

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ de BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génie des polymères

Intitulé du mémoire

**Synthèse et caractérisation d'un (nano) composite Polyacrylamide/
Bentonite modifiée. Application à la rétention du phénol.**

Présenté par :

-Boumessaoud Abir

-Mellouk Sarah

Promotrice :

Mme Djamaa Zoulikha .

Co-promoteur:

Mr Benmaamer Zouhir.

Année universitaire 2019/2020

ملخص

تم تعديل البولي أكريل اميد بإضافة مادة نانوية طينية (بنتونايت) ، تم تصنيع هذا البوليمر المشحون (مركب نانوي) بواسطة تقنية البلمرة الموضعية. تم استخدام الميكروويف لتقليل وقت تفاعل البلمرة الى غاية (50 ثانية). تمت معايرة البنتونيت والبولي أكريل اميد ومركبته النانوية بما يلي: التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء ، وانحراف الأشعة السينية و من خلال التحليل الحراري الوزني. يُظهر التحليل الطيفي الأشعة تحت الحمراء وجود النطاقات المتعلقة بجزيء الأكريل اميد وثنائي أكريل اميد و البنتونيت في طيف (مركب نانوي) ، يشير إلى تكوين مركب نانوي مقحم.

. تتوافق نتائج انحراف الأشعة السينية مع التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء، مما يشير إلى تكوين مركب نانوي مقحم. يُظهر التحليل الحراري الوزني تحولاً في منطقة تحلل بولي أكريل اميد نحو درجات الحرارة الأكثر ارتفاعاً. هذا يشير إلى تحسن في الاستقرار الحراري للبولي أكريل اميد .

الكلمات المفتاحية : المواد المركبة ، بنتونيت معدلة،البولي أكريل اميد ، الامتزاز، فينول.

Abstract

The aim of this study is to synthesize a (nano) composite based on polyacrylamide reinforced with a clay filler, thus characterizing the product prepared to examine their morphology and thermal stability.

The polyacrylamide has been modified by the addition of a clay nanofiller (modified bentonite). The purpose of the use of modified bentonite is to make the filler and the polymer miscible or to allow the insertion of the polymer chains into the interfoliar gallery. This charged polymer called (nanocomposite), is synthesized by the technique of radical polymerization in situ, which consists in mixing molecules of monomers and clay sheets by intercalating the monomer (acrylamide) in the inter sheet of (modified bentonite) , once inserted into the interfoliar space, their polymerization is activated by thermal dissociation of the initiator. The polymerization reaction is initiated by microwave irradiation to reduce the time of the polymerization reaction (50 sec).

Once the (nano) composite is prepared, the modified bentonite, the polyacrylamide and its (nano) composite will be characterized by: Fourier transform infrared spectroscopy (FITR), X-ray diffraction (XRD) and by thermogravimetric analysis (ATG).

Infrared spectroscopy shows the presence of the bands relating to the molecules of acrylamide, bis-acrylamide and modified bentonite in the spectrum of (nano) composite, which indicates the intercalation of the polyacrylamide chains in the bentonite.

The XRD results show that the montmorillonite peak is shifted towards weaker angles from 6.95° to 5.1° and an increase in interfoliar distance from 12.7\AA to 17.3\AA . The XRD results are in agreement with infrared spectroscopy, and indicate formation of an intercalated nanocomposite.

Thermogravimetric analysis shows a shift in the temperature of the start of degradation of polyacrylamide from 253°C to 330°C for (nano) composites, whose bentonite sheets act as a barrier to the diffusion of volatile molecules. This indicates a marked improvement in the thermal stability of the latter.

The use of composite or nanocomposites or copolymers in the environmental field has been the subject of several scientific researches. The application of the latter for the adsorption of certain pollutants from wastewater is due to the properties of the polymer and the reinforcement used

The use of super absorbent polymers such as polyacrylamide. It aggregates the impurities contained in aqueous suspensions. It is used as a flocculating agent for the treatment of waste water and that of minerals.

The use of clays in the adsorption process is also in great demand because they have a high adsorption capacity in aqueous media. They can be used for the recovery of heavy metals in depollution processes.

Polymer / clay (nano) composites play a significant role in the environmental field.

Keywords: (nano) composite, polyacrylamide, modified bentonite, adsorption, phenol.

Résumé

Le polyacrylamide a été modifiée par l'ajout d'une nanocharge argileuse (Bentonite modifiée). Ce polymère chargé dit (nano)composite, est synthétisé par la technique de polymérisation in situ. En utilisant une micro-onde pour réduire le temps de la réaction de polymérisation (5 0sec). La Bentonite modifiée, le polyacrylamide et son (nano) composite ont été caractérisé par : Spectroscopie infrarouge de transformé de fourrier (FITR), Diffraction des rayons X (DRX) et par analyse thermogravimétrique (ATG). La spectroscopie infrarouge montre une présence des bandes relative aux molécules d'acrylamide, de bis-acrylamide et la bentonite modifiée dans le spectre de (nano) composite, ce qui indique l'intercalation des chaines de polyacrylamide dans la Bentonite. Les résultats de la DRX sont en accord avec la spectroscopie infrarouge, qui indique une formation d'un (nano)composite intercalée. L'analyse thermogravimétrique montre un décalage de la température de dégradation de polyacrylamide vers les températures les plus élevées. Ce qui indique une amélioration de la stabilité thermique de ce dernier.

Les mots clés: (nano) composite, polyacrylamide, bentonite modifiée, adsorption, phénol.



Remerciements

Remerciements

Nous remercions tout d'abord le Dieu le tout puissant de nous avoir donné La santé, le courage, la force et la volonté pour réaliser ce travail.

*Ce travail a été effectué au laboratoire de chimie des matériaux au Centre de Recherche scientifique et technique en Analyses Physico-Chimiques (CRAPC), sous la direction de Monsieur **Dr BACHARI .K .***

*Nous adresse nous vifs remerciements et nous reconnaissance à notre encadreur Mme **DJAMAA.Z**, Maître de Recherche au Centre de Recherche scientifique et technique en Analyses Physico-Chimiques (CRAPC), pour sa permanente disponibilité, ses conseils pertinents, ses orientations judicieuses, sa patience et diligence, ses suggestions et critiques qui ont grandement facilité ce travail.*

*Nous remercie chaleureusement Monsieur **BENMAAMER.Z**, pour ses nombreux conseils, son aide constante et pour la façon efficace et amicale , avec laquelle il a suivi ce travail et pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant d'examiner et de juger ce travail Tout nous respect et ma gratitude Monsieur, merci.*

*Nous exprime nous respectueux remerciements à Monsieur **FATTAKA .M** Notre chef d'option. Pour Son expérience et ses grandes compétences ont permis l'accomplissement de ce travail. Qu'il trouve ici les marques de nous reconnaissance et de nous respect. Et aussi son aidé pendant toutes ces années de Master.*

Enfin, nous ne pouvons pas terminer le travail sans merci à tous ceux qui nous ont permis de près ou de loin de faire ce travail. Qu'ils soient assurés de notre profonde amitié.

Dédicaces

J'ai le grand honneur de dédier ce modeste travail à:

À ce qui ont insérées le goût de la vie et le sens de la responsabilité, à ce Qui ont tout souffert, sans me faire souffrir qu'ils trouve dans ce mémoire le Témoignage de ma reconnaissance et de mon affection pour tous les sacrifices, a ce qui ont été toujours la source d'inscription et de courage, à l'homme et a la femme qui je dois ma réussite, mon bonheur, et tout le respect, qu'il trouve ici. L'extrême amour et la bonté À

Mon très cher père Samir et Ma très chère mère Fatiha

Je dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de santé et de réussite a ma très chères sœurs Nada et à celle qui a toujours m'aider, m'encourager et était toujours disponible dans les bons moments ainsi que dans les mauvais.

À toutes ma famille leur soutien moral et leur encouragement à Suivre mes études, ainsi tous ce contribué à la réalisation de ce mémoire.

À mes très proches amies pour leur encouragement à Suivre mes études.

Sarah.

A ma très chère mère Zaidi Hafidha

Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.

Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance, durant mon enfance et même à l'âge adulte.

Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études.

Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.

*Je dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de santé et de réussite à mes très chères sœurs à celle qui ont toujours m'aider, m'encourager et étaient toujours disponible dans les bons moments ainsi que dans les mauvaises Mes sœur **Alia** et **Imene**.*

*Au nouveau membre de la famille, mon cher neveu : **Abd el Madjid***

*A Mon chère grand père **Zaidi Larbi** que j'aime qui m'est toujours fait sentir qu'est fière de moi.*

*A toute ma famille et surtout Mes chères cousine **Rahil** et **Djihed**.*

A mes chers amis

Abir



Sommaire

Résumé	
Remerciements	
Dédicaces	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste abréviation	
I-Introduction générale	1
Référence bibliographique	3
Chapitre I : Synthèse bibliographique	4
Partie I : Nanocomposite polyacrylamide /bentonite modifiée	4
I.1.POLACRYLAMIDE	4
I.1.1 Introduction	4
I.1.2 Généralité sur les Poly Acrylique.....	4
I.1.3 Polyacrylamide	5
I.1.3.1 Application de polyacrylamide	6
I.1.4 Utilisation des polyacryliques.....	7
I.2 Les argiles	7
I.2.1. Généralités sur les argiles	7
I.2.2 Classification des minéraux argileux	9
I.2.3 BENTONITE	10
I.2.3.1 Origine de la Bentonite	10
I.2.3.2 Structure cristalline du feuillet élémentaire	11
I.2.3.3 La modification de la bentonite	11
I.2.3.4 Applications de la bentonite	12
I.2.4 Utilisation des argiles.....	12
I.3 Composites et Nanocomposite	13
I.3.1 Définition	13
I.3.2 Les constituants des nanocomposite	14
I.3.2.1 Les matrices	14
I.3.2.2 Les renforts	14
I.3.3 Morphologie des nanocomposites	15
I.3.4 Les voies de mises en œuvre des nanocomposites.....	16
I.3.4.1 Intercalation de polymère en solution	16
I.3.4.2. Intercalation du polymère à l'état fondu.....	17
I.3.4.3 Synthèse par polymérisation in-situ	17
I.3.5 Les propriétés des composites polymère/argile.....	18
I.3.6 Applications	18
I.4 Les micro-ondes	19
I.4.1 Polymérisation par irradiation micro-ondes.....	19
Partie II : Rétention du phénol	20

II.1 Phénol	20
II.1.1 Introduction	20
II.2 Généralité sur le phénol	21
II.2.1 Danger et toxicité du phénol	22
II.3 Elimination du phénol	23
II.3.1 Adsorption.....	23
II.3.2 Mécanisme et cinétique d'adsorption	24
II.3.3 Facteurs influençant le phénomène d'adsorption.....	25
II.3.4. Calcul des quantités adsorbées	25
II.3.5. Isothermes d'adsorption	25
II.3.5.1 Modélisation des isothermes d'adsorption.....	26
II.3.5.1.1 Modèle de Langmuir.....	26
II.3.5.1.2. Modèle de Freundlich.....	27
II.3.5.2 Application de l'adsorption	28
II.4 Etude précédents.....	28
Référence bibliographique	30
Chapitre II : Principes et techniques expérimentales	35
II.1 Introduction	35
II.2 Technique de caractérisation utilisé	35
II.2.1 La spectroscopie infra rouge a transforme de fourrier (FTIR).....	35
II.2.2 Diffraction des rayons x (DRX).....	38
II.2.3 Analyse thermogravimétriques (ATG).....	40
Références bibliographiques	43
Chapitre III : Résultats et discussions	44
III.1 Introduction	44
III.2-Produits utilisés	44
II.2.1 Matérielles utilisée.....	47
III.3 Synthèse de nano composite	47
III.3.1 Mode opératoire.....	48
III.4 La spectroscopie infra rouge a transformé de fourrier (FITR) des nanocomposites PAM/Bn	48
III.5 Diffraction des rayons X des nanocomposite PAM/BN	50
III.6 L'analyse thermogravimétrique (ATG) des nano composites PAM/BN	52
Conclusion	54
Références bibliographiques	55
Conclusion générale	56



Liste Des Figures

Liste des figures

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Partie I : Nanocomposite polyacrylamide /bentonite modifié

Figure I.1 : Formule général des monomères acrylique	4
Figure I.2 : Polymérisation de poly méthacrylate.....	5
Figure I.3 : polymérisation de polyacrylamide.....	5
Figure I.4 : les couches tétraédriques.....	8
Figure I.5 : les couches octaédriques.	8
Figure I.6 : structure des couches octaédrique et tétraédrique	8
Figure I.7 : Les feuillets 1/1.	9
Figure I.8 : Les feuillets 2/1.....	9
Figure I.9 : L'organisation des particules élémentaire.....	9
Figure I.10 : Structure d'une montmorillonite	11
Figure I.11 :Représentation de l'espace interfoliaire entre deux feuillets de montmorillonite	11
Figure I.12 : Schéma d'une réaction d'échange d'ion par Fischer.....	12
Figure I.13 : La forme géométrique de la matrice.	14
Figure I.14 : Différents états de dispersion d'une argile dans un polymère accompagnés des clichés MET correspondants.....	15
Figure I.15 : Elaboration de nanocomposites par voie direct en solution.....	16
Figure I.16 . Elaboration de nanocomposites par voie fondu.....	17
Figure I.17 : Polymérisation in situ d'un nanocomposite lamellaire.....	18
Partie II : Rétention du phénol	
Figure II.1 : La formule brute du Phénol (C_6H_5OH)	21
Figure II.2 : Mécanisme de transport de l'adsorbat au sein d'un grain.....	24

Chapitre II : Matériaux et Méthodes

Figure II.1 : Interféromètre de Michelson.....	36
Figure II.2 : Passage de l'interférogramme au spectre IR par transformation de Fourier.....	36
Figure II.3 : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructrices...	40
Figure II.4 : Thermogramme type ATG.....	41
Figure II.5 : Thermogrammes de quelques polymères Vitesse de Chauffage $10^{\circ}C/min$, sous hélium.....	42

Liste des figures

Chapitre III : Résultats et discussions

Figure III.1 : Structure du poly acrylamide.....	45
Figure III.2 : Image de la bentonite brute de Maghnia.....	45
Figure III.3 : Spectre Infra-rouge de la Bentonite (BN).....	49
Figure III.4 : infra rouge de (nano) composite.....	49
Figure III.5 : diffractogramme des rayons X de la bentonite.....	50
Figure III.6 : Diffractogramme de diffraction des rayons X de (nano) composite et BN.....	51
Figure III.7 : Courbe ATG de la bentonite et de (nano) composite PAM/BN.....	52
Figure III.8 : courbe ATG de polyacrylamide vierge.....	53



Liste Des tableaux

Liste des tableaux

Chapitre II : Synthèse bibliographique

Tableau II.1: Propriétés chimiques et propriétés physique.....	21
Tableau II.2. Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique.....	24

Chapitre II : Matériaux et techniques d'analyses

Tableau II.1 : Fréquences de vibrations de principales fonctions rencontrées dans les composés organiques.....	38
---	----

Chapitre III : Résultats et discussion

Tableau III.1 : principales caractéristiques physico-chimiques de l'acrylamide.....	45
Tableau III.2 : Composition chimique de la bentonite brute de Maghnia.....	46
Tableau II.3 : propriétés physico-chimique de Persulfate d'ammonium PSA.....	46
Tableau II.4 : propriétés de Bis-acrylamide.....	47
Tableau II.5 : Les propriétés de l'éthanol.....	47
Tableau III.6: Principales bandes d'absorption de cette bentonite.....	49
Tableau III.7: Attribution des différentes bandes de vibration de composite.....	50
Tableau III.8 : Les différents minéraux présents dans la Bentonite.....	51
Tableau III.9 : Les pourcentages de la perte de masse des différentes zones.....	53



Liste Des abréviation

Liste Des Abréviations

PAM : Polyacrylamide ,

AMD : Acrylamide ,

PSA : Persulfate d'ammonium,

BAM : bis-acrylamide ,

BN : Bentonite ,

PAM /BN : (nano) composite polyacrylamide/Bentonite,

Tg : Température de transition vitreuse ,

FTIR : Spectroscopie infra rouge a transformée de fourrier ,

DRX : Diffraction des rayons X ,

ATG : Analyse thermogravimétrique,

Ads : Adsorption ,

A : Absorbance,

λ : Longueur d'onde (nm),

qt : Quantité d'adsorbât par gramme d'adsorbant à un temps t (mg/g),

qe : Quantité d'adsorbât par gramme d'adsorbant à l'équilibre (mg/g),

C₀ : Concentration initiale de l'adsorbât (mg/L),

Ce : Concentration à l'équilibre de l'adsorbât (mg/L),

R² : coefficient de corrélation,

T : Température (°C),

t : Temps (min),

m : Masse d'adsorbant utilisée (g),

b : Constante de Langmuir (l/mg),

k : Constante de Freundlich ($\text{mg}^{-n} \text{l}^n \text{g}^{-1}$),

n : Constante de Freundlich ($\text{mg}^{-n} \text{l}^n \text{g}^{-1}$),

k₁ : Constante de vitesse de pseudo-first-ordre ($\text{g mg}^{-1} \text{min}^{-1}$),

k₂ : Constante de vitesse de pseudo-second-ordre ($\text{g mg}^{-1} \text{min}^{-1}$).



