

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République algérienne démocratique et populaire  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب  
Université Ain Temouchent Belhadj Bouchaib  
Faculté des Science et de la Technologie  
Département Science de La matière



Projet de Fin d'Etudes  
Pour l'obtention du diplôme de master en :chimie macromoléculaire  
Domaine :chimie  
Filière : chimie organique  
Spécialité : chimie macromoléculaire  
Thème

Élaboration des nanocomposites magnétiques  
Application à l'élimination des colorants

**Présenté par**

- 1) M .BOUKAMBOUCHE Romaiassa
- 2) Melle . BENGANA Nesrine

Devant le jury composé de :

Dr. KIBOU.Z                      MCA    UATBB (Ain Temouchent) Président  
Dr. CHIKHLI                      MCA    UATBB (Ain Temouchent) Examineur  
Dr. BOUSALEM.S                MCA    UATBB (Ain Temouchent) Encadrant

*Année Universitaire 2020/2021*



## *Remerciements*

*Avant tout, je remercie **Dieu** pour tout le courage et la force et la volonté qu'il m'a donné pour faire ce travail.*

*Le travail présenté dans cette thèse à été réalisé au laboratoire de chimie appliqué de l'université **BELHADJ BOUCHAIB**.*

*Je tiens également à adresser mes vifs remerciements au **M. BOUSALEM. S** d'avoir accepté de diriger ce travail et pour tout le temps et les efforts qu'il a consacré pour nous aidez et nous orientez. Pour ses encouragements et ses conseils assez utiles et fructueux. Ainsi pour sa grande qualité humaine.*

*J'ai un remerciement spéciaux à **M. Beldjilali. M** pour sa patience est ses précieux conseils, pour sa disponibilité exceptionnelle, il n'a pas hésité à engager toute son expérience, ses compétences, son suivi attentif et régulier de l'évolution de ce travail.*

*J'exprime également ma profonde gratitude a examinateur jury **Mme KIBOU .Z** maitre de conférence classe A à l'université **BELHADJ BOUCHAIB**, d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Tous mes remerciements vont également à président jury **M. CHIKHI. I** Professeur à l'Université **BELHADJ BOUCHAIB** pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de soutenance.*

*Je vous remercie sincèrement les techniciens de laboratoire chimie Appliquée **Mme. AMRAOUI BEHRIYA** et **Mme. BAKADA OUAHIBA**.*



## *Dédicaces*

*Je dédie ce travail*

*A celui qui était toujours présent pour m'encourager à aller vers le mieux et le meilleur, à mon cher Père.*

*A celle qui a toujours attendu ma réussite, à mon vaste abri d'amour et de tendresse, à ma chère mère.*

*A mon MARI avec qui j'ai le bonheur de partager ma vie .Il n'y a pas de mots assez forts pour les remercier à leurs justes valeurs.*

*Un grand Merci !*

*A Mes sœurs : Fatima, Rahmouna.*

*A mes frères : Oussama, Mohamed el Habib.*

*A mes plus proches : Khadidja, Hadjer.*

*A tous mes amis de promotion Master 2021, A ma binôme Nesrine.*

*Que toute personne m'ayant aidé de près ou de loin, trouve ici l'expression de ma reconnaissance.*

*Romaïssa...*



## *Dédicaces*

*Je dédie ce travail à*

*A celui qui était toujours présent pour m'encourager à aller vers le mieux et le meilleur, à mon cher Père.*

*A celle qui a toujours attendu ma réussite, à mon vaste abri d'amour et de tendresse, à ma chère mère.*

*A mes très chers sœur : Chahrazed, Fatima, Rahaf.*

*A mon cher frère : Mohamed.*

*A mon petite ange : Houari.*

*A mes plus proches: Mohamed El Amine, Salha,  
Kawter, Amine.*

*A tous mes amis : Asmaa, Hayet, Meriem.*

*A tous mes amis de promotion Master 2021, A ma binôme  
Romaïssa.*

*Que toute personne m'ayant aidé de près ou de loin, trouve  
ici l'expression de ma reconnaissance.*

*Nessrine...*

## Table des matières

الملخص

Résumé

Abstract

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des Tableaux

Introduction générale.....1

## Chapitre I : Etude bibliographique

### PARTIE 1: les colorant

I.1.Introduction.....	03
I.1.2.Les colorants synthétiques.....	03
I.1.2.1.Généralité.....	03
I.1.2.2.Définition.....	04
I.1.3.2 Classification des colorants.....	04
I.1.4.procèdes d'élimination des colorants.....	08
I.1.4.1.procédé chimique.....	08
I.1.4.1.1.procédé d'oxydation classique .....	08
I.1.4.1.2.procédé d'oxydation avancée (POA) .....	08
I.1.4.2.Procédé physicochimique .....	09
I.1.4.2.1.La coagulation-Précipitation.....	09
I.1.4.3.Procédé physique.....	09
I.1.4.3.1.Filtration sur membrane .....	09
I.1.4.3.2.Adsorption .....	09

