

---

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE CENTRE UNIVERSITAIRE BELHADJ BOUCHAIB D'AÏN-  
TEMOUCHENT



Institut des Sciences  
Département de Sciences de la Matière

Filière : Chimie

## Mémoire

Pour l'Obtention du Diplôme de Master  
Spécialité Chimie Macromoléculaire

Thème :

---

# Synthèse et Caractérisation des Composites par Polymérisation in-Situ de l'Aniline chargé de diatomite

---

Présenté par :

*M*<sup>elle.</sup> **Hadjadj Ahlem**

*M*<sup>elle.</sup> **Mohamed ykhlef Zahra**

*Soutenu en septembre 2020*

Devant le jury composé de :

*Président :* **Mr. S. KACIMI** (Professeur) C.U.B.B.A.

*Examineur :* **Mr. S. BOSSALEM** (Professeur) C.U.B.B.A.

*Encadrant :* **Mme. C. BACHIR** (Professeur) C.U.B.B.A.

*Co-Encadrant :* **Melle. F. DEHRAOUI** (Enseignante-Vacataire) C.U.B.B.A.

# *Remerciements*

*Avant tout. Je remercie ALLAH notre DIEU tout puissant pour nous avoir donné la santé, la volonté, le courage et la détermination qui nous ont accompagnés tout au long de la préparation et l'élaboration et qui nous ont permis d'achever ce modeste travail.*

*Nous adressons nos sincères et nos profonds remerciements à notre encadreur madame BACHIRE Cherifa professeur au Centre Universitaire BELHADJ Bouchaib d'Ain Temouchent qui a accepté sans réserve, de diriger ce travail. Elle s'y est grandement impliquée par ses directives, ses remarques, et suggestions, mais aussi par ses encouragements dans les moments clés de son élaboration. , nous la remercions vivement et nous espérons que nos efforts et nos résultats ont été à la mesure de son attente.*

*Nous remercions fortement Mademoiselle, DEHRAOUI FATIHA Enseignante Vacataire au CUBBT, pour son suivi, son aide et ses précieux conseils dans le but de mener à bien ce travail*

*Nous tenons également à remercier les membres du jury pour avoir accepté de juger ce travail. Je remercie tout particulièrement monsieur Mr. KACIMI Soufi Professeur au CUBBT pour avoir présider ce jury. Nous exprimons notre profonde gratitude à monsieur BOUSSELEM Ismain Professeur au CUBBT, pour avoir accepté de porter son jugement sur ce modeste travail.*

*Nos remerciements s'étendent aussi à tous nos professeurs, enseignants qui par leur compétence nous ont soutenu dans la poursuite de nos études et qui ont contribué à ce couronnement, et toutes les personnes qui nous ont soutenus le*

*long de notre parcours, et qui n'ont pas cessé de nous donner des conseils très importants en signe de reconnaissance.*

*Nous voudrions également remercier Les ingénieurs du laboratoire de Chimie de l'Université d'Ain Temouchent Mme AMRAOUI BAHRIJA et Mme .WAHIBA. Nous remercions aussi Melle BANOUDA SOMIYA pour ses conseils.*

*Nous remercions chaleureusement tous les membres de nos familles qui n'ont cessé de croire dans ce travail et m'ont été d'un grand support dans tous les moments difficiles.*

*Enfin, nous remercions à tous nos proches et amis, tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.*

# *Dédicaces*

*Je dédie ce travail avec une grande gratitude et des mots sincères*

*A mes très chers parents*

*Ses sacrifices, ses dévouements et ses patiences*

*ses soutiens et ses encouragements*

*A mes sœurs, A mes frères*

*Pour leurs soutiens moraux et leurs conseils précieux tout au long  
de mes études.*

*Sans oublier mon binôme HADJADJ AHLEM : Je te souhaite  
plus de succès et de bonheur tout au long de ta vie*

*A mes amies*

*A toute ma famille, A tous mes autres ami(e)s,  
A tous ce que j'aime et qui m'aiment.*

*Zahra*

# *Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire à mes parents :*

*Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues  
Années de Sacrifices et de privations  
pour m'avoir aidé à avancer dans La vie.*

*Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, de par son amour, son  
Soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour  
Toute son assistance et sa  
Présence dans ma vie.*

*Puisse dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; merci  
pour les valeurs*

*Noble, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.  
A Mon Grand-Père LHADJE MAAMAR que Dieu le  
Protège.*

*A MES Frères, L'amour dans La famille quelle belle richesse,  
c'est un trésor à partager sans cesse.*

*A mon cher binôme MOHAMED YKHEF ZAHRA je  
n'espère que la vie Lui réserve le meilleur  
Spécial dédicace*

*A DAHRAOUI FATIHA et BANOUDA SOMIYA pour leurs  
assistantes*

*A WASSILA, ROMAYSA, AMINA et RABIAA ;  
A toute ma famille, A tous mes autres ami(e)s, A tous ce que  
j'aime et qui m'aiment.*

*A TOUT LE PROMOTION MPOLY 2020*

*Ahlem*

# Table des matières

Liste des abréviations .....	I
Liste des figures .....	II
Liste des tableaux .....	IV
Introduction générale .....	1

## Chapitre I : synthèse bibliographique

<b>I.</b>	<b>1. Introduction .....</b>	<b>4</b>
<b>I.</b>	<b>2. Généralité sur les polymères .....</b>	<b>5</b>
I.	2. 1. Polymères conducteurs.....	5
I.	2. 2. Classification des polymères conducteurs.....	6
I.	2. 3. Application des polymères conducteurs.....	7
<b>I.</b>	<b>3. La polyaniline .....</b>	<b>9</b>
	1. Le monomère : aniline .....	9
	2. Polymère : Polyaniline.....	9
I.	3. 1. Structure de la polyaniline.....	10
I.	3. 2. Les différentes méthodes de synthèse de la polyaniline .....	11
	A. Synthèse par voie chimique .....	11
	B. Synthèse par voie électrochimique .....	12
	C. D'autre synthèse .....	12
I.	3. 3. Dopage de polyaniline.....	13
I.	3. 3. Mécanisme de polymérisation de polyaniline .....	14
I.	3. 5. Solubilité de la polyaniline.....	16
I.	3. 6. Quelques applications industrielles de la polyaniline .....	16
<b>I.</b>	<b>4. La diatomite .....</b>	<b>17</b>
I.	4. 1. Structure de la diatomite .....	18
I.	4. 2. Formation de la diatomite de la région de SIG .....	19
I.	4. 3. Les principales propriétés.....	19
I.	4. 4. Domaine d'utilisation .....	21

<b>I.</b>	<b>5. Matériaux composites .....</b>	<b>22</b>
I.	5. 1. Définition d'un matériau composite.....	22
I.	6. nanocomposite ?.....	22
	1) Définition.....	22
	2) Constituants des nanocomposites .....	23
	3) Morphologie des nanocomposite .....	23
I.	6. 4 .Classification des nanocomposites.....	24
	i. Classification suivant la forme de nanocharge.....	24
	ii. Classification suivant la nature de la matrice .....	25
I.	6. 4. Procédés d'élaboration des nanocomposites polymère/charge .....	26
I.	6. 5. Propriétés des nanocomposites : .....	27
<b>I.</b>	<b>7. L'objectif d'incorporation d'un nano-objet dans un polymère .....</b>	<b>28</b>
<b>I.</b>	<b>8. Application des nanocomposite polymère .....</b>	<b>28</b>
<b>I.</b>	<b>9. Composites à base polyaniline.....</b>	<b>29</b>
<b>I.</b>	<b>10. Nanocomposites à base diatomite .....</b>	<b>30</b>
	<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>32</b>

## Chapitre II : Méthodes et Matériels

<b>II.</b>	<b>1. Méthodes .....</b>	<b>39</b>
II.	1. 1. Analyse chimique par fluorescence X.....	39
II.	1. 2. Diffraction de Rayons X (DRX).....	39
II.	1. 3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	40
III.	1. 4. Analyse thermogravimétrique (ATG) .....	41
<b>II.</b>	<b>2. Matériaux.....</b>	<b>42</b>
<b>II.</b>	<b>3. Caractérisations de DIS .....</b>	<b>42</b>
II.	3. 1 .Composition chimique.....	43
II.	3. 2. DRX.....	43
II.	3. 3 . ATG .....	44
II.	3 .4. MEB.....	45
	<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>47</b>

# Chapitre III:

## Synthèse et caractérisation des composite

<b>III. 1. Introduction .....</b>	<b>48</b>
III. 2. Synthèse et caractérisations de la polyaniline .....	49
III. 2. 1 Synthèse.....	49
III. 2. 2. Caractérisations de polyaniline.....	51
<b>III. 3. Synthèse et caractérisations des composites Polyaniline /diatomite.....</b>	<b>54</b>
III.3.1 Synthèse.....	54
III. 3. 2. Résultats et discussions .....	56
III.3.2.1 Effet de la quantité de la charge ajoutée .....	56
III.3.2.2 Diffraction des rayons X (DRX).....	57
III.3.2.3. Analyse thermogravémitique ATG :.....	58
III .3.2.4 .MEB .....	59
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>62</b>
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>63</b>

Résumé en français

Abstract

الملخص



## Liste des abréviations

**PCI** : Polymère conducteur intrinsèque

**ANI**: Aniline

**PANI**: Polyaniline

**C<sub>6</sub> H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub>**: Aniline

**(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>**: Persulfate d'ammonium

**PANI-LEB**: La polyaniline leucoéméraldine base

**PANI-EB**: La polyaniline éméraldine base

**PANI-PNGB** : La polyaniline pernigraniline base

**HCl**: Acide chlorhydrique

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**: Acide sulfurique

**Dis** : Diatomite

**DIS-PANI**: diatomite -polyaniline

**PAA-D** : composite Polyacrylamide/diatomite

**DRX**: Diffraction de rayon X

**ATG**: Analyse thermogravimétrique

**MEB** : Microscopie Electronique à Balayage

## Liste des figures

<b>Figure I. 1 :</b> Classification des polymères conducteurs .....	6
<b>Figure I. 2:</b> Structure des polymères conducteurs intrinsèques. ....	7
<b>Figure I. 3:</b> Structure de l'aniline. ....	9
<b>Figure I. 4:</b> Structure de la polyaniline. ....	9
<b>Figure I. 5:</b> Structure de polyaniline. ....	10
<b>Figure I. 6:</b> Structure de la leucoéméraldine base. ....	10
<b>Figure I. 7:</b> Structure de l'éméraldine base. ....	11
<b>Figure I. 8:</b> Structure de la Pernigraniline base. ....	11
<b>Figure I. 9:</b> Synthèse de la polyaniline par polycondensation de Buchwald-Hartwig à partir du 1,4-dibromobenzène et du 1,4-phénylènediamine . ....	12
<b>Figure I. 10:</b> Méthodes de conversion entre les différents états de la polyaniline .....	13
<b>Figure I. 11:</b> Formation du cation radical de l'aniline. ....	14
<b>Figure I. 12:</b> Propagation de la chaîne polymère par couplage cation- radical/aniline. ....	14
<b>Figure I. 13:</b> Couplage de deux cations-radicaux. ....	15
<b>Figure I. 14:</b> Propagation de la chaîne polymère de polyaniline. ....	15
<b>Figure I. 15:</b> Oxydation de la forme leucoéméraldine en pernigraniline. ....	15
<b>Figure I. 16:</b> Transformation de l'état totalement oxydé à l'état semi-oxydé. ....	16
<b>Figure I. 17:</b> Structure de la surface de la diatomite .....	19
<b>Figure I. 18:</b> Schéma des principales morphologies des nanocomposites :(a)micro composite, (b) intercalée, (c) exfoliée .....	24

<b>Figure I. 19:</b> classification des nanocomposite suivant la forme de nanocharge.....	25
<b>Figure I. 20:</b> les différentes applications des nanocoposites.....	28
<b>Figure II 1:</b> Représentation schématique de la Loi de Bragg. ....	40
<b>Figure II 2:</b> Diatomite de Sig, DIS.....	42
<b>Figure II 3:</b> Spectre DRX de la diatomite brute (DIS).....	44
<b>Figure II 4:</b> courbe thermogravimétrique de la diatomite brute DIS. ....	45
<b>Figure II 5:</b> Images MEB de DIS.....	46
<b>Figure III. 1:</b> Schéma réactionnel de la synthèse de polyaniline. ....	49
<b>Figure III. 2:</b> Différentes étapes pour la synthèse de la polyaniline. ....	50
<b>Figure III. 3:</b> Diffractogramme DRX de la PANI. ....	51
<b>Figure III. 4:</b> Courbes ATG de la PANI. ....	52
<b>Figure III. 5:</b> Images MEB de la polyaniline.....	53
<b>Figure III. 6:</b> Organigramme de synthèse des composites. ....	55
<b>Figure III. 7:</b> Effet du taux de charge X% de diatomite sur la polymérisation $n_{OX} / n_{an} = 1 \dots$	56
<b>Figure III. 8:</b> spectre DRX de DIS-PANI-3 %. ....	57
<b>Figure III. 9:</b> spectre DRX de DIS-PANI-5%. ....	58
<b>Figure III. 10:</b> thermogrammes du PANI et des composites DIS-PANI-3 % et DIS-PANI-5 % .....	59
<b>Figure III. 11:</b> DIS-PANI-3 %.....	60
<b>Figure III. 12:</b> DIS-PANI-5 %.....	61

## **Liste des tableaux**

<b>Tableau I .1:</b> Applications des polymères conducteurs.....	8
<b>Tableau I .2:</b> Composition chimique (Pourcentage massique (%) en oxyde) et principales caractéristiques de la diatomite de SIG .....	20
<b>Tableau II 1:</b> Composition chimique de la diatomite brute déterminé par fluorescence X....	43

# **Introduction générale**

Les technologies actuelles sont toujours à l'affut de nouveaux matériaux polymères de plus en plus performants plus économiques et qui durent plus longtemps. Le développement des polymères conducteurs est depuis quelques décennies l'une des premières préoccupations des chercheurs, leurs propriétés électroniques intéressent beaucoup les scientifiques pour développer de nouveaux concepts physiques et de nouvelles applications technologiques [1]. Ils combinent à la fois les propriétés électriques et optiques des métaux ou des composés inorganiques semi-conducteurs [2-4]. Les scientifiques s'efforcent d'améliorer les propriétés des polymères ils sont généralement mélangés à d'autre matériau conduisant à des matériaux dits composites hybrides (organiques/inorganiques) [5]. Parmi les matériaux polymères, les polymères conducteurs ont été sélectionnés à cause de leurs extraordinaire combinaison de plusieurs propriétés telles que leur poids assez léger, leur faible coût et à leur facilité de traitement. Parmi les charges utilisées pour renforcer les polymères, les argiles, les particules métalliques ; les oxydes métalliques, les fibres (de verre, de carbone....), les particules organiques (noir de carbone, graphite....).

De nos jours, l'utilisation des matériaux polymères est due à leurs propriétés distinctives dans des secteurs d'activité divers et plusieurs propriétés telles que la stabilité thermique et mécanique de ces matériaux et d'augmenter la diversification de leurs champs d'application. Par conséquent, ils peuvent être d'excellents candidats pour combler certaines attentes des industriels. Les matériaux nanocomposites sont une nouvelle famille des composite qui représente l'incorporation des composants a une dimension nanométrique dans une matrice. Ils présentent des propriétés nouvelles et améliorées telles que l'homogénéité de dispersion, la résistance à la flamme, des propriétés mécaniques plus performantes, des propriétés électriques et optiques plus intéressantes [6].

De nombreuses polymères  $\pi$ -conjugués conducteurs et semi-conducteurs électroniques, ont été découverts et étudiés. Parmi eux, la polyaniline PANI fait partie de la famille des polymères conducteurs électroniques intrinsèques (PCI) [7] est probablement le plus ancien polymère organique synthétique connu et le plus en plus utilisée, en raison de sa mise en œuvre aisée et de son dopage réversible, de sa bonne stabilité à l'air ambiant et surtout de ses bonnes propriétés de conduction électronique permettant d'atteindre des conductivités macroscopiques supérieures à  $10^2$  S.cm<sup>-1</sup>. Ses caractéristiques métalliques ont d'ailleurs récemment été mises en évidence expérimentalement par Lee *et al.* [8].

Dans ce contexte, le travail de ce mémoire porte sur la synthèse et la caractérisation des nanocomposites à base de polyaniline renforcée par une diatomite. Ce choix offre de nouvelles possibilités grâce à la grande abondance de ce type de matériaux en Algérie. L'originalité de notre travail c'est l'utilisation de la diatomite naturelle issue du gisement de SIG de la région Mascara de l'ouest algérien pour l'incorporer dans le monomère comme renfort du nanocomposite PANI/diatomite.

Ce mémoire est réparti en trois principaux chapitres :

**Le premier chapitre** : est consacrée à une étude bibliographique fractionnée en trois parties, la première commence par une présentation générale des polymères spécialement les polymères conducteurs électroniques, en s'attachant plus particulièrement au cas de la polyaniline. La deuxième partie est réservée à l'étude de la diatomite, nous présentons ainsi les propriétés et les applications de ce matériau. On présente dans la troisième partie les nanocomposites : leurs modes de synthèse et leurs propriétés et leurs applications. Ce chapitre sera finalisé par quelques exemples des composés à base de la polyaniline et de la diatomite cités dans la bibliographie.

**Le deuxième chapitre** : rassemble les différentes techniques de caractérisations et les matériaux de départ utilisés lors de ce travail.

**Le troisième chapitre** : ce chapitre est consacré à la description du protocole expérimental utilisé pour la synthèse de la polyaniline et des nanocomposites diatomite/ PANI et présente les résultats/discussions et les caractérisations des échantillons de synthèses reposant sur la diffraction de rayons X DRX, la microscopie électronique à balayage MEB, le comportement thermique suivi par analyse thermogravimétrique ATG.

Nous terminerons ce travail par une conclusion qui résume l'ensemble des résultats obtenus avec quelques perspectives quant aux applications des matériaux synthétisés.

### Références bibliographique

- [1] Mérian, T. Etude de la polymérisation plasma, en mode continu ou pulsé, de l'aniline et de la 3-fluoroaniline: application à la détection de gaz, l'ammoniac .Thèse de doctorat. Le Mans. (2009).
- [2] Jeong S.H, Song H.C, Lee W.W, Choi Y.M, Lee S.S, Hwan-Ryu B.Y, J. Combined Role of Well-Dispersed Aqueous Ag Ink and the Molecular Adhesive Layer in Inkjet Printing the Narrow and Highly Conductive Ag Features on a Glass Substrate The Journal of Physical Chemistry C 2010 114 (50), 22277-22283 (2010).
- [3] Zhang, Y., Lv, F., Ke, S., Yu, L., Huang, H., & Chan, H. L. W. Effect of hollow structure and covalent bonding on the mechanical properties of core–shell silica nanoparticles modified poly (methyl acrylate) composites. *Materials Chemistry and Physics*, 129(1-2), 77-82 . (2011).
- [4] Bokern, S., Getze, J . Agarwal, S., & Greiner, A. Polymer grafted silver and copper nanoparticles with exceptional stability against aggregation by a high yield one-pot synthesis. *Polymer*, 52(4), 912-920. (2011).
- [5] Mouritz, A. P., & Gibson, A. G. (2007). *Fire properties of polymer composite materials* (Vol. 143). Springer Science & Business Media.
- [6] TROUDI, Bariza et HALIMI, Ouahiba. *Elaboration et caractérisation de nanocomposites hybrides*. 1955. Thèse de doctorat. جامعة الإخوة منتوري قسنطينة
- [7] Lamiri, L. Analyse des propriétés électrochimiques et spectroscopiques des films de polymères conducteurs issus de l'électrocopolymérisation d'hétérocycles pentagonaux (thiophène, pyrrole, furanne) (Doctoral dissertation). 018. Thèse de doctorat(2018).
- [8] Lee, K., Cho, S., Park, S. H., Heeger, A. J., Lee, C. W., & Lee, S. H. Metallic transport in polyaniline. *Nature*, 441(7089), 65-68. (2006).



# **Chapitre I**

## **Etude bibliographique**

## I. 1. Introduction

En 1977, Mac Diarmid, Heeger et Shirakawa découvraient les polymères conducteurs intrinsèques et ouvraient une perspective nouvelle aux polymères. Leur découverte fut récompensée par le Prix Nobel de chimie en 2000 [1].

Les polymères conducteurs intrinsèques (PCI) sont une nouvelle classe de matériaux avec un large spectre d'applications technologiques vu leurs excellentes propriétés électriques et optiques. Ils peuvent avoir de fortes conductivités électriques et peuvent être modulés très finement pour les faire passer d'un état isolant à un état conducteur par des processus chimiques.

Parmi ces polymères, la polyaniline (PANI) qui se caractérise par son application dans différents champs industriels grâce à sa synthèse simple et non coûteuse, sa bonne stabilité à l'air ambiant et surtout à ses bonnes propriétés de conduction électronique.

Quant au matériau inorganique, la diatomite se classe parmi les matériaux siliceux. Elle possède plusieurs propriétés spécifiques, elle a été largement appliquée dans de nombreux domaines à savoir la filtration, en tant qu'adsorbants et des supports de catalyseurs [2]. Ce matériau a été choisi dans ce travail comme une charge inorganique à cause de la grande richesse de ce type de ressources naturelles en Algérie (région de SIG et Saida, Ouest Algérien...).

Au début des années 90, une nouvelle famille de matériaux est née connue sous le nom « Nanocomposites » issus de la combinaison de deux matériaux à l'échelle nanométrique. Leur intérêt consiste à réaliser une bonne synergie entre les propriétés de chacune deux, soit pour en créer de nouvelles ou tout simplement pour les améliorer. Ceci engendre une amélioration des propriétés mécaniques et thermiques du polymère, pour de faibles fractions en poids de la charge dispersée [3-4].

