

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Ferhat Abbas- Sétif 1

Institut : D'optique et mécanique de précision

Département : Mécanique de précision

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Optique et Mécanique de Précision

Spécialité : Mécanique des matériaux

Mémoire de Master

Synthèse du spinelle MgAl_2O_4 par méthode chimique

Etudié par : Daoud Souhad

Dirigé Par : Dr A. Zegadi

Devant le jury :

Pr Z. Hamidouche (Présidente)

Dr I. Lamiri (Examineur)

Soutenue le : 14/09/2022

Résumé

Dans le cadre de ce travail, nous avons synthétisé la poudre spinelle aluminat de magnésium MgAl_2O_4 par la voie chimique Sol/Gel en suivant deux méthodes. La caractérisation porte sur l'utilisation de la diffractométrie des rayons X (DRX), thermogravimétrie (ATG), spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et des observations microscopiques MEB. Cette étude a pour but d'obtenir le spinelle à basse température, par le biais de deux méthodes différentes à partir des mêmes précurseurs : Nitrates d'aluminium & Nitrates de magnésium (avec l'ajout de l'acide nitrique dans la deuxième méthode) et mener une étude comparative entre les poudres synthétisées. Les résultats obtenus montrent la formation du spinelle à une température de calcination d'environ 600 °C. Ainsi, l'étude a montré que la deuxième méthode présente des résidus de réaction qui peuvent être éliminés par l'augmentation de la température de calcination. Finalement, les observations microscopiques ont divulgué que les deux poudres présentent un état morphologique agglomérés et difficile à comparer.

Mots-clés : Poudre spinelle, méthode chimique, synthèse.

Abstract

In this work, we synthesized the magnesium aluminate spinel powder MgAl_2O_4 via the Sol/Gel chemical pathway using two methods. The characterization focuses on X-ray diffractometry (XRD), thermogravimetry (ATG), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and SEM microscopic observations. This study aims to obtain spinel at low temperature, through two different methods from the same precursors: aluminum nitrates and magnesium nitrates (with the addition of acid nitric in the second method) and to conduct a comparative study between the synthesized powders. The results obtained show the formation of spinel at a calcination temperature of approximately 600°C. Thus, the study showed that the second method presents reaction residues which can be eliminated by increasing the calcination temperature. Finally, the microscopic observations disclosed that the two powders present an agglomerated and difficult to compare morphological state.

Keywords: Spinel powder, chemical method, synthesis.

Sommaire

Résumé

Table des matières

Introduction générale 1

Chapitre I: Spinelle

I.1 Définition du Spinelle.....	3
I.2 Structure du spinelle	4
I.3 Le système MgO-Al ₂ O ₃	5
I.4 Propriétés du spinelle	6
I.4.1 Propriétés mécaniques et physico-chimiques	6
I.4.2 Propriétés optiques	7
I.4.2.1 La transmission optique	7
I.4.2.2 Phénomènes de diffusion.....	7
I.4.3 Conditions pour la transparence	8
I.5 Domaines d'utilisation du spinelle MgAl ₂ O ₄	10

Chapitre II: Synthèse de spinelle MgAl₂O₄

II.1 Généralités sur les méthodes de synthèse	13
II.2 Méthode conventionnelle	14
II.2.1 Synthèse par réaction à l'état solide (Méthode chimique).....	14
II.2.1.1 Etapes de Synthèse par réaction à l'état solide	14
II.2.1.2 Avantages et Inconvénients de la synthèse par réaction à l'état solide.....	15
II.3 Méthodes non conventionnelles	16
II.3.1 Synthèse par co-précipitation	16
II.3.1.1 Paramètres de la co-précipitation	16
II.3.1.2 Etapes de la co-précipitation	16
II.3.2 Synthèse par évaporation du solvant	17