### PARTIE 2 : la polyaniline

I.2. Polymères conjugués .....	10
I.2.1.généralité sur les polymères conjugués.....	10
I.2.2.Conductivité.....	11
I.2.3.La polyaniline parmi les polymères conducteurs.....	12
I.2.4.La polyaniline .....	13
I.2.4.1.Historique.....	13
I.2.4.2.Définition.....	14
I.2.4.3.La polyaniline conductrice (dopé).....	15
I.2.4.4.Synthèse de la polyaniline.....	16
I.2.4.5. Les différentes voies de synthèse de la polyaniline .....	16
➤ Voies chimiques.....	16
➤ Voies électrochimiques.....	16

I.2.4.6. Influence du milieu sur les propriétés optique de PANI.....	16
I.2.4.7. Mécanisme de la PANI.....	17
I.2.4.8. Application de la PANI.....	18
I.2.4.9. Dopage de PANI.....	19
I.2.4.10. Les propriétés physico chimique de la PANI.....	20

### **PARTIE 3 : nanocomposite**

I.3. Introduction.....	21
I.3.1. Définition d'un matériau composite.....	21
I.3.2. Les renforts.....	21
I.3.3. Les charges.....	22
➤ Charge organique.....	22
➤ Charge métallique.....	22
I.3.4. Oxydes et hydrates métallique.....	23
➤ Oxyde de béryllium.....	23
➤ Céramique.....	23
➤ L'oxyde de fer.....	23
➤ Le carbone.....	23
I.3.5. La magnétite.....	24
I.3.5.1. La structure cristalline de la magnétite.....	24
I.3.5.2. Matériau ferromagnétique.....	25
I.3.6. Les propriétés d'oxyde de fer.....	26
➤ Propriété électrique.....	26
➤ Propriété magnétique.....	26
I.3.6.1. Propriétés des matériaux nanocomposite a renfort magnétite.....	26
I.3.7. Application des composites.....	27

### **Chapitre II : Matériels et Méthodes**

II. Introduction.....	28
II.1. Produit Chimique.....	28
II.2. Préparation d'oxyde de Fer.....	29
II.3. Préparation de nanocomposite Pani Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	30
II.4. Techniques expérimental d'analyse.....	31
II.4.1. L'analyse spectrophotométrie UV-Visible.....	31
II.4.2. Microscopie électronique à balayage.....	32
II.4.3. Diffraction du rayon X (DRX).....	33
II.4.3.1. Principe.....	33
Conclusion.....	34

## Chapitre III : Résultat Et Discussion

III .Introduction.....	35
III.1.Caractérisation de la polyaniline.....	35
III.2.Caractérisation morphologique par MEB.....	35
III.3.Caractérisation Diffraction du rayon X DRX.....	36
III.4.Application des nanocomposites Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /Pani.....	38
Conclusion.....	42
Conclusion générale .....	43

## *Liste des abréviations*

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  : magnétite.

PANI : polyaniline.

POA : procédés d'oxydation avancée.

X : degré d'oxydation.

Y : taux de dopage.

PANI -ES : polyaniline Émeraude sel.

PANI-EB : polyaniline Émeraude

PH : potentiel d'hydrogène.

IR : Spectroscopie Infrarouge.

PIR : proche infrarouge.

UV-Vis : Spectroscopie Ultra-violet Visible.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

DRX : Diffraction rayon de X.

NPS : Nanoparticules.

Tr : Tour.

WD : Grande distance (wide distance).

HCL : Acide chlorhydrique.

NaOH : Hydroxyde de sodium.

$\text{FeCl}_3$  : Trichlorure de fer.