Dans ce chapitre, une étude bibliographique portée principalement sur la polyaniline, la diatomite et les nanocomposites sera présentée.

## I. 2. Généralité sur les polymères

Le mot polymère d'origine Grec *polus -meros*, est composé de deux mots, « plus » qui veut dire plusieurs et « méros » qui veut dire partie ; et par définition une macromolécule organique ou inorganique constituée de l'enchaînement répété d'un même motif.

L'énorme importance des polymères dans nos vies ne peut être pas évaluée avec précision car nous utilisons des produits polymères dans tous les domaines. Cette grande importance due à leurs propriétés, thermiques, mécaniques, et électriques

C'est ainsi que les polymères sont utilisés dans un large domaine d'application tel que:

- L'emballage des produits alimentaires, emballage de transport
- Les secteurs du bâtiment
- Les secteurs de l'automobile, l'aéronautique et les bateaux
- L'industrie de l'électroménager, du textile, de l'électricité et de l'agriculture

Selon les anciennes théories, tous les polymères sont bien connus comme de "bons isolants" [5]. Ce caractère isolant des polymères peut poser des problèmes lorsqu'ils sont utilisés dans des environnements électriques ou électroniques générant de l'électricité statique ou des ondes électromagnétiques.

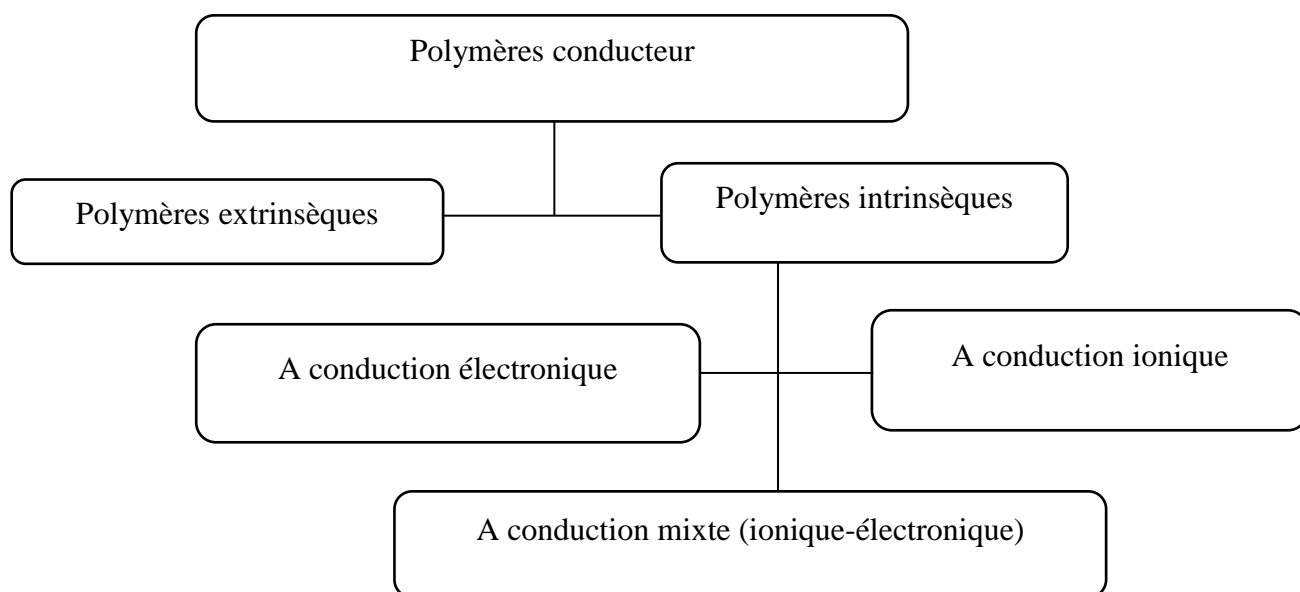
### I. 2. 1. Polymères conducteurs

Le développement des polymères conducteurs au début des années 1970 avec la mise en évidence d'une conductivité de type métallique ( $\sim 10^3$  S/cm) pour le polynitride de soufre  $[(-S=N-) x]$ . Cette propriété remarquable suscita en effet l'intérêt de la communauté scientifique, qui proposa rapidement d'autres composés pouvant présenter des propriétés analogues. C'est ainsi qu'en 1977, les professeurs Mac Diarmid, Heeger et Shirakawa[6], découvrent qu'il est possible de moduler la conductivité électrique du polyacétylène moyennant l'introduction contrôlée des molécules donneuses ou accepteuses d'électrons (c'est le phénomène de dopage) faisant alors passer le polymère de l'état d'isolant à celui de conducteur. Depuis lors, l'imagination des chercheurs a permis la création de nombreux polymères conjugués stables présentant des conductivités électriques élevées. Les travaux de ces trois pionniers ont d'ailleurs été récompensés par un prix Nobel en 2000. Les polymères conducteurs peuvent être organiques et inorganiques en fonction de la nature du monomère.

La synthèse des polymères conducteurs inorganiques à partir de monomères de grande pureté étant difficile à réaliser, les chercheurs s'intéressent alors aux polymères conducteurs formés à partir de monomères organiques, contenant des cycles aromatiques susceptibles d'être oxydés pour former des oligomères présentant un grand nombre d'électrons  $\pi$  fortement délocalisés.

### I. 2. 2. Classification des polymères conducteurs

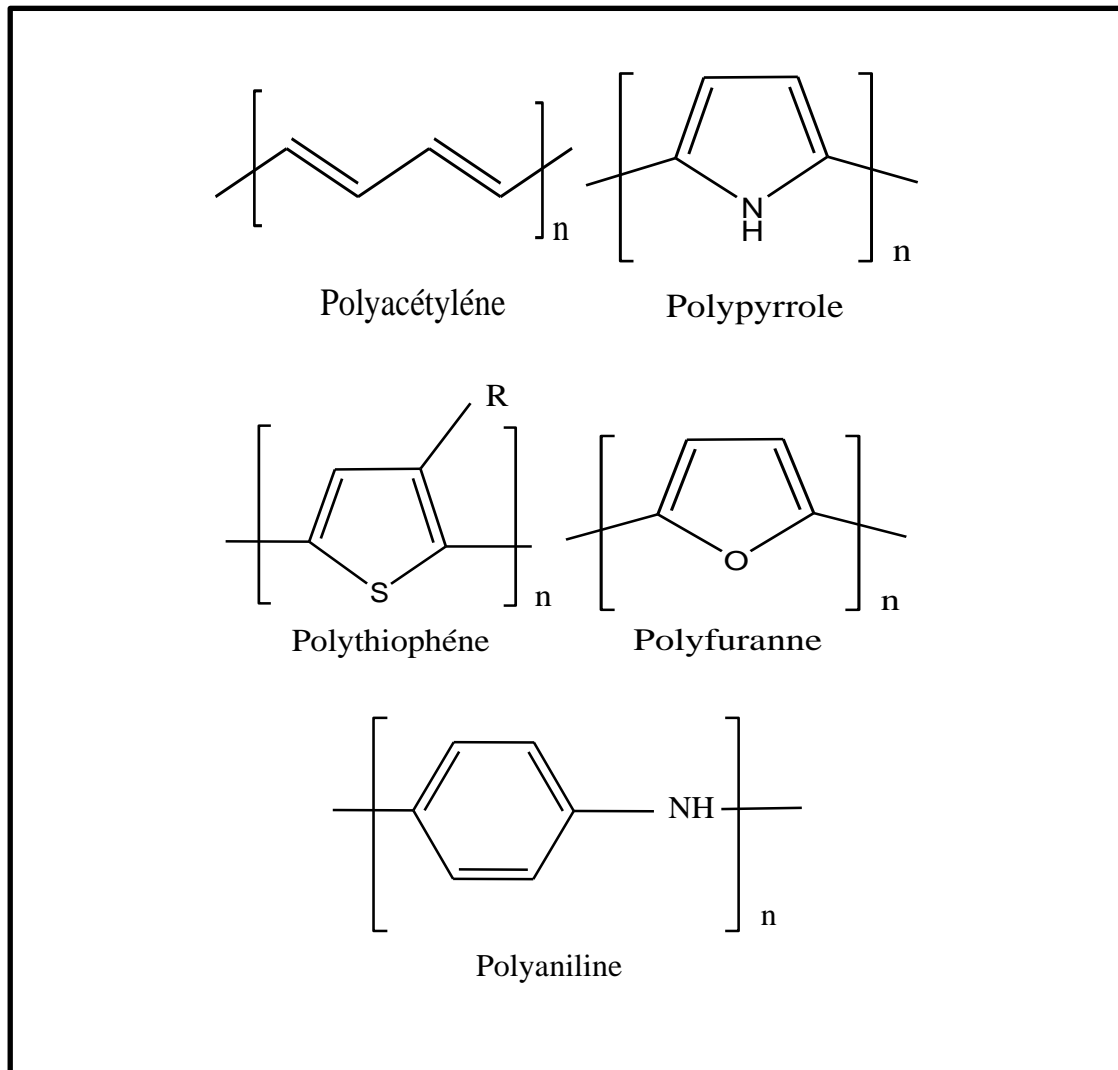
Ils peuvent être classés en plusieurs familles, tel que montre dans la **figure I.1** de cette façon :



**Figure I. 1 :** Classification des polymères conducteurs

**Les polymères conducteurs intrinsèque (PCI)** ou encore polymères conducteurs électroniques possèdent tous une caractéristique structurale commune sont constitués généralement d'une succession de simples et de doubles liaisons conjuguées dans la structure chimique, carbonée du polymère organique. Une double liaison étant constituées d'une liaison forte sigma ( $\sigma$ ) et d'une liaison dite faible pi ( $\pi$ ) facilement polarisables et très sensibles à l'environnement physico-chimique du milieu.

Les principales classes de polymères conducteurs intrinsèques sont indiquées dans la figure suivant (**Figure I.2**) :



**Figure I. 2:** Structure des polymères conducteurs intrinsèques.

### I. 2. 3. Application des polymères conducteurs

Du fait de leur conductivité qui peut être élevée et leur facilité de mise en forme, ces polymères sont particulièrement intéressants pour des applications commerciales et à leurs bonnes propriétés mécaniques et optiques elles peuvent être utilisées dans de nombreux domaines.

Les applications principales des matériaux conducteurs sont présentées sur le tableau I.1 comme suit :

Tableau I 1: Applications des polymères conducteurs.

Application à l'état conducteur (dopé)	Application utilisant dopage/dédopage des polymères	Application à l'état non dopé
-Blindage électromagnétique	-Capteurs chimiques	-Electronique plastique (transistors, cellules photovoltaïques)
-Peinture conductrice	-Batteries rechargeables	-Laser polymère
-Revêtement anticorrosion	-Dispositifs électrochromes	-Dispositifs d'affichage
-Adhésif conducteur	-Capteurs thermiques	-Isolation de câbles à haute tension

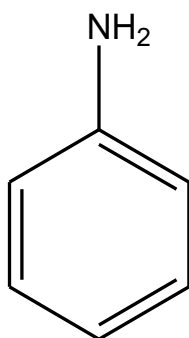
Parmi les polymères conducteurs intrinsèques les plus intéressants et les plus utilisés est la polyaniline.

### I. 3. La polyaniline

#### 1. Le monomère : aniline

L'aniline est connue également sous les noms d'aminobenzène, phénylamine ou benzéamine, est un composé organique aromatique de formule chimique  $C_6H_5NH_2$  (**Figure I.3**) de masse molaire 93,13g/mol, de densité  $d=1,174$ , d'une température de fusion  $=-6,02^\circ C$  et d'une température d'ébullition  $=184,1^\circ C$ . C'est une amine primaire aromatique dérivée du benzène, toxique pour l'homme et l'environnement.

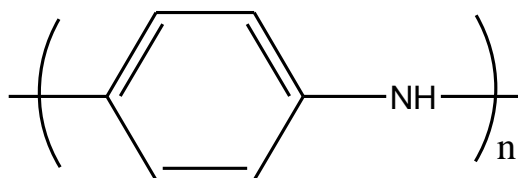
L'aniline est un liquide huileux incolore, d'odeur désagréable, et facilement inflammable, elle s'oxyde en présence d'air, pour former une résine de couleur brun-rouge



**Figure I. 3:** Structure de l'aniline.

#### 2. Polymère : Polyaniline

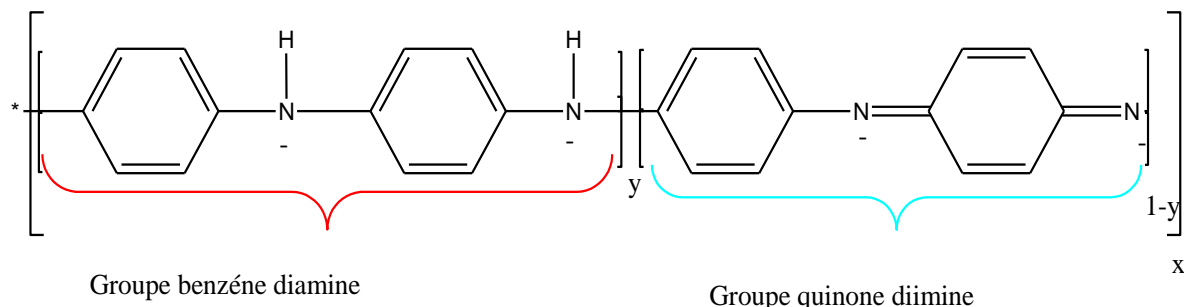
La polyaniline (PANI) est l'un des polymères conducteurs intrinsèques les plus intéressants vue sa stabilité environnementale, sa facilité de préparation et ses intéressantes propriétés électriques, optiques et électrochimiques. Ce matériau est constitué d'une succession de cycles aromatiques de type benzéniques pontés par un hétéroatome d'azote [7].



**Figure I. 4:** Structure de la polyaniline.

### I. 3. 1. Structure de la polyaniline

La polyaniline se distingue par le degré d'oxydation dont la formule générale est donnée sur la figure (I.5) [8] :

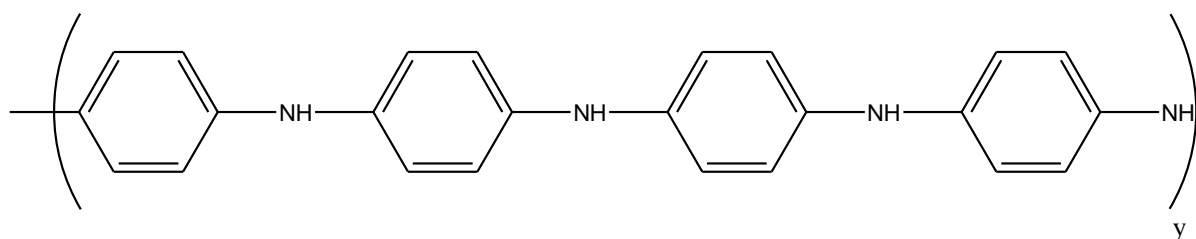


**Figure I. 5:** Structure de polyaniline.

Le paramètre (y) représente le degré d'oxydation du polymère, tandis que le paramètre (x) désigne le taux de dopage ; Les différents degrés d'oxydation sont directement liés à la présence des atomes d'azote sur la chaîne principale; ils jouent aussi un rôle fondamental dans le processus de dopage, et sont ainsi responsables des différentes propriétés physico chimiques associées à la polyaniline.

La polyaniline possède trois formes principales sont :

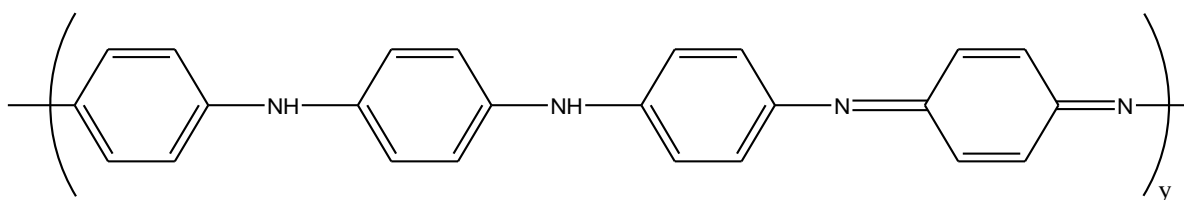
- ▲ La leucoéméraldine base (PANI-LEB ;y=1): sous forme de poudre blanc st un agent réducteur qui s'oxyde à l'airdonnant l'éméraldine base [9]



**Figure I. 6:** Structure de la leucoéméraldine base.

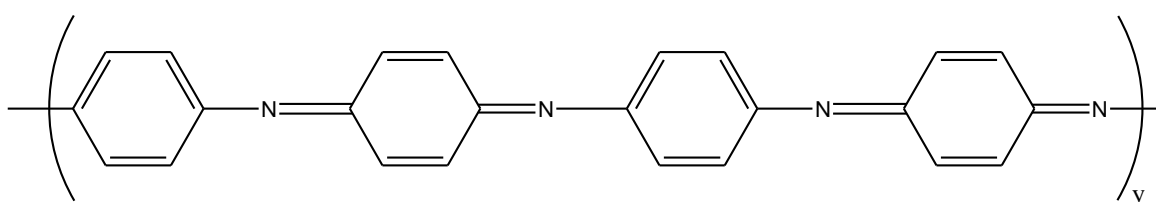
- ▲ L'éméraldine base (PANI-EB ;0.5): solide bleu correspond à laforme semi oxydé de la polyaniline[10].





**Figure I. 7:** Structure de l'émeraldine base.

- ▲ La pernigraniline base (PANI-PNGB ;  $y=0$ ) : sous forme de poudre rouge partiellement cristalline, totalement oxydée s'hydrolyse en milieu acide possédant des unités quinoïde [11]



**Figure I. 8:** Structure de la Pernigraniline base.

### I. 3. 2. Les différentes méthodes de synthèse de la polyaniline

La polyaniline est synthétisée par oxydation du monomère « l'aniline ». Dans la majorité des cas, l'oxydation se fait par voie chimique ou électrochimique. Il existe aussi d'autres méthodes de synthèse en solution de la polyaniline comme:

- ➔ La polymérisation par émulsion inverse [12]
- ➔ La polymérisation auto catalytique,
- ➔ La polymérisation enzymatique,
- ➔ La polymérisation photochimique [13]

#### A. Synthèse par voie chimique

La polymérisation chimique est la principale méthode commerciale de production de la polyaniline. Elle nécessite la mise en présence du monomère, de l'aniline dans un milieu aqueux, en utilisant des agents oxydants comme: le persulfate d'ammonium, l'iodure de potassium, le peroxyde d'hydrogène, le perchlorate de cuivre [14], le dichromate de potassium [15], permet d'obtenir la PANI sous la forme d'une poudre verte. Lorsque le persulfate d'ammonium est utilisé comme oxydant, le rapport oxydant/aniline ne doit pas dépasser 1,25, sinon, une suroxydation de la polyaniline peut diminuer sa conductivité

[16] L'avantage de cette méthode réside dans la possibilité de produire de grosses quantités de PANI avec un rendement élevé. La réaction se déroule principalement dans des milieux acides

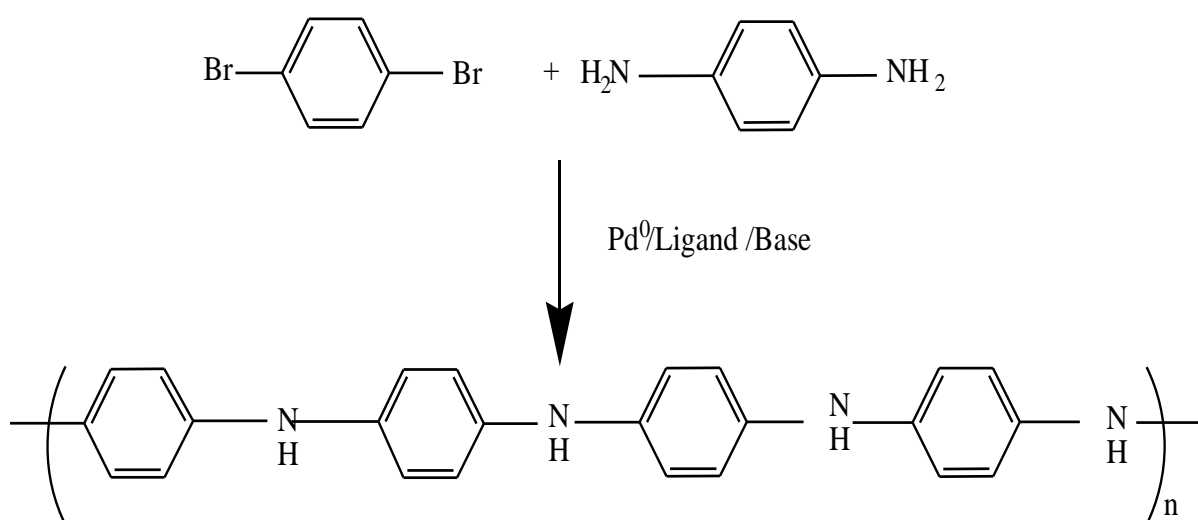
### B. Synthèse par voie électrochimique

La synthèse électrochimique est effectuée dans des solvants aqueux ou organiques, en utilisant des montages à trois électrodes : une électrode de travail (ET) qui sert oxyder le polymère, une électrode de référence (Réf) pour contrôler le potentiel de l'électrode de travail et une contre-électrode (CE) qui permet le passage du courant.

La polymérisation de l'aniline est faite dans une cellule électrochimique constituée de trois électrodes et d'une solution acide et aqueuse de l'aniline. Généralement on utilise une électrode de travail inerte de platine pour l'oxydation anodique de l'aniline cette dernière est réalisée à courant ou intensité contrôlée, à température ambiante. Pourtant, d'autres électrodes comme le fer, le cuivre, zinc etc. ont été utilisées [17].