<i>II.3.3 Synthèse par décomposition hydrothermale</i>	<i>17</i>
<i>II.3.4 Synthèse par voie sol/gel</i>	<i>18</i>
<i>II.3.4.1 Principe de la technique sol/gel</i>	<i>18</i>
<i>II.3.4.2 Avantages du procédé sol/gel.....</i>	<i>20</i>
<i>II.3.4.3 Inconvénients et limites du procédé sol/gel.....</i>	<i>21</i>

Chapitre III: Procédure Expérimentale

III.1 Objectif de travail	22
III.2 Produits de départ.....	22
III.3 Matériels utilisés	24
III.4 La préparation du poudre Spinel $MgAl_2O_4$	25
III.5 La caractérisation des poudres spinelle.....	30
<i>III.5.1 Analyse thermogravimétrique (ATG)</i>	<i>30</i>
<i>III.5.2 Diffraction des rayons X (DRX).....</i>	<i>31</i>
<i>III.5.3 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)</i>	<i>32</i>
<i>III.5.4 Microscopie électronique à balayage (MEB)</i>	<i>33</i>

Chapitre IV: Résultats et discussion

IV.1 Diffraction des rayons X	35
IV.2 Caractérisation par la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	37
IV.3 Analyse thermogravimétrique (ATG).....	39
IV.4 Observation microscopique MEB	40
Conclusion générale	43
Références Bibliographiques	44



Introduction générale

Introduction générale

Le spinelle d'aluminate de magnésium MgAl_2O_4 est l'un des plus célèbre céramique d'oxyde métallique en raison de sa bonne résistance mécanique, sa haute résistance chimiques, ses excellentes propriétés optiques et diélectriques, son excellente stabilité chimique, son point de fusion très élevé ($T_f = 2135^\circ\text{C}$) et sa bonne résistance au choc thermique. En outre, le spinelle a une densité relativement faible (3.58 g/cm^3), un module d'élasticité modéré de 270 GPa, une dureté élevée de 16 GPa et une grande transmission dans le visible, l'ultraviolet et l'infrarouge.

Ces bonnes propriétés font du spinelle un matériau de choix dans différents domaines de technologie de pointe, en particulier, dans le domaine militaire : dômes de missiles, blindage transparent, fenêtres de caméras thermiques, lunette de visée. Il est également employé comme catalyseurs dans le domaine de l'environnement, dans la joaillerie et l'horlogerie de luxe en remplaçant le saphir et le verre...

La synthèse de MgAl_2O_4 avec des caractéristiques spécifiques telles que l'homogénéité chimique, la haute pureté, la faible taille des particules et la distribution uniforme de la taille dépend essentiellement des méthodes de préparation. Généralement, la méthode conventionnelle de réaction à l'état solide est assez difficile pour préparer des poudres de spinelles MgAl_2O_4 à partir d'oxyde simple et de mélanges. La raison en est que la température de synthèse des particules de spinelle MgAl_2O_4 est supérieure à 1450°C et que les particules de spinelle synthétisées ont tendance à s'agglomérer et à se développer. À l'heure actuelle, les particules de spinelle MgAl_2O_4 nanométriques sont préparées à une température relativement plus basse par des méthodes chimiques humides tels que la co-précipitation, le sol-gel, le séchage par pulvérisation, la lyophilisation....

Dans cette étude, nous visons à synthétiser le spinelle MgAl_2O_4 par deux méthodes sol gel différentes à partir des mêmes précurseurs à des basses températures, avec une morphologie contrôlée.

Le mémoire est présenté en deux parties, de la manière suivante :

La première partie présente l'étude bibliographique qui comporte deux chapitres, dans le premier chapitre on donne des généralités sur le spinelle d'aluminate de magnésium MgAl_2O_4 : sa structure, ses propriétés et ses applications, alors que, le deuxième chapitre concerne la synthèse chimique du spinelle.

La deuxième partie est consacrée à la procédure expérimentale dans le troisième chapitre, tandis que les résultats expérimentaux avec leurs interprétations sont rassemblés dans le quatrième chapitre.

Enfin, ce mémoire est achevé par une conclusion générale.