Introduction

Introduction général

L'utilisation quotidienne des matériaux polymères dans des secteurs d'activité divers nécessite des progrès et innovations permettant d'améliorer les propriétés de ces matériaux et d'augmenter la diversification de leurs champs d'applications [1]. L'évolution de ces matériaux polymères est passée par le développement de composites à matrice organique renforcée par des particules de appelées charge. L'introduction de charges permet d'améliorer les propriétés mécaniques et physiques de la matrice pour un coût de revient modéré.

Depuis une dizaine d'années, on a pu assister à un intérêt grandissant pour une nouvelle classe de matériaux renforcés par des particules de taille nanométrique, les nanocomposites[2].

Les nanocomposites polymériques à base de silicates en feuillets, sont les nanocomposites les plus étudiés qui présentent des propriétés améliorées en plus de leur abondance dans la nature, leur structure particulière, leur composition chimique et leurs effets de renforcement exceptionnels pour un taux de charge très faible, sans altérer largement la densité et la transparence de la matrice polymère. Ces caractéristiques ont été exploitées commercialement pour préparer les composants structurels viables puisque ces taux de charge faibles conduisent à une structure plus légère, une bonne mise en œuvre et des propriétés améliorées, propriétés barrières, résistance à la chaleur, stabilité thermique, et propriétés mécaniques [3].

Polyacrylamide est l'un des polymères qui ont reçu des applications dans plusieurs domaines. La fonction amide lui confère des caractéristiques importantes telles que la conductivité électrique et le caractère d'un faible électrolyte conduisant à des applications dans des différents domaines (des matériaux composites, biomédicaux, pharmaceutiques, électrochimiques.....etc). La modification de polyacrylamide a fait l'objet de plusieurs recherches afin d'améliorer des propriétés et de synthétiser d'autres matériaux ayant des propriétés différentes pour des applications divers surtout dans le domaine de la protection de l'environnement [4].

Les activités sur les nanocomposites polymères se concentrent sur les méthodes de synthèse et de caractérisation pour distinguer les différents facteurs influant sur l'effet renforçant. Les méthodes de synthèse les plus souvent explorées vont du mélange direct à des techniques plus élaborées (polymérisation in situ, mélange à l'état fondu, synthèse par intercalation). Les aspects souvent explorés pour l'étude des matériaux nanocomposites sont :

la morphologie, l'état de dispersion, les caractéristiques de surface de la charge qui déterminent l'interaction particule-matrice. Ces facteurs conditionnent le comportement des matériaux (mécanique, électrique, optique, thermique). De plus, les feuillets inorganiques dans les parois du polymère agissent sur la morphologie des pores et jouent sur les propriétés d'isolation.

Les composite polymère/argiles jouent un rôle significatif dans une gamme variée de problèmes environnementaux et leurs applications augmentent sans cesse. L'utilisation des argiles dans le processus d'adsorption est également très sollicitée car elles présentent une forte capacité d'adsorption due essentiellement à leur grande surface spécifique. Dans le domaine de l'adsorption, en milieu aqueux, ce sont surtout les argiles modifiées par des molécules minérales ou organiques, désignées par complexes inorgano ou organo-argileux. Ces matériaux peuvent être utilisés pour la récupération de métaux lourds dans des procédés de dépollution [5].

L'objectif de cette étude est, d'élaborés et caractérisé un nanocomposite Polyacrylamide /Bentonite locale (Maghnia) et étudiés la possibilité d'utiliser ce polymère chargé pour la rétention du phénol à partir d'une solution aqueuse (eau usée) par la technique d'adsorption.

Ce manuscrit est composé de trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur les polyacrylique particulièrement le polyacrylamide, les argiles, le (nano) composite et la rétention de phénol par d'adsorption.

Le deuxième chapitre présente les méthodes adoptées pour la caractérisation de notre produit.

Le troisième chapitre, décrit la méthode de synthèse et les résultats obtenus des différentes méthodes d'analyse seront exposé et interprété.

Une conclusion générale résume les principaux résultats de ce travail de recherche ainsi les perspective qui en découlent.

Références bibliographiques

- [1] A. Loiseau, Thèse, Elaboration et caractérisation de Nanocomposites modèles Laponite/Polyoxyde d'éthylène ,2006.
- [2] A. Illaik, Synthèse et caractérisation d'un nano composite polymère / hydroxyde doubles lamellaire, Diplômé d'Études Approfondies de Chimie (HDL), 2008.
- [3] R.Zair, Modification du poly(acrylamide) par le pphénylenediamine-application à la rétention des colorants, Chimie Macromoléculaire, Tlemcen 2016.
- [4] A.Boumalha, Mémoire, Elaboration de matériaux composite polymères super absorbants/ additif et étude leur performance, pour une application dans les produits d'hygiènes, génie des procédés /Technologie pharmaceutique université houari Boumediene 2019
- [5] M Zenasni, Synthèse et caractérisation des nanocomposites biodégradables élaborés par trois procédés (intercalation en solution, polymérisation in situ et par voie fondue), Université de Lorraine, 2015. Français.



Chapitre I

Synthèse bibliographique

Partie I : Nanocomposites polyacrylamide/Bentonite modifiée

I.1. POLACRYLAMIDE

I.1.1. Introduction

Les matériaux ont de tout temps défini le niveau de développement des différentes civilisations, les progrès techniques étant en général tributaires de la mise au point de nouveaux matériaux plus performant. Les polymères s'intègrent dans cette optique. Ces derniers trouvent leur application dans plusieurs domaines grâce à leurs propriétés physico-chimiques importantes [6-7].

I.1.2 Généralité sur les Poly Acrylique

Les polyacrylique se présentent sous la forme liquide-poudre, où la poudre est un polymère et le liquide un monomère. Les polymères dérivés de l'acide acryliques sont obtenue par la voie radicalaire et par polymérisation anionique [8-9].

Les polyacrylates sont des polymères de la famille des vinyliques. Ils sont composés de monomères acrylates, d'où les monomères sont des esters qui contiennent des groupes vinyliques.

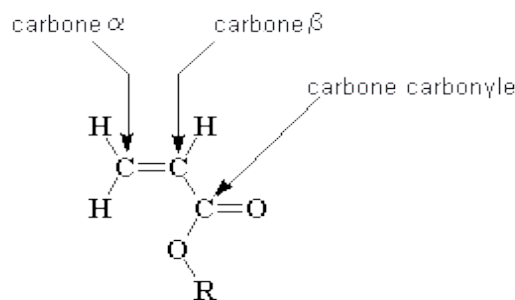
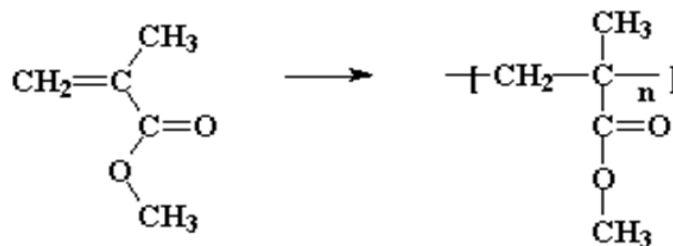


Figure I.1 : Formule général des monomères acrylique(R groupe alkyle).

Certains acrylates possèdent un groupement méthyle supplémentaire lié au carbone alpha et sont nommés méthacrylates. L'un des polymères méthacrylates les plus courants est le polyméthacrylate de méthyle.



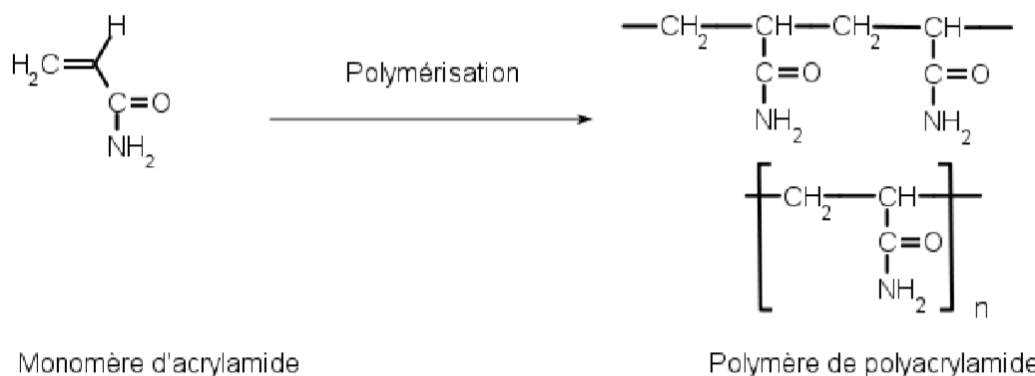
Un méthacrylate

Poly méthacrylates

Figure I.2 : Polymérisation de poly méthacrylate

I.1.3 Polyacrylamide

Le polyacrylamide est un polymère synthétique hydrosoluble formé à partir d'acrylamide. Il peut être considéré comme un composé stable. Il est également appelé propénamide 2, amide acrylique. Sa formule chimique est C_3H_5NO . Il se présente sous la forme d'un solide cristallin inodore, blanc et soluble dans l'eau [10].



Monomère d'acrylamide

Polymère de polyacrylamide

Figure I.3 : polymérisation de polyacrylamide.

L'acrylamide peut se polymériser en solution, en masse, en émulsion inversée, en suspension et par précipitation. Concernant cette polymérisation, deux choix s'offrent :

- **Polymérisation anionique** : Cette méthode donne des chaînes de tailles bien spécifiques et très mono-disperses. Elle est longue et délicate à réaliser.
- **Polymérisation radicalaire** : Cette réaction donne des chaînes de très grandes masses (3 à 8 millions), pas trop poly disperses ($p \approx 2$). Le polyacrylamide issu de la polymérisation radicalaire de l'acrylamide est un solide amorphe de $T_g \approx 188^\circ\text{C}$. Cette

valeur élevée étant due à la présence des liaisons hydrogène. La polymérisation radicalaire de l'acrylamide peut se faire en utilisant plusieurs types d'initiateurs, comme les peroxydes les persulfates les composés azoïques les systèmes redox. Cette réaction montre une forte dépendance avec la température, pH, concentration du monomère et le milieu réactionnel [11].

Le polyacrylamide peut contenir des résidus d'acrylamide résultant d'une polymérisation incomplète [10].

L'acrylamide possède les propriétés caractéristiques de la fonction amide (hydrolyse, déshydratation, estérification, condensation avec les aldéhydes) et celles du groupement vinylique (réaction d'addition, de polymérisation et de copolymérisation).

Les polyacrylamides commerciaux utilisés pour la floculation des eaux de lavage des granulats contiennent des résidus d'acrylamide [10].

Les polyacrylamides, en milieu aqueux, sont biodégradables en CO₂ et ion ammonium. Lors de la dégradation du polymère, l'acrylamide et l'ammonium apparaissent (d'une façon transitoire) et disparaissent par la suite avec le temps.

Le polyacrylamide ne présente pas de toxicité [10].

I.1.3.1 Application de polyacrylamide

Les applications du polyacrylamide sont toutes liées à son hydro solubilité. Il permet d'agréger les impuretés contenues dans les suspensions aqueuses. Il est utilisé comme agent floculant pour le traitement des eaux usées et celui des minerais. Il apporte simultanément un effet barrière et un caractère hydrophile, nécessaires à l'impression sur le papier.

Les polyacrylamide de grande masse moléculaire sont employés comme viscosifiant pour la récupération assistée du pétrole ou comme épaississants industriels.

Par copolymérisation avec le N,N-méthylène-bis-acrylamide, monomère tétravalent, l'acrylamide donne un polymère tridimensionnel qui est utilisé comme polymère super-absorbant ainsi que pour l'étanchéité des constructions souterraines[11].

Les polyacrylamides sont utilisés dans :

-l'imperméabilisation des textiles et des papiers,

- stabilisation des sols,
- réduction de l'érosion,
- augmentation de l'infiltration de l'eau, croissance et le taux de rendement des cultures,
- purification de l'eau potable [10].

I.1.4 Utilisation des polyacryliques

Les polyacryliques sont utilisés dans :

- La fabrication de la fibre textile acrylique (comme polyacrylonitrile) [12],
- La fabrication de verre acrylique, tel que le poly méthacrylate de méthyle [13-14],
- La fabrication de la peinture (comme liant) [15],
- La fabrication des couches jetables et de gel super absorbant [16],
- L'extraction de l'argent à partir des solutions aqueuses diluées [17],
- La fabrication de prothèse dentaire [18],
- Fabrication des batteries [12],
- Renforcement du papier [12].

I.2 Les argiles

I.2.1. Généralités sur les argiles

Les argiles sont des produits de décomposition des roches siliceuses, par désagrégation physique et mécanique puis par altération chimique. L'argile brute contient généralement des particules élémentaires dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètres ($< 2\mu\text{m}$) qui représentent les individus cristallins (phase minérale pure), appelés minéraux argileux responsables de ses propriétés telles que le gonflement et les propriétés d'adsorption. Ils sont des phyllosilicates d'aluminium hydratés. Les argiles ont une organisation complexe. La description suivante va de la structure de base à la texture des argiles [19-20].

a. Les couches d'éléments

Les couches d'éléments sont composées de tétraèdres (**Figure : I.4**) ou d'octaèdres (**Figure : I.5**).

La couche tétraédrique est composée de tétraèdres Si^{4+} entourés de quatre anions O^{2-} aux sommets. La couche octaédrique est constituée d' Al^{3+} , généralement, entourés de six hydroxyles OH.

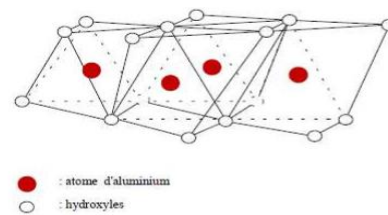
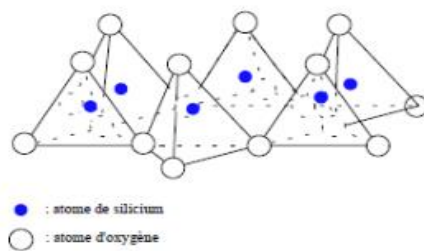


Figure I.4 : Les couches tétraédriques.