## *Liste des figures*

<b>Figure I.1 :</b> formule chimique des colorants azoïque .....	05
<b>Figure I.2 :</b> formule chimique des colorants anthraquinoniques.....	05
<b>Figure I.3 :</b> formule chimique des colorants indigoïdes.....	05
<b>Figure I.4 :</b> formule chimique des colorantes xanthines.....	06
<b>Figure I.5 :</b> formule chimique des colorants phtalocynines.....	06
<b>Figure I.6 :</b> formule chimique des colorants nitrés et nitrosés.....	07
<b>Figure I.1:</b> Les principales classes de polymères conducteurs organiques.....	11
<b>Figure I.2 :</b> Echelle de conductivité de quelques polymères.....	12
<b>Figure I.3 :</b> Motif réduit et oxydé de la PANI.....	12
<b>Figure I.4 :</b> Formule de la polyaniline préparée par Létcheby.....	13
<b>Figure I.5 :</b> Structure de l'indamine.....	14
<b>Figure I.6 :</b> Structure générale de la polyaniline.....	14
<b>Figure I.7 :</b> Structure de l'Émeraude Sel (PANI-E.S).....	15
<b>Figure I.8:</b> Formation du cation radical de l'aniline.....	17
<b>Figure I.9:</b> Propagation de la chaîne polymère par couplage cation-radical/aniline.....	17
<b>Figure I.10 :</b> Couplage de deux cations-radicaux.....	18
<b>Figure I.11 :</b> Propagation de la chaîne polymère de polyaniline.....	18
<b>Figure I.12:</b> Formation du sel d'Émeraude lors du dopage protonique.....	19
<b>Figure I.13 :</b> Organigramme représente les types de renforts.....	22
<b>Figure I.14:</b> Image des cristaux de la magnétite naturelle.....	24
<b>Figure I.15:</b> Structure spinelle de la magnétite.....	25
<b>Figure II.1 :</b> Montage utilisé pour la synthèse de l'oxyde de Fer.....	27
<b>Figure II.2 :</b> image de l'aimantation des nanoparticules Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	28
<b>Figure II.3 :</b> Schéma de Synthèse des nanocomposites de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PANI.....	29
<b>Figure II.4 :</b> Montage utilisé pour la synthèse des nano composites Pani / Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	29
<b>Figure II.5:</b> Image de l'aimantation des nano composites Pani / Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	30
<b>Figure II.6 :</b> Photo du spectroscopique UV-Visible.....	31
<b>Figure II.7 :</b> Image de microscope électronique à balayage (coxem)-microanalyse .....	32
<b>Figure II.8:</b> image de diffraction rayon x.....	33
<b>Figure III.1:</b> MEB la morphologie de la PANI.....	34
<b>Figure III.2:</b> (B) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /Pani, (b) zoom de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> recouvre par aniline.....	36

<b>Figure III.3 :</b> (C) spectre DRX de $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	38
<b>Figure III.4 :</b> (D) spectre DRX de $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /Pani.....	38
<b>Figure III.5 :</b> variation de l'absorbance en fonction de longueur d'onde.....	39
<b>Figure III.6 :</b> $\ln A(t)/A_0$ en fonction du temps.....	40
<b>Figure III.7 :</b> variation de l'absorbance en fonction de longueur d'onde.....	41
<b>Figure III.8 :</b> $\ln A(t)/A_0$ en fonction de temps.....	41

## *Liste Des Tableaux*

<b>Tableau I.1</b> : représente les distinctifs utilisés dans les opérations de coloration de textile...07	07
<b>Tableau I.2</b> : valeurs des bandes de certains polymères conjugués.....13	13
<b>Tableau I.3</b> : principales application de polymères conducteurs.....18	18
<b>Organigramme 1</b> : représente les types de renforts.....27	27
<b>Tableau II.1</b> : listes des composants multifonctionnels propos.....28	28
<b>Tableau III.1</b> : les propriétés des produits chimiques de la synthèse .....30	30

**Introduction**

**Générale**

## **Introduction Générale**

**D**e nos jours, il est impossible d'ignorer l'importance des plastiques dans le développement des nouvelles technologies. En effet, ils sont présents dans tous les domaines, de l'alimentaire à l'aérospatiale en passant par les cosmétiques. Ils sont légers, simples à mettre en œuvre et ont un prix de revient nettement plus bas que la majorité de leurs concurrents [1].

Il est fréquent lorsqu'on pense aux polymères organiques d'y associer spontanément l'image d'un isolant. Or depuis les années 80, on sait notamment grâce aux travaux de MacDiarmid et ses collaborateurs que de simples modifications sur des plastiques connus jusque là d'être les meilleurs isolants permettent d'avoir des plastiques conducteurs à un taux de conduction qui dépasse certains métaux tel que le cuivre. Ainsi, les polymères peuvent aussi conduire le courant ! Cette découverte a donné lieu en 2000 à l'attribution du prix Nobel de chimie à Alan J Heeger, G. MacDiarmid et Hi. Shirakawa car elle a ouvert la voie aux «Métaux Synthétiques»[2, 3].