### C. D'autre synthèse

Elle peut être aussi synthétisée par polycondensation de Buchwald-Hartwig [18] à partir du 1,4-dibromobenzène et du 1,4- phénylènediamine (la **Figure I.5**). Cette dernière voie de synthèse produit la forme complètement réduite de la polyaniline; la leucoéméraldine. La réaction générale d'amination de Buchwald-Hartwig est présentée à la figure suivante :



**Figure I. 9:** Synthèse de la polyaniline par polycondensation de Buchwald-Hartwig à partir du 1,4-dibromobenzène et du 1,4-phénylènediamine [19].

### I. 3.3. Dopage de polyaniline

Le dopage, généralement obtenu par des réactions d'oxydoréductions ou acido-basiques, est réversible, avec peu ou pas de dégradation de la structure du polymère [20] (**la figure 1.6**) présente les différentes réactions d'oxydoréductions et acido-basiques théoriques entre les différents états de la polyaniline.

Le dopage de la polyaniline par des réactions d'oxydoréduction est un dopage de type p, ce dopage consiste à arracher des électrons au polymère pour le rendre plus conducteur, et à introduire des contre-ions afin de respecter l'électro neutralité.

Le dopage de la polyaniline par des réactions acido-basiques consiste en la protonation des atomes d'azote des sites imines par des acides. En effet, les pKa de 2,5 et 5,5 correspondants respectivement aux motifs benzène diamines et quinone diimines [21], favorisent la protonation des sites imines par des acides forts.

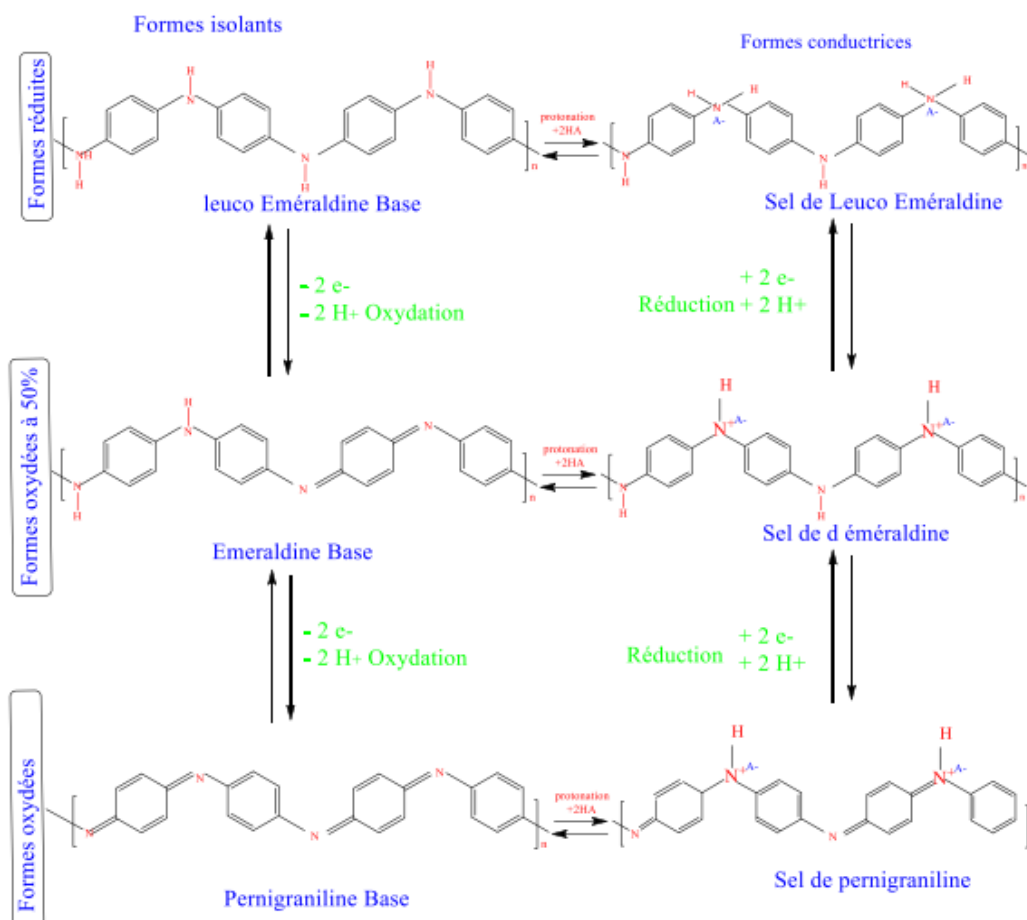
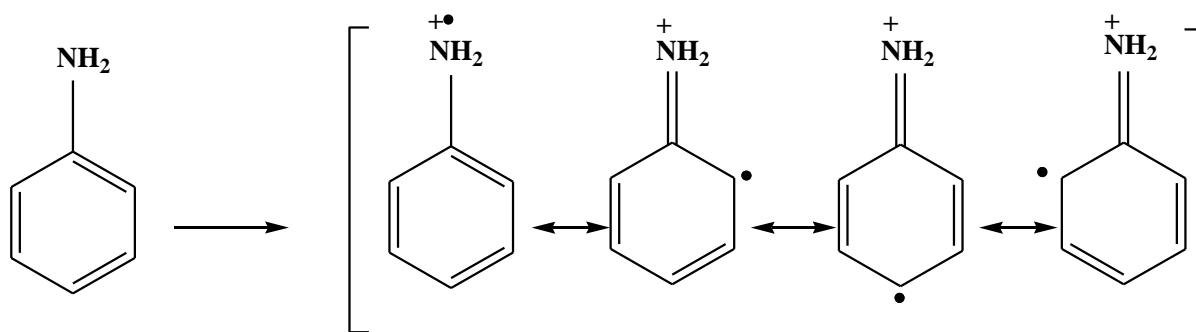


Figure I. 10: Méthodes de conversion entre les différents états de la polyaniline [22].

Il n'y a ni modification du nombre d'électrons ni de l'état d'oxydation de la polyaniline. Nous obtenons ainsi le sel d'éméraldine par protonation de l'éméraldine base. Ce dopage protonique offre la possibilité de doper et dédoper. La polyaniline autant de fois que nous le souhaitons par un stimulus extérieur qui est le pH.

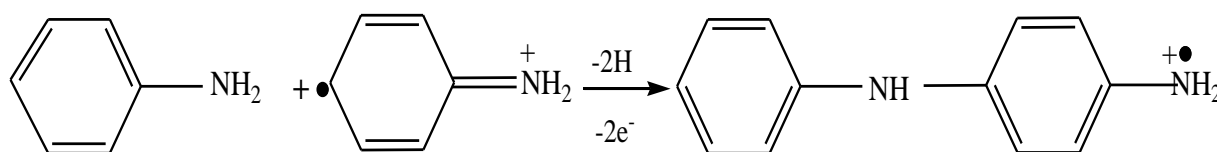
### I. 3.3. Mécanisme de polymérisation de polyaniline

Les mécanismes des polymérisations chimiques et électrochimiques de l'aniline étudiés par différents auteurs [23-25] sont très proches. La polymérisation se fait par des étapes. La première étape de la polymérisation est l'oxydation du monomère en un cation radical stabilisé par résonance (**Figure. I.11**).



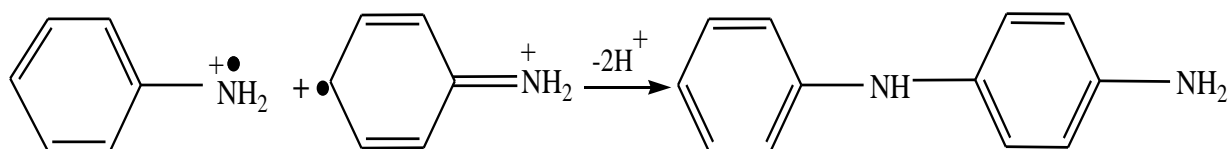
**Figure I. 11:** Formation du cation radical de l'aniline.

- ❖ Pour la seconde étape, deux mécanismes sont proposés :
- ❖ Soit le couplage d'un cation-radical avec une molécule de monomère, l'aniline (**Figure. I.12**).



**Figure I. 12:** Propagation de la chaîne polymère par couplage cation- radical/aniline.

- ❖ Soit le couplage de deux cations-radicaux dans deux formes de résonance (**Figure. I.13**).



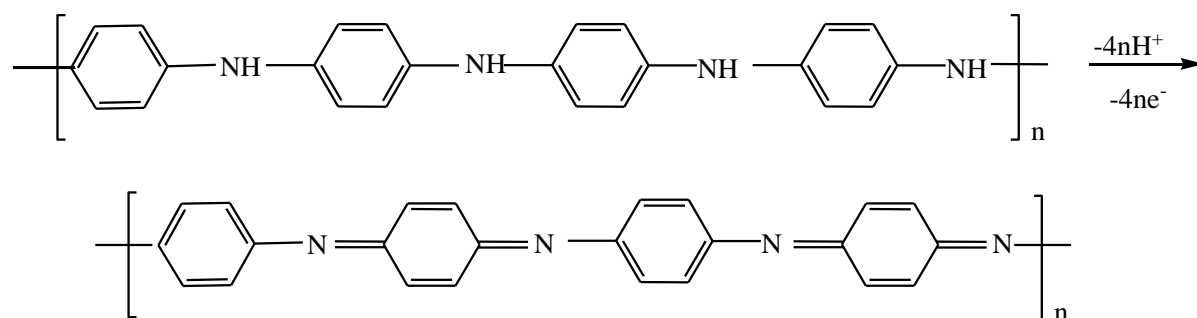
**Figure I. 13:** Couplage de deux cations-radicaux.

Le deuxième mécanisme est plus largement accepté par la communauté scientifique. L'étape suivante correspond à la propagation de la chaîne, le dimère est oxydé pour former un cation-radical et peut se coupler soit avec le monomère oxydé (cation radical) (**Figure. I.14**), soit avec le dimère oxydé (dimère radical cation).



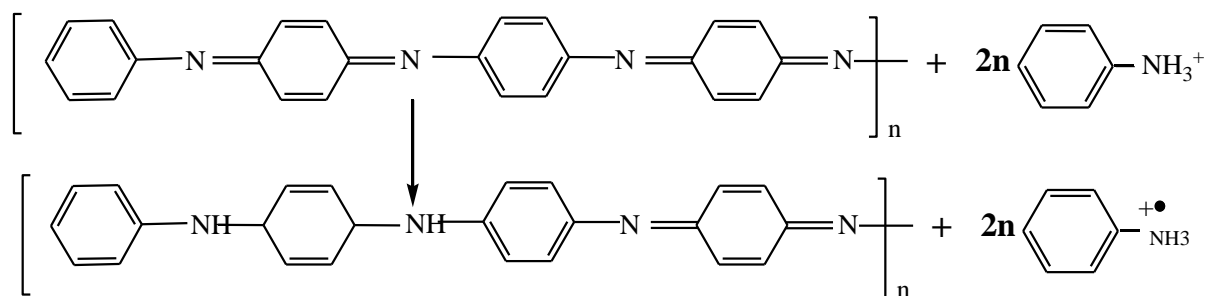
**Figure I. 14:** Propagation de la chaîne polymère de polyaniline.

D'après la Figure I.10, la polyaniline obtenue est dans sa forme totalement réduite (leucoéméraldine). Mais en réalité, pendant la propagation, elle s'oxyde et arrive sous la forme de la pernigraniline (forme totalement oxydée) (Figure. I.15).



**Figure I. 15:** Oxydation de la forme leucoéméraldine en pernigraniline.

- ❖ Dans l'étape suivante, le polymère totalement oxydé est réduit à son état semi-oxydé (éméraldine) par réaction avec le monomère (**Figure. I.16**).



**Figure I. 16:** Transformation de l'état totalement oxydé à l'état semi-oxydé.

### I. 3. 5. Solubilité de la polyaniline

La plupart des polymères conducteurs sont insolubles dans leurs états dopés [26] La PANI est aussi insoluble dans la majorité des solvants organiques communs, ceci est dû d'une part, à la rigidité de ses chaînes et aux interactions inter-chaînes. De plus la PANI a une tension de surface de l'ordre de 200 mN/m jusqu'à 2000 mN/m, aucun solvant n'a une telle tension de surface. De surcroît, Wessling et al en 1999 [27] a montré que la solubilité de la PANI est gouvernée par ses propriétés

Thermodynamiques, comme son entropie, défavorables à la dissolution. En outre, Gregory et al [28] a attribué le non solubilité de la PANI au non disponibilité de solvants pouvant dissoudre à la fois la partie hydrophilique du dopant et la partie hydrophobe du polymère. Pourtant, l'EB non métallique montre une solubilité partielle dans des solvants comme la N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP) [29], le diméthylsulfoxyde, (DMSO) [30] et le diméthyl-formamide (DMF) [31]

### I. 3. 6. Quelques applications industrielles de la polyaniline

La polyaniline (PANI) appartient à une importante famille de polymères conducteurs aux applications diverses, grâce à sa synthèse facile, et son abondance, Un nouvel intérêt pour les propriétés conductrices de la polyaniline a permis de relancer la recherche et de développer de nouvelles applications ; on peut citer :

- Le stockage d'énergie : batteries et piles au lithium (piles commercialisées)
- Les afficheurs électrochromes (écrans plats, diodes)
- Les capteurs à gaz, biocapteurs (analyse d'ADN, de protéines, antipollution)
- Les textiles conducteurs (chauffants par effet Joule)

- L'optique non linéaire ; les transistors organiques, les supercondensateurs et les Cellules photovoltaïques.
- La protection contre la corrosion (remplaçant des phosphates ou chromates) et les Peinture conductrice.

#### I. 4. La diatomite

La diatomite est un matériau naturel portant plusieurs appellations à savoir : kieselguhr, diatomée, farine fossile, farine de diatomée. Les kieselguhrs sont des composés de carapace siliceuse de fossiles diatomées déposées depuis des milliers de siècles. Ils ont des structures relativement insolubles et non compressibles avec une porosité élevée. Généralement, Les diatomites sont des matériaux chimiquement stables et inertes. Elles se composent généralement de silice amorphe contenant un peu des matériaux microcristallins [32].

La diatomite algérienne est composée de silice amorphe (86-94%  $\text{SiO}_2$ ) [33] Elle contient également un taux élevé de carbonates de calcium qui peuvent excéder 10%.

En raison de la structure ouverte des squelettes de diatomée, La diatomite est une roche sédimentaire siliceuse d'origine biogénique (algues brunes unicellulaires), de taille comprise généralement entre 10 et 50 microns [34]

Les diatomées peuvent vivre en eaux douces, saumâtres et salées on les trouve même dans les sols ou les mousses en présence d'humidité .mais ce n'est que sous certaines condition environnementales qu'ils prolifèrent.

Les terres à diatomées sont des roches légères de couleur blanche, grise verdâtre ou jaunâtre, résultat de l'accumulation au fil du temps, sur les fonds marins ou lacustres de carapaces de diatomées [35].

Les gisements sont rencontrés dans deux contextes différents :

- Les gisements marins: formés dans les zones côtières en raison d'accumulation de diatomées due a la phénomène de d'élévation des courants froids ;
- Les gisements continentaux : associés à des dépressions ou à la disparition des lacustres en contexte volcanique.

Les principaux gisements de diatomite d'Algérie - région Ouest sont : Tlemcen Mascara, Mostaganem et Relizane.

#### I. 4.1 .Structure de la diatomite

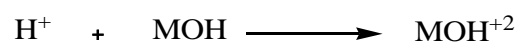
Les propriétés importantes des diatomites sont liées à leur structure physique qui forme un agrégat de fines particules perforées suivant un motif régulier de petits pores. En raison de cette porosité qui lui octroie une forte perméabilité [36].

La diatomite présente une structure physique complexe, finement divisée du fait de la juxtaposition des frustules de diatomées qui sont de très petite dimension (10 à 150  $\mu$ m le plus souvent) et de forme variée et irrégulière cette structure varie en fonction des espèces et des types de diatomées.

La terre de diatomées est constituée principalement de silice présente soit sous la forme d'un pont siloxane Si-O-Si compris dans la structure squelettique de la terre de diatomées, soit sous forme de groupes de silanol Si-OH situés à la surface du matériau

- ➔ La surface de silice contenant les groupes silanol est répartie dans la matrice de silice comme indiqué sur la **figure I.17**;
- ➔ Le groupe de silanol est un groupe très actif, qui peut réagir avec beaucoup de composés organiques polaires et divers groupes fonctionnels.

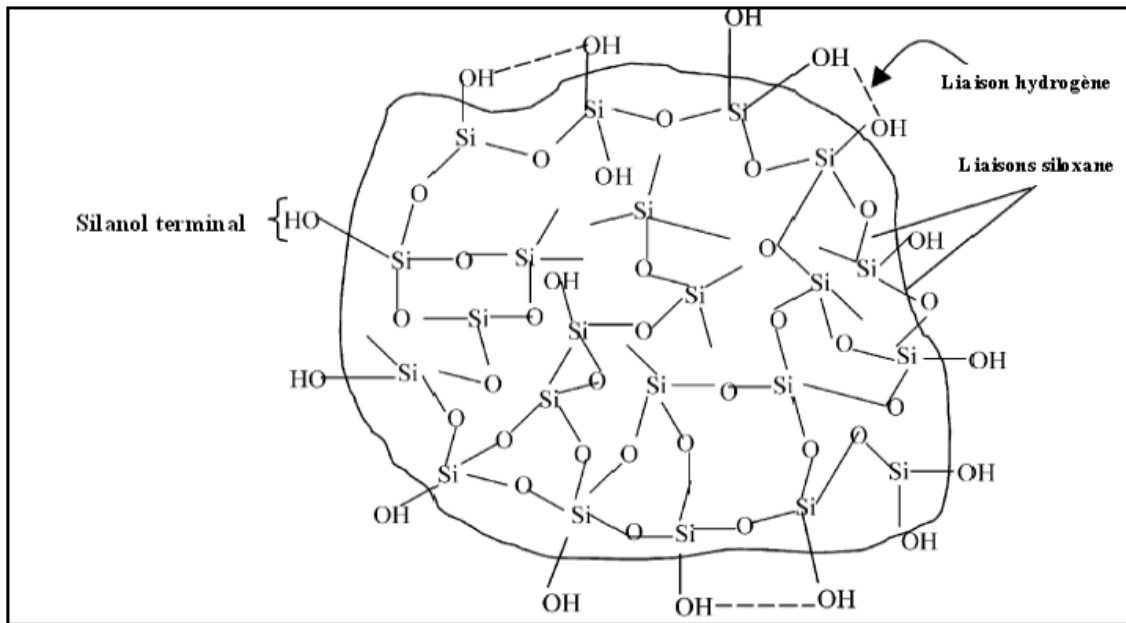
En milieu acide c à d a PH acide la diatomite se caractérise par une capacité d'échange anionique une charge positive (capte de proton) se développe :



En milieu basique à un pH élevé, la surface de la diatomite devient anionique à cause de les hydroxydes extérieurs perdent leur proton [37]







**Figure I. 17:** Structure de la surface de la diatomite [38].

#### I. 4. 2. Formation de la diatomite de la région de SIG

La formation diatomique de la région de SIG a été subdivisée en tris lithologiques caractérisées par différents types d'alternances sédimentaires. Les composantes lithologiques majeures sont les diatomites, les marnes et les calcaires. Elle comporte une fraction terrigène (argile, quartz, feldspaths) et une fraction carbonate (calcite, dolomite) toujours importantes qui peut atteindre parfois 80% de la totalité du sédiment [39].

Les diatomites présentent une organisation cyclique [40]. D'une manière générale, d'alternances régulières de marnes et de diatomites qui s'enrichissent dans la partie supérieure de la formation en niveaux calcaires argileux.

#### I. 4. 3. Les principales propriétés

L'Algérie est un pays riche en ressources naturelles, notamment éotériques et minérales, nous aborderons le sujet de nos études sur la diatomite. Les produits de diatomite sont devenus plus importants pour différentes applications en raison de deux caractéristiques : composition chimique, composition physique ainsi qu'aux autres propriétés telles que : la porosité et la capacité d'absorption.

**Tableau I 2:** Composition chimique (Pourcentage massique (%) en oxyde) et principales caractéristiques de la diatomite de SIG [41].

<b>SiO<sub>2</sub></b>	65 à 75%
<b>CaO</b>	8,3 à 19%
<b>MgO</b>	0,3 à 1,6%
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,5 à 1,7%
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0,6 à 1,2%
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	1,8 à 5 %
<b>K<sub>2</sub>O</b>	0,4 à 5%
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,03 à 0,45 %
<b>Ph</b>	7,9
<b>Densité</b>	0,300 à 0,360
<b>Diamètre des pores (A°)</b>	200 à 2000
<b>Porosité totale (VP/VT*100)</b>	72-80 %
<b>Masse volumique (diatomite pure)</b>	200-350 kg/m <sup>3</sup>

**I. 4. 4. Domaine d'utilisation**

Le kieselguhr est utilisé dans les domaines suivants :

- Filtration des huiles végétales et minérale, les jus de fruits et les eaux industrielles.
- Pour la fabrication de peintures, pesticides et comme charge dans de nombreux autres produits ;
- Pour le raffinage de sucre, dans la construction et l'isolation thermique et la fabrication des antibiotiques et quelques sirops pharmaceutiques ;
- Comme agent de filtration ou absorbant des pesticides en milieux poreux ;
- Il est également utilisé dans le papier, brique, tuile, céramique, plastique, savons, détergents et autres produits comme une charge ;
- La diatomite élimine les bactéries et les protozoaires ;
- La plus ancienne utilisation de la diatomite est comme un abrasif doux et à cet effet a été utilisé dans le dentifrice et les brillants pour métaux ;

La structure alvéolaire de la diatomite est utilisée pour filtrer diverses boissons alcoolisées, le sucre, l'huile, des produits chimiques organiques/inorganiques. Elle a servi également pour éliminer les bactéries et les virus de l'eau des réseaux publics de distribution.