Figure I.5 : Les couches octaédriques [20].



Figure I.6 : Structure des couches octaédrique et tétraédrique [21]

b. Les feuillets élémentaires, On distingue deux types de feuillets élémentaires :

-Les feuillets 1/1

Ces derniers sont formés d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique (**Figure : I.7**). Les liaisons entre les couches composant les feuillets sont très rigides.

-Les feuillets 2/1

Ces derniers sont formés d'une couche octaédrique entourée de deux couches tétraédriques (**Fig. I.8**).

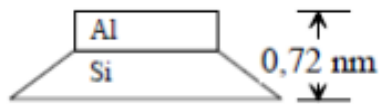


Figure I.7 : Les feuillets 1/1.



Figure I.8: Les feuillets 2/1.

c. Les Particules élémentaires

Les particules élémentaires ou les cristallites sont constituées par un empilement de feuillets élémentaires. Les cristallites s'organisent en unités morphologiques. On peut distinguer par exemple des structures floculées, bord –face et des structures dispersées face-face (**Figure I.9**).

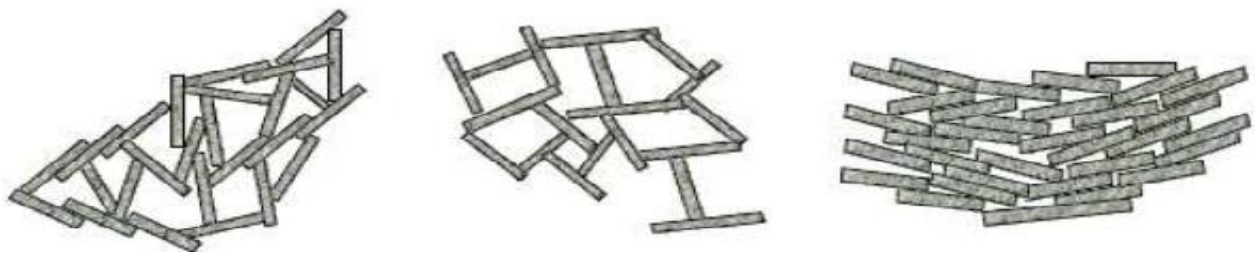


Figure I.9 : L'organisation des particules élémentaire.

I.2.2 Classification des minéraux argileux

Les phyllosilicates rassemblent une grande famille de minéraux. Généralement, les argiles qui appartiennent à cette famille, peuvent être classées en trois groupes:

Minéraux à 7 Å de type 1:1, Décrit un empilement où feuillet tétraédrique est juxtaposé sur un autre feuillet octaédrique par la base. Son épaisseur est d'environ 7Å.

Minéraux à 10 Å de type 2, Décrit un empilement où feuillet octaédrique (couche d'ions aluminium) est prise en sandwich entre deux feuillets tétraédriques. Son épaisseur est d'environ 10Å.

Minéraux à 14 Å de type 2:1:1, Ce type d'empilement décrit un cas particulier de la structure 2:1, lorsqu'elle implique une couche additionnelle (soit de bruche soit de gibbsite). Son épaisseur est d'environ 14Å.

L'argile brute est constituée généralement d'un composant minéral de base (Kaolinite, Illite, Montmorillonite) et de certaines impuretés [20].

Les impuretés sont constituées de :

- Oxydes et hydroxydes de silicium : (le quartz et la cristobalite),
- Minéraux ferrifères : l'hématite Fe_2O_3 , la magnétite Fe_3O_4
- Carbonates : la calcite $CaCO_3$, la dolomite $CaMg(CO_3)_2$,
- Oxydes et hydroxydes d'aluminium : La gibbsite $Al(OH)_3$,
- Matières organiques [21].

I.2.3 BENTONITE

L'argile qui fait l'objet de notre travail est connue sous le nom de "bentonite". Elle désigne généralement une poudre minérale constituée essentiellement de l'argile de montmorillonite. Dans leur état naturel, la plupart des gisements de bentonite sont hétérogènes. Ils sont constitués de smectites mélangées ou inter stratifiées avec l'illite et/ou la kaolinite et d'autres impuretés [22].

I.2.3.1 Origine de la Bentonite

La bentonite est une argile douée de propriétés de surface (caractère, affinité pour l'eau, capacité d'adsorption élevée de composés électropositifs, d'échange ionique et de gonflement, ainsi que par des propriétés rhéologiques particulières (thixotropie) etc.) [23].

En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'Oranie (ouest Algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaghanem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes [22].

I.2.3.2 Structure cristalline du feuillet élémentaire

Le feuillet élémentaire de la montmorillonite est formé par une couche octaédrique comprise entre deux couches tétraédriques. Les siliciums Si^{4+} sont partiellement substitués par des aluminiums Al^{3+} et l'aluminium Al^{3+} par des magnésiums Mg^{2+} . La cohésion des couches élémentaires est assurée par les forces (assez faibles) de Van Der Waals. Les ions Si^{4+} sont situés à l'intérieur d'un tétraèdre dont les sommets sont occupés par des atomes d'oxygène. Les ions Al^{3+} sont situés à l'intérieur d'un octaèdre dont les sommets sont occupés par quatre atomes d'oxygène et de deux ions hydroxyles. Les feuillets élémentaires sont de type 2/1 séparés par des molécules d'eau et des cations échangeables [23].

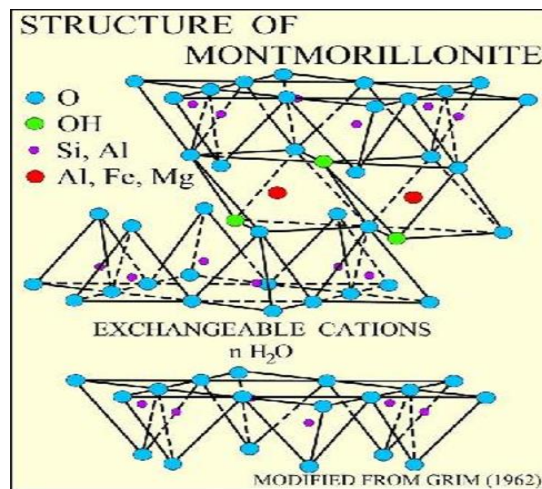


Figure I.10: Structure d'une montmorillonite

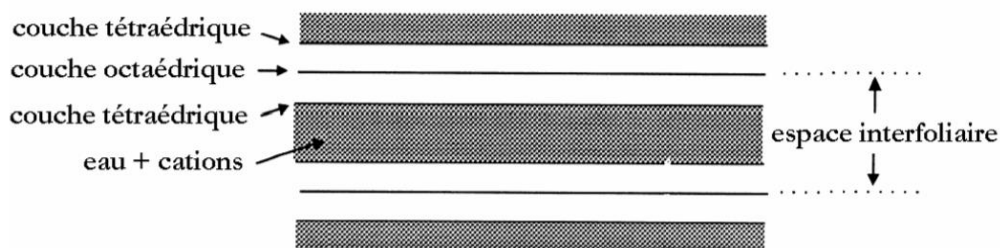


Figure I.11 : Représentation de l'espace interfoliaire entre deux feuillets de montmorillonite.

I.2.3.3 La modification de la bentonite

Les silicates, sont de nature hydrophiles et ne sont miscibles qu'avec des polymères

hydrophiles tels que le poly (oxyde d'éthylène) et le poly (vinylalcool). Afin de les rendre miscibles avec d'autres polymères organophiles et améliorer leur compatibilité, donc permettre l'intercalation des chaînes de polymère ou monomère à l'intérieur des galeries de l'argile, l'une des possibilités pour résoudre ce problème est de rendre organophile la surface de la galerie de l'argile avant son introduction dans une matrice polymère par la méthode d'échange cationique. Cette méthode peut être réalisée par des agents tensioactifs cationiques comprenant les cations d'alkyl ammonium et d'alkyle phosphonium [20].

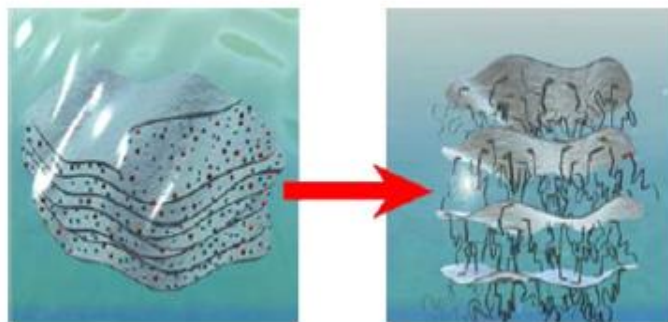


Figure I.12 : Schéma d'une réaction d'échange d'ion par Fischer.

I.2.3.4 Applications de la bentonite

La bentonite est utilisée dans différents domaines (forage, fonderie, céramique, peinture, pharmacie, cosmétique, génie civil, agroalimentaire ...etc). La majeure partie de la bentonite exploitée dans le monde est utilisée comme liant du sable de moulage dans l'industrie de la fonderie et aussi pour épaissir les fluides de forage [23].

I.2.4 Utilisation des argiles

Ces matériaux sont utilisés dans différents domaines : la céramique fine, les matériaux de construction, les peintures, l'ajout en tant que charges minérales permet d'obtenir la rhéologie souhaitée ainsi que la stabilité des suspensions. Leur intégration dans les polymères améliore les propriétés mécaniques et thermiques du composite obtenu [24].

I.3 Composites et nanocomposites

Les premiers Nanocomposites, à base d'argile, semblent avoir été réalisés par Blumstein en 1961 par polymérisation de monomères de vinyle intercalés dans de l'argile montmorillonite [25]. Il existe deux grandes familles de nanocharges, les nanocharges organiques et inorganiques. Les nanocharges organiques sont multiples comme les nanotubes de carbones ou les fullerènes qui sont reconnues pour leurs impressionnantes propriétés mécaniques électriques ou encore pour leurs propriétés magnétiques. Concernant celles dites inorganiques, on peut citer des exemples comme les argiles ou les silices. Cependant, les plus utilisées actuellement sont les argiles comme la montmorillonite [5].

I.3.1. Définition

Plusieurs définitions ont été mises pour définir ce terme :

- Selon Kelly, un matériau composite est un matériau composé d'un agencement d'au moins deux phases distinctes [20],
- Sanches et al. définissent un matériau composite comme un matériau constitué d'au moins d'une phase organique et d'une phase inorganique, dans lequel au moins l'une de ces phases a une dimension comprise entre le 10 et 100 nanomètre [20],
- Selon K. Benalia [26] et D.SAAOUI et Z.Izraren [27], les nanocomposites est une nouvelle famille des polymères chargés qui fait partie de la famille des composites classiques. L'idée de départ qui sous-tend le développement des nanocomposites consiste à incorporer des nano particule dans une matrice polymères. La nuance réside au niveau de la taille du renfort qui est à l'échelle nanométrique (9 à 10nm), soit 100 à 100 000 fois plus petite que les charges des matériaux conventionnels. De nombreuses études montrent, que la préparation des nanocomposites 'polymère/argile' se base sur les interactions interraciales entre les nanoparticules argileuses et les chaînes du polymère à l'échelle nanométrique. Ainsi, et dans des conditions particulières, l'obtention de la structure exfoliée, confère à ces matériaux une amélioration globale des propriétés comme la tenue au choc, la résistance à la chaleur et aux UV, les propriétés barrières, la stabilité dimensionnelle, les propriétés de surface en termes de finition et d'aptitude à la coloration et dans certaines des propriétés mécaniques.

I.3.2 Les constituants des Nanocomposites

I.3.2.1 Les Matrices

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Son rôle est de protéger les fibres contre l'abrasion et l'environnement agressif et de transférer les charges entre les fibres.

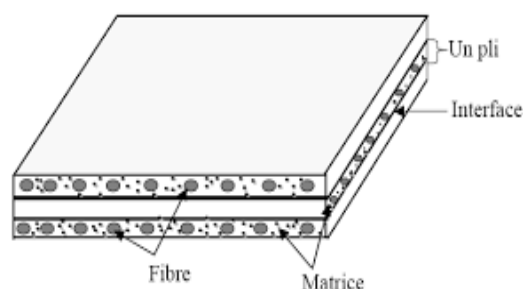


Figure I.13 : La forme géométrique de la matrice.

Bien que les propriétés mécaniques de la matrice soient très faibles devant celles des renforts, la performance générale du composite (matrice/renfort) est très dépendante du choix de la matrice. Le rôle de la matrice devient très important pour la tenue à long terme (fatigue, fluage) [25].

Il existe trois (03) types de matrice, métallique, céramique et polymère

I.3.2.2 Les renforts

Il convient tout d'abord de différencier deux grands types de renforts : les charges et les fibres. Les charges sont utilisées pour modifier une ou plusieurs propriétés de la matière à laquelle on les ajoute (conductivité électrique, perméabilité au gaz...) alors que les renforts sont sous forme de fibres et qui contribuent le plus souvent à n'améliorer que la résistance mécanique et la rigidité [25].

I.3.3 Morphologie des nanocomposites

L'idée d'incorporer de la montmorillonite dans des polymères est née au début des années 90 avec l'incorporation de montmorillonite dans des matrices polyamide 6-6 au centre de recherche de Toyota [20]. Etant donné le caractère fortement hydrophile de la montmorillonite, sa dispersion dans un polymère n'est pas aisée et l'état de dispersion de la charge dans la matrice donne naissance à trois catégories de nanocomposites :

- ✓ *Les nanocomposites conventionnels*, dans lesquels le polymère ne s'insère pas dans les galeries interfoliaires, et des agrégats de silicates agglomérés de l'ordre du micron sont dispersés dans la matrice. Dans ce cas, l'appellation nanocomposite est abusive.
- ✓ *Les nanocomposites intercalés*, dans lesquels la distance interfoliaire a été augmentée par l'insertion de polymère, mais où les feuillets restent face à face à des distances inférieures à 30 Angströms.
- ✓ *Les nanocomposites exfoliés*, dans lesquels les feuillets sont individualisés et totalement dispersés dans la matrice. Il convient de noter que ces termes ne décrivent que la dispersion des feuillets et ne tiennent pas compte de l'aspect multi-échelle de la dispersion. Cette description un peu limitative de l'état de dispersion de la montmorillonite dans un polymère est schématisée sur (la Figure I.14).

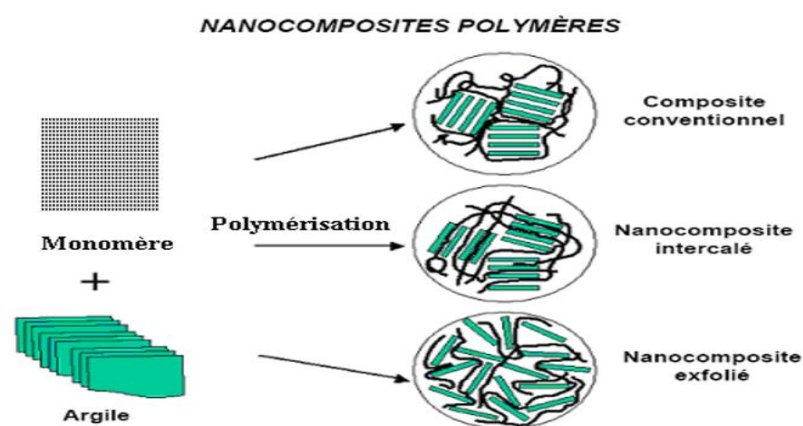


Figure I.14 : Différents états de dispersion d'une argile dans un polymère accompagnés des clichés MET correspondants [28].