Les polymères conducteurs sont une classe de métaux synthétique qui combinent les propriétés chimiques et mécaniques de polymères avec les propriétés électroniques des métaux et des semi-conducteurs[4]. Les polymères conducteurs typiques comprennent le polyacétylène, polyaniline, polypyrrole, polythiophène, poly (para phénylène), poly (phénylène vinylène) et polyfurane[5]. Dans un passé récent les chercheurs ont étudié la polyaniline pour sa facilité de synthèse, stabilité environnementale, facilité de transformation en protection cathodique, et électronique spécial, optique, et ses propriétés magnétiques[6]. Malgré ces avantages, la polyaniline a certaines limites quand il s'agit de ses applications car il n'est ni soluble dans les solvants organiques ainsi que l'eau[7]. Afin de surmonter de tels inconvénients, des tentatives ont été faites en utilisant la conception moléculaire, la modification de la structure monomère, l'utilisation de dopant acide fonctionnalisé, la formation de mélanges / composites, et la copolymérisation [8].

Récemment la synthèse de matériaux nanocomposite a attiré l'attention de la plus part de nombreux chercheurs en raison de ses propriétés physique et du large potentiel d'application dans divers domaines. Les nanocomposites polymère/oxyde métallique présentent un grand intérêt car ils permettent de combiner les propriétés du matériau inorganique (propriétés optiques,

magnétiques,...) avec celles du polymère (facilité de mise en œuvre, souplesse, légèreté, contrôle de la balance hydrophile/hydrophobe, ...).

Ainsi, l'incorporation de particules inorganiques dans la matrice polymère permet d'obtenir des propriétés que le polymère ne pourrait présenter seul. Par exemple, les particules inorganiques sont utilisées comme agents de renforcement dans les matrices de polymères[9].

L'objectif de cette étude et la présentation de la synthèse, la caractérisation et l'application des nanocomposites polyaniline –magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Nous avons reparti le mémoire en trois chapitres :

**Le premier chapitre :** est consacré à une étude bibliographique sur

Partie 1 : Basé sur la pollution d'environnement avec des colorants.

Partie 2 : Consacré a une généralité sur les polymères conducteur (PANI).

Partie 3 : Généralité sur les nanocomposites ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).

**Le deuxième chapitre :** matériel et méthode de synthèse de nano composite  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$  et la description des différents techniques d'analyse et son principe d'utilisation microscopie électronique a balayage (MEB),diffraction des rayons X (DRX) UV –visible .

**Le troisième chapitre :** contient les résultats et discussion de produit finale, l'analyse de produit et enfin l'application.

# **Chapitre I**

## **PARTIE 1**

### **Les colorants**

## **I.1.Introduction**

Depuis la plus haute antiquité l'homme à tenter d'inclure des colorants dans de nombreux domaines industriels tel que : textile , papèterie , cosmétique et alimentaire. Due à leur facilité de synthèse et leur rapidité de production , les colorants synthétiques sont les plus utilisés . En outre la majorité de ces colorants sont toxiques et provoquent beaucoup de problèmes sur l'environnement et sur la santé humaine . [10]

La pollution avec des colorants est fondamentalement causée par le développement considérable de ses activités humaines et industrielles . Ce problème ne se traite plus à l'échelle locale ou régionale mais il est devenu de dimension mondiale . [11]

La pollution avec des colorants est fondamentalement causée par le développement considérable de ses activités humaines et industrielles. Ce problème ne se traite plus à l'échelle locale ou régionale mais il est devenu de dimension mondiale . [12]

Les colorants synthétiques occupent actuellement une place importante dans le secteur industrielle. Ils sont largement utilisés dans l'industrie notamment dans l'industrie textile. Par ailleurs, les filières teinture et délavage du secteur d'ennoblissement contribuent d'une manière inévitable aux problèmes de pollution hydriques engendrés par l'usage accru de ces colorants. [13]

### **I.1.2.Les colorants synthétiques**

#### **I.1.2.1.Généralités**

Les colorants sont apparus, il y a plus de 4000 ans, afin de teindre des pièces d'art confectionnées à cette époque. Jusqu'à 1850, les colorants sont obtenus à partir d'éléments naturels tels que les extraits de plantes, de fruits, de mûres, de fleurs, de racines ou d'animaux).

Un colorant est une substance colorée, naturelle ou synthétique, qui interagit avec le milieu dans le quel elle est introduite et le colore en s'y dissolvant et en s'y dispersant. Les colorants sont utilisés pour donner une coloration durable à une matière, ou pour colorer certains aliments. Ils possèdent deux propriétés spécifiques : la couleur et l'aptitude à être fixés sur des supports solides tels que le textile, par des techniques de teinture ou d'impression.

