyse mécanique dynamique (DMA)

PRINCIPE :

On peut évaluer les caractéristiques mécaniques, qualitatives et quantitatives d'un matériau qui est soumis à une sollicitation cyclique spécifique en fonction de la température, du temps et de la fréquence choisie. En analysant le comportement viscoélastique à différentes fréquences et températures, on peut obtenir des données non seulement sur les caractéristiques mécaniques indispensables pour les applications, mais également sur les mouvements moléculaires et la structure d'un matériau.



Dispositif DMA Q800 de TA Instruments

Prenons l'exemple d'une déformation sinusoïdale appliquée à l'échantillon, qui réagit avec un certain temps de retard en raison de sa nature viscoélastique. La déformation appliquée et la réponse présentent donc une différence de phase. Les principales grandeurs obtenues sont les modules de conservation E' , les modules de perte E'' , les modules dynamiques E^* et le facteur de perte $\tan \delta$.

- **Module dynamique E^*** : mesure de la résistance globale par la déformation

$$E^* = \text{contrainte/déformation}$$

- **Module élastique E'** : aptitude du matériau à stocker l'énergie mécanique fournie

$$E' = (\text{contrainte/déformation}).\cos \delta$$

- **Module visqueux E''** : aptitude du matériau à dissiper l'énergie (sous forme de chaleur) $E'' = (\text{contrainte/déformation}).\sin \delta$

- **Tan δ** : Energie dissipée lors d'un cycle de sollicitation, mesure de l'amortissement

$$\tan \delta = E''/E'$$

Lors d'un cycle de chargement, le module du stockage (E') est correspondu à la rigidité et la récupération de la forme initiale du polymère. Le module de perte (E'') détermine le comportement d'amortissement, qui représente la capacité du polymère à disperser l'énergie mécanique. L'état optimal de la transition vitreuse est indiqué par le mouvement moléculaire interne et le maximum en $\tan \delta$ lorsque le matériau présente un mouvement moléculaire coopératif à longue portée compatible avec l'écoulement du caoutchouc, la déformation permanente ou les deux (selon la structure moléculaire).

Résumé : L'objectif de ce travail était d'étudier expérimentale des matériaux composites polymère/cristal liquide recyclé. Leurs caractéristiques optiques et électro-optiques spécifiques, ils sont adaptés à différents domaines technologiques. Dans un premier temps, notre recherche a porté sur la création de mélanges à base CLR/ Copolymère (50%IBOA/50%TPGDA) avec différente concentration massiques du CLR en présence du photoamorceur (Darocur 1173). La caractérisation à l'aide d'un FTIR a été faite pour identifier les différentes bandes caractéristiques, la microscopie optique à lumière polarisée afin d'étudier la morphologie du nos système et la DSC nous permettra de déterminer les différentes températures de transition. On a analysé la variation de la température de transition vitreuse en utilisant l'analyse mécanique dynamique DMA. Les résultats électro-optiques nous confirment l'application électro-optique du cristal liquide recyclé CLR.

Mot clé : Cristal liquide recyclé (CLR), matériaux composite PDLC, monomère acrylique, caractérisation électro-optique.

Abstract: The objective of this work was to experimentally study polymer/liquid crystal composite materials recycled. Their specific optical and electro-optical characteristics, they are adapted to different technological fields. Initially, our research focused on the creation of mixtures based on CLR/ Copolymer (50%IBOA/50% TPGDA) with different mass concentrations of CLR in the presence of the photo-start (Darocur 1173). The characterization using an FTIR has been done to identify the different characteristic bands, the optical microscopy with polarized light to study the morphology of our system and the DSC will allow us to determine the different transition temperatures. The change in glass transition temperature was analyzed using dynamic mechanical analysis DMA. The electro-optical results confirm the electro-optical application of the recycled liquid crystal CLR.

Keywords : Recycled liquid crystal (CLR), PDLC composite materials, acrylic monomer, and electro-optic characterization.

ملخص:

الهدف من هذا العمل كان دراسة تجريبية من المواد الكيميائية البوليمر المتعدد الكريستال المعاد تدويره. إن خصائصها البصرية والكهربائية البصرية المحددة تجعلها مناسبة لمختلف المجالات التكنولوجية. في البداية، تم التركيز على إنشاء مزيجات على أساس CLR / Copolymers (50%IBOA / 50%TPGDA) مع مستويات متنوعة من CLR في حالة وجود البادئ الضوئي (Darocur 1173) تم استخدام الفحص المجهر الضوئي المستقطب لدراسة مورفولوجيا نظامنا و DSC سوف نتيج لنا تحديد درجة حرارة الانتقال المختلفة. تم تحليل التغيرات في درجات الحرارة الانتقالية الزجاجي باستخدام تحليل ميكانيكي ديناميكي DMA. وتؤكد النتائج الكهروضوئية ال كهروضوئي للبلورة السائلة المستعادة من CLR.

الكلمات المفتاحية: الكريستال السائل المعاد تدويره (CLR) ، المواد المركبة PDLC مونومير الأكريليك ، التوصيف الكهربائي البصري.