I.3.4 Les voies de mises en œuvre des nanocomposites:

L'état de dispersion et les morphologies sont étroitement liés au procédé d'élaboration et aux conditions de mise en œuvre. En général, le choix du mode d'élaboration est guidé par la nature du polymère, la nature de la charge, l'affinité polymère /charge et les applications finales du matériau. Les méthodes les plus souvent employées sont les suivantes :

I.3.4.1 Intercalation de polymère en solution

La voie directe, qui consiste à mélanger la matrice polymère avec les phyllosilicates sans aucun changement dans le procédé existant, semble la méthode la plus simple pour obtenir un polymère nanocomposite. Cette méthode, dont le procédé est schématisé sur la Figure (I.15), consiste à préparer d'une part le polymère en milieu solvant selon son procédé habituel, et d'autre part une dispersion d'argile dans ce même solvant. Ensuite, on mélange le tout pour obtenir le nanocomposite. Cette méthode d'élaboration est surtout utilisée pour les films. L'intérêt d'une telle méthode est de disperser l'argile dans un solvant adapté, ce qui, grâce à son pouvoir de gonflement, facilite la dispersion des feuillets. Le grand avantage de cette méthode est qu'elle permet de synthétiser des nanocomposites intercalés à base de polymères faiblement ou non polaires. Cette méthode a été très largement utilisée dans le cas des polymères hydrosolubles comme le poly(alcool vinylique), le poly(oxyde d'éthylène) la poly(vinylpyrrolidone) et l'acide polyacrylique. Malheureusement, cette technique est inappropriée en milieu industriel, car l'emploi de grandes quantités de solvant est source de nombreux problèmes [33].

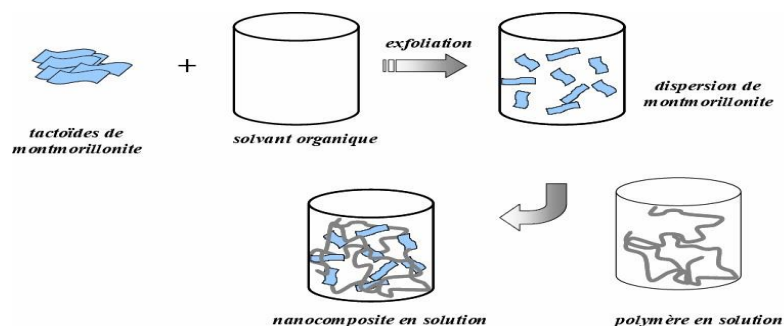


Figure I.15 : Elaboration de nanocomposites par voie direct en solution.

I.3.4.2. Intercalation du polymère à l'état fondu

Cette méthode s'apparente à la voie directe en solution mais le milieu a cette fois une haute viscosité. C'est pourquoi, pour gérer les interactions polymère – nanocharges, il est souvent nécessaire de faire intervenir un agent compatibilisant, qui peut être un copolymère à blocs, un polymère fonctionnel ou un polymère greffé. La Figure I.16 schématise la voie dite « fondu » pour l'élaboration de nanocomposite lamellaire avec pour agent compatibilisant un polymère greffé. Le processus d'intercalation par la fusion a été expérimenté pour la première fois en 1993 par Vaia et al [16]. Il s'agit de mélanger un thermoplastique fondu avec une argile organophile afin d'optimiser les interactions polymère-argile. Ensuite le polymère est ajouté et le mélange est recuit à une température supérieure à la température de transition vitreuse du polymère matrice, aboutissant à la formation d'un nanocomposite. Afin de disperser les charges, un cisaillement doit être appliqué dans le fondu grâce à des mélangeurs ou des disperseurs. En général des agitateurs à haute vitesse sont utilisés [5].

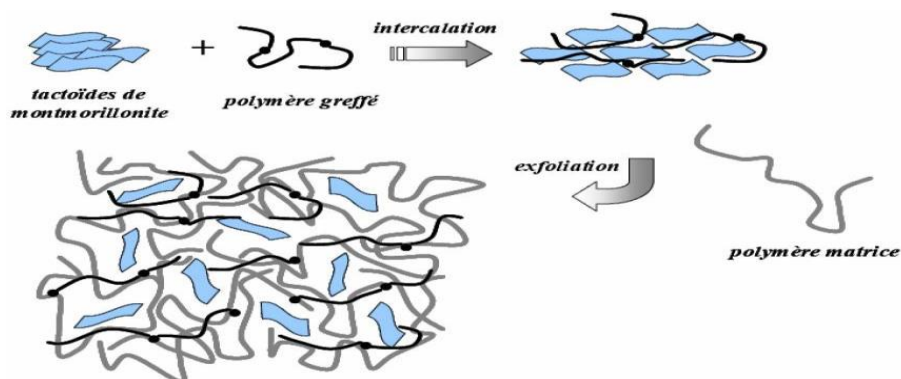


Figure I.16. Elaboration de nanocomposites par voie fondu.

I.3.4.3 Synthèse par polymérisation in-situ

Le processus de polymérisation in situ (figure I.17) a été la première méthode utilisée pour l'élaboration de nanocomposites à matrice polyamide6. C'est une méthode directe et relativement simple à mettre en œuvre [20]. La polymérisation in situ consiste en l'introduction de l'argile organophile dans un monomère liquide ou en solution. Son principe est basé sur la diffusion de monomère dans l'espace interfoliaire. L'argile étant gonflée par le

monomère, la réaction de polymérisation peut être amorcée par chauffage, rayonnement ou en utilisant un initiateur également intercalé dans l'espace interlamellaire. Les chaînes polymériques se forment alors dans ce dernier, et vont écarter celui-ci, résultant en une augmentation de la distance interfoliaire et une éventuelle exfoliation à la fin de la polymérisation [29].

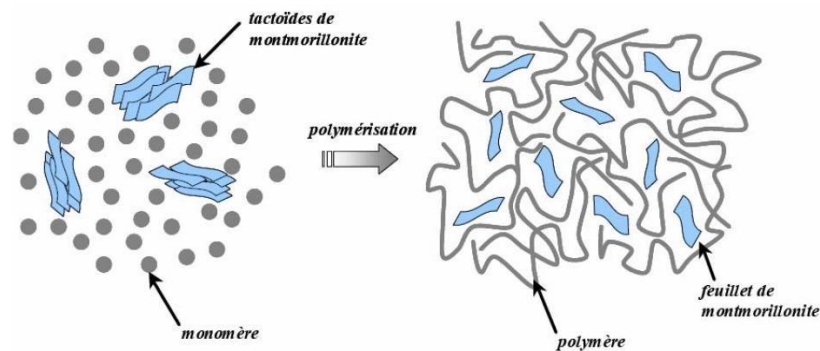


Figure I.17: Polymérisation in situ d'un nanocomposite lamellaire [5].

I.3.5. Les propriétés des composites polymère/argile

Les composites de type polymère/argile permettent d'améliorer un grand nombre de propriétés du polymère dans lequel ils sont dispersés. Ainsi, l'argile va permettre d'améliorer les propriétés mécaniques, mais aussi la stabilité thermique, le comportement au feu ou les propriétés barrières au gaz ou au liquide. L'amélioration de ces propriétés peut survenir même à des taux de conversion faibles. La principale raison expliquant les propriétés améliorées des composites est la forte interaction inter-faciale entre la matrice polymère et les feuillets [20].

I.3.6. Applications

Les propriétés particulières des composites polymères ont élargi l'utilisation des résines et des mélanges polymères.

- Dans l'industrie automobile (réservoirs d'essence, pare-chocs et panneaux intérieurs et extérieurs),
- Dans la construction (sections d'édifices et panneaux structurels),

- Dans l'aérospatiale (panneaux ignifuges et composants haute performance),
- En électricité et électronique (composants électriques et cartes de circuits imprimés),
- Dans l'emballage alimentaire (contenants et pellicules).
- La technologie humaine a profité les propriétés de ces minéraux dans des domaines aussi divers que la papeterie, les céramiques, les forages pétroliers, la pharmacie et la parfumerie...etc [29].

I.4. Les micro-ondes

Au milieu des années 2000 les travaux associant les techniques d'irradiation micro-ondes aux polymères deviennent significatifs. Aujourd'hui, les appareillages permettent les contrôles simultanés de la puissance, du temps d'irradiation, de la pression, de l'agitation ainsi que du contrôle et de la mesure de la température in- et ex-situ. Ces paramètres sont essentiels pour une meilleure compréhension de la réactivité des polymères sous micro-ondes [30].

Pour les micro-ondes le transfert thermique se fait par radiation. Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques de fréquences comprises entre 300 MHz (ondes radios) et 300 GHz (infrarouge), ce qui correspond à des longueurs d'onde comprises entre 1 mm et 1 m. Dans cette région du spectre électromagnétique, seule la rotation moléculaire est affectée et non la structure moléculaire [31].

I.4.1. Polymérisation par irradiation micro-ondes

En comparaison à un chauffage classique, le chauffage par irradiation micro-ondes comporte de nombreux avantages. Un grand nombre de publications a décrit l'utilisation des micro-ondes dans le domaine de la chimie organique (≈ 3000 d'après Web of Science de 1950 à 2013 avec comme mots clés « microwave* synthesis »). Les trois principaux avantages recensés dans la littérature scientifique sont :

- des temps de réaction plus courts,
- une augmentation des rendements,
- une diminution des réactions secondaires.

Les premiers travaux traitant de la polymérisation radicalaire assistée par micro-ondes ont été décrits par Gourdenne et al. en 1979. Il s'agissait de la réticulation d'un polyester insaturé avec du styrène.

- En 1983, Teffal et Gourdenne ont polymérisé du méthacrylate d'hydroxéthyle sous irradiation micro-ondes ainsi que par chauffage conventionnel. Dans les deux cas, les profils de température des deux mélanges réactionnels étaient identiques bien que la vitesse de polymérisation sous micro-ondes soit significativement plus rapide.
- La polymérisation en masse, assistée par micro-ondes, du méthacrylate de méthyle (MMA) en présence de peroxyde de benzoyle comme amorceur a été décrite par Jovanovic et Adnadjevic. Les auteurs ont observé une augmentation de la vitesse de réaction due à la réduction de l'énergie d'activation sous irradiation micro-ondes.
- En 2004, Ritter et al. ont présenté la synthèse puis la polymérisation de différents monomères acrylamide et méthacrylamide dans un four monomodal. Tout d'abord, ils ont réalisé la synthèse en micro-ondes de ces monomères à partir de l'acide acrylique ou méthacrylique et d'amines aliphatiques ou aromatiques en une seule étape. Ensuite, la polymérisation de ces différents monomères a été effectuée sous irradiation micro-ondes en présence d'AIBN. Il a également été démontré qu'il est possible de préparer in situ un copolymère d'acide acrylique et de dérivé d'acrylamide en réalisant la polymérisation assistée par micro-ondes de l'acide acrylique en présence d'hexylamine ou benzylamine. Ces travaux sont le premier exemple de couplage in situ de la modification chimique et d'une polymérisation radicalaire [32].

Partie II : Application des (nano) composite a la Rétention du phénol en solution aqueuse

II.1. Introduction

Les industries produisent des effluents divers qui nécessitent des méthodes de traitements efficaces, car ils contiennent des produits chimiques qui sont difficilement

biodégradables et leurs accumulations dans les cours d'eau, provoquent des problèmes pour l'environnement et la santé publique.

Le phénol est l'un des polluants présents dans les eaux usées des usines de transformation du charbon, des raffineries du pétrole, des industries papetières, des usines de fabrication de résines, de peintures, de textiles, de pesticides, des industries pharmaceutiques et des tanneries [33].

II.2. Généralité sur le phénol

Le phénol (C_6H_5OH) est le dérivé monohydroxylé du benzène. Il appartient à la famille des alcools aromatiques [34]. Il est présent dans de nombreux végétaux [35]. Les plantes sont capables de produire de nombreux métabolites secondaires parmi lesquels on distingue les terpénoïdes, les alcaloïdes et les composés phénoliques [36].

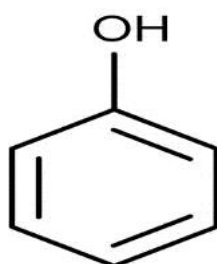


Figure II.1 : La formule brute du Phénol (C_6H_5OH) [32].

Les principales propriétés du phénol sont regroupées dans le tableau dessous

Propriétés chimiques	
Masse molaire	$94,1112 \pm 0,0055 \text{ g.mol}^{-1}$ C : 76,57 % H : 6,43% O : 17%
Diamètre moléculaire	0,55 nm
Propriétés physiques	
T fusion	43°C
T ébullition	182°C
Solubilité à 20°C	97 g.l ⁻¹
Masse volumique	1,073 g.cm ⁻³

T d'auto-inflammation	715°C
Limites d'explosivité dans l'air	1,36-10% vol
Pression de vapeur saturante à 20°C	97 Pa
Temps de demi-vie dans l'air	Env.20h
Temps de demi-vie dans l'eau	Env.55h

Tableau II.1: Propriétés chimiques et propriétés physique [32].

Le phénol, pur est un solide incolore à jaune pâle cristallisé à la température ambiante. Il a une odeur âcre et piquante [37]. Au contact de l'air ou sous l'influence de l'humidité le phénol s'oxyde pour donner des traces de quinone. Il prend alors une couleur rose, puis rouge. Il est très soluble dans de nombreux solvants organiques tels que l'acétone, l'éthanol, l'oxyde de diéthyle.

A haute température, le phénol pur se décompose entièrement en oxyde de carbone, carbone et hydrogène [32].

II.2.1. Danger et Toxicité du phénol

Le phénol est une substance irritante et fortement corrosive [37]. C'est un produit dangereux pour tous les organismes vivants :

a) Pour l'homme, le phénol est rapidement absorbé par toutes les voies d'exposition. Le foie, les poumons et la muqueuse.

La gravité de l'intoxication cutanée dépend du temps de contact, de l'étendue de la zone exposée, de la concentration du phénol et de la successibilité individuelle du sujet.

Le phénol pur est corrosif et toxique. En solution à 3 %, les dangers sont plus réduits, mais il est cependant préférable d'éviter tout contact avec la peau ou les yeux, et d'éviter de respirer les vapeurs [31]. Les symptômes apparaissant très rapidement à savoir : maux de tête, faiblesse musculaire, troubles de la vision, respiration rapide et irrégulière [32].

b) Pour l'animal, des concentrations variant de 5 à 25 mg sont mortelles pour les poissons. Les études sur le phénol et ses dérivés révèlent qu'ils sont toxiques et très dangereux pour la

vie aquatique (Pan et Kurumada, 2008). Il présente de nombreux effets indésirables sur l'environnement. Il peut notamment modifier les écosystèmes aquatiques et causer des dommages aux ressources précieuses (Babich et Davis, 1981; Huang et al. 2007). La faune et la flore sont les principales cibles des effluents industriels Contenant du phénol [32].

Le phénol est répertorié sur la liste prioritaire des substances dangereuses identifiées par (ATSDR, 2007). Il est classé par l'Union Européenne comme mutagène catégorie III (SFC, 2009), dont il est nécessaire de traiter les solutions aqueuses du phénol, avant de les rejeter dans le milieu naturel [32] [38].

II.3 Elimination du phénol

II. 3.1. Adsorption

L'adsorption est considérée comme méthode de traitement des eaux usées. C'est un processus de transfert de matière d'une phase liquide (ou gazeuse) appelée adsorbat vers une phase solide appelée adsorbant d'une manière réversible. Le processus d'adsorption se poursuit jusqu'à l'obtention d'un équilibre auquel correspond une concentration d'équilibre du soluté.