Les colorants sont largement utilisés dans plusieurs domaines industriels : on les utilise pour colorer les peintures, les plastiques, le textile, le papier ,les semences, le ciment, les enduits, le bois, etc.. On les utilise également dans l'industrie alimentaire). De plus, ils peuvent être utilisés dans le domaine de la recherche, afin de faire apparaître par microscopie des petites structures transparentes.



Il existe seulement une dizaine de colorants naturels, mais plusieurs milliers de colorants synthétiques.[14]

### **I.1.2.2.Définition**

Un colorant est une matière colorée par elle-même, capable de se fixer sur un support. La coloration plus ou moins intense des différentes substances est liée à leur constitution chimique. Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (380 à 750 nm). La transformation de la lumière blanche en lumière colorée par réflexion sur un corps, par transmission ou diffusion, résulte de l'absorption sélective d'énergie par certains groupes d'atomes appelés chromophore. La molécule colorante étant le chromogène (l'arrangement complet d'atomes qui donne naissance à la couleur observée). Plus la facilité du groupe chromophore à donner un électron est grande et plus la couleur sera intense. D'autres groupes d'atomes du chromogène peuvent intensifier ou changer la couleur due au chromophore : ce sont les groupes autochromes.[15]

### **I.1.3.Classification des colorants**

Les colorants sont des molécules organiques insaturées qui possèdent une affinité pour les fibres sur lesquels sont appliquées. Ces interactions peuvent être de nature physique ou chimique. Les matières colorantes peuvent être classées selon plusieurs voies, dont en application textiles deux sont utilisées : d'après leur structure chimique ou selon leur méthode d'application (classes tinctoriales). [6]

#### **I.1.3.1.Classification chimique**

Le classement d'après la structure chimique s'appuie principalement sur la nature du chromophore.

##### **a. Colorant azoïque**

Sont caractérisés par le groupe fonctionnel azo ( $-N=N-$ ) unissant deux groupements alkyles ou aryles identiques (figure I.1) ou non (azoïque symétrique et dissymétrique).

[16]

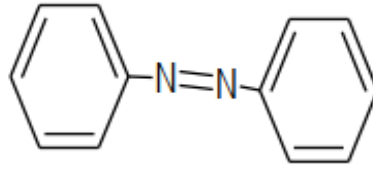


Figure I.1: Formule chimique d'azoïque.

### b. Les colorants anthraquinoniques

Les colorants anthraquinoniques sont d'un point de vue commercial, les plus importants après les colorants azoïques. Leur formule générale dérivée de l'anthracène, montre que le chromophore est un noyau quinoïques sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amino. Ces produits sont utilisés pour la coloration des fibres polyester, acétate et tri acétate de cellulose.[17]

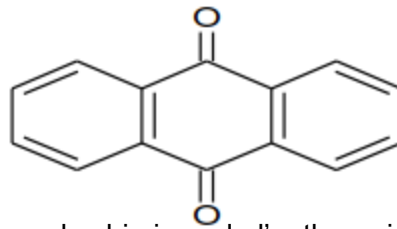


Figure I.2 : Formule chimique de l'anthraquinone.

### c. Les colorants indigoïdes

Les colorants indigoïdes tirent leur appellation de l'indigo dont ils dérivent. Ainsi, les homologues séléniés, soufrés et oxygénés du bleu indigo provoquent d'importants effets hypochromes avec des coloris pouvant aller de l'orange au turquoise. Les colorants indigoïdes sont utilisés comme colorant en textile, comme additifs en produits pharmaceutiques, la confiserie, ainsi que dans des diagnostics médicales. [18]

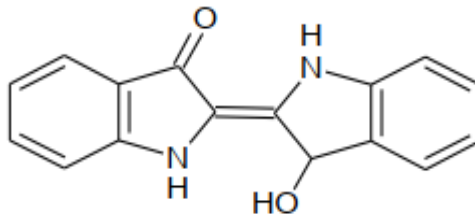


Figure I.3: Formule chimique d'indigoïde.

#### d. Les colorantes xanthines

Les xanthines (figure I-4) sont des composés organiques tricycliques. Ils sont constitués d'un cycle de pyranne encadré par deux cycles de benzène. Les colorants de cette famille sont caractérisés par une intense fluorescence. Ils sont utilisés comme colorants alimentaire, cosmétique, textile et pour l'impression. [19]

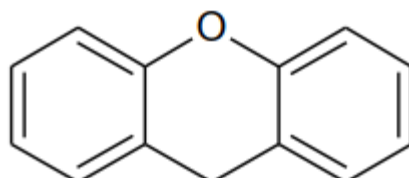


Figure I.4 : formule chimique de xanthine

#### e. Les colorants phtalocynines

Ils ont une structure complexe basée sur l'atome central de cuivre. Les colorants de ce groupe sont obtenus par réaction du dicyano benzène en présence d'un halogénure métallique (Cu, Ni, Co, Pt, etc...).[10]