**I. 5. Matériaux composites**

Les matériaux polymères sont, fondamentalement, conçus pour des applications définies en raison de leurs constructions et propriétés. Régulièrement, un polymère a besoin des modifications pour une gamme de fonctions supérieures qui peuvent avoir besoin de propriétés structurales ou physiques différentes.

Une technique de modification est l'addition des charges aux polymères pour produire des composites, avec les propriétés améliorées, telles que le perfectionnement des propriétés mécaniques, la conductivité électrique ou la stabilité thermique [42].

**I. 5.1. Définition d'un matériau composite**

Un matériau composite est un assemblage de deux matériaux non miscibles, constitué de deux phases (ou plus) ayant des propriétés et des rôles différents, l'une continue, est appelée matrice et l'autre, discontinue, appelée renfort, les composants doivent être physiquement identifiés, il doit exister une interface distincte entre eux. On cherche généralement par cette association une complémentarité pour avoir une synergie de propriétés, conduisant à un matériau aux performances globales améliorées [43,44].

**I. 6. Nanocomposite****1) Définition**

On appelle un nanocomposite, un système hétéro-phase constitué de plusieurs composants et qui possède des propriétés qu'aucun des constituants ne posséderait seul, dont le renfort possède au moins une des trois dimensions de l'ordre du nanomètre[45].

La condition fondamentale pour que cette définition soit valide, est que la cohésion de l'ensemble soit assurée par des liaisons mécaniques, physiques ou chimiques. La plupart du temps ces matériaux sont constitués d'une matrice polymère et d'un renfort

A cause de cette caractéristique de la taille du nanomètre, les nano composites possèdent des propriétés supérieures à celles des composites conventionnels et ceci grâce à la maximisation de l'interface d'adhésion [46].

## 2) Constituants des nanocomposites

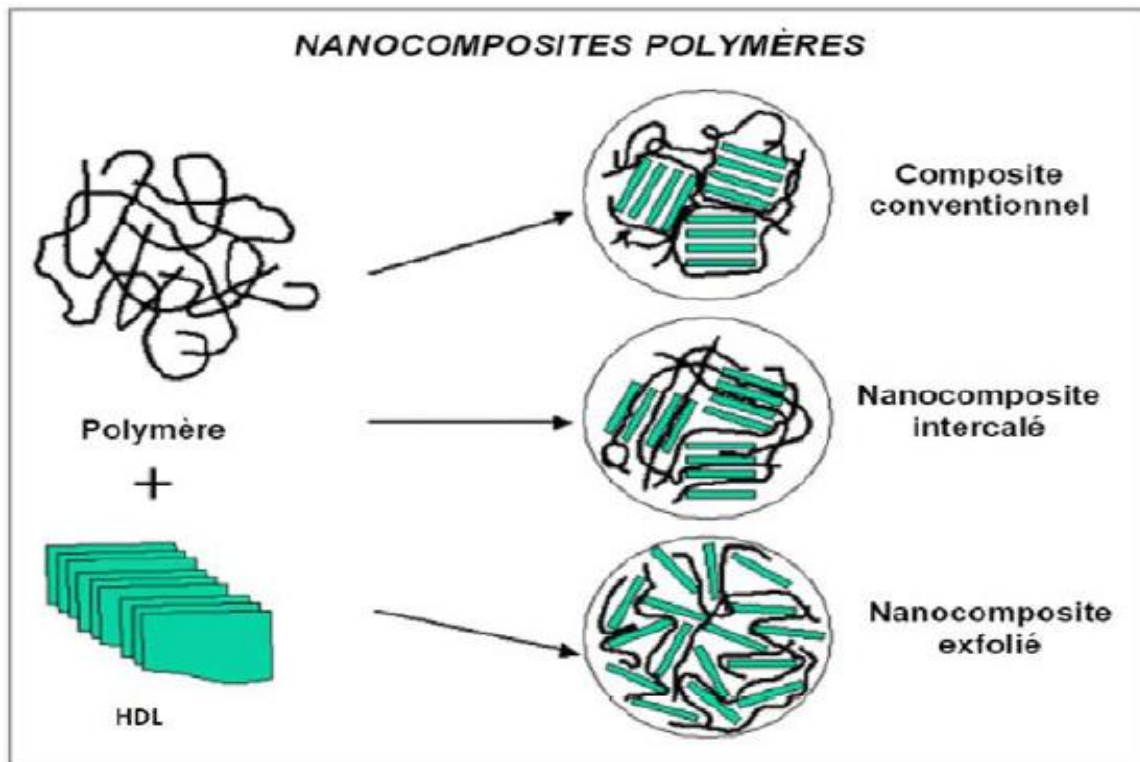
Un matériau composite se compose comme suit : une matrice+ un renfort +une charge

- **La matrice** : Constituée d'une ossature qui est généralement une matière plastique (Résine thermoplastique ou thermodurcissable) Elle est facilement déformable et assurant la cohésion de la Structure.
- **Le renfort** : C'est une matière ajoutée à la matrice pour améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire à très hautes caractéristiques mécaniques.
- **Les charge** : En générales ces charges sont des microbilles ou des particules. L'objet de la charge renforçant est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine, ou diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines [47]

## 3) Morphologie des nanocomposite

Plusieurs morphologies peuvent être générées après introduction de charge lamellaire dans une matrice polymérique ; celles-ci sont directement liées au voies d'élaboration du composite [48] et à la nature des interactions physico-chimique (nature de la matrice et de la nanocharge, du traitement de fonctionnalisation ou modification organique [49] en fonction de ces paramètres trois type d'organisation peuvent être rencontrés dans la littérature :

- a. **Micro composite**: les empilements de feuillets gardent leur distance inter-lamellaire d'origine sans se mélanger à la matrice.
- b. **Intercalée** : Les chaînes de polymère pénètrent les feuillets de diatomite provoquant une extension de l'espace interfoliaire sur une base régulière et donnent au composé une structure inorganique arrangée dans laquelle une alternance apparait entre les chaines de polymères et les feuilles de la matériau.
- c. **Exfoliée**: les feuillets sont individualisés et orientés aléatoirement dans la matrice [50].



**Figure I. 18:** Schéma des principales morphologies des nanocomposites : (a) micro composite, (b) intercalée, (c) exfoliée [51].

## I. 6.4 .Classification des nanocomposites

La classification des composites peut être effectuée selon la forme des nanocharges ou suivant leurs natures des constituants :

### i. Classification suivant la forme de nanocharge

le classement des nanocomposites se fait selon le facteur de forme de la charge incorporée (rapport entre la longueur et l'épaisseur ou le diamètre).

#### a. Nanocharge à une dimension nanométrique (feuillet)

La particule possède une dimension de l'ordre du nanomètre et les deux autres de l'ordre du micromètre, les argiles sont probablement les plus connues car elles sont naturelles donc faciles à extraire[52].

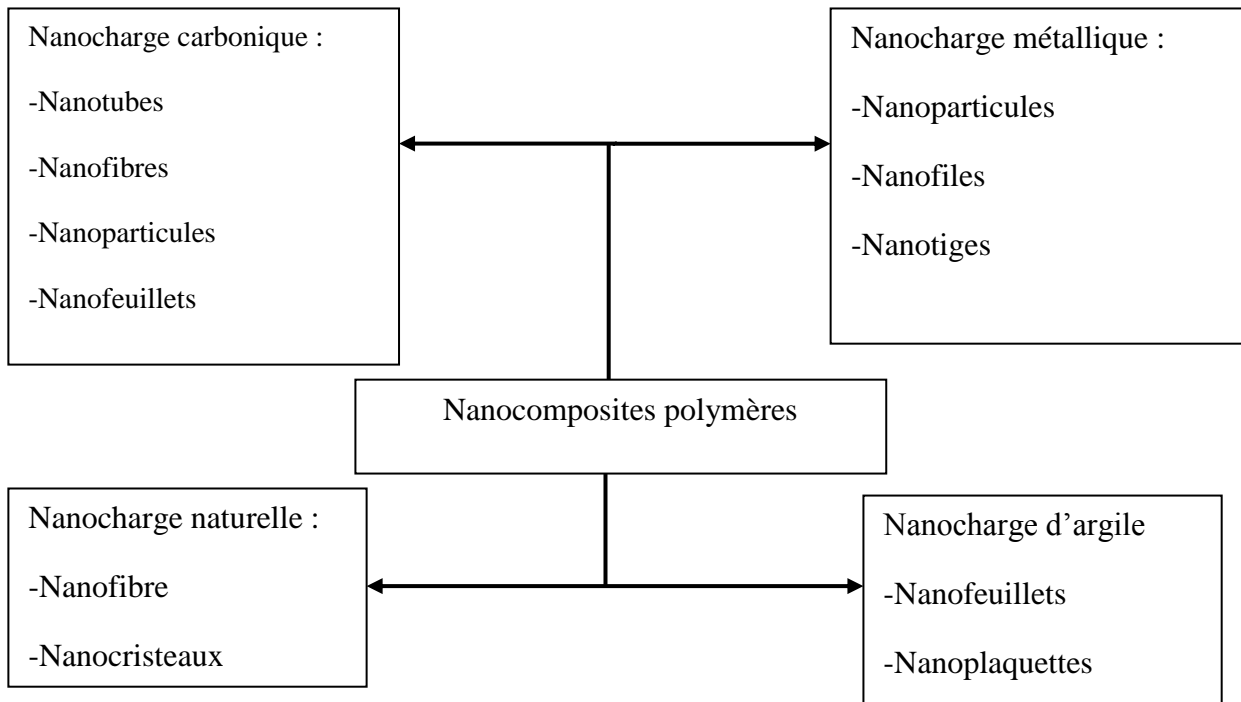
#### b. Nanocharge à deux dimensions nanométriques (nanofibres)

Sont des particules ayant deux dimensions de l'ordre du nanomètre. La troisième est beaucoup plus grande. L'ajout de ces derniers dans la matrice peut augmenter la viscosité du

polymère mais l'effet est moins prononcé que celui observé avec des fibres conventionnelles [53].

### c. Nanocharge à trois dimensions nanométriques ( nanoparticules)

Les trois dimensions de la particule sont de l'ordre du nanomètre. Il s'agit le plus souvent de particules de forme sphérique dont le diamètre est compris entre 30 et 150nm.



**Figure I. 19:** classification des nanocomposite suivant la forme de nanocharge.

### ii. Classification suivant la nature de la matrice

On peut appliquer la classification classique des composites suivant la nature de la matrice, dans l'ordre croissant de la température d'utilisation [54].

#### a. Les composites à matrice organique : Elles se subdivisent en deux groupes

Les matrices thermoplastiques et les matrices thermodurcissables; Ce type est aussi appelés composites à matrice polymère, peuvent être utilisés dans le domaine des températures ne dépassant pas 300°C.

**b. Les composites à matrice métallique :** sont développés grâce à la facilité et à la maîtrise des procédés de fabrication ainsi qu'à leur faible coût. Ils peuvent être utilisés jusqu'à 600°C [55].

**c. Les composites à matrice minérale ou céramique :** Ils sont utilisés pour des applications à plus haute température jusqu'à 1000°C, comme des oxydes, carbures ou nitrures.

## I. 6. 4. Procédés d'élaboration des nanocomposites polymère/charge

Les propriétés des nanocomposites dépendront du procédé de mise en œuvre utilisé. Plusieurs stratégies d'élaboration de ces matériaux peuvent être utilisées, les trois modes de mise en œuvre les plus communes sont : la polymérisation *in situ*, la voie solvant ou exfoliation-adsorption [56, 57] et la voie fondue.

### 1. La polymérisation in situ

Le processus de polymérisation *in situ* consiste en une étape d'initiation suivie d'une série d'étapes de polymérisation, qui aboutit à la formation d'un hybride entre les molécules de polymère et les nanoparticules [58]. Lors de la formation d'un mélange homogène, l'initiation de la réaction de polymérisation est effectuée par l'addition d'un initiateur adéquat, Une fois le mécanisme de polymérisation terminé, un nanocomposite est produit, qui se compose de molécules de polymère liées aux nanoparticules.

### 2. L'intercalation en solution

Cette méthode consiste à préparer d'une part le polymère matriciel dans son solvant adéquat et d'autre part une dispersion de matériau dans le même solvant. Ensuite, le tout est mélangé et par évaporation du solvant on obtient le nanocomposite. Cette méthode est très utilisée pour la fabrication de films et elle présente l'avantage d'utiliser le pouvoir de gonflement de l'argile, en présence d'un solvant, pour assurer une bonne dispersion des feuillets.

### 3. Préparation en phase fondue

Cette méthode ressemble à la méthode de mélangeage en solution déjà vue à la différence que le milieu dispersant possède une viscosité élevée. Pour favoriser les interactions polymère/renfort il s'avère nécessaire d'ajouter un agent comptabilisant qui peut être un copolymère à blocs, un polymère fonctionnel ou un polymère greffé. Le grand intérêt



de cette méthode est de s'affranchir de l'utilisation d'un solvant et de permettre l'utilisation des techniques de mise en œuvre traditionnelles des polymères. Cette méthode a la préférence du milieu industriel du fait de sa simplicité et sa rentabilité.

### **I. 6. 5. Propriétés des nanocomposites**

Après la mise en œuvre et l'obtention d'un nanocomposite, les propriétés de ce nouveau matériau sont améliorées par rapport au polymère pur ; pour un nanocomposite polymère /charge les propriétés sont variées et sont présentées dans ce paragraphe.

#### Les propriétés mécaniques

L'ajout de la diatomite dans une matrice polymère permet généralement d'améliorer les propriétés mécaniques telle que la dureté, et en particulier le module de Young et la contrainte à la rupture d'un matériau qui varie fortement selon la nature des interactions diatomite / matrice.

#### Stabilité thermique :

Le renforcement de la stabilité thermique par l'ajout de la diatomite peut s'expliquer par un effet isolant de la part des feuillettes de la diatomite, mais aussi par un effet barrière au transport des produits volatils générés lors de la décomposition du matériau.

#### Réduction de l'inflammabilité :

L'introduction de nanocharges dans une matrice polymère retarde aussi sa dégradation par le feu et permet simultanément la formation d'une couche superficielle carbonisée [59, 60].

#### Le comportement au feu :

Le comportement au feu est analysé en utilisant le calorimètre à cône 112celui-ci permet de simuler les conditions d'un feu et de mesurer différents paramètres: chaleur de combustion, nature et quantité de gaz dégagés, perte en masse, etc.

#### Autres propriétés :

Parmi les autres propriétés des nanocomposites, on peut également citer les propriétés électriques et optiques, propriétés catalytiques, propriétés rhéologique.

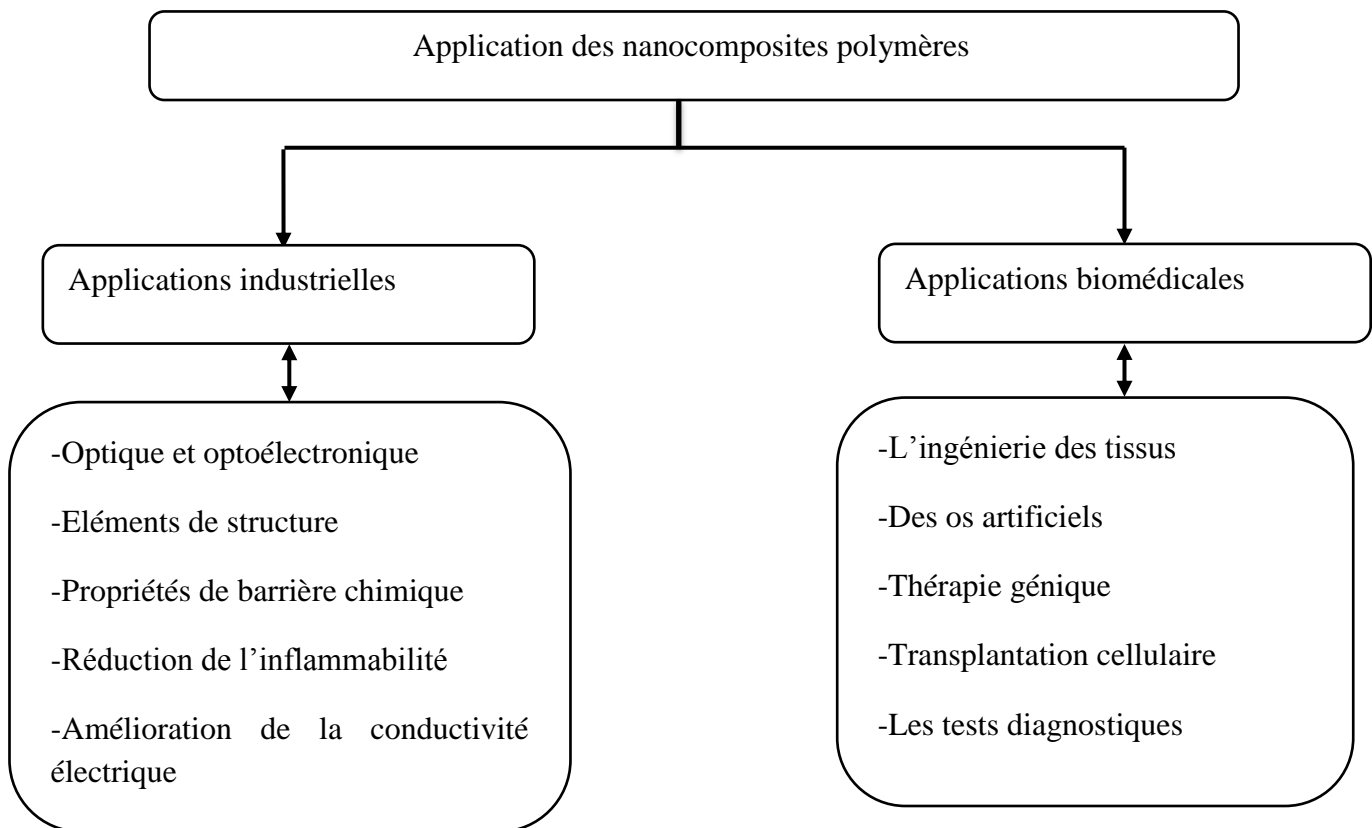
### I. 7. L'objectif d'incorporation d'un nano-objet dans un polymère

Les matériaux polymères offrent une facilité de conversion qui est utilisée dans tous les secteurs industriels; Cependant, ses propriétés sont relativement faibles, il est nécessaire de l'améliorer en ce qui concerne l'ajout d'un objet et cela permet le transfert de ses propriétés de base au matériau et lui confère des propriétés spécifiques telles que des propriétés magnétiques ou électriques et il est préférable de fusionner un objet aux dimensions nanométriques au lieu d'un objet aux dimensions microscopiques

Une explication régulièrement avancée est la surface spécifique des nanoparticules par rapport aux particules micrométriques conventionnelles.

### I. 8. Application des nanocomposite polymère

Dans ce paragraphe, nous allons nous focaliser sur quelques usages actuels des nanocomposites, c'est à dire de matrices polymères chargées par des nanoparticules. Ces matériaux permettent en effet aujourd'hui d'envisager de nombreuses applications dans des domaines très variés [61 ; 62]



**Figure I. 20:** les différentes applications des nanocomposites.

## I. 9. Composites à base polyaniline

La polyaniline fait partie des polymères conducteurs intrinsèques ; elle est fortement plus étudiée du fait de sa stabilité thermique, de ces propriétés redox intéressantes, de sa facilité d'élaboration avec un coût relativement bas de son monomère et de ses propriétés de conduction électronique élevées [63-67]. Elle possède un énorme potentiel d'applications [68-72].

Parmi les travaux menés par les chercheurs sur les composites à base polyaniline figurent les suivants :

▪ *Préparation de la composite cellulose/polyaniline conducteur par Z.I.MO et al [73] :*

Une série des composites conducteurs cellulose / polyaniline a été synthétisé par oxydation chimique de l'aniline sur la surface de la cellulose native (poudre) activée par différents acides. La structure chimique et la morphologie des composites ont été examinées par l'analyse FTIR, MET, ATG. Ils ont trouvé que :

Les composites préparées en utilisant les acides dibasiques sont plus conducteurs que les composites préparées en utilisant les acides monobasiques.

- l'augmentation du temps d'activation augment la quantité de PANI mais la conductivité présent un seul cette diminution set causé par l'agrégation de particules PANI.
- l'augmentation du temps d'activation correspond à l'augmentation de la quantité de PANI, mais la conductivité apparaît comme un groupe, et cela est dû à l'assemblage des particules manquantes de PANI.
- l'augmentation de la quantité de monomère de l'aniline conduit à l'augmentation de la conductivité électrique.
- la cellulose est activée par les acides et cela conduit à l'amélioration de l'accessibilité et la réactivité des groupes OH.
- Les composites PANI/ cellulose sont stables par rapport a la cellulose pur.

Ce travail a fourni ainsi une méthode facile pour synthétisé un composite de cellulose polyaniline / cellulose ayant une excellente conductivité.

▪ **Préparation des composites à base polyaniline conducteur / pouzzolane [74]:**

Préparations des composites à base polyaniline et le matériau pouzzolane naturelle issue des gisements de BOUHAMIDI de la région de Béni —Saf de l'Ouest algérien elle se fait principalement par l'oxydation chimique de l'aniline en milieu aqueux sur la surface de la pouzzolane ; les composites obtenues sont ainsi analysés par la spectroscopie FTIR ; la diffraction des rayons X ; MEB ; ATG ...