Le phénomène inverse par lequel les molécules se détachent de la surface des matériaux est la désorption. Ce phénomène spontané provient de l'existence, à la surface du solide de forces non compensées, qui sont de nature physique ou chimique [38].

A. Adsorption physique (physisorption)

C'est un phénomène réversible gouverné par des forces attractives de nature physique, comprenant les forces de Wan der Waals. Ces forces ne détruisent pas l'individualité des molécules adsorbées et lorsqu'elles opèrent, elles correspondent à des énergies faibles qui sont de l'ordre de 10 Kcal par mole. Ce phénomène consiste à la condensation de molécules sur la surface du solide est favorisé par un abaissement de la température.

B. Adsorption chimique (chimisorption)

C'est un phénomène irréversible géré par des interactions chimiques qui provoque un transfert ou une mise en commun d'électrons entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant. On assiste donc à une destruction de l'individualité des molécules adsorbées et la formation de nouveaux composés à la surface de l'adsorbant. Ce type d'adsorption se développe à haute température et met en jeu une énergie élevée variant de 10 à 100 Kcal par mole [19]

Dans le tableau **II.2**. Les principales différences entre ces deux types sont résumées

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Type de liaison	Physique	Chimique
Chaleur d'adsorption	≤ 40 kJ/mole	≥ 100 kJ/mole
Température	Basse	Elevée
Désorption	Facile	Difficile
Spécificité	Non spécifique	Spécifique
Energie d'activation	Non appréciable	Importante
Cinétique	Rapide	Lente
Etat de surface	Formation de multicouches	Formation de monocouche
Désorption	Plus au moins parfaite	Difficile

Tableau II.2. Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

II.3.2. Mécanisme et cinétique d'adsorption

Le transfert d'une phase liquide contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention de soluté à la surface de l'adsorbant se fait en plusieurs étapes (**Figure II.2**)

1- Transfert de masse externe (diffusion externe), correspond au transfert du soluté du sein de la solution à la surface externe des particules.

2- Transfert de masse interne dans les pores (diffusion interne) qui a lieu dans le fluide remplissant les pores. Les molécules se propagent de la surface des grains vers leur centre à travers les pores.

3- Diffusion de surface: pour certains adsorbants, il peut exister une contribution de la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant.

4- Adsorption proprement dite [20].

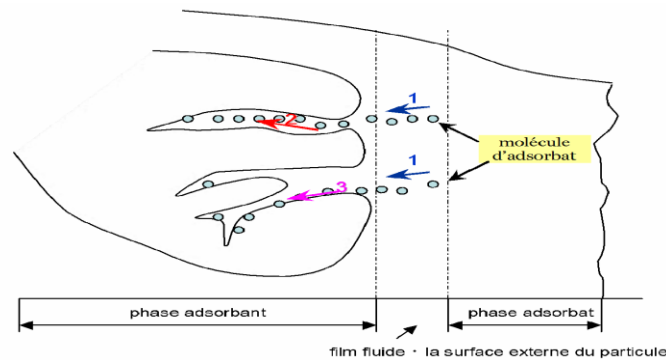


Figure II.2 : Mécanisme de transport de l'adsorbat au sein d'un grain.

II.3.3. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption

L'équilibre d'adsorption dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont :

- Les caractéristiques de l'adsorbant : polarité, volume poreux, surface spécifique et fonctions superficielles ;
- Les caractéristiques de l'adsorbat : polarité, solubilité et poids moléculaire ;
- Les paramètres physico-chimiques du milieu : température et pH.

II.3.4. Calcul des quantités adsorbées

La quantité de produits fixés est donnée par l'équation II.1 :

$$q_t = \frac{(C_0 - C_t)V}{m} \quad (\text{II.1})$$

q_t : Quantité de polluant par unité de masse de l'adsorbant. ($mg \cdot g^{-1}$)

C_0 : Concentration initiale ($mg \cdot l^{-1}$).

C_t : Concentrations à l'instant t ($mg \cdot g^{-1}$).

V : volume de l'adsorbat (L).

M : masse de l'adsorbant (g).

II.3.5 Isothermes d'adsorption

La performance d'un adsorbant dépend de l'équilibre entre les deux phases. Cet équilibre fixe la capacité maximale qui peut être atteinte dans les conditions opératoires.

L'équilibre est généralement représenté sous forme graphique. Il rend compte de la relation entre la quantité de soluté retenue par le solide (q_e) et la concentration en équilibre en soluté (C_e) dans la phase liquide. La relation obtenue est appelée « isotherme d'équilibre » à condition que l'expérience soit effectuée à température constante. Donc l'isotherme d'adsorption est la courbe liant, caractéristique de l'équilibre thermodynamique entre un adsorbant et un adsorbat. Elles sont exprimées généralement sous formes d'équations mathématiques, non cinétiques ($q_e = f(C_e)$), que l'on nomme isothermes, les quelles sont obtenues à partir d'expériences réalisées en batch.

Elles permettent essentiellement de :

- déterminer le taux de recouvrement de la surface d'un support par un substrat,
- identifier le type d'adsorption pouvant se produire,
- choisir l'adsorbant qui conviendrait le mieux à la rétention de l'adsorbat. Il convient,

Cependant, de mentionner que les isothermes d'adsorption n'expliquent pas les mécanismes d'adsorption. Ils conduisent seulement à une comparaison de différents systèmes entre eux.

[39].

II.3.5.1 Modélisation des isothermes d'adsorption

De nombreux modèles théoriques mathématiques ont été développés pour décrire l'allure de l'isothermes d'adsorption pour quantifier la relation entre q_{eq} et C_{eq} dont les largement utilisées sont les modèles de Langmuir et de Freundlich [38].

II.3.5.1.1 Modèle de Langmuir (1916)

La théorie de Langmuir (1916) a permis l'étude de l'adsorption de molécules de gaz sur des surfaces métalliques. Elle repose sur les hypothèses suivantes:

- L'adsorption se produit sur des sites localisés d'égale énergie; l'adsorption se produit en monocouche; le nombre de sites d'adsorption sur la surface est limité.
- L'isotherme de Langmuir est difficilement utilisable pour des systèmes naturels où l'adsorption en couche simple sur un seul type de site est rarement rencontrée.

L'isotherme est représentée par l'équation (1):

$$q_e = q_m \times \left[\frac{K_L \times C_e}{1 + K_L \times C_e} \right] \quad (\text{II.1})$$

q_m : Capacité d'adsorption à saturation (mg/g).

K_L : Energie d'adsorption ou constant de Langmuir (l/m g).

Dans le cas d'une faible quantité de soluté adsorbé, le terme $(K_L \times C_e)$ peut être très inférieur à 1 et il est alors négligé. La relation de Langmuir se réduit alors à une relation directe entre la capacité d'adsorption et la concentration à l'équilibre de l'adsorbant en phase liquide:

$$q_e = q_m \times K_L C_e \quad (\text{II.2})$$

Dans le cas d'une forte quantité de soluté adsorbé, le terme $(K_L \times C_e)$ devient largement supérieur à 1. Cela implique que q_e tend vers q_m . La linéarisation de l'équation (I.2) conduit à l'équation (3) :

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_m \times K_L} \left(\frac{1}{C_e} \right) + \frac{1}{q_m} \quad (\text{II.3})$$

L'équation obtenue est celle d'une droite de pente $1/q_m \times K_L$ et d'ordonnée à l'origine $1/q_m$, ce qui permet de déterminer deux paramètres d'équilibre de la relation : q_m et K_L .

II.3.5.1.2 Modèle de Freundlich

En 1926 Freundlich a établi une isotherme très satisfaisante qui peut s'appliquer avec succès à l'adsorption des gaz, mais qui a été principalement utilisée pour l'adsorption en solution; il a constaté que le mécanisme de ce processus est assez complexe, du fait de l'hétérogénéité de la surface, ce qui rend la chaleur d'adsorption variable. On ne peut dans ce cas affirmer que tous les sites d'adsorption sont identiques du point de vue énergétique, du fait de la présence de différents types de défauts de structure dans l'adsorbant. Même dans le cas où la surface peut être considérée comme homogène, l'énergie d'adsorption peut diminuer les radicaux adsorbés. En se basant sur ces constatations, Freundlich a établi les relations suivantes:

La tension superficielle d'un corps dissout à la concentration C peut s'exprimer par la relation (4):

$$\Sigma = \sigma_0 - \alpha C e^{1/n} \quad (\text{II.4})$$

En dérivant l'équation (4) par rapport à la concentration du corps dissout, on obtient $d\sigma/dC_e$, qu'on peut reporter dans l'équation de Gibbs qui devient :

$$\Gamma = K_x (C_e / RT) \times \alpha \times C_e^{(1/n)-1} \quad (\text{II.5})$$

L'équation de Freundlich s'écrit alors:

$$q_e = K_F \times C_e^{\left(\frac{1}{n}\right)} \quad (\text{II.6})$$

Où: σ : tension superficielle (énergie accumulée en surface);

Γ : excès positif ou négatif de substances dissoutes fixées par unité de surface;

q_e : quantité adsorbée par gramme de solide en (mg/g);

C_e : concentration à l'équilibre en (mg/l);

K_F et n : paramètres de Freundlich, caractéristiques de la solution et de l'adsorbant déterminés expérimentalement.

Des valeurs élevées de K_F et n traduisent une forte adsorption des solutés, n a toujours une valeur supérieure à 1 et est souvent voisine de deux.

En portant $\text{Log}(q_e)$ en fonction de $\text{Log} C_e$, on obtient une droite de pente $(1/n)$ et d'ordonnée à l'origine égale à $\text{Log} K_F$, d'où on tire les constantes de Freundlich K_F et n [39].

II.3.5.2 Application de l'adsorption

La pollution des eaux et des sols, accidentellement ou volontairement, par certains produits chimiques d'origine industrielle (métaux, hydrocarbures, colorants...) constitue une source de dégradation de l'environnement et suscite à l'heure actuelle un intérêt particulier à l'échelle internationale. Actuellement, beaucoup de travaux s'intéressent au problème de pollution et aux meilleurs moyens destinés à éliminer certaines substances nuisibles rejetées dans la nature. L'adsorption est une méthode efficace pour la rétention des polluants organiques.

L'adsorption est utilisée pour différentes applications tel que le raffinage des produits pétroliers, la purification, la récupération de solvants et d'alcool dans le processus de fermentation, la décoloration des liquides, la chromatographie gazeuse [31].

II.4 Etude précédentes

Plusieurs études ont été faites dans le domaine de la dépollution des eaux usées en utilisant des composite polymère/argile à cause de la capacité d'adsorption imposante des argiles et de certain polymère dit super absorbant.

En (2008) **TS Anirudhan et al.** Ont préparés un nouveau composite polyacrylamide-bentonite à fonctionnalité amine (Am – PAA – B) par une technique de polymérisation par intercalation directe. Pour l'appliquer à l'élimination de polluant organique dans les eaux usées. Ils ont constaté que l'adsorption maximale a été trouvée (> 99,9%) à un pH compris entre 4,0 et 7,0 pour une concentration initiale de 25 $\mu\text{mol} / \text{L}$. La capacité d'adsorption monocouche s'est avérée être de 103,91 $\mu\text{mol} / \text{g}$ à 30 ° C. La cinétique d'adsorption suit le modèle du pseudo-second ordre. Ils ont constatées que le l'Am – PAA – B était significativement efficace pour l'élimination de polluant des solutions aqueuses [40].

En (2003) **S Al-Asheh et al.** Ont réalisés des tests d'adsorption de phénol de la solution aqueuse en utilisant différents types de bentonites activées. (La bentonite naturel, bentonite sodique, bentonite sodique activé avec du bromure de cétyl triméthyl ammonium (CTAB) comme tensioactif cationique, avec une hydroxypolycation d'aluminium comme agent de pilier et une combinaison des deux (CATB / Al-Bentonite). Ils sont trouvées que :

La quantité d'élimination du phénol était classée dans l'ordre suivant: CTAB / Al-Bentonite> Al-Bentonite> CTAB bentonite> bentonite traitée thermiquement> bentonite traitée par cyclohexane> bentonite naturelle. L'augmentation de la concentration d'adsorbant ou des valeurs de pH initiales des solutions a entraîné une élimination plus importante du phénol de la solution. Le modèle isotherme de Freundlich a été utilisé et a bien représenté les données expérimentales[42].

En (2014) **S. Aboul-Hrouz et al.** Ont examiné l'adsorption des ions de métaux lourds Cd (II) sur une lignine isolée à partir de la bagasse de canne à sucre, après un traitement alcalin. Cette lignine est convertie en des perles en utilisant un autre polymère d'origine marine, pour tester son aptitude à éliminer les métaux lourds des eaux usées. Les facteurs influant sur l'adsorption du Cd tels que la concentration d'ions de Cd initiale (5-50mg / L), le pH (1-8), les temps de contact (15min-4h) ont été étudiés. Le processus d'adsorption est relativement rapide et l'équilibre a été établi après environ 2h. L'adsorption maximale des ions de cadmium est obtenue à un pH d'environ 5. Les équilibre d'adsorption suivent les isothermes de Freundlich et Dubinin-Radushkevich, et ont montré que l'adsorption était de nature physique [43].

En (2013) **E. Errais** a montré que les minéraux argileux sont des adsorbants efficaces pour les colorants en raison de leurs propriétés colloïdales. Les résultats montrent la kaolinite de Fouchana joue un rôle majeur dans l'adsorption des colorants anioniques [44].

En (2014) **El-segeny et al.** Ont synthétisé le styrène / acide acrylique / argile hybride par irradiation et ont testé la sorption du vert acide B et du maxilon C.I. molécules de colorants basiques, respectivement. La quantité de colorants absorbés atteint environ 58mg/g et 78mg/g, après 12h pour le vert acide B et le maxilon C.I. de base, respectivement [45].

Référence bibliographique

[5] M. Zenasni Synthèse et caractérisation des nano composites biodégradables élaborés par trois procédés (intercalation en solution, polymérisation in situ et par voie fondue). Université de Lorraine, 2015. Français.

[6] M. Bensaidia Ouassini, Étude Des Polymères Par Dynamiques Moléculaire 2015

[7] S. Imzi S. Ziane, Elaboration et Caractérisation d'un Nanocomposites à Matrice Chitosane (CS) université de Béjaia 2018.

[8] S. El-Sigeny, S. K. Mohamed, M. F. AbouTaleb "Radiation Synthesis and

Characterization of Styrene/Acrylic acid/OrganophilicMontmorillonite Hybrid

Nanocomposite for Sorption of Dyes from" Polymer Composites 35, 2353-2364 (2014).

[9] S.HamelThèse élaboration et caractérisation de pastilles de polymères acrylique réticulé

obtenus par photo-polymérisation UV-application a la rétention de faible poids moléculaire

Université de Tlemcen 2016

[10] Allam H. Boussak, Effet de la température sur les performances des céramiques contenant la bentonite de maghnia Thèse de doctorat polymeres et composite, université de boumerdes 2015

[11] B. Bouras copolymère poly (acrylamide-co-vinylpyridine)- Propriété et application, Chimie et Physico-chimie Organiques Macromoléculaires, université de telemcen 2013.

[12] groupe francais détude et d'applications des polymeres 1989 /extrait de la chimie des acryliques –Norsolor/groupe ORKEM techno Nathan Communication2015.