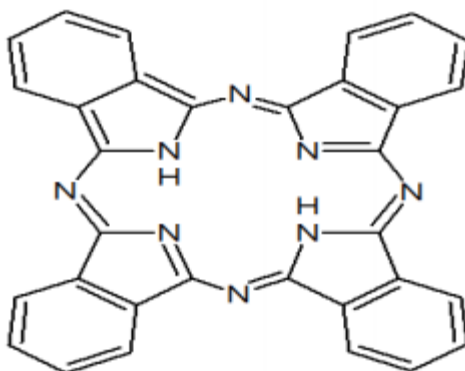


Figure I.5 : formule chimique de phtalocynines.

#### f. Les colorants nitrés et nitrosés

Les colorants nitrés et nitrosés forment une classe de colorants très limitée en nombre et Relativement ancienne. Ils sont actuellement encore utilisés, du fait de leur prix très modéré lié à la simplicité de leur structure moléculaire caractérisée par la présence d'un groupe nitro ( $-\text{NO}_2$ ) en position ortho d'un groupement électro donneur (hydroxyle ou groupes aminés) .[20]

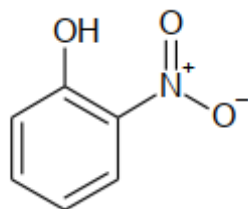


Figure I.6 : formule chimique des colorants nitrés

### I.1.3.2. Classification tinctoriale

Si la classification chimique présente un intérêt pour le fabricant de matières colorantes, Le teinturier préfère le classement par domaines d'application. Ainsi, il est renseigné sur la Solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la Nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que la liaison colorant/substrat est du Type ionique, hydrogène, de Vander Waals ou covalente. On distingue différentes catégories Tinctoriales définies cette fois par les auxochromes. [21]

Dans le **tableau I-2** on représente les Colorants distinctifs utilisés dans les opérations de Coloration du textile.

**Tableau I-1** : les Colorants distinctifs utilisés dans les opérations de coloration du textile. [13].

classe de colorant	Description
Acides	Composés anioniques, hydrosolubles
Basiques	Hydrosolubles, appliqués dans les bains de teinture faiblement acides ; colorants très lumineux
Directs	Composés hydrosolubles et anioniques ; peut être appliqué directement à cellulosique sans mordant (ou métaux comme le chrome et le cuivre)
Dispersé	non hydrosoluble
Réactifs	Composés hydrosolubles et anioniques ; la classe la plus grande de colorant
Soufrés	Composés organiques contenant du soufre
Du Cuve	Insoluble dans l'eau ; les colorants les plus anciens ; plus complexe chimiquement.

## **I.1.4. Les procédés d'élimination des colorants**

### **I.1.4.1. Procédés chimiques**

#### **I.1.4.1.1. Les procédés d'oxydation classique**

Les techniques d'oxydation classique utilisent des oxydants puissants et variés tels que L'hypochlorite de sodium ( $\text{NaO Cl}$ ), l'ozone ( $\text{O}_3$ ), ou encore le peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), En présence ou non de catalyseur. Ces méthodes de traitement sont couramment utilisées pour L'épuration d'effluents contenant des polluants organiques, y compris des colorants, en raison De leur mise en œuvre relativement facile. Dans le cas des colorants toxiques réfractaires à la Biodégradation, l'action de ces composés permet l'obtention de sous-produits dégradables par Les microorganismes. Enfin, l'oxydation par l'ozone ou le peroxyde d'hydrogène sont des Procédés utilisés en complément ou en concurrence avec l'adsorption sur charbons actifs ou la nano filtration [22].

#### **I.1.4.1.2. les procédés d'oxydation avancés (POA)**

Les procédés d'oxydation avancée (POA) sont des procédés alternatifs de traitement des effluents en milieux aqueux qui ont connu une évolution rapide au cours des vingt dernières années.

Les effluents des industries textiles sont des liquides fortement chargés en matière polluante, y compris les colorants. La structure des groupements chromophores ainsi que la matrice des colorants, rend ces derniers non dégradables ou partiellement dégradables par les méthodes classiques chimiques voire biologiques en générant des composés intermédiaires plus toxiques. Cependant, les POA conduisent d'une part, en une transformation des polluants organiques en produits facilement biodégradables et d'autre part, en une décomposition partielle voire élimination des groupements chromophores et des structures aromatiques des colorants [15].