Ils ont trouvé que :

- Le rendement augmente quand le taux de charge de pouzzolane augmente.
- L'ajout d'une charge pouzzolanique améliore le pouvoir adsorbant du composite.
- La fixation de la pouzzolane dans les mésopores de la polyaniline.
- L'incorporation de la charge pouzzolanique au sein de la matrice permet de modifier la stabilité thermique de la composite.
- Les resultat de l' analyse DRX montre la formation d'un composite PANI-Pouzzolane l'nterieure de la sructure poreuse de pouzzolane

**I. 10. Nanocomposites à base diatomite**

• **Nanocomposite carbone / diatomite [75]**

Différentes quantités de la diatomite sont mélangées avec le charbon (dérivé de bois) et sont soumis à un traitement thermique sous atmosphère ; après une heure un traitement chimique par l'acide chlorhydrique et lavage avec l'eau distillée; les échantillons sont séchées pendant 24 h à 110°C.

Les résultats obtenues montrent que :

- Les composites carbone / diatomite présentaient une structure poreuse bimodale et interconnectée.
  - l'adsorption sur les composites carbone / diatomite beaucoup plus rapide.
- **Composite Polyacrylamide/diatomite (PAA-D)[76]**

Un nouvel adsorbant composite avec des structures multifonctionnelles et respectueuses de l'environnement à base de diatomite. Dans cette recherche, le composite Polyacrylamide-diatomite (PAA-D) a été préparé et utilisé comme adsorbant pour l'élimination efficace des ions uranyles de la solution aqueuse. Des expériences par lots ont été réalisées en fonction du pH de la solution, de la concentration initiale, de la cinétique, de

la thermodynamique et de la récupération ; Par de nombreuses analyses, les propriétés chimiques et morphologiques du composé PAA-D ont été étudiées

Les résultats obtenus montrent que :

- L'adsorbant PAA-D peut être à faible coût, efficace et également performant d'une capacité d'adsorption élevée considérable
- Les données cinétiques ont été mieux interprétées par un modèle de pseudo deuxième ordre.
- Les paramètres des thermodynamiques ont montré que le processus d'adsorption était exothermique, spontané et avec un désordre accru à l'interface solide / solution.
- Les études de récupération ont montré que le composite PAA-D avait de bonnes performances d'adsorption / désorption
- *préparations des composites diatomite /TiO<sub>2</sub> [77].*

Ont préparé le composite diatomite-TiO<sub>2</sub> en vue de son application dans la photo dégradation du bisphénol-A dans l'eau. Ils ont trouvé que l'activité photocatalytique dans la dégradation du bisphénol -A par le composite diatomite-TiO<sub>2</sub> est mieux que celle par le TiO<sub>2</sub> pur à cause du nombre de sites actifs élevé. Ceci permet une grande adsorption du bisphénol-A sur le composite diatomite-TiO<sub>2</sub>. [78]

## Références Bibliographique

- [1] MacDiarmid, A. G. "Synthetic metals": a novel role for organic polymers (Nobel lecture). *Angewandte Chemie International Edition*, 40(14), 2581-2590. (2001).
- [2] Tsai, W. T., Lai, C. W., & Hsien, K. J. Characterization and adsorption properties of diatomaceous earth modified by hydrofluoric acid etching. *Journal of Colloid and Interface Science*, 297(2), 749-754. (2006)
- [3] Voorn, D. J, Polymer / platelet nanocomposite particles, thèse de doctorat, Université des technologies Eindhoven, (2006),
- [4] Benchabane, A. Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles-polymères: Effets de l'ajout de polymères Université Louis Pasteur – Strasbourg, Thèse de doctorat (2006).
- [5] Shirakawa, H., Louis, E. J., MacDiarmid, A. G., Chiang, C. K., & Heeger, A. J. Synthesis of electrically conducting organic polymers: halogen derivatives of polyacetylene, (CH)<sub>x</sub>. *Journal of the Chemical Society, Chemical Communications*, (16), 578-580. (1977).
- [6] Genies, E. M., Boyle, A., Lapkowski, M., & Tsintavis, C. Polyaniline: a historical survey. *Synthetic metals*, 36(2), 139-182. (1990).
- [7] Kang E.T, Neoh K.G, Tan K.L, Polyaniline: a polymer with many interesting intrinsic redox states, *Polymer Sciences* 23 p.277-324 (1998)
- [8] Nicolas-Debarnot, D., & Poncin-Epaillard, F. Polyaniline as a new sensitive layer for gas sensors. *Analytica chimica acta*, 475(1-2), 1-15. (2003).
- [9] Macdiarmid, A. G., Chiang, J. C., Halpern, M., Huang, W. S., Mu, S. L., Nanaxakkara, L. D. & Yaniger, S. I. "Polyaniline": interconversion of metallic and insulating forms. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 121(1-4), 173-180. (1985).
- [10] Epstein, A. J., Ginder, J. M., Zuo, F., Woo, H. S., Tanner, D. B., Richter, A. F., ... & MacDiarmid, A. G. Insulator-to-metal transition in polyaniline: Effect of protonation in emeraldine. *Synthetic Metals*, 21(1-3), 63-70. (1987).

- [11] Huang, W.S, MacDiarmid, A. G. Optical properties of polyaniline. *Polymer*, 34(9), 1833-1845. (1993).
- [12] Rao P.S, Subrahmanya, S., and Sathyanarayana, D.N., Inverse emulsion polymerization: a new route for the synthesis of conducting polyaniline. *Synthetic Metals*, 128(3): p. 311-316. 2002.
- [13] Kim Y., Fukai, S., and Kobayashi, N., Photo polymerization of aniline derivatives in solid state and its application. *Synthetic Metals*, 119(1-3): p. 337-338. 2001.
- [14] Inoue, M., Brown, F., Muñoz, I. C., & Muñoz, F. O. Polymerization of anilines by the use of copper (II) perchlorate as an oxidative coupling agent. *Polymer bulletin*, 26(4), 403-408. (1991).
- [15] Genies, E. M., Boyle, A., Lapkowski, M., & Tsintavis, C. Polyaniline: a historical survey. *Synthetic metals*, 36(2), 139-182. (1990).
- [16] Armes, S. P., & Miller, J. F. (1988). Optimum reaction conditions for the polymerization of aniline in aqueous solution by ammonium persulphate. *Synthetic Metals*, 22(4), 385-393. (1988).
- [17] Genies, E. M., Boyle, A., Lapkowski, M., & Tsintavis, C. Polyaniline: a historical survey. *Synthetic metals*, 36(2), 139-182. (1990).
- [18] Zhang, X. X., Sadighi, J. P., Mackewitz, T. W., & Buchwald, S. LEfficient synthesis of well-defined, high molecular weight, and processible polyanilines under mild conditions via palladium-catalyzed amination. *Journal of the American Chemical Society*, 122(31), 7606-7607.(2000).
- [19] Champagne, A. Synthèse et caractérisation de nouveaux matériaux dérivés de la polyaniline. (2011).
- [20] Alan G. MacDiarmid, "Synthetic Metals": A Novel Role for Organic Polymers (Nobel Lecture). *Angewandte Chemie International Edition*, 40(14): p. 2581-2590. 2001.
- [21] Aoki, K., Chen, J., Ke, Q., Armes, S. P., & Randall, D. P. Redox reactions of polyaniline-coated latex suspensions. *Langmuir*, 19(13), 5511-5516. (2003).
- [22] BOUZIANE .M, Élaboration d'un composite polyaniline/polystyrène destiné à l'emballage antistatique p 13 ; thèse de doctorat 2015

- [23] Zotti, G., Cattarin, S., and Comisso, N., Cyclic potential sweep electropolymerization of aniline: The role of anions in the polymerization mechanism. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 239, p. 387-396. 1988.
- [24] Breitenbach, M. and Heckner, K.-H., Elektrochemische Untersuchungen der Bildungseigenschaften von Polyanilinfilmen auf Platin- und Kohle-Elektroden. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 1973, 43, p. 267-286.
- [25] Kang E.T, Neoh K.G, Tan K.L, Polyaniline: a polymer with many interesting intrinsic redox states, *Polymer Sciences* 23 p.277-324(1998)
- [26] Aoki, K., Chen, J., Ke, Q., Armes, S. P., & Randall, D. P. (2003). Redox reactions of polyaniline-coated latex suspensions. *Langmuir*, 19(13), 5511-5516. (2003).
- [27] Wessling, B. Polyaniline on the metallic side of the insulator-to-metal transition due to dispersion: the basis for successful nano-technology and industrial applications of organic metals. *Synthetic metals*, 102(1-3), 1396-1399. (1999).
- [28] Kudoh, Y., Akami, K., & Matsuya, Y. Properties of chemically prepared polypyrrole with an aqueous solution containing Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, a sulfonic surfactant and a phenol derivative. *Synthetic metals*, 95(3), 191-196. (1998).
- [29] Zheng, W., Angelopoulos, A. Ray, M., Epstein, A. J., & MacDiarmid, A. G. Experimental evidence for hydrogen bonding in polyaniline: mechanism of aggregate formation and dependency on oxidation state. *Macromolecules*, 30(10), 2953-2955. (1997).
- [30] Inoue, M., Navarro, R. E., & Inoue, M. B. New soluble polyaniline: synthesis, electrical properties and solution electronic spectrum. *Synthetic metals*, 30(2), 199-207. (1989).
- [31] Mohilner, D. M., Adams, R. N., Argersinger W.J. Investigation of the kinetics and mechanism of the anodic oxidation of aniline in aqueous sulfuric acid solution at a platinum electrode. *Journal of the American Chemical Society*, 84(19), 3618-3622. (1962).
- [32] Hadjar, H., Hamdi, B., Jaber, M., Brendlé, J., Kessaissia, Z., Balard, H., & Donnet, J. B. Elaboration and characterisation of new mesoporous materials from diatomite and charcoal. *Microporous and Mesoporous Materials*, 107(3), 219-226. (2008).



- [33] Bloodworth, ADAC Manning Introduction to Industrial Minerals. Chapman & Hall, London, 276 pp. *Clay Minerals*, 30(3), 267-268. (1995).
- [34] Kawamoto, M., Murakami, T., Hanao, M., Kikuchi, H., & Watanabe, T. Mould powder consumption of continuous casting operations. *Ironmaking & steelmaking*, 29(3), 199-202. (2002).
- [35] Goren R., Baykara T, Marsoglu M. Effects of purification and heat treatment on pore structure and composition of diatomite. *British Ceramic Transactions*, 101:177-180 2002.
- [36] Vasconcelos, P. V., Labrincha, J. A., & Ferreira, J. M. F. Permeability of diatomite layers processed by different colloidal techniques. *Journal of the European Ceramic Society*, 20(2), 201-207. (2000).
- [37] CHERRAK R. *Valorisation d'un catalyseur nanocomposite et son application dans la dégradation photocatalytique des pollutions organiques*, Université de Mostaganem-Abdelhamid Ibn Badis). Thèse de doctorat. 2019.
- [38] Hui Hua Peng, Jie Chen, De Yi Jiang , Min Li , Li Feng, Dusan Losic , Fan Dong , Yu Xin Zhang Synergistic effect of manganese dioxide and diatomite for fast decolonization and high removal capacity of methyl orange 484 ,1–9 *Journal of Colloid and Interface Science*. (2016)
- [39] BELMEHDI N. Elimination du phosphore sous la forme des phosphates Par adsorption sur la diatomite brute et diatomite modifiée au fer- FHMD p11.2014 -2015
- [40] Mansour, B., Moissette, P., Noël, D., & Rouchy, J. M. L'enregistrement par les associations de diatomées des environnements messiniens: l'exemple de la coupe de Sig (Bassin du Chélif-Algérie). *Geobios*, 28(3), 261-279. (1995).
- [41] Entreprise nationale des produits miniers non –ferreux et des substances utiles groupes ENOF;SIG octobre 2008.
- [42] Mirjalili, F. Effect of filler on flexural properties and scanning electron microscopic analysis of fractured surfaces of nanocomposites. In *International Conference on Innovations in Chemical Engineering and Medical Sciences* (pp. 26-27). (2012).

- [43] Morel, F. Compréhension des phénomènes interfaciaux dans les composites à base de charges carbonate de calcium précipité: influence du traitement de surface et du procédé de mise en œuvre .Thèse de doctorat (2010).
- [44] AMBID M. "Evaluation de nanocomposites polypropylène/silicate pour l'isolation électrique : Etude des phénomènes de polarisation, de conduction et des propriétés optiques". Thèse de doctorat. Université de Toulouse III, 178 P. (2007).
- [45] Perez, N. A "Etude calorimétrique et diélectrique de nanocomposites silicones". Thèse de doctorat. Grenoble: INPG. 199 P, France, (2008).
- [46] BIZET S. "Nanomatériaux hybrides organique/inorganique par copolymérisation de polysilsesquioxanes polyédriques(POSSTM) avec des monomères méthacrylates". Thèse de doctorat. Lyon: INSA de Lyon, 351 P. (2004),
- [47] DJEBLOUN, Y. *Etude de la rupture en mode I d'ouverture des matériaux composites* Thèse de doctorat Université Mohamed Khider Biskra). (2004).
- [48] Okada A, Usoki A. , Macromolecular. Materails and Engineering 291, p1449-1476 (2006).
- [49] Fornes, T. D., Yoon, P. J., Hunter, D. L., Keskkula, H., & Paul, D. R. Effect of organoclay structure on nylon 6 nanocomposite morphology and properties. *Polymer*, 43(22), 5915-5933. (2002).
- [50] DOMENECH T: Structure et propriétés de nanocomposites PP/Argile lamellaire préparés par mélange à l'état fondu Thèse de Doctorat (2012)
- [51] [Archive.nrc-cnrc.gc.ca/fra/idp/imi/recherche/nanocomposites-polymeres.html](http://Archive.nrc-cnrc.gc.ca/fra/idp/imi/recherche/nanocomposites-polymeres.html), 15-04-2020
- [52] ANDRES PEREZ. N. " Etude calorimétrique et diélectrique de nanocomposites silicones". Thèse de doctorat. Grenoble: INPG. France, 199 P (2008).
- [53] AMBID M." Evaluation de nanocomposites polypropylène/silicate pour l'isolation électrique : Etude des phénomènes de polarisation, de conduction et des propriétés optiques". 178 P. Thèse de doctorat. Toulouse: Université de Toulouse III, (2007),
- [54] Illaïk A. "Synthèse et caractérisation de nanocomposites polymères/hydroxydes doubles lamellaires (HDL)" 167 p.Thèse de doctorat. Université Blaise Pascal.France, (2008),

- [55] Mitsubishi K, Kawasaki H. "Fillers, surface modification". [CDROM]. Polymeric materials encyclopedia, New York, CRC press, (1996).
- [56] Ahmadi S. J, Huang Y. D et LI W, « Synthetic Routes, Properties and Future Applications of Polymer-Layered Silicate Nanocomposites », *Journal of Materials Science*, Vol. 39, p 1919-1925, (2004).
- [57] Zeng Q. H, YU A. B, LU G. Q et Paul D.R, « Clay - Based Polymer Nanocomposites: Research and Commercial Development », *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 5, p 1574-1592, (2005).
- [58] HIBON S. Elaboration de formulation polyuréthane/nanocharges minérales : Influence des charges sur la synthèse des prépolymères et sur les propriétés des produits finaux. Thèse de Doctorat. Lyon : Institut National des Sciences Appliquées, p201 ,2006.
- [59] Fischer, H. Polymer nanocomposites: from Fundamentals research to specific applications. *Materials Science and Engineering: C*. 23(6-8) 763–772(2003).
- [60] Porter, D., Metcalfe, E., Thomas, MJK. Nanocomposite fire retardants-a review. *Fire and Materials*, 24(1) 45–52. (2000).
- [61] Sanchez, C., Julian, B., Belleville, P., Popall, M. Applications of hybrid organic inorganic nanocomposites. *Journal of Materials Chemistry*.15(35-36) 3559– 3592(2005)
- [62] KICKELBICK, G. Hybrid materials: synthesis, characterization, and applications. Wileyvch Weinheim, Germany. books.google.com (2007).
- [63] Huang, J., Virji, S., Weiller, B. H., & Kaner, R. B. Nanostructured polyaniline sensors. *Chemistry—A European Journal*, 10(6), 1314-1319. (2004).
- [64] Huang, J., Virji, S., Weiller, B. H., & Kaner, R. B. Nanostructured polyaniline sensors. *Chemistry—A European Journal*, 10(6), 1314-1319. (2004).
- [65] Liu H, Kameoka J, Czaplowski D.A , Craighead H.G., *Lett.*4, Realization of a polymer nanowire optical transducer by using the nanoimprint technique p. 671-675 (2004).
- [66] Kukla, A. L., Shirshov, Y. M., Piletsky, S. A. Ammonia sensors based on sensitive polyaniline films. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 37(3), 135-140. (1996).
- [67] Agbor, N. E., Petty, M. C., & Monkman, A. P. Polyaniline thin films for gas sensing. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 28(3), 173-179. (1995).

- [68] Cho, M. S., Park, S. Y., Hwang, J. Y., & Choi, H. J. Synthesis and electrical properties of polymer composites with polyaniline nanoparticles. *Materials Science and Engineering: C*, 24(1-2), 15-18. (2004).
- [69] Skotheim T. J, Elsenbaumer R. L, Reynolds J. R. , *Handbook of Conducting Polymers2*, Ed Marcel Dekker, New York, Journal of Polymer Chemistry, p.1097 (1998).
- [70] Nicolas-Debarnot, D., & Poncin-Epaillard, F. Polyaniline as a new sensitive layer for gas sensors. *Analytica chimica acta*, 475(1-2), 1-15. (2003).
- [71] Nakajima T, Kawagoe T, *Synth Mett*, Effect on Poly(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub>) Emeraldine Salt by FeCl<sub>3</sub> and KMnO<sub>4</sub> as Secondary Dopants. American journal of Polymer science and engineering. 28, p.629-638 (1989).
- [72] Graupner. W ; Roth. S; *IndistialSci .Forum.122*, p.229 (1993)
- [73] Mo, Z. L., Zhao, Z. L., Chen, H., Niu, G. P., & Shi, H. F. Heterogeneous preparation of cellulose–polyaniline conductive composites with cellulose activated by acids and its electrical properties. *Carbohydrate Polymers*, 75(4), 660-664. (2009).
- [74] Soumya B, Fatiha D, Elaboration et caractérisation de composites polyaniline/matrice naturelle, Centre universitaire belhadj bouchaib d'ain temouchent Mémoire de Master (2018).
- [75] Hadjar H, Hamdi, B., & Ania, C. O. Adsorption of p-cresol on novel diatomite/carbon composites. *Journal of hazardous materials*, 188(1-3), 304-310. (2011).
- [76] Şenol, Z. M., Arslan, D. Ş., & Şimşek, S Preparation and characterization of a novel diatomite-based composite and investigation of its adsorption properties for uranyl ions. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 321(3), 791-803. . (2019).
- [77] Radjai, M. Elimination des colorants de synthèse par adsorption sur des matériaux mésoporeux, page20 ; UNIVERSITE FERHAT ABBAS–SETIF 1 UFAS(ALGERIE)\_Thèse de doctorat 2018.
- [78] Hsien, K. J., Tsai, W. T., & Su, T. Y. Preparation of diatomite–TiO<sub>2</sub> composite for photodegradation of bisphenol-A in water. *Journal of sol-gel science and technology*, 51(1), 63-69 (2009).

# **Chapitre II**

## **Méthodes et matériaux**

L'objectif de ce chapitre est de présenter les matériaux qui ont été utilisés pour la réalisation des composites à base d'une matrice de la polyaniline et la charge de la diatomite. Il décrit également les méthodes de caractérisation des matériaux à savoir : l'analyse chimique par fluorescence X, la diffraction de rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse thermogravimétrique ATG.

## II. 1. Méthodes

### II. 1. 1. Analyse chimique par fluorescence X

Les analyses chimiques permettent de connaître la composition du matériau [1]. Ces analyses ont pour objet la quantification des différents éléments présents dans un échantillon [2]. Ces éléments sont exprimés en pourcentage d'oxyde par rapport au poids de l'échantillon. L'analyse chimique a été réalisée par fluorescence X (FX). L'appareil utilisé est de type MagiXPRO spectrophotomètre Philips équipé au tube RX. La perte au feu PAF a été déterminée par traitement thermique à 1000 °C

### II. 1. 2. Diffraction de Rayons X (DRX)

La diffraction de rayons X (DRX) est une technique fondamentale pour l'étude des matériaux cristallins. L'application la plus importante en diffractométrie X est permise de vérifier les phases cristallines présentes dans un échantillon et sa structure cristalline [3].

La diffraction des rayons X nous permet donc d'étudier des matériaux constitués d'une multitude de cristaux d'orientation différente. Lorsque le faisceau de rayons X monochromatique irradie l'échantillon, les rayons sont diffractés dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires (hkl) (**Figure II.1**) [4] à chaque fois que la condition de Bragg est réalisée selon l'équation **II. 21** :

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \quad (\text{équation II.1})$$

Où

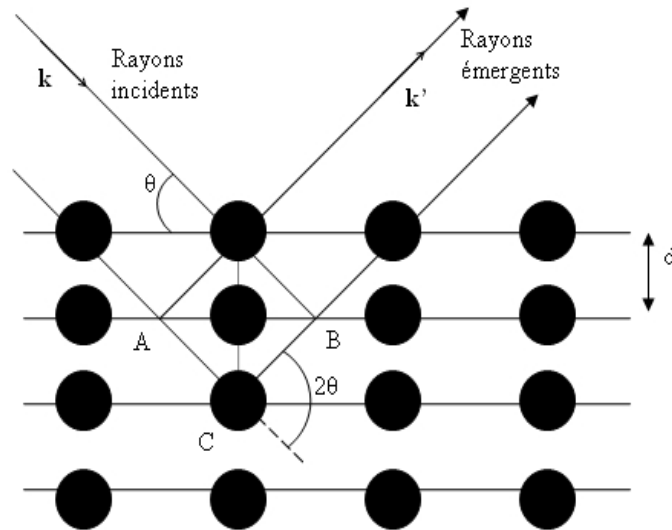
$d$  : est la distance inter-réticulaire séparant deux plans de même famille (h, k, l) ;

$n$  : l'ordre de la diffraction ;

$\lambda$  : la longueur d'onde du faisceau de rayons X ;

$\theta$  : l'angle de diffraction de rayons X.