[13] Jean-M. Michel ,contributiona l'histoire des polymeres en France

[14] Pascale LEROUX acide acrylique Réf*:*J6055 v1 technique de l'ingénieur

[15] N. Kessouri , F-Z. Kenane, Développement et application d'une peinture

époxydique monocouche anticorrosion à faible teneur en COV04 , 2016 .

[16] A-S ou RTH, les couche lavable constituent une alternative moderne et économique au
Couche jetable 2003

[17] E.H. Rifi et al., C. R. Chimie 8 (2005).

[18] Audrey Bigot. Résines employées dans la fabrication des bases prothétiques amovibles
complètes : données actuelles et perspectives. Sciences du Vivant [q-bio]. 2017

[19] M. KHELIFA , Mémoire, Adsorption d'un produit pharmaceutique par une argile de
type 1 :1 modifiée chimiquement, en chimie , Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem
2019.

[20] H.Louahala ,Synthèse de poly (styrène-co-acide acrylique)/bentonite modifiée.

Application à la rétention du Phénol. En Chimie, Université djillali Liabes Sidi Belabbes2019.

[21] Z- Boussaboun , Mémoire ,Synthèse et caractérisation de nanocomposites d'argile et de
graphène formés à partir de précurseurs organiques, L'école de technologie supérieure
comme exigence partielle à l'obtention de la maîtrise avec mémoire en génie de la
construction M.Sc.A,MONTRÉAL,2016.

[22] L. Hadjimi, I- Boulahia , Mémoire de master, Elimination par photo dégradation de la
rhodamine B sur des Film sa base de polymère/Argile organophile/photosensibilisateur (bleu
de méthylène) en génie des procédés des matériaux, Université de Saad dahleb de blida2018.

[23] F.Bouazza, Mémoire, Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et
modifiées Universite Abou Berk Belkaid, Tlemcen, 2012.

[24] C. Benbayer. Thèse , Nanocomposites à base d'argile et de surfactants polymérisables
(surfmers): synthèse et propriété, En Chimie Moléculaire et Biomoléculaire, Université Nice
Sophia Antipolis, 2014. Français. ffNNT : 2014

[25] R. Boumagouda , élaboration et caractérisation des systèmes nanocomposite

Polymère renforcé par des nanoparticules métallique.

[26] K.Benaliathese Elaboration et Caractérisation d'un Nanocomposites à Matrice PP/PP-

g-AM/PA66 renforcé par nano argile thèse de doctorat en Génie des polymères

Université de setif 2017.

[27] D. Saaoui Z- Izraren . L'influence de la Cloisite 30B sur les propriétés physiques, mécaniques et morphologiques des composites à base de polypropylène et le papier journal en Génie des Procédés 2019.

[28] F.Blandine Ingénieur diplômée de l'ENSCMu ,Developpement de nouveaux système retardateur de flammes à base de nanocomposite plus respectueux de l'environnement thèse doctorat En Sciences des Matériaux de l'Université Paul Verlaine de Metz Mention 2011 à Esch-sur-Alzette (Luxembourg)

[29] Heriarivelo RISIT, Thèse Nanocomposites polymères/montmorillonites: Rôle des

interactions générées par la modification des argiles/ polymères sur la morphologie et les

propriétés structurales, thermiques, rhéologiques et mécaniques .2015

[30] C. O. Kappe, "How to measure reaction temperature in microwave-heated

transformations," Chem. Soc. Rev., vol. 42, no. 12, pp. 4977–4990, 2013

[31] B. L. Hayes, Microwavesynthesis-Chemistryat the speed of light. CEM publisher, 295

pages, 2002.

[32] O.Garagalza, Polymerisation radicalaire en continu dans un système millifluidique assistée par micro-ondes, à l'UPPA(IPREM), 2013.

[33]X. Kornmann, Synthesis, Characterisation of Thermoset-Clay Nanocomposites, thèse de

Doctorat, Université des Technologies Lulea, P 14 (2001).

[34] R- Moamer, Ehtash purification des eaux polluées par du phénol dans un per tracteur a disques tournants, L'Institut National des Sciences Appliquées, 2011.

[35] Jean-J- Macheix, les composés phénolique des végétaux quelles perspective a la fin du XXème siècle!laboratoire de de biotechnologie et physiologie végétale appliqué

Universite montpellier II place E Bataillon F-34095 montpellier Cedex 5.

[36] I.Allag & M- Mesai l'effet de pH et la lumière sur la stabilité de quelques composés phénoliques 28/05/2017.

[37] INRS 2020. Santé et sécurité au travail Phénol Fiche toxicologique n° 15.

[38] I-Benchikh, B- Oumri Mémoire, Adsorption d'un colorant par un nano ferrite dans l'eau en génie des procédés de l'environnement, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem , 2019.

[39] S-Benbakhti, H- Nedjar ,Thèse Adsorption du chrome sur la marne argileuse en solution aqueuse université de telmcen2019.

[40] TS Anirudhan, PS Suchithra, S Rijith - Colloids and Surfaces A ..., 2008 – Elsevier Composite polyacrylamide-bentonite modifié par une amine pour l'adsorption d'acide humique dans des solutions aqueuses.

[42] S Al-Asheh, F Banat, L Abu-Aitah - Separation and purification technology, 2003 – Elsevier Adsorption of phenol using different types of activated bentonites

[43] S. Aboul-Hrouz, M. Oumam, Abdellatif Barakat, A. Solhy, M. Zahouily. Propriétés adsorbantes des billes de lignine: application au traitement des eaux usées. Journal of Materials and Environmental Science, Mohammed Premier University, 2014, 5 (S1), pp.2198-2204. fhal-01211081f

[44] Emna Errais, Mourad Elhabiri Anionic RR120 dye adsorption onto raw clay: Surface properties and adsorption mechanism, (2013).

[45] S. El-Sigeny, S. K. Mohamed, M. F. Abou Taleb “Radiation Synthesis and Characterization of Styrene/Acrylic acid/Organophilic Montmorillonite Hybrid Nanocomposite for Sorption of Dyes from” Polymer Composites 35, 2353-2364 (2014).



Chapitre II
Principes et techniques
expérimentales

II.1 Introduction

Dans ce chapitre on va présenter les différentes Méthodes de caractérisations utiliser pour étudié la morphologie et la stabilité de (nano) composites synthétisé à base de polyacrylamide renforcer par une charge argileuse (bentonite modifiée).

II.2 Technique de caractérisation utilisé

II.2.1. LA SPECTROSCOPIE INFRA ROUGE A TRANSFORME DE FOURRIER (FTIR)

A) Principes et méthodes

La technique à Transformé de Fourier FTIR est un développement récent de la spectroscopie infrarouge bénéficiant des techniques informatiques modernes d'enregistrement et de traitement de grandes quantités de données. Elle s'est imposée comme méthode standard et a totalement supplanté sur le marché les appareils IR conventionnels.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transormed Infrared spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristique des liaisons chimique, d'effectuer l'analyse des fonctions chimique présentes dans le matériau.

Lorsque la longueur d'onde (l'énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Le domaine infrarouge entre 4000cm^{-1} et 400cm^{-1} ($2,5\text{-}25\mu\text{m}$) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules.

Par conséquent, un matériau de composition chimique et d'une structure donnée, lui correspond un ensemble de bandes d'adsorption caractéristique permettant d'identifier le matériau.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'enchantions un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde et les intensités de d'adsorption, auxquelles le matériau adsorbe. (La figure II.1) décrit le schéma d'un spectromètre a transformée de Fourier. Le faisceau infrarouge provenant de la source A est dirigée vers l'interféromètre de Michelson (réalisé en 1891), (Figure II.1). Les radiations

issues de la source rencontrent dans cet interféromètre une séparatrice (diviseur optique) formé d'un film de germanium déposée sur une lame de KBr. La semi-transparence de cette plaque permet de générer deux faisceaux dont l'un est dévié sur un miroir fixé (1) et l'autre sur un miroir mobile (2), dont on fait varier la distance a la séparatrice [27].

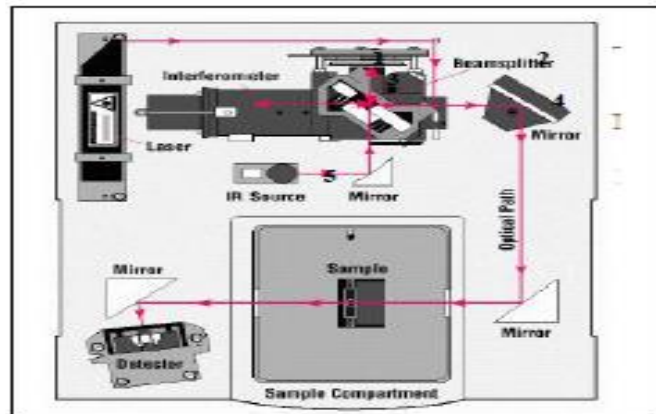


Figure II.1 : Interféromètre de Michelson.

Cette plaque est plus traitée pour laisser passer l'intégralité des signaux (3) et (4) issue des réflexions sur ces deux miroirs. L'interférence de ces deux signaux (constructive ou destructive), selon la position du miroir se produit donc a ce niveau. Ces deux faisceaux, recombinaés sur le même trajet (5), traversent l'échantillon avant de venir frapper le détecteur qui mesure l'intensité lumineuse globalement reçue.

Le signal du détecteur apparaît comme un interférogramme (**Figure II.2**), c'est-à-dire une signature de l'intensité en fonction de la position du miroir. L'interférogramme est la somme de toutes les fréquences du faisceau. Cet interférogramme est ensuite converti en un spectre infrarouge par une opération mathématique appelé transformé de Fourier.

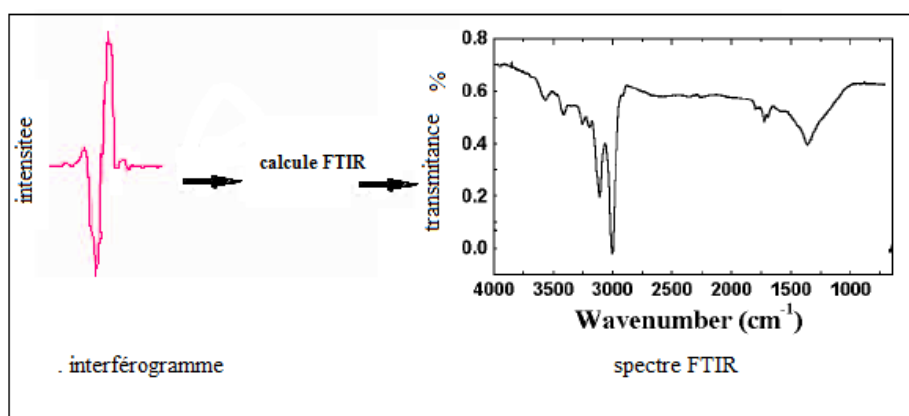


Figure II.2 : Passage de l'interférogramme au spectre IR par transformation de Fourier

B). Informations qualitatives

Les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupes chimiques présents dans le matériau analysé. Des tables permettent d'attribuer les absorptions aux différents groupes chimiques présents. Le **Tableau II.2** présente quelques exemples de bande de vibration caractéristiques des principales fonctions rencontrées dans les composés organiques. Un même groupe peut donner lieu à plusieurs types de vibration et donc a des absorptions à différentes fréquences.

C). Information quantitatives

L'intensité à la longueur d'onde caractéristique est reliée à la concentration du groupe chimique responsable de l'adsorption. En mesurant l'aire du signal caractéristique on peut, si on connaît l'épaisseur de la couche, comparer la proportion d'un groupement chimique donné dans plusieurs échantillons ou si on a une composition constante avoir une idée de l'épaisseur des fils les uns à par rapport aux autres. Pour avoir une mesure absolue, il convient d'étalonner auparavant les couches par une autre technique pour pouvoir établir une relation expérimentale entre l'intensité du signal et la proportion ou l'épaisseur [27].

Composé	Vibrations caractéristiques	Nombre d'ondes (cm ⁻¹)
Alcane	CH	2950-2850
Insaturé	CH	1500-1400
	CH	3050-3000
	C=C	1600-1500
	Aromatique substitué (CH)	1900-1700
	Aromatique <i>bending</i>	800-750
Alcool	OH	3400 larges
	C-O élongation	1250-1050
	OH déformation	(1<2<3<Phenol)
	C=O élongation	1690-1680
	H-C=O	2800-2650
Acide	C=O élongation	1710-1700
	OH (liaison hydrogène)	
	C=O élongation	1725-2500
	C-O	1440-1395
AMINE	OH	950-900
	NH élongation	3400-3300
	NH déformation	1650-1550
Nitrile	C-N élongation	1350-1250
	C≡N	2250
Isocyanate	N=C=O	2275
Sulfone	S=O	1100-1000
	C-S élongation	740-690
	SO ₂	1380-1300

Tableau II.1 : Fréquences de vibrations de principales fonctions rencontrées dans les composés organiques

II.2.2 DIFFRACTION DES RAYONS X (DRX)

A) Principe

La diffraction des rayons X sur monocristal permet d'étudier les structures cristallines.

La diffraction sur poudres est principalement utilisée pour l'identification de phases. C'est une méthode non destructive utilisée pour l'analyse qualitative et quantitative d'échantillons polycristallins. Cette technique est basée sur les interactions de la structure cristalline d'un échantillon avec des radiations de courte longueur d'onde. Lorsque les rayons X entrent en contact avec la matière, plusieurs phénomènes peuvent se produire :

- L'absorption (transformation de l'énergie absorbée en chaleur par la vibration du réseau),
- La transmission, fraction de rayons X qui n'interagit pas avec l'échantillon (utilisée en imagerie),

- La fluorescence, émission d'un rayonnement X secondaire lors de l'excitation du matériau par le rayonnement X incident utilisé pour déterminer la composition chimique des matériaux,

- La diffusion, phénomène consistant en un changement de direction d'une particule ou en l'émission d'un photon à la suite d'une collision avec un électron d'une orbitale atomique. Cette diffusion peut impliquer ou non un changement d'énergie. S'il n'y a pas de changement d'énergie, on parle de diffusion élastique (ou diffusion Rayleigh). Dans le cas contraire on parlera de diffusion inélastique (ou diffusion Compton).

L'interaction rayons X – matière peut s'expliquer par les équations de Maxwell décrivant le couplage entre les champs électrique et magnétique de l'onde incidente et les charges des électrons et du noyau d'un atome.

L'utilisation des rayons X pour l'étude de la matière présente plusieurs avantages, notamment, leurs longueurs d'onde sont du même ordre de grandeur que les distances interatomiques. Lorsque les rayons X atteignent les plans réticulaires des réseaux cristallins, soit ils entrent en contact avec les nuages électroniques des atomes constituant ce plan, soit ils ne rencontrent pas d'obstacle et peuvent continuer jusqu'au plan suivant. Ces plans sont séparés par des distances caractéristiques qui dépendent de la nature du matériau analysé (distances réticulaires).

Les interférences des rayons vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, le flux de photons sera plus ou moins important : ces variations selon les directions forment le phénomène de diffraction X.

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique indispensable pour la détermination de la structure atomique et l'étude de la cristallinité des phases solides. Cette méthode reste jusqu'à présent la plus utilisée et la plus précise, elle est basée sur le fait que chaque structure cristalline se caractérise par son propre spectre de diffraction. Le principe de cette méthode (DRX) est basé sur la loi de Bragg.