Le principe des réactions d'oxydation avancée est basé sur la génération en milieu aqueux des radicaux libres, en particulier  $\text{HO}_2\bullet$  et  $\text{HO}\bullet$ , généralement à la température ambiante. Les radicaux hydroxyle  $\text{HO}\bullet$  (comme oxydant primaire) est l'espèce oxydante la plus réactive, après le fluor ( $E_0 = 2.8\text{V/ENH}$ ) [23]. Ces radicaux ne sont pas sélectifs et réagissent rapidement avec les composés organiques en conduisant en une minéralisation complète ou partielle des polluants organiques en  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  et autres produits inorganiques ; ou en produits intermédiaires biodégradables, respectivement [24] .

## **I.1.4.2. Les procédés physicochimiques**

### **I.1.4.2.1. La coagulation-précipitation**

Cette technique permet l'élimination des colorants par coagulation floculation décantation grâce à l'ajout de cations trivalents, tels  $Fe^{3+}$  ou  $Al^{3+}$ . Cette méthode consiste en une annulation du potentiel zêta (coagulation) par l'ajout d'un réactif chimique, ce qui entraîne la déstabilisation des particules colloïdales, suivie de leur agglomération (floculation) en micro flocs, puis en flocons volumineux et décan tables. La neutralisation de la charge superficielle (potentiel zêta) est réalisée au moyen de coagulants minéraux à base de cations trivalents, tels que sulfate et chlorure d'alumine, chlorure et sulfate ferrique, ou organiques de synthèse à caractère cationique, tel que l'épichlorhydrine diéthyl amine .[25]

### **I.1.4.3. procédés physiques**

#### **I.1.4.3.1. Filtration sur membrane**

La filtration sur membrane pilotée par pression hydraulique se décline en microfiltration, Ultrafiltration, nano filtration et osmose inverse. L'effluent passe à travers une membrane semi-perméable qui retient en amont les contaminants de taille supérieure au diamètre des pores, pour produire un permet purifié et un concentré qui reçoit les impuretés organiques. Parmi les quatre types de procédés, la nano filtration et l'osmose inverse sont les plus adaptés à la réduction partielle de la couleur et des petites molécules organiques, mais l'osmose inverse reste la plus répandue. Ces procédés limités dans leurs applications, nécessitent des investissements importants en capitaux et le retraitement du concentré est jusqu'à six fois plus cher que celui de l'effluent original. [26]

#### **I.1.4.3.2. Adsorption**

Est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'air. Au cours de ce processus les molécules d'un fluide (gaz ou liquide), appelé adsorbat, viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. Ce procédé définit la propriété de certains matériaux de fixer à leur surface des molécules (gaz, ions métalliques, molécules organiques, etc.) d'une manière plus ou moins réversible. Au cours de ce processus, il y aura donc un transfert de matière de la phase aqueuse ou gazeuse vers la surface solide. Le solide acquiert alors des propriétés superficielles (hydrophobie ou hydrophile) susceptibles de modifier l'état d'équilibre du milieu (dispersion, floculation) . [19].

**PARTIE 2**  
**LA POLYANILINE**

Les polymères conjugués compte parmi les adsorbants les plus utilisés dans le traitements des eaux pollués.

Dans ce qui suit, nous donnons un bref aperçus sur les polymères conjugués et leur utilisation.

## **I.2. POLYMERES CONJUGUÉS**

### **1.2.1. Généralités sur les polymères conjugués**

L'histoire des polymères conjugués commence au début des années 1970 lorsqu'on découvre que le polynitrure de soufre  $[(-S=N-) x]$  présente à température ambiante une conductivité proche de celle des métaux (Fig.1). Cette propriété remarquable suscite l'intérêt de la communauté scientifique, qui étudie rapidement d'autres composés pouvant présenter des propriétés analogues. C'est ainsi qu'en 1977, les professeurs Mc Diarmid, Heeger et Shirakawa découvrent qu'il est possible de moduler la conductivité électrique du polyacétylène moyennant l'introduction contrôlée de 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 ; ils ont eu la reconnaissance scientifique dans le domaine par l'attribution du prix Nobel de chimie en l'an 2000. Depuis lors, l'imagination des chercheurs a permis la création de nombreux polymères conjugués stables présentant des conductivités électriques élevées.[27]

Les polymères conducteurs électroniques désignent des macromolécules qui ont la propriété de transporter des charges (électrons ou trous). Leur particularité est de posséder une structure conjuguée permettant la délocalisation des électrons le long du squelette macromoléculaire. Cette conjugaison consiste, en première approximation, en l'alternance sur le squelette de liaisons simples avec des liaisons doubles. Il existe trois principaux types de matériaux conducteurs à base de polymères conjugués[28] .