Les analyses par DRX ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre de type Bruker AXS D8 en utilisant une anticathode en Cuivre ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ). Les données de DRX ont été collectées avec un balayage de  $2\theta=2^\circ-70^\circ$  avec un pas de  $0,02^\circ$  et avec un temps d'acquisition de 4 s.



**Figure II 1:** Représentation schématique de la Loi de Bragg.

## II. 1. 3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet l'observation de la morphologie d'un solide en utilisant le principe des interactions électron-matière. Elle est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un très fin faisceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée [5]. L'appareillage employé est de type Philips ESEM XL 30 FEG en balayant la surface d'un échantillon par un faisceau focalisé d'électrons accélérés à des tensions de 20kV.

**III. 1. 4. Analyse thermogravimétrique (ATG)**

L'analyse thermogravimétrique est une technique d'analyse thermique permettant de mesurer la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température et du temps. Elle permet d'évaluer la perte de masse lorsque le matériau se décompose, se déshydrate ou s'oxyde. Les expériences peuvent être réalisées sous atmosphère oxydante ou inerte.

Dans notre étude, l'analyse thermique ATG a été réalisée en utilisant un appareil de type Labsysevo dans l'intervalle de température 36-1100 °C.



## II. 2. Matériaux

Dans notre étude, la diatomite est utilisée comme charge inorganique pour la synthèse des composites PANI-diatomite. La diatomite est un produit naturel bien connu, c'est une roche de couleur blanche constituée principalement de la silice et des impuretés (composés organiques, sable, argile, carbonate de calcium et magnésium, sels,...) [6].

La diatomite utilisée dans ce travail est une poudre issue du gisement de Sig, ouest de l'Algérie, ce matériau sera désigné par DIS (**figure II.2**).



**Figure II 2:** Diatomite de Sig, DIS.

## II. 3. Caractérisations de DIS

Pour mieux comprendre l'étude sur la diatomite brute, nous montrons les propriétés et les caractéristiques de la diatomite en présentant:

- La composition chimique par fluorescence X;
- Les différentes phases cristallines par diffraction des rayons X;
- La variation de la masse en fonction de la température à travers l'analyse thermogravimétrique (ATG) ;
- La morphologie par microscopie Electronique à Balayage (MEB).

## II. 3.1 .Composition chimique

La composition chimique de la diatomite brute DIS a été déterminée par fluorescence X, quantifiée sous forme d'oxydes (**tableau II.1**). La diatomite brute DIS est essentiellement composée de la silice à 77,9 % et contient également des impuretés principalement la chaux CaO (5,82 %), et l'oxyde d'aluminium Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3,25 %). Les autres oxydes de fer, magnésium, potassium, titane et de sodium sont en très faibles proportions. La DIS est constituée d'une grande partie de silice donc elle est considérée comme une meilleure source naturelle de la silice. Pour la perte au feu, on remarque une faible teneur qui est due essentiellement à la légèreté de ce matériau.

**Tableau II 2:** Composition chimique de la diatomite brute déterminé par fluorescence X.

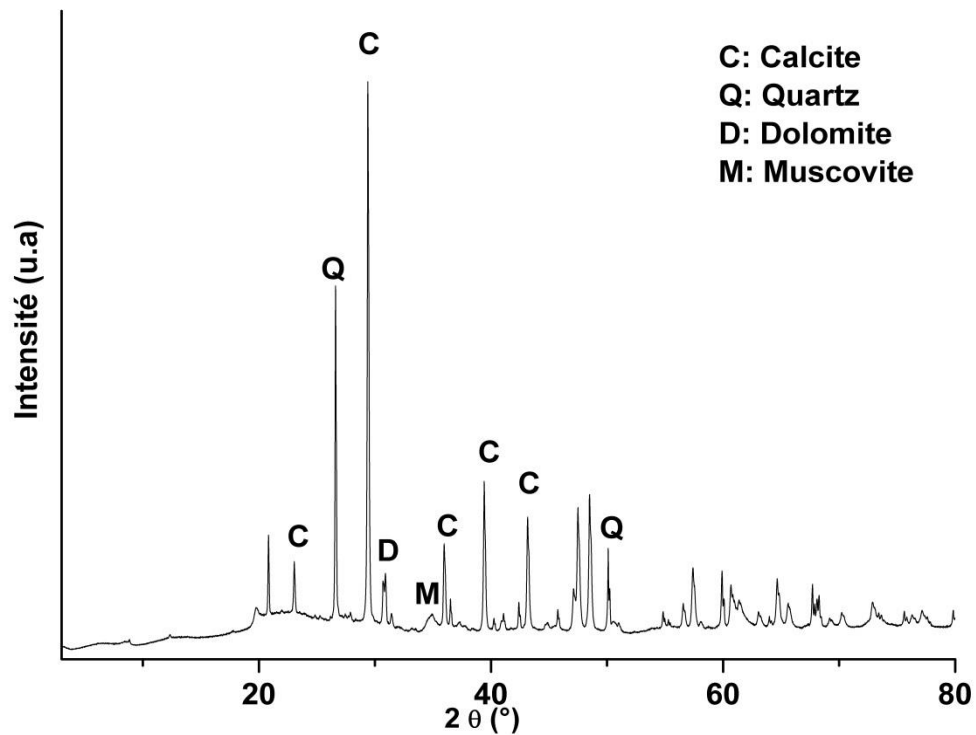
Oxyde	Pourcentage massique (%)
SiO <sub>2</sub>	77,9
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,25
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,27
TiO <sub>2</sub>	0,20
K <sub>2</sub> O	0,61
Na <sub>2</sub> O	0,25
CaO	5,82
MgO	1,09
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,13
PAF (perte au feu)	9,34

## II. 3.2. DRX

L'analyse par diffraction des rayons X nous permet d'identifier les différentes phases minéralogiques contenues dans la diatomite utilisée. La figure suivante représente l'analyse DRX de la diatomite brute de sig (**Figure II.3**).

Le diffractogramme de poudre de la diatomite brute DIS montre la présence le produit prédominant le Calcite avec le pic d'intensité le plus élevé à environ  $2\theta = 29^\circ$  ; de quartz situé à  $2\theta = 27^\circ$  ; de la muscovite et de la dolomite de pics moins intenses. Ces résultats

montrent aussi, la présence d'une structure amorphe dans une bande large entre  $2\theta = 12^\circ$  et  $20^\circ$  caractéristiques de la silice de la diatomite.



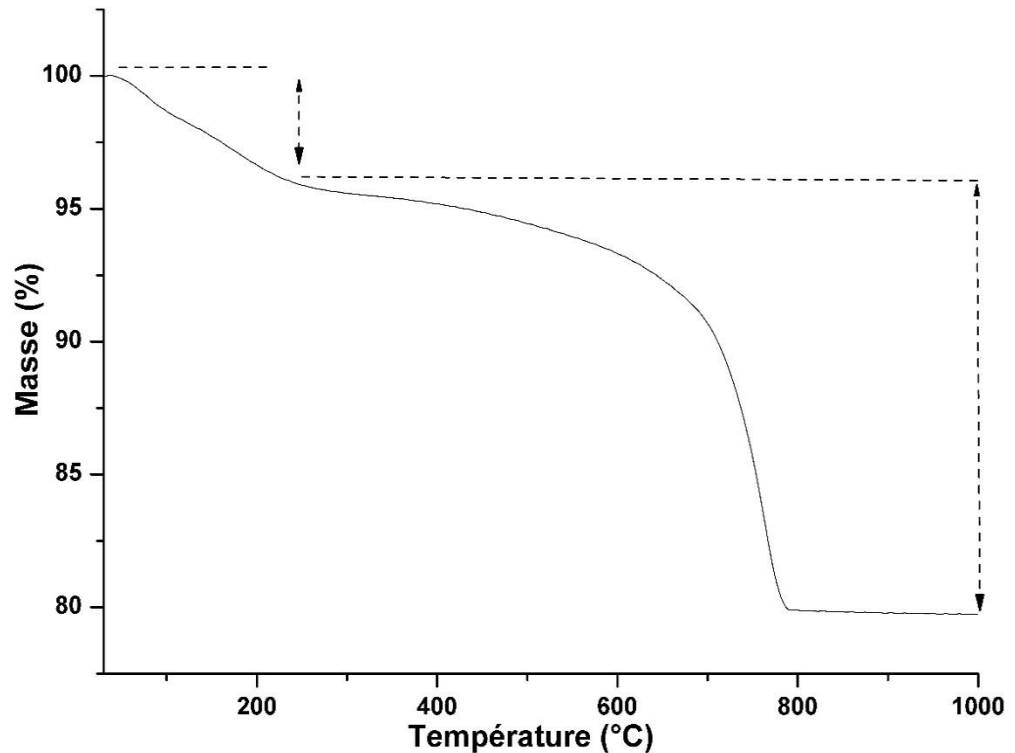
**Figure II 3:** Spectre DRX de la diatomite brute (DIS).

## II. 3.3. ATG

L'analyse thermogravimétrique consiste à suivre en continu la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température dans une gamme de température allant de  $30^\circ\text{C}$  à  $1000^\circ\text{C}$

Le thermogramme de la diatomite brute (**Figure II.4**), présente deux stades de décompositions différentes sur la gamme de température étudiée :

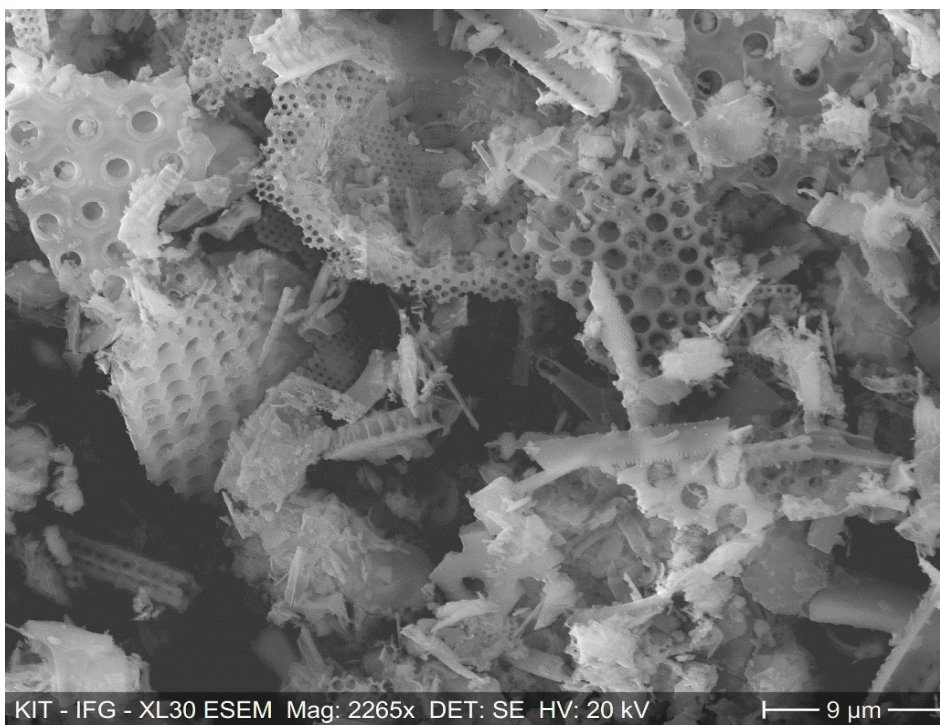
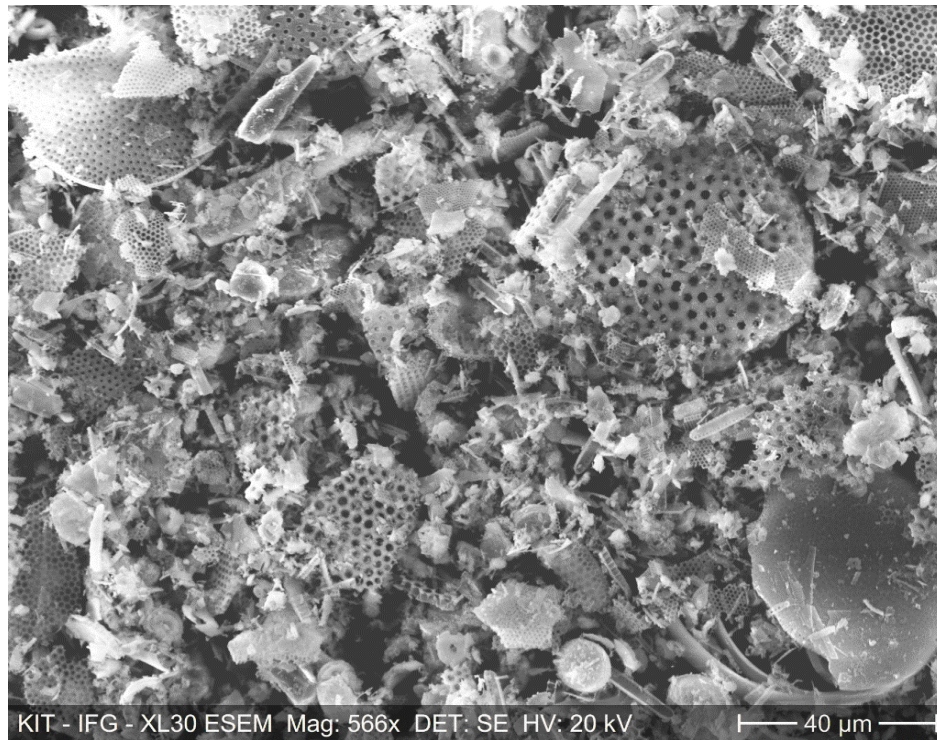
- Une première perte de masse entre 50 et 280 °C, environ 5% de la perte de masse ; ces pertes de masse sont dues au départ de l'eau physisorbée (déshydratation).
- Une seconde perte de masse, plus importante, se produit entre 280 et 800 °C, due à la décomposition des carbonates (calcite et dolomite) et déshydroxylation des groupement silanol lors de l'élévation de température.



**Figure II 4:** courbe thermogravimétrique de la diatomite brute DIS.

## II. 3.4. MEB

L'observation par microscope électronique à balayage de la diatomite brute est indiquée sur la (Figure II.5). La photo MEB révèle que la diatomite est entourée par des particules qui sont soit les résidus des diatomées ou d'autres particules considérées comme des impuretés. Les résultats obtenus avec différents agrandissements montrent que la structure du matériau est clairement très poreuse. Nous pouvons noter que les particules poreuses sont principalement en forme circulaire. La micrographie de la diatomite montre une structure poreuse et un grand volume poreux.



**Figure II 5:**Images MEB de DIS.

**Références bibliographiques**

- [1] BOULINGUI, J-E. Inventaire des Ressources en Argiles du Gabon et leurs Utilisations Conventionnelles ou non dans les régions de Libreville et de Tchibanga. Thèse de doctorat. Université de Lorraine ; 2015 ;
- [2] Zoulikha TALHA –Synthèse et étude de l’incorporation de l’aluminium sur différents matériaux méso poreux, Application à la Synthèse d’un biodiesel, Thèse de doctorat Université Ahmed ban balla Oran 1, 2018.
- [3] SARR M. M, Étude, synthèse et élaboration de nanocharges biphasées, nanotubes de carbone/diatomées pour l’amélioration des propriétés physiques de nanocomposites à matrice polymère. Thèse de doctorat. Université de Lorraine ; 2015 ;
- [4] LAHDIRI, Ouahiba et YEFSAH, SAÏD. Elaboration et caractérisation d’un matériau à base de zircone. 2013 université mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou ; mémoire de magister 2013.
- [5] SOUAKIR, Meriem. Élaboration et caractérisations des composites hybrides PEHD/fibres PET recyclés/montmorillonite organophile: étude des effets de la composition et du traitement de surface de la fibre *PET*. Thèse de doctorat ; 2018 ;
- [6] MERADI. H, ATOUI, L., BALASKA, A., *et al.* Contribution à la caractérisation d’une diatomite naturelle. 9ième Congrès de Mécanique, FS Semlalia, Marrakech du, 2009, vol. 21.

# **Chapitre III**

## **Synthèse et caractérisation des composites**

### III. 1. Introduction

Depuis quelques années, une nouvelle famille de polymère chargé est apparue, connue sous le nom de « composite » ; l'idée de départ consiste à incorporer des charges dans une matrice polymère. L'objectif de l'incorporation permis d'élargir leur domaine d'application. De ce point de vue, le but principal de notre projet est la combinaison de la polyaniline avec un matériau inorganique naturel qui est la diatomite de la région de « SIG ».

Notre méthodologie de travail comporte deux parties importantes :

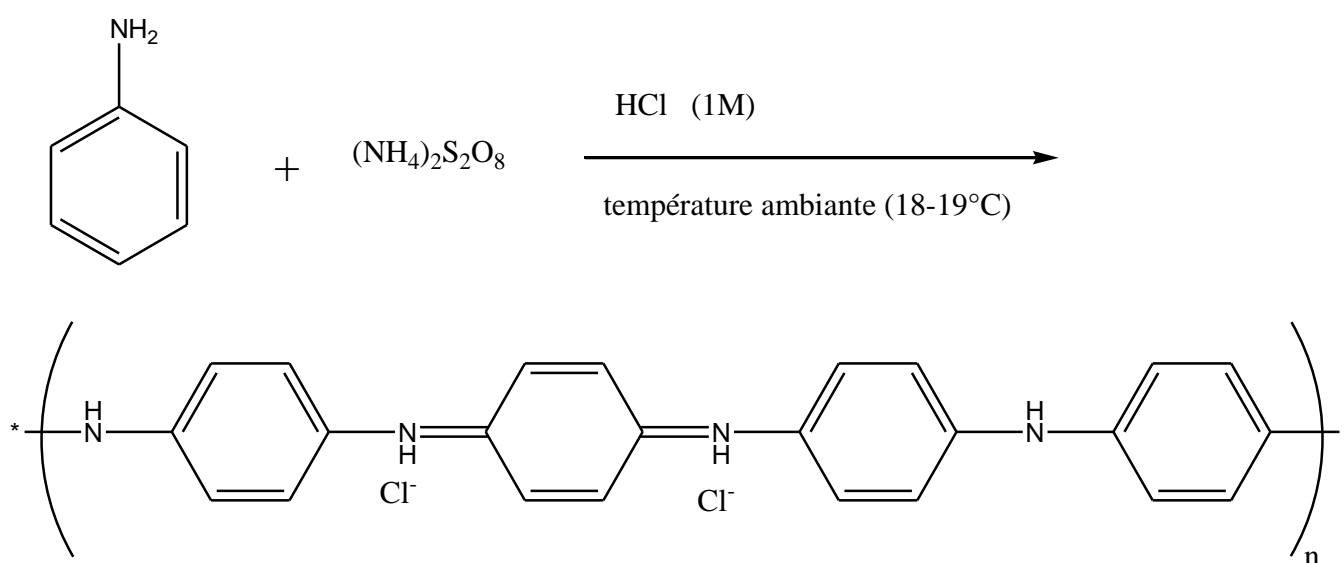
- ❖ La première représente la synthèse du polymère par la polymérisation in-situ et l'élaboration des nanocomposites à base de polymère conducteur la polyaniline et la charge « diatomite de SIG : DIS ».
- ❖ La seconde regroupe l'ensemble des techniques de caractérisation du produit synthétisé essentiellement par les analyses à savoir la Diffraction de rayons X, la microscopie MEB et l'analyse thermogravimétrique ATG.



### III. 2. Synthèse et caractérisations de la polyaniline

#### III. 2. 1 Synthèse

Dans un premier temps il faut que l'aniline commercial soit purifié par distillation simple. La polyaniline est synthétisée par polymérisation oxydative par voie chimique selon le protocole standard décrit par Marc Diarmid et al [1]. C'est l'oxydation chimique de l'aniline en milieu acide aqueux. Pour se faire, on fait réagir la solution A (contenant principalement 1g d'aniline dissout dans une solution d'acide HCl) dans une solution B contenant l'agent oxydant le persulfate d'ammonium  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  et une solution d'HCl (**Figure III .1**). La réaction de polymérisation s'effectue sous agitation magnétique à température ambiante pendant 21h avec un rapport molaire oxydant/monomère  $n_{\text{ox}}/n_{\text{an}}=1$ . La PANI obtenue, de couleur verdâtre est filtrée, lavée à l'eau distillée/l'éthanol et séchée à 50°C. **La figure III .2** résume le protocole de synthèse de la polyaniline.