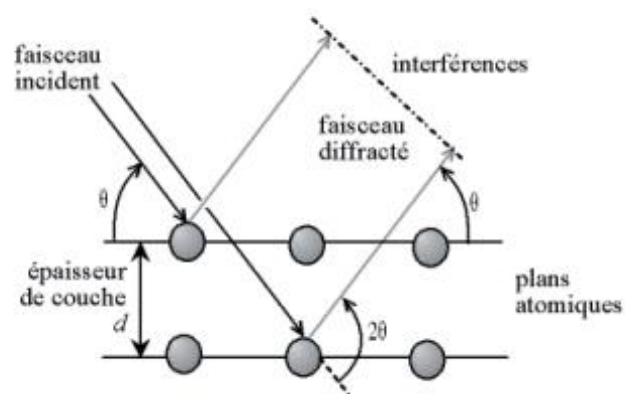


Figure II.3 : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructives

$$2. d \sin(\theta) = n \cdot \lambda \quad \theta : \text{est la moitié de la déviation.}$$

- n : est un nombre entier appelé «ordre de diffraction».
- λ : est la longueur d'onde du rayonnement
- d_{hkl} : distance entre 2 plans d'indice de Miller hkl en A.

Elle consiste en l'enregistrement de l'intensité des rayons diffractés par un échantillon en fonction de l'angle entre les rayons incidents et l'échantillon sur le support. Par cette loi, on peut donc associer chaque pic à un plan atomique imaginaire. On sait que ces plans peuvent être désignés par des indices de Miller (hkl). On peut donc de même associer ces indices (hkl) aux pics de diffraction. On parle d'indexation des pics [20].

Appareillage : De type RIGAKUAVAIT

II.2.3 ANALYSE THERMOGRAVITRIQUE (ATG) :

A).Principes et méthodes

Généralement, l'analyse thermogravimétrique est une technique de mesure qui consiste en la mesure continue de la perte en poids de l'échantillon à des températures variables et contrôlées.

La perte en masse peut être également mesurée en fonction du temps à température constante. L'utilisation de l'analyse thermogravimétrique dans l'application des polymères se résume à l'étude de leurs décompositions et de leurs stabilités. Sur les thermogrammes typiques, la variation en poids est fonction de la température, une perte en poids initial, comme indiqué de W à W_0 , résulte généralement de la désorption du solvant. Si elle se produit près de 100°C , elle ne peut être associée qu'à la perte de l'eau. Sur l'exemple de la figure, une décomposition importante se produit à T_1 correspondant à la perte en poids ($W_0 - W$). Entre T_2 et T_3 , une autre phase stable qui donne une autre décomposition plus importante. Quelques thermogrammes typiques sont indiqués sur la (**Figure II.4**).

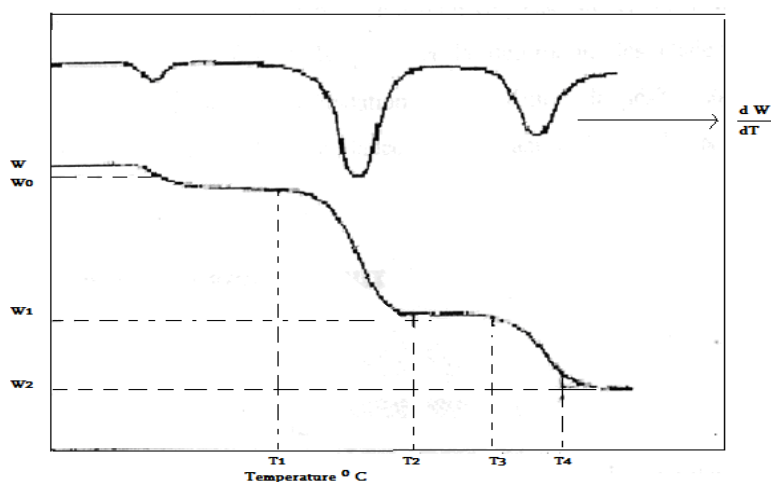


Figure II.4 Thermogramme type ATG.

Sur quelques thermogrammes, les phénomènes de décomposition sont presque identiques qu'il est difficile de choisir les températures appropriées.

Il est plus facile de le faire avec le tracé de la courbe différentielle : la vitesse de changement en poids par rapport à la température (**Figure II.7**).

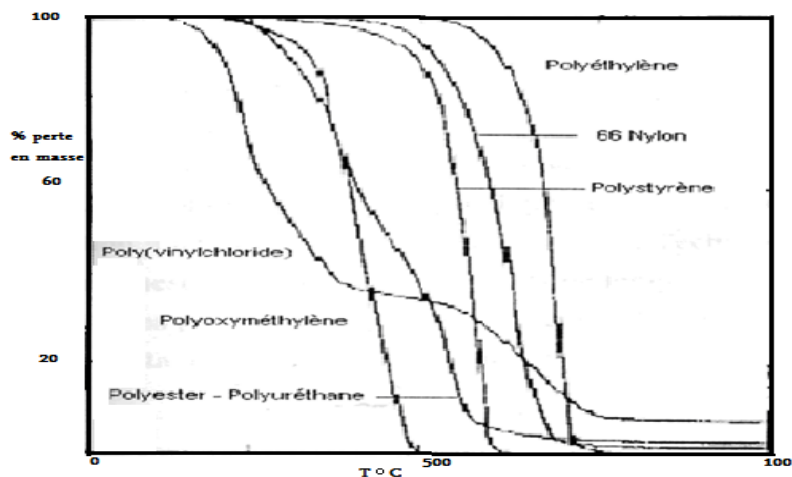


Figure II.5 : Thermogrammes de quelques polymères. Vitesse de Chauffage 10°C/min, sous hélium.

L'analyse thermogravimétrique est idéale pour l'étude de la stabilité et de la décomposition sous air ou sous atmosphère inerte, en plus des phénomènes des réactions en phase solide, la détermination de l'humidité, les substances volatiles, l'adsorption et la désorption, les chaleurs latentes d'évaporation ou de sublimation, la dégradation par oxydation, la déshydratation et le phénomène d'hygroscopie, mesure de l'importance de la vulcanisation dans les polymères de condensation [20].

Appareillage :

L'identification des produits synthétisés a été faite par analyse thermogravimétrie ATG. Les mesures ont été effectuées sous atmosphère d'azote et sous une pression de 1bar_ en utilisant une thermo balance TGA 2950, les données ont été traités à l'aide du logiciel thermal analyse 2000 .

Références bibliographiques

[20] H-Louahala ,Synthèse de poly (styrène-co-acide acrylique)/bentonite modifiée. Application à la rétention du Phénol, Université djillaliLiabes Sidi Belabbes2019.

[27] D- SAAOUI et Z- IZRAREN. L'influence de la Cloisite 30B sur les propriétés physiques, mécaniques et morphologiques des composites à base de polypropylène et le papier journal en Génie des Procédés 2019.



Chapitre III

Résultats et discussion

III.1 Introduction

Ce chapitre présente les produits utilisés et décrit la méthode de synthèse de (nano) composite. Ces matériaux sont obtenus par polymérisation radicalaire *in situ*, qui consiste à mélanger des molécules de monomères et des feuillets d'argile en intercalant le monomère (acrylamide) dans l'inter feuillet de (bentonite modifiée), une fois insérés dans l'espace interfoliaire, leur polymérisation est activée par dissociation thermique de l'amorceur[1,2].

L'objectif principal de notre travail se résume dans:

- La synthèse du poly (acrylamide)/bentonite modifiée par polymérisation radicalaire *in situ*.
- La caractérisation de poly (acrylamide)/bentonite modifiée (PAM/BN).

III.2 Produits utilisée

Pour réaliser notre synthèse on a besoin de :

- L'acrylamide (AMD),
- La bentonite (BN),
- Persulfate d'ammonium (PSA),
- Bis-acrylamide (BAM),
- L'éthanol.

III.2.1 L'acrylamide (AMD)

L'acrylamide est le monomère qui constitue notre matrice polymère (le polyacrylamide) issue par polymérisation radicalaire de cette unité. Le choix de la matrice (le polyacrylamide) est basé principalement sur les propriétés intéressantes du polymère tel que la solubilité et sa capacité à agréger les impuretés contenues dans les suspensions aqueuses ainsi que leur capacité élevée d'adsorption.

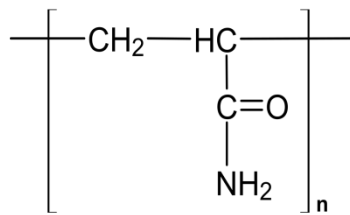


Figure III.1 : Structure du poly acrylamide.

Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'acrylamide sont résumées dans le **tableau III.1**

Caractéristiques physico-chimiques	
Formule chimique	C ₃ H ₅ NO
Masse molaire	71,08 g/mol
Point de fusion	84,5° C
Point d'ébullition	192,6° C
Densité	1,12 g/ml à 30° C
Tensions de vapeur	0,9 Pa à 25°C 4,4 Pa à 40°C
Solubilité	2155 g/L à 30°C

Tableau III.1 : principales caractéristiques physico-chimiques de l'acrylamide.

III.2.2 (Nano) charge: Bentonite (BN)

La bentonite employée dans ce travail (Figure III.2) provient du gisement de Hammam Boughara situé à Maghnia. Sa composition en oxydes métallique est diversifiée est représenté dans (Tableau III.2)



Figure III.2 : Image de la bentonite brute de Maghnia.

Constituants	%
SiO ₂	69.4
Al ₂ O ₃	14.7
Fe ₂ O ₃	1.2
CaO	0.3
MgO	1.1
Na ₂ O	0.5
K ₂ O	0.8
MO ₂	0.2
P ₂ O ₅	0.05

Tableau III.2 : Composition chimique de la bentonite brute de Maghnia.

III.2.3 Amorceur

L'amorceur utilisé dans cette étude est la Persulfate d'ammonium PSA, ces principales propriétés sont regroupées dans (**Tableau III.3**)

Propriétés chimique	
Formule brute	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈
Masse molaire	228,18 g/mol
Masse volumique	1.98g/cm ³
Propriétés physique	
Température de fusion	120°C
Solubilité dans l'eau	582(g/l) à 20°C
Aspect	poudre blanc

Tableau III.3 : propriétés physico-chimique de Persulfate d'ammonium PSA.

III.2.4 Réticulant

Le réticulant utilisée dans cette étude est le Bis-acrylamide BAM. Ces propriétés sont regroupées dans (**Tableau III.4**)

Formule brute	C₇H₁₀N₂O₂
Masse molaire	154,17 g/mol
Aspect	poudre blanc

Tableau III.4 : propriétés de Bis-acrylamide

III.2.5 Éthanol

L'éthanol est utilisée dans cet étude pour éliminer les composées non réagie après synthèse de (nano) composites car éthanol est un bon solvant des graisses, il dissout de nombreuses matières Plastiques. Les propriétés de l'éthanol sont regroupées dans le (**Tableau III.5**)

Formule	C₂H₅OH
Masse molaire	46,07g/mol
Masse volumique	789Kg/m ³
Point d'ébullition	78.37°C
Température de fusion	-114.1°C
Aspect	Liquide transparent.

Tableau III.5 : Les propriétés de l'éthanol.

III.3 Matérielles utilisées

La synthèse a été réalisée en utilisant une micro-onde (MOULINEX MO20MSHW).

III.3 Synthèse du (nano) composite

La technique de la polymérisation in situ a été choisie pour la préparation de notre (nano) composite polyacrylamide/Bentonite (PAM/ BN) et elle a été réalisé selon les étapes suivantes :

III.3.1 Mode opératoire :

Le but de ce travail est de préparer le polyacrylamide/bentonite modifiée.

- On dissous l'acrylamide (monomère AMD) purifiée, séché et la bentonite modifiée dans l'eau distillée. Sous une agitation vigoureuse. Dans les tubes à hémolyse nous avons dissous séparément l'amorceur (APS) et le réticulant bis acrylamide(BAM) dans l'eau distillée. Ensuite, ils ont été ajoutés à la solution précédente, le mélange est agiter pendant 15 min.
- Le mélange est chauffé par irradiation micro-onde 950 W, ce rayonnement va amorcée la réaction de polymérisation de polyacrylamide induisant une augmentation de la distance inter foliaire de la bentonite, après 50 sec à 1min d'irradiation on obtient un gel élastique (solution très visqueuse). Le produit a été coupé en petits morceaux ensuite précipité 3 fois dans un volume correspondant d'éthanol pour dissoudre les composés non réagi. Puis nous avons filtrés le produit à l'aide d'un dispositif de filtration sous vide, puis séché à 60°C pendant 24h.

III.4 La spectroscopie infra rouge a transformé de fourrier (FITR) de Bentonite et de (nano) composites PAM/OMT

III.4.1 Spectre Infrarouge de la Bentonite (BN)

L'étude des argiles par spectroscopie infrarouge (FTIR) a pour but de déterminer les différentes fonctions chimiques présentes à la surface de ces derniers. Tandis que ces principales bandes caractéristiques sont regroupées dans le (tableau III.6).

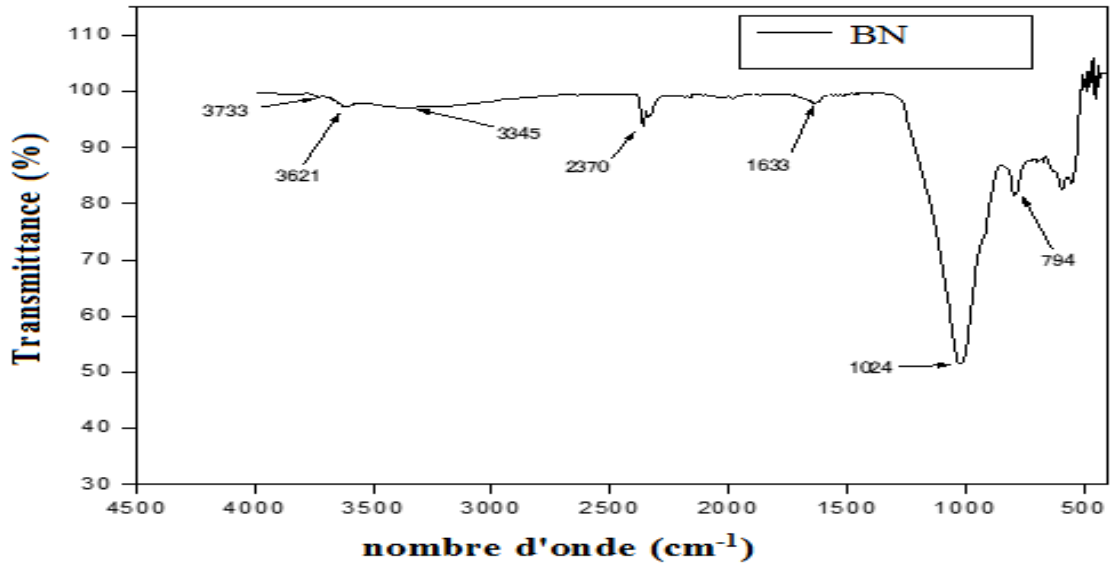


Figure III.3 : Spectre Infrarouge de la Bentonite (BN).

Bandes (cm⁻¹)	3621	1633	1024	794
Groupement	OH	OH	Si-O	Si-O-Al

Tableau III.6: Principales bandes d’absorption de cette bentonite.

III.4.2 Spectre Infrarouge de (nano) composite PAM/BN

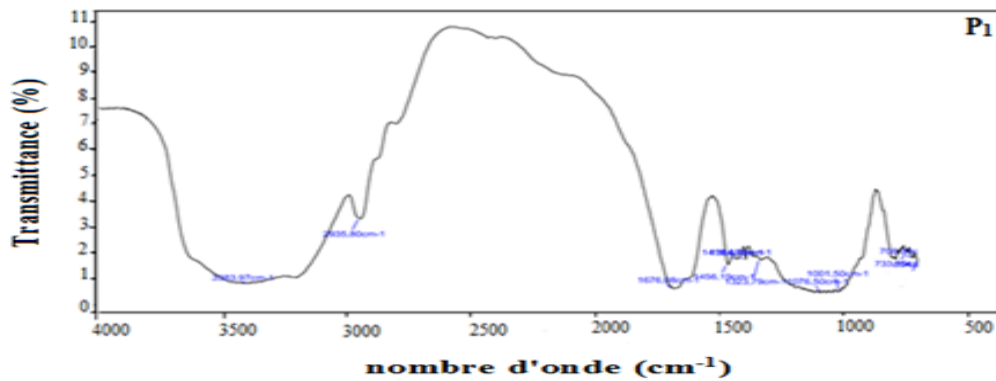


Figure III.4: infra rouge de (nano) composite

La présence des bandes d'absorption relatives aux molécules de l'acrylamide et de bis-acrylamide (**tableau III.7**) ainsi que les bandes qui caractérisent la bentonite dans le (nano) composite. Indique qu'il y a une intercalation des chaînes de polymère dans la galerie de la bentonite.

Fréquence ν (cm ⁻¹)	Attribution	Nature
3383,97	N-H	Elongation
2935,80	C-N et C-H	Elongation
1676,08	C=O	Elongation
1456,19 et 1329,79	CH ₂	Elongation

Tableau III.7: Attribution des différentes bandes de vibration de composite.

III.5 Diffraction des rayons X de Bentonite et de (nano) composites PAM/BN

L'étude de notre échantillon a été effectuée par un diffractomètre (DRX) de type RIGAKU AVANT.

III.5.1 Diffraction des rayons X de Bentonite

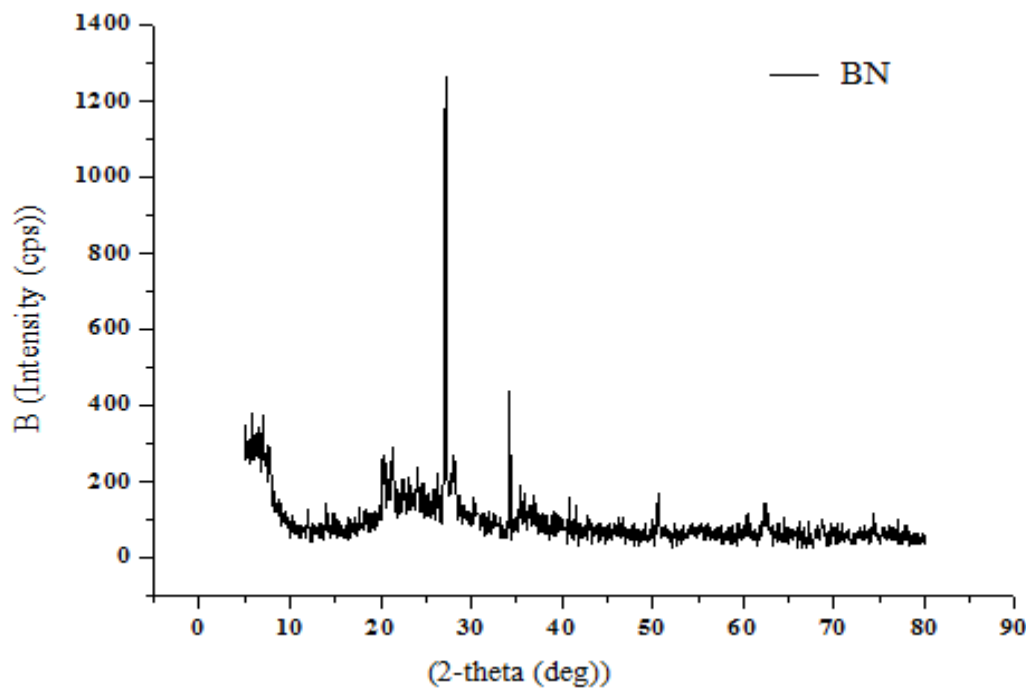


Figure III.5 : Diffractogramme des rayons X de la bentonite

Le Diffractogramme nous montre la composition de la bentonite de MAGHNIA. On constate la présence de la montmorillonite, l'illite, quartz Les constituants de la bentonite ainsi les pics de diffraction qui lui correspondent sont regroupés dans le tableau suivant (**tableau III. 8**)

Minéraux argileux							
Montmorillonite	Quartz	Dolomite	Feldspath	Calcite	Illite	Calcite	Pyrite
2-theta (deg)							
5,0	20,9	22,1	27,5	29,9	34,6	29,5	33,1

Tableau III.8 : Les différents minéraux présents dans la Bentonite.

Notre intérêt va se fixer sur le déplacement du premier pic (montmorillonite) de diffraction qui correspond au plan [001] du groupe d'argile caractérisant la distance inter foliaire (**Figure : III.6**)

III.5.2 Diffraction des rayons X de Bentonite et de (nano) composites PAM/BN

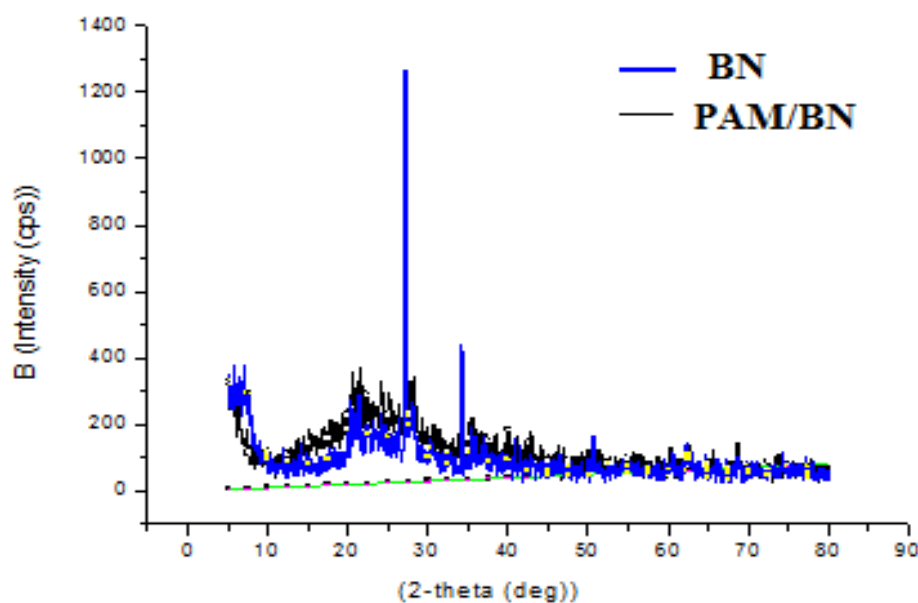


Figure III.6: Diffractogramme de diffraction des rayons X de (nano) composite et BN.

(La figure III.6) présente la diffraction des rayons X de Polyacrylamide /Bentonite et la bentonite. la bentonite (montmorillonite) présente un pic à $2\theta = 6.95^\circ$ correspondant au plan ($d_{001} = 12,70 \text{ \AA}$). Pour le nano composite PAM/BN on observe que le pic de bentonite est décalé légèrement vers les angles les plus bas $2\theta = 5.1^\circ$, cela indique que les chaînes de polymères écartent les feuillets de la bentonite. La présence de ce pic dans le (nano) composite indique que les feuillets de bentonite ne sont pas complètement exfoliés. D'autres parts l'augmentation de la distance inter foliaire de la bentonite de 12.7 \AA à 17.3 \AA indique une intercalation des chaînes de polymères dans la galerie inter foliaire de la bentonite. Les résultats de cette analyse montrent qu'on a une formation d'un (nano) composite intercalé.

III.6 L'analyse thermogravimétrique (ATG) des nano composites PAM/BN

La stabilité thermique de la Bentonite et de (nano) composites a été suivie par analyse thermogravimétrique sous une atmosphère inerte (N_2) dans le domaine de température comprise entre ambiante et 800°C

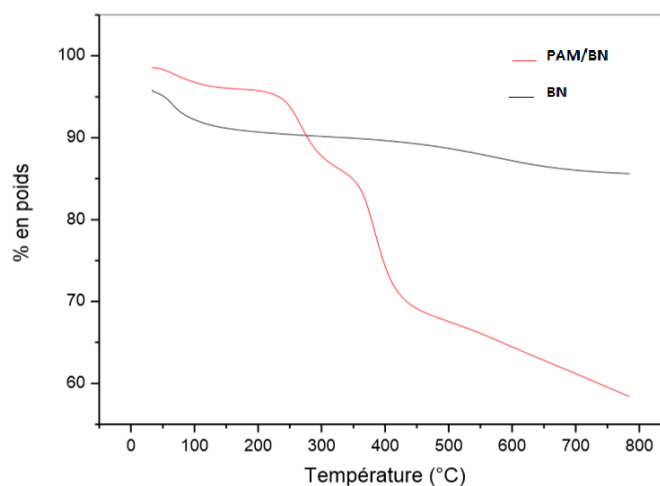


Figure III.7: Courbe ATG de la bentonite et de (nano) composite PAM/BN .

Le tableau suivant regroupe les zones de perte de masse de bentonite et de nano composite dans l'intervalle de température allant de ambiante à 800°C .

Echantillon	Perte de masse (%)			
	Eau et Solvant 50 à 200 °C	PAM non réticulé 200 à 330 °C	PAM réticulé 330 à 600°C	Déshydroxylation 600 à 800 °C
BN	4,94	-	-	5,22
(nano) Composite	5,1	9,58	21,71	6,03

Tableau III.9: Les pourcentages de la perte de masse des différentes zones.

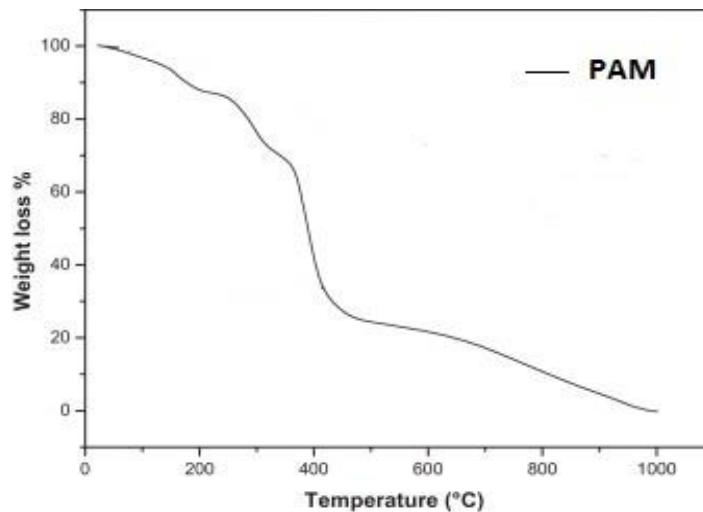


Figure III.8: courbe ATG de polyacrylamide vierge [43].

La **figure III.7** représente les courbes ATG de la bentonite et de (nano) composite PAM/BN. La courbe de bentonite présente deux paliers significatifs de perte de poids et un palier de stabilité où la perte de masse est nulle, dans un domaine de température allant de 200 à 600 °C. Le premier palier de perte s'étale de 50 à 200 °C où la bentonite perd 4.94% de sa masse initiale, cela est lié au séchage de bentonite (l'évaporation d'eau contenue dans la bentonite). Au deuxième palier, la bentonite perd 5.22% de sa masse de 600 à 800°C, cette perte résulte de la déshydratation des feuillets. (Départ de l'eau de constitution de la structure

de la bentonite OH des couches octaédriques). La bentonite se trouve avec une perte d'environ 42 % à 800°C.

D'autre part La courbe de (nano) composite présente plusieurs zones de perte de poids. (Les quatre paliers de perte de masse sont regroupés dans le **(tableau III.9)**). La première perte de 50 à 200 °C, le (nano) composite perd approximativement 5.1 % de sa masse qu'est due à l'évaporation de l'eau physisorbée. Dans le deuxième palier le PAM/BN perd 9.58% entre 200 à 330 °C, cela est attribuée à la dégradation des groupements amides du polyacrylamide non modifié. Le troisième palier montre une perte de 21.71 % de la masse de PAM/BN entre 330 à 600°C qui correspond aux chaînes de polyacrylamide réticulé par le bis-acrylamide. La dernière perte de 600 à 800 °C, de (6.03%) est attribuée à la déshydroxylation des feuillets de la bentonite.

Le PAM/BN se trouve avec une perte globale d'environ 40 % de sa masse initiale à 800°C. Au temps que le PAM vierge (**Figure III.8**) indique une perte de poids d'environ 80% à 400°C et il est entièrement décomposé près de 1000°C. Ce qui indique que le (nano) composite est plus stable que la PAM vierge.

D'après les résultats trouvés on constate une amélioration de la stabilité thermique du PAM lors de l'ajout de la bentonite ou cette (nano) charge agissent comme Barrière à la diffusion des molécules volatiles. En effet la température de début de décomposition de PAM est décalé vers des températures plus élevée de 253 °C pour le polyacrylamide à 330 °C pour les (nano) composites.

Conclusion

D'après les résultats de la spectroscopie infra rouge à transformé de fourrier et la diffraction des rayons X qui montre respectivement, la présence des bandes d'absorption d'acrylamide et de bis-acrylamide et de la bentonite dans le spectre de (nano) composite, et une augmentation de la distance inter foliaire de la bentonite dans le (nano) composite. Cela montre également la formation d'un (nano) composite intercalé, l'analyse thermogravimétrique montre une nette amélioration des propriétés thermiques de polyacrylamide ou la température de début de dégradation passe de 253°C pour le polymère à 330 °C pour le (nano) composites.

Référence bibliographique

[1] A. Loiseau Thèse Elaboration et caractérisation de Nanocomposites modèles Laponite /Polyoxyde d'éthylène 2006

[2] A. Illaik synthèse et caractérisation de Nanocomposite Polymères /Hydroxydes doubles lamellaires Diplôme d'Études Approfondies de Chimie (HDL) 2008.

[43] Synthesis of polyacrylamide-bound hydroquinone via a homolytic pathway: Application to the removal of heavy metals *Comptes .Rendus Chimie* Volume 17, Issues 7–8, July–August 2014, Pages 849-859.



Conclusion générale

Conclusion générale :

Dans le cadre de notre étude, nous sommes intéressés à l'élaboration d'un (nano) composite à matrice polyacrylamide en utilisant un renfort argileux (la bentonite modifiée).

L'étude a porté sur l'élaboration de (nano) composite PAM/Bentonite par polymérisation in situ en utilisant une irradiation par micro-onde qui nous a permis d'accélérer la réaction de polymérisation de polyacrylamide (réduire le temps de la polymérisation jusqu'à 50 sec), et sur les différentes techniques d'analyses utilisées pour caractériser le (nano) composite préparé.

La spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier indique la présence d'un polymère dans la galerie de la bentonite modifiée. En basant sur la présence des bandes d'absorption relatives aux molécules de l'acrylamide et de bis-acrylamide dans le (nano) composite.

La diffraction des rayons X, montre une augmentation de la distance interfoliaire de la bentonite de 12 \AA à 17 \AA ce qui est dû à l'intercalation des chaînes polymériques dans la galerie de la bentonite. D'où on constate une formation d'un (nano) composite intercalé.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) montre une amélioration de la stabilité thermique de polyacrylamide, dont la température de début de dégradation passe de 253°C à 330°C pour le (nano) composite.

Il sera utile d'utiliser une bentonite modifiée par un tensioactif, examiner la morphologie de ce matériau par d'autres méthodes d'analyse telles que la microscopie électronique à transmission (MET), utiliser le (nano) composite préparé pour la dépollution des eaux usées.