**Figure III. 1:** Schéma réactionnel de la synthèse de polyaniline.

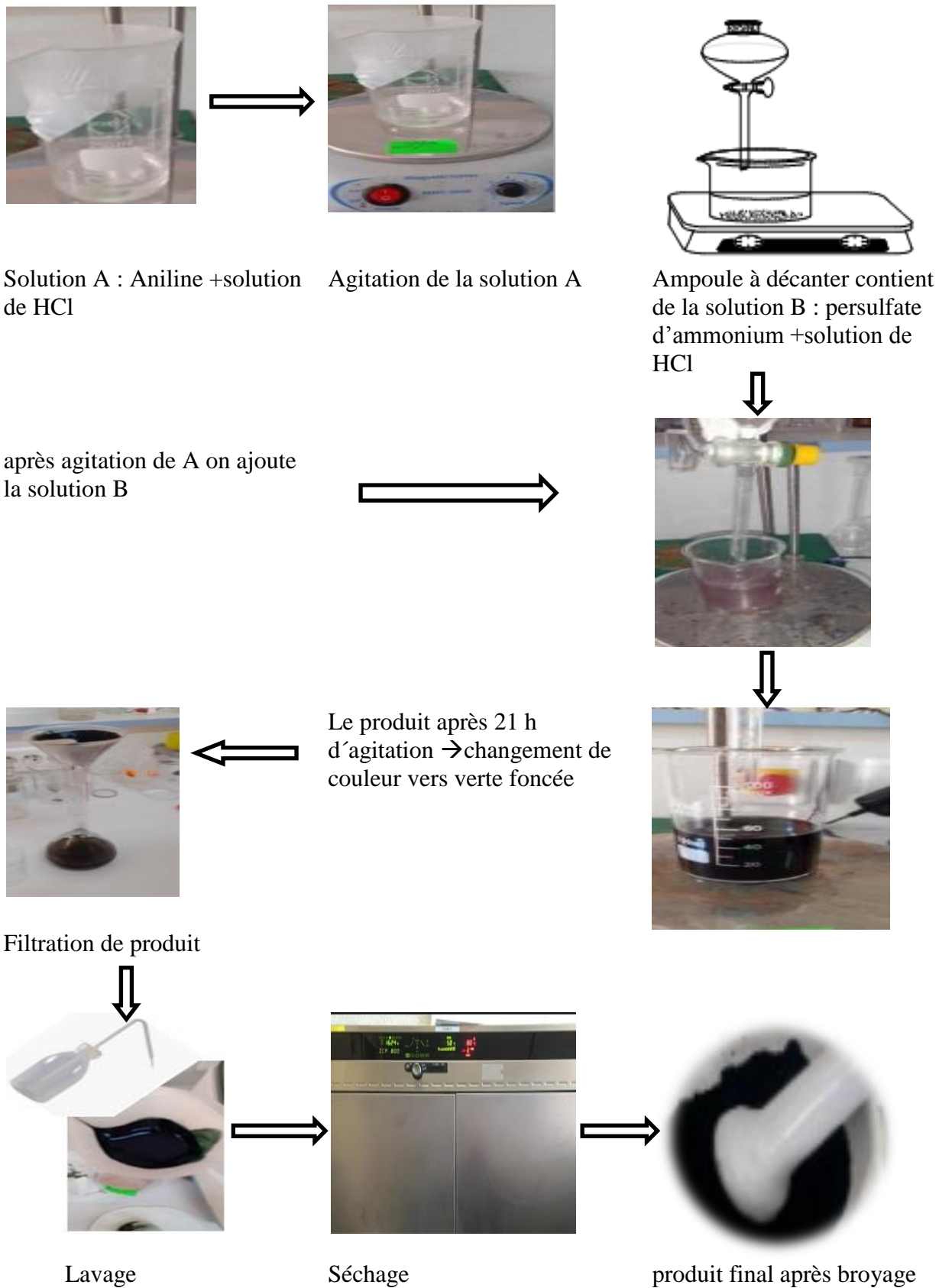
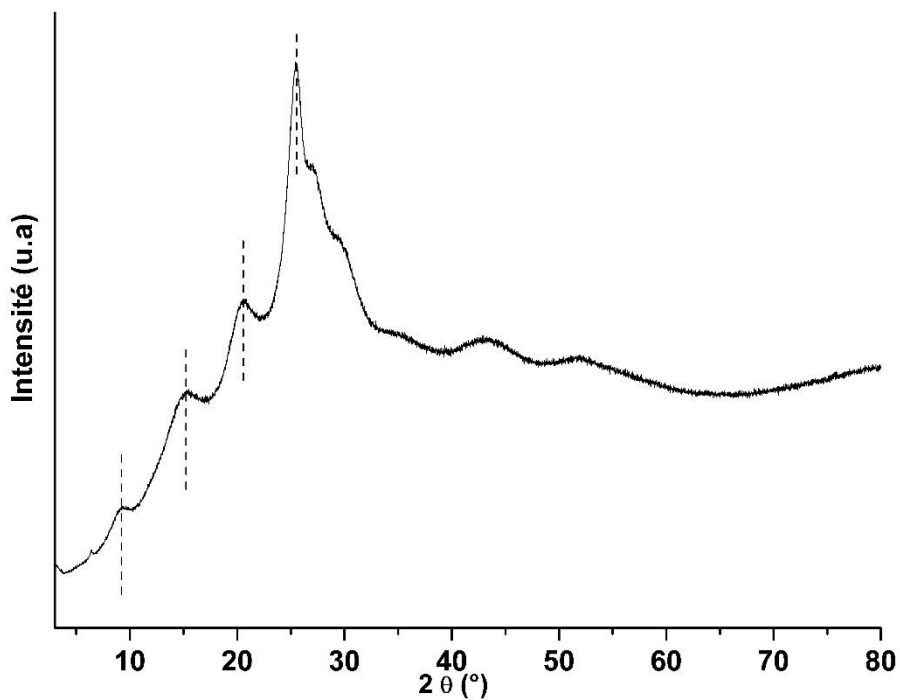


Figure III. 2: Différentes étapes pour la synthèse de la polyaniline.

### III. 2. 2. Caractérisations de polyaniline

#### III.2. 2.1 Diffraction des rayons X (DRX)

Le diffractogramme de la PANI (**Figure III.3** ) présente une succession de pics se situe à  $2\theta = 9,2$  ;  $15,3$ ;  $20,6$  et  $25,4$  caractéristiques de la polyaniline semi-cristalline reporté dans la littérature [2-3].



**Figure III. 3:** Diffractogramme DRX de la PANI.

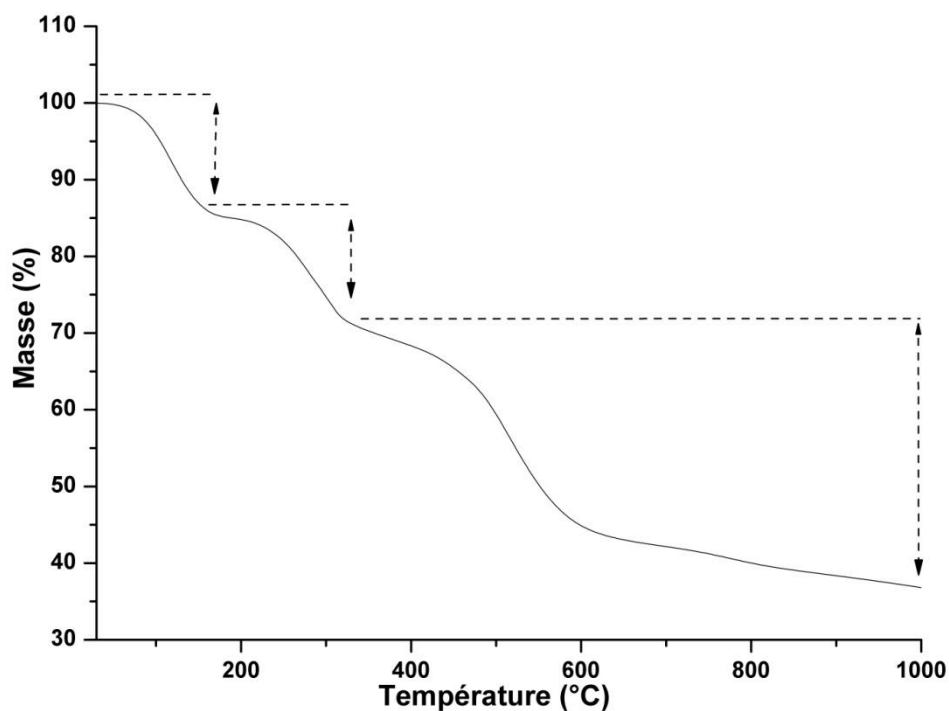
#### III.2. 2.2 Analyse thermogravimétrique ATG

L'étude de la dégradation thermique a montré que la PANI a des pertes de masse en trois zones :

La première perte de masse est située à une température  $<180^{\circ}\text{C}$  attribuée au départ des molécules d'eau et le solvant de lavage résiduel (éthanol).

La seconde perte de masse est située dans l'intervalle 180-330 °C est due au départ de l'acide dopant HCl liée à une perte de l'eau des constituons (de la matrice PANI) et des oligomères.

Enfin, on observe une troisième perte de masse importante commençant à 330°C qui correspond à la dégradation du polymère PANI [4].

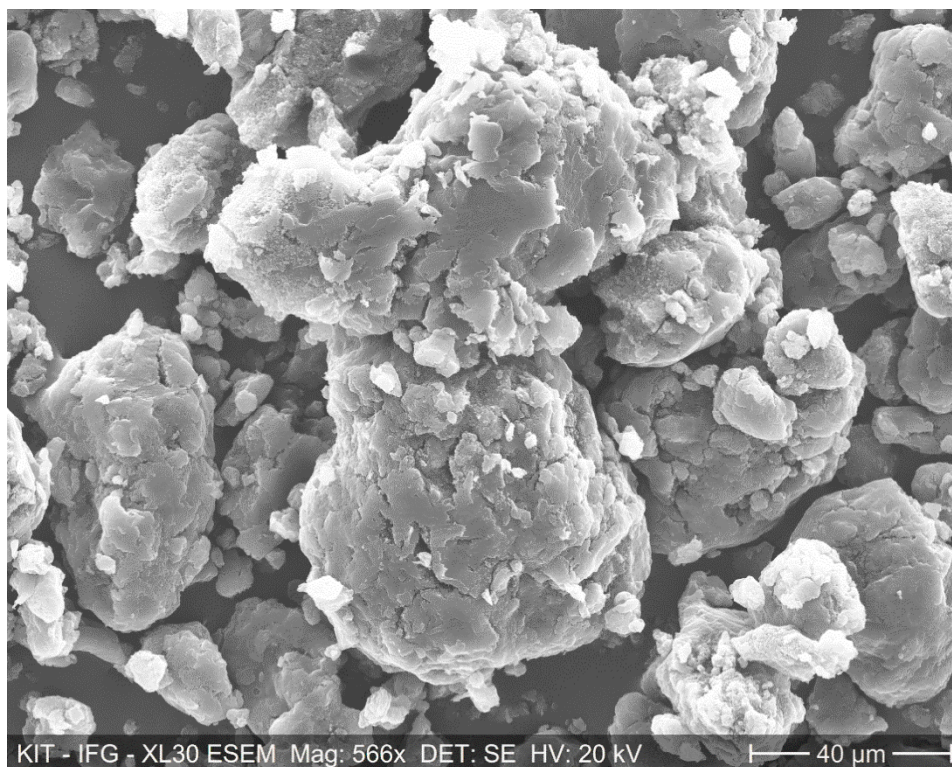
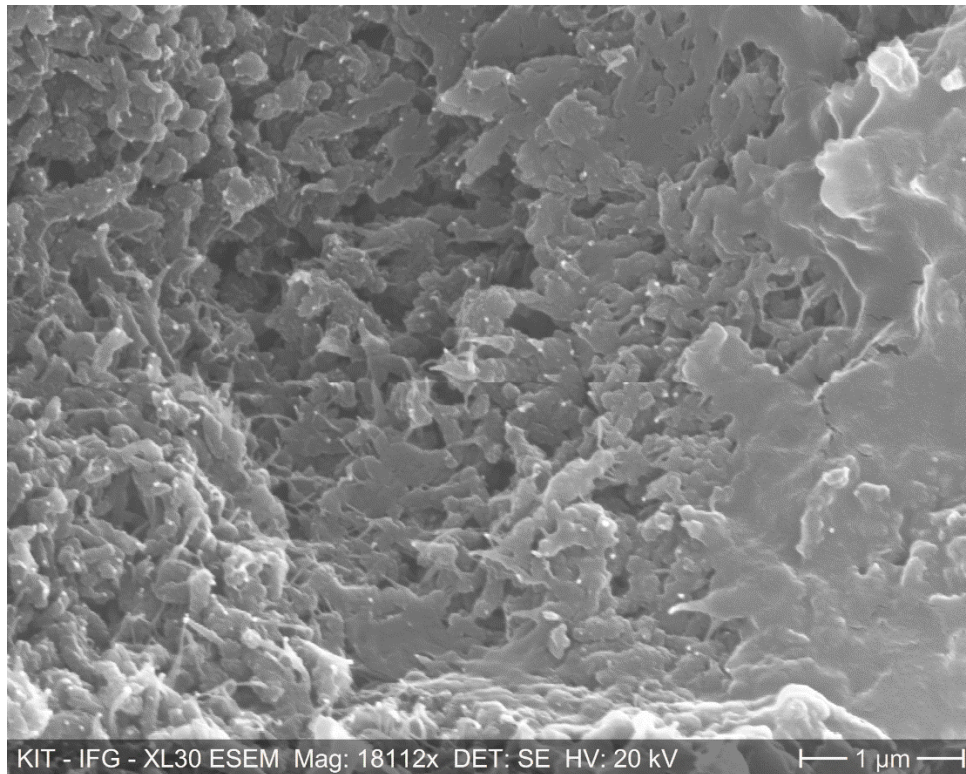


**Figure III. 4:** Courbes ATG de la PANI.

### III.2. 2.3. Microscopie électronique à balayage MEB

La **Figure III. 5** représente les images de la microscopie électronique à balayage de la polyaniline. Ces images révèlent un réseau de chaînes nanométriques composées de particules de petites tailles de PANI. Elles présentent également une morphologie nanofibreuse de la polyaniline.

L'utilisation technologique de ce type de polymères conducteur (PANI), basée sur la morphologie/ microstructure, ouvre de nouvelles voies inattendues de recherche et de développement dans le domaine nanotechnologie [5].



**Figure III. 5:** Images MEB de la polyaniline.

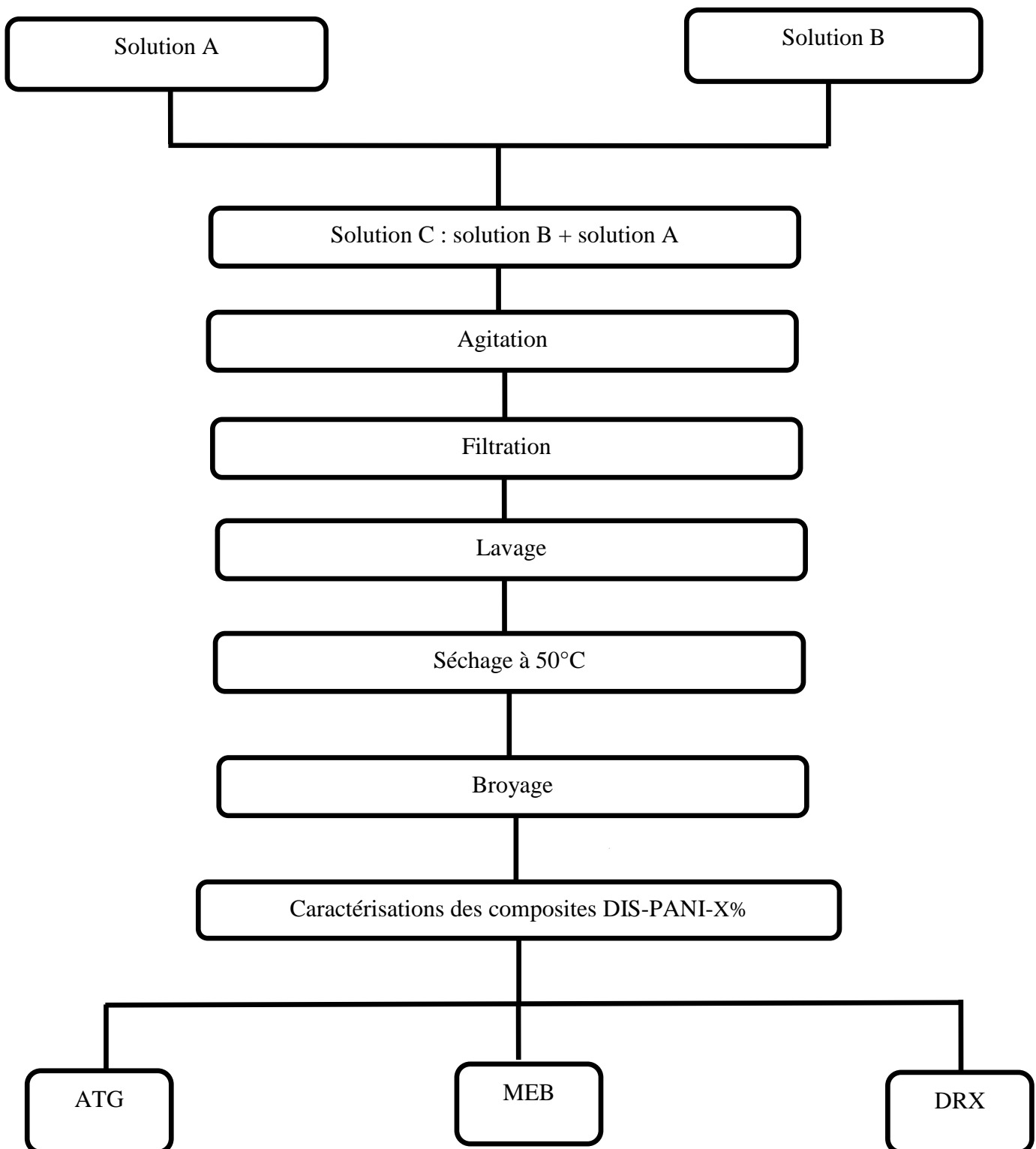
### III. 3. Synthèse et caractérisations des composites Polyaniline /diatomite

#### III.3.1 Synthèse

Dans cette seconde partie, nous avons réalisé la polymérisation chimique de l'aniline en présence de la diatomite. Parmi les paramètres prend en considération lors de telle synthèse la charge X% ajoutée. Nous avons ainsi fait varier le taux de charge de diatomite pour un rapport oxydant / monomère  $n_{ox}/n_{an}=1$ .

- ➔ La première étape consiste à préparer des solutions nommées A, chaque solution A contient principalement 1g d'aniline fraîchement distillé dissout dans une solution diluée d'acide chlorhydrique pour différents taux de charge (1, 2, 3, 5) % de diatomite.
- ➔ La deuxième étape sert à préparer des solutions nommés B, contenant l'oxydant  $(NH_4)_2S_2O_8$  dissout dans une solution aqueuse d'acide HCl
- ➔ Après une heure de l'agitation magnétique de la solution A, la polymérisation est initiée par l'ajout lentement goutte à goutte de la solution B (solution acide HCl, APS) avec un rapport molaire  $n_{ox} / n_{ani}= 1$  en gardant le mélange réactionnel sous agitation constante. Le mélange obtenu (solution C) est maintenue sous agitation magnétique pendant 21 h. Les solutions C sont filtrées, lavées et séchées à 50 °C pendant 21 h les produits sont obtenues sous forme d'une poudre fine de couleur verdâtre.
- ➔ Les matériaux obtenus seront désignés comme suit : DIS-PANI-X%

Ces différentes étapes sont résumées sur l'organigramme de la **figure III.6**



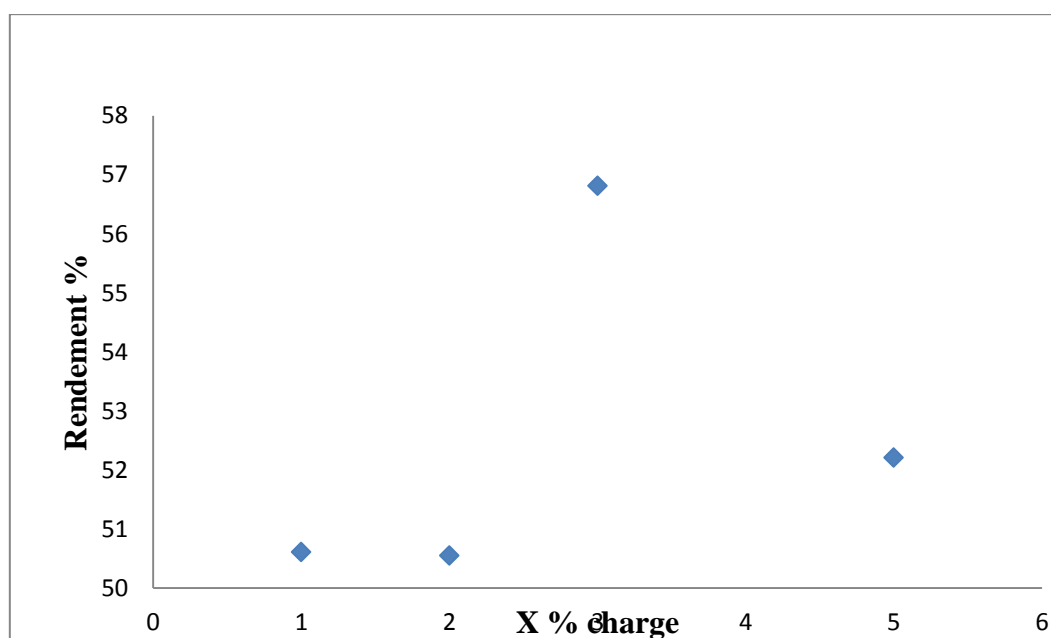
**Figure III. 6:** Organigramme de synthèse des composites.

### III. 3. 2. Résultats et discussions

#### III.3.2.1 Effet de la quantité de la charge ajoutée

Dans une étude appliquée dont le but est de connaître un groupe de facteurs qui affectent la caractéristique du composé, parmi eux la quantité de charge ajoutée au polymère.

À cet égard, nous avons mené un ensemble d'expériences avec la même température ambiante sur une période de 21h, avec un rapport molaire :  $n_{ox}/n_{an}$  égal à 1. Nous avons changée seulement la quantité de la diatomite ajoutée au sein de la matrice polymère. La variation des rendements des composites polyaniline / diatomite en fonction du taux de charge naturelle ajoutée est présenté dans la figure ci-dessous :



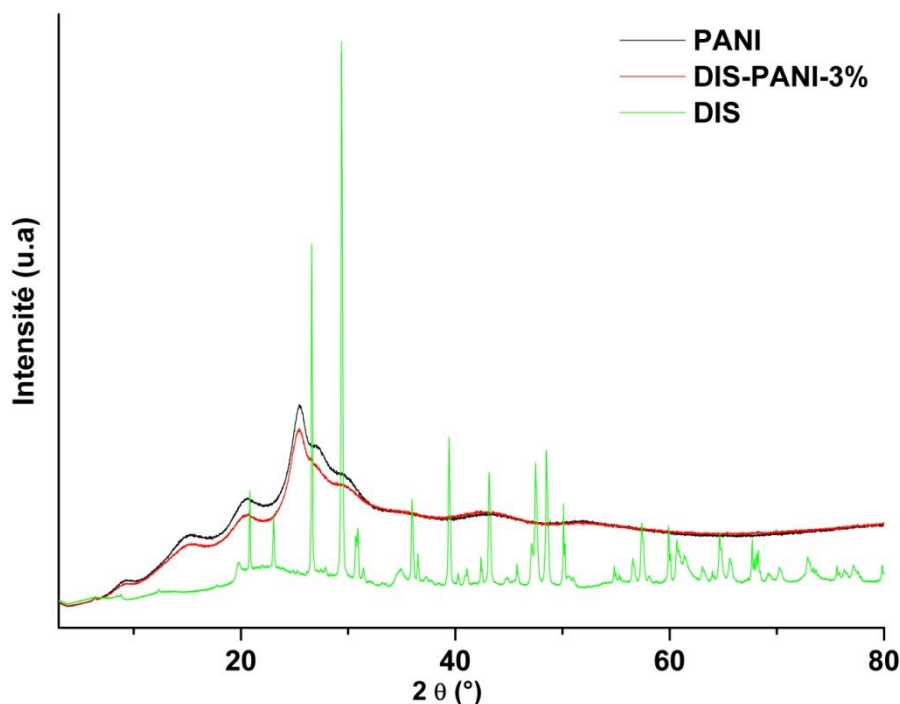
**Figure III. 7:** Effet du taux de charge X% de diatomite sur la polymérisation  $n_{ox}/n_{an} = 1$ .

D'après le graphe nous avons remarqué que les rendements obtenus sont de l'ordre de (51 ; 51 ; 57 ; 52) % respectivement pour les pourcentages de charge de (1 ; 2 ; 3 ; 5) % de la diatomite. Pour le taux de charge de 3% de la diatomite, une valeur maximale de rendement a été obtenue.



### III.3.2.2 Diffraction de rayons X (DRX)

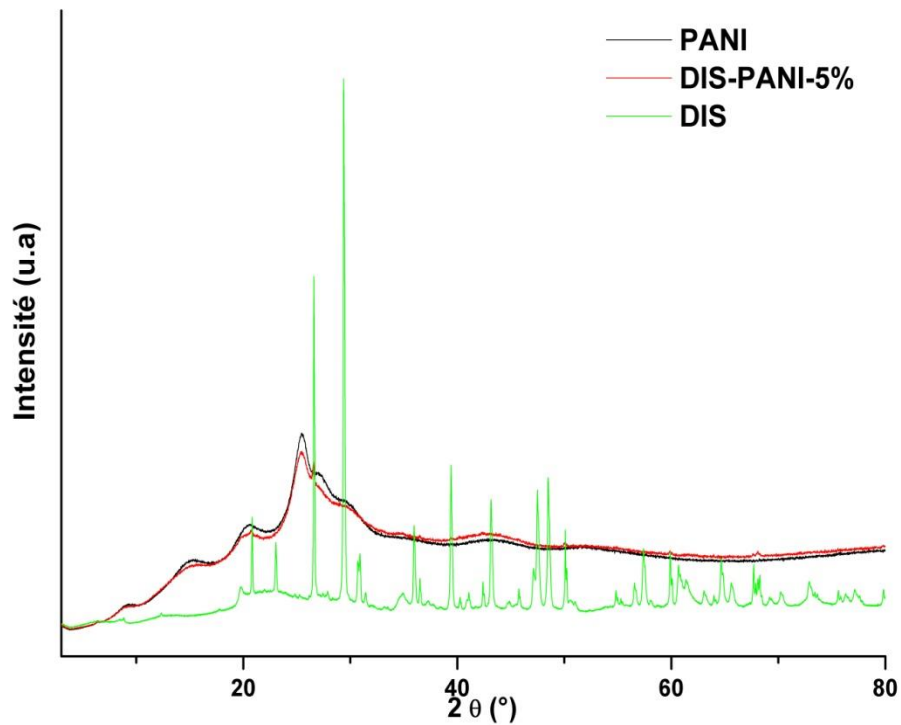
Le diffractogramme DRX du composite PANI-DIS -3% (**Figure III.8**) présente les mêmes pics caractéristiques de la PANI, mais d'intensité inférieure. Ce résultat suggère la formation d'un composite PANI-diatomite par insertion du polymère à l'intérieur de la structure poreuse de la diatomite. Ceci est dit que la polymérisation se fait dans les pores de la diatomite cela nous mène de supposer qu'il y a une formation des interactions maximales entre la structure de la diatomite et la polyaniline.



**Figure III. 8:** spectre DRX de DIS-PANI-3 %.

**La figure III.9** représente le diffractogramme du composite PANI/ Diatomite chargé à 5%. Dans ce cas on remarque la présence des mêmes pics caractéristiques de la polyaniline PANI et l'apparition d'autres pics moins intenses caractéristiques de la diatomite. Ces résultats suggèrent également la formation d'un composite PANI-DIS. On constate également

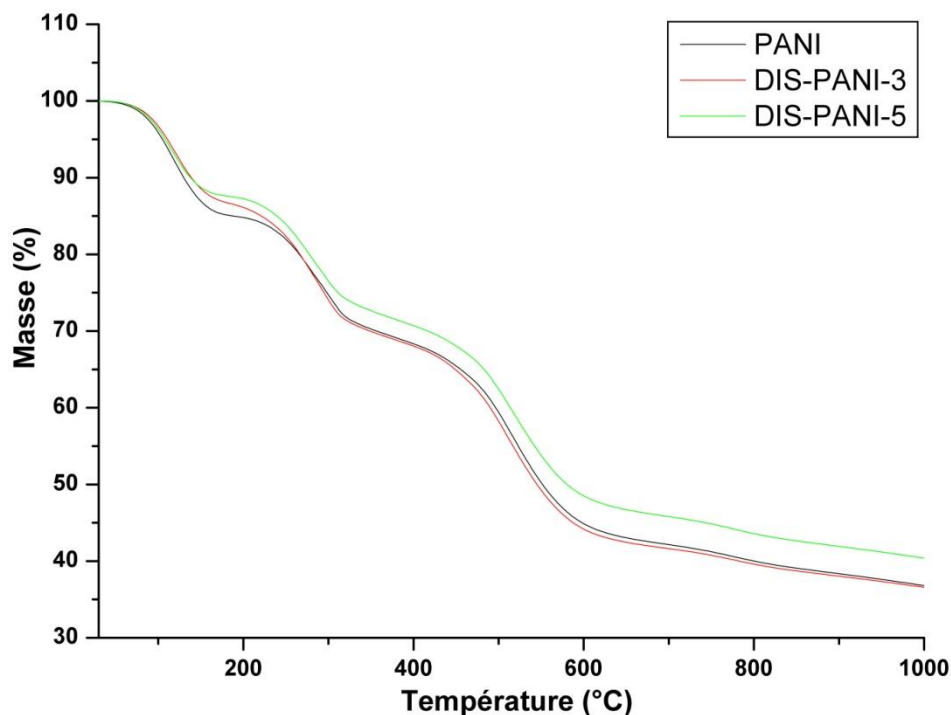
que l'augmentation du taux X% influe le degré d'interactions entre la diatomite et la polyaniline.



**Figure III. 9:**spectre DRX de DIS-PANI-5%.

### III.3.2.3. Analyse thermogravimétrique ATG

Les thermogrammes des composites PANI-DISB-3% et PANI-DISB-5% (**Figure III.10**) présentent trois pertes de masse comme celles signalées dans le cas de la polyaniline pure. On remarque également que les pertes de masse diminuent en augmentant le taux de charge. Ceci peut être expliqué par l'amélioration de la stabilité thermique après interactions avec la diatomite.

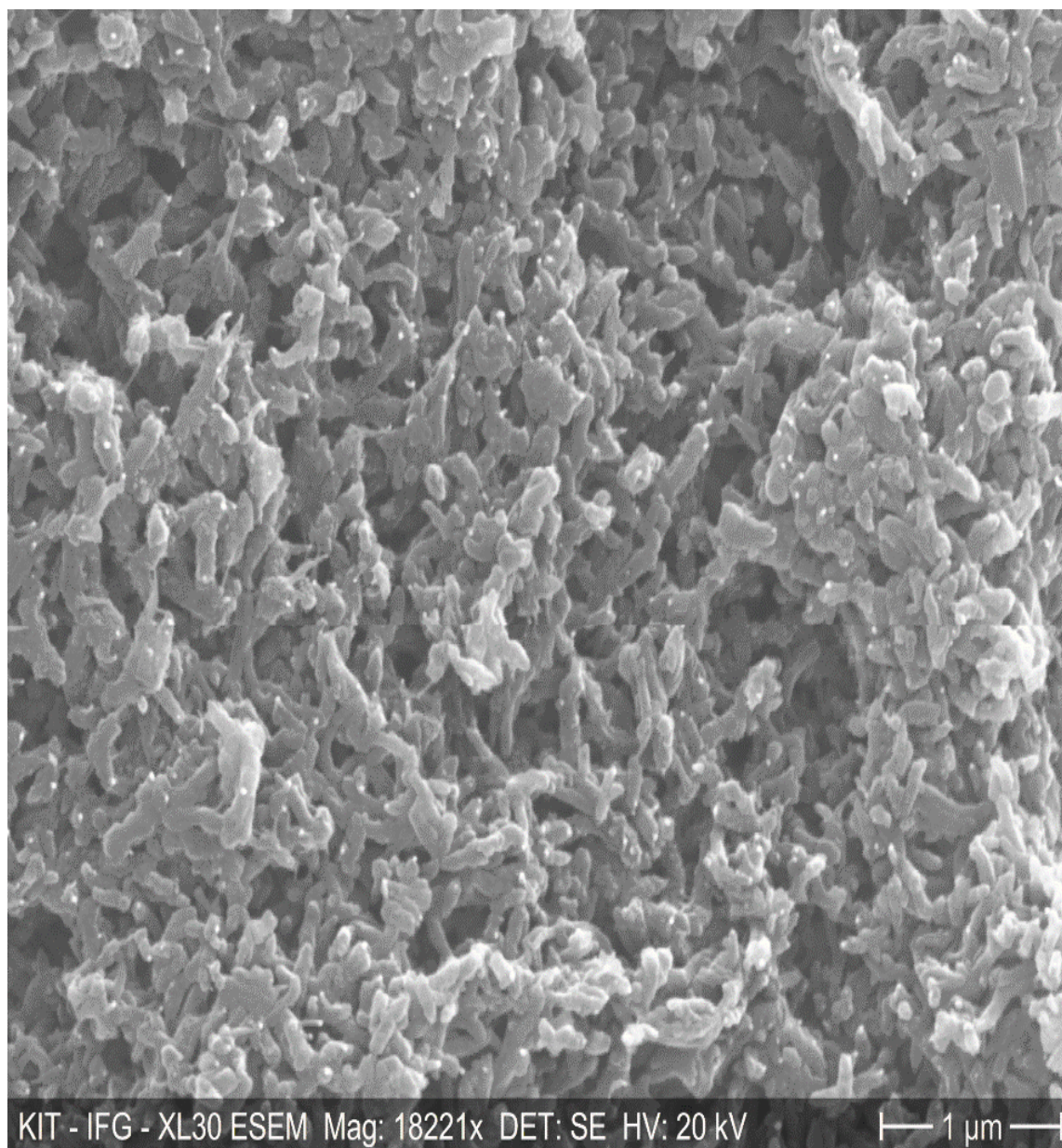


**Figure III. 10:** thermogrammes du PANI et des composites DIS-PANI-3 % et DIS-PANI-5 %.

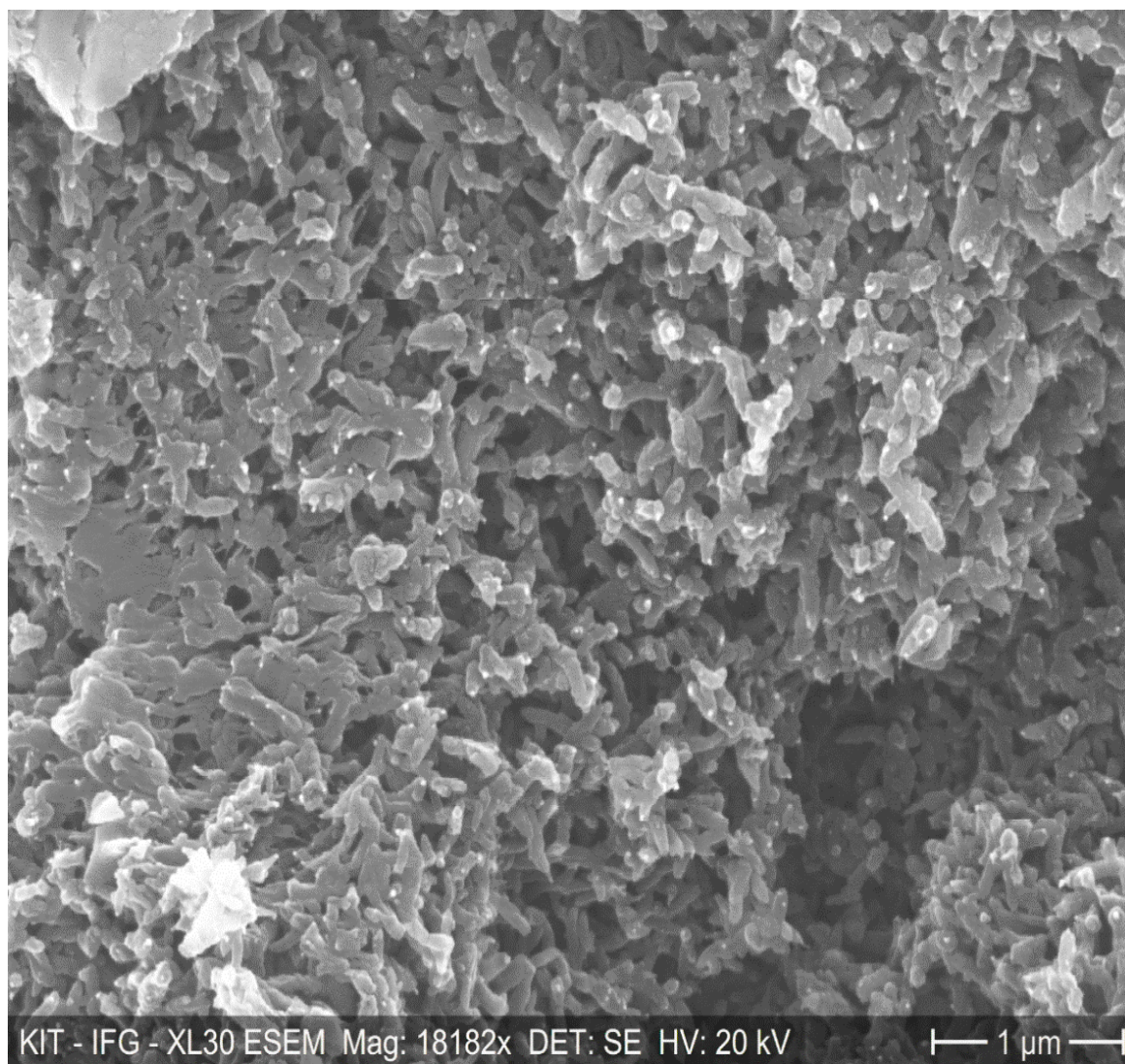
#### III .3.2.4 . Microscopique électronique à balayage MEB

Une morphologie similaire a été observée par les photos de MEB pour les deux composites. Les photos MEB (**Figure III.11 et Figure III.12**) montrent que le nano-fibre polyaniline a enrobé la diatomite, cela nous mène de confirmer la formation d'un composite mixte entre les deux morphologies avec un nouvel composite fibreux. Nous observons aussi (**Figure II.12**) que la PANI est capable de pénétrer à l'intérieur de la structure poreuse de frustules de la diatomite et dans la surface.

Une morphologie plus homogène et compacte est observée pour le cas de DIS-PANI-3%, ce qui suggère que dans le composite DIS-PANI-5% les interactions sont inférieures par rapport au composite DIS-PANI-3%, et confirme les résultats de la DRX.



**Figure III. 11:** DIS-PANI-3 %.



**Figure III. 12:**DIS-PANI-5 %.

**Références bibliographiques**

- [1] A. G. Mac Diarmid, J. C. Chiang, A. F. Richter, A. J. Epstein, Synth. Met, 18, Pp.285, Analytical Uses of Polyaniline in Power Application: A Review an Recent Development journal of CPRI (1987).
- [2] Bal Sydulu Singu, Palaniappan Srinivasan and Srinivas Pabba, Benzoyl Peroxide Oxidation Route to Nano Form Polyaniline Salt Containing Dual Dopants for Pseudo capacitor, Journal of The Electrochemical Society, 159 (1) A6-A13 ;(2012).
- [3] Mostafaei, A., & Zolriasatein, A. (2012). Synthesis and characterization of conducting polyaniline nanocomposites containing ZnO Nanorods. Progress in Natural Science: Materials International, 22(4), 273-280.
- [4] E.T.Kang, K.G.Neoh, T.C.Tan, S.H.Khor, Macromolecules, **23**, Pp. 29 -18, (1990)
- [5] Alan G. Mac Diarmid, A.I. Epstein, CONDUCTING POLYMERS: SCIENCE AND TECHNOLOGY, Frontiers of Polymers and Advanced Materials, Plenum Press. New York. Pp 260, (1994).

# **Conclusion générale**

Les travaux réalisés dans le cadre de cette étude s'articulent dans la synthèse des composites à base polymère conducteur qui est la polyaniline et la matrice naturelle diatomite.

La diatomite, utilisée dans ce travail, contient majoritairement de la silice à 77,9 % et des impuretés telles que la calcite, le quartz et la dolomite.

La synthèse de la polyaniline est effectuée à température ambiante par l'oxydation chimique de l'aniline en présence d'un oxydant  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  en adoptant un rapport molaire  $n_{\text{ox}}/n_{\text{mo}}=1$ . Nous avons par la suite procédé à la préparation des composites polyaniline /diatomite avec un rapport molaire  $n_{\text{ox}}/n_{\text{mo}}=1$ . Ces derniers composites sont obtenus par polymérisation in-situ de l'aniline avec différents taux de la diatomite ajoutée. Les résultats obtenus montrent que le meilleur rendement a été obtenu pour un taux de charge de 3% .

Différentes techniques de caractérisation ont été utilisées afin de recueillir le maximum d'informations sur les propriétés du nouveau matériau préparé.

L'analyse par DRX a montré la formation des composites Polyaniline-diatomite par insertion du polymère à l'intérieur de la structure poreuse de la diatomite. Nous avons montré, par la microscopie électronique à balayage, que le nano-fibre polyaniline a enrobé la diatomite donc la formation d'un composite mixte entre les deux morphologies. Les analyses thermogravimétriques montrent l'amélioration de la stabilité thermique des composites qui se justifie par l'interaction PANI-diatomite.

Les résultats de ce travail sont originaux et encourageants et nécessitent une continuité en étudiant les propriétés texturales et d'entrevoir de grandes perspectives en terme d'application de ces matériaux. Les résultats obtenus sont qualifiés, notamment qu'ils mettent l'accent sur la valorisation des sources naturelles algériennes de l'ouest algérien.



## Résumé

Les travaux qui font l'objet de ce mémoire rentrent dans le cadre d'un projet global de synthèse et caractérisation des nano composites à base de matière première assez abondante en Algérie « Diatomite » et un polymère conducteur « la polyaniline » par polymérisation in-situ de l'aniline.

Dans ce contexte, Une série de caractérisation est effectuée sur les composites synthétisés DSI-PANI-X %, la diatomite et la polyaniline par les techniques DRX, MEB, et ATG

Les résultats obtenus montrent l'obtention des composites PANI-diatomite, thermiquement plus stable que la PANI pure dans des conditions bien déterminées.

**Mots-clés:** polymérisation, polyaniline, diatomite, composite.

## Abstract

The present work focuses on the synthesis of a conductive composite by in-situ polymerization of aniline with natural material algerian diatomite.

The structural and morphological features as well as the thermal behaviour of the obtained composites were investigated through XRD, SEM, and TGA investigations.

The results confirmed the formation of new PANI-diatomite composites, with interesting structural and morphological properties and thermal stability.

**Keywords:** polymerization, polyaniline, diatomite, composite.

## المخلص

يركز العمل المقدم في هذه الأطروحة على تطوير وتوصيف الانظمة المركبة النانومترية التي تعتمد على البوليمر الموصل البوليانيلين الذي يعتبر من اهمها من حيث سهولة تركيبها ومصليته العالية مع الدياتوميت لوفرة هذه المواد الخام في الجزائر بواسطة بلمرة الأنيلين في الموقع

في هذا السياق؛ يتم إجراء سلسلة من التحليلات على المركبات الموصلة التي تصنع من الدياتوميت والانيلين , تظهر النتائج التي تم الحصول عليها الحصول من هذه المركبات والتي تكون أكثر ثباتاً من الناحية الحرارية من البوليانيلين النقي في ظل ظروف محددة جيداً

**الكلمات المفتاحية:** البوليانيلين ، البوليمر ، الدياتوميت ، المركب