Le premier type entre dans la classe des polymères conducteurs composites ou encore appelés polymères conducteurs extrinsèques. Ils sont composés d'une matrice constituée d'un polymère isolant dans laquelle est dispersée une poudre conductrice constituée soit des particules métalliques, soit de polymères conducteurs intrinsèques, soit de carbone afin d'augmenter la conductivité électrique. Ce type de composite trouve des applications dans les encres conductrices pour circuits imprimés, les protections anticorrosion, l'emballage ou encore les supports antistatiques.



Le second type est constitué par les polymères dits conducteurs ioniques. Dans ces polymères organiques, par ailleurs isolants électroniques, les charges sont transportées par des ions. Les oxydes de polyéthylène, dans lesquels est dissout un sel de lithium, Le dernier type de polymères conducteurs, fait référence aux polymères électroniques intrinsèques. Ils sont composés de chaînes carbonées le long desquelles il y a alternance de simples et de doubles liaisons. Cette conjugaison permet l'établissement d'un réseau  $\pi$  Délocalisé, responsable de la conductivité électrique. La conductivité étant de type polaronique, la mobilité classes de polymères conducteur des porteurs majoritaires (électrons ou trous suivant le type de conductivité n ou p) est généralement faible [1] .

Les principales classes de polymères conducteurs organiques sont :

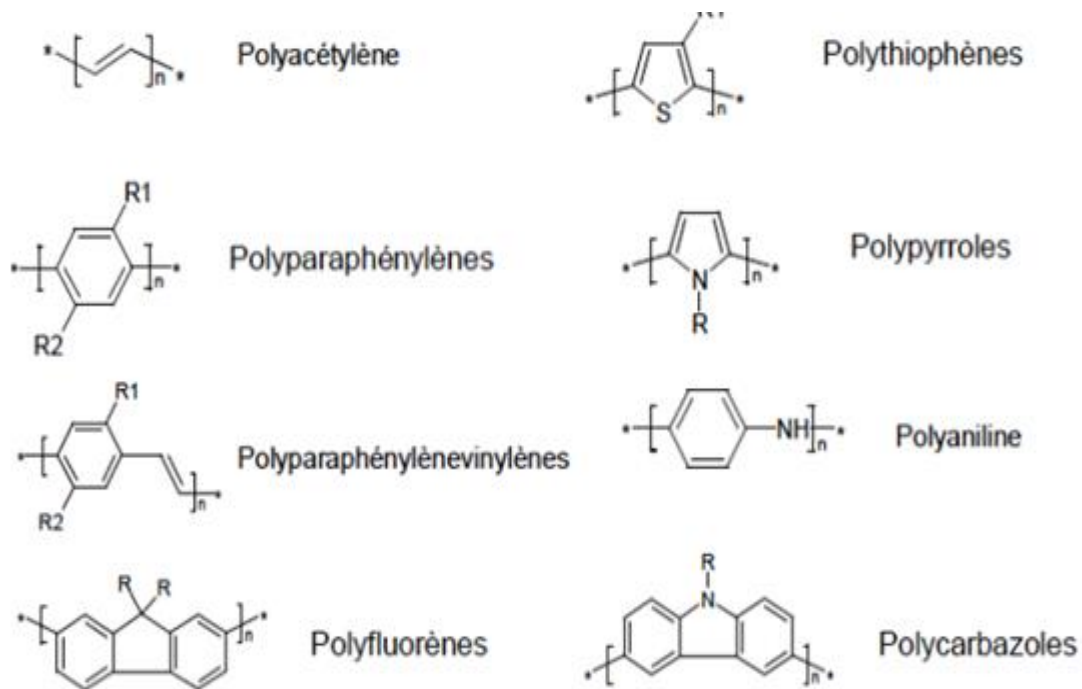


Figure II.1 : Les principales classes de polymères conducteurs organiques.

### I.2.2. Conductivité

Pour mieux comprendre le phénomène de conductivité, voyons comment un polymère conjugué devient conducteur. La forme neutre des polymères aromatiques est pratiquement isolante, pour rendre le matériau conducteur, il faut d'abord introduire des défauts électroniques directement dans le système  $\pi$ -conjugué de la chaîne principale du polymère. C'est le transport de ces défauts de charge dans la chaîne principale et également entre les chaînes du polymère, qui sera responsable de la conductivité électronique observée lors de l'application d'un champ électrique. Les conductivités électroniques des polymères conjugués

les plus connus comparées à celles des matériaux inorganiques connus présentées dans la (figure II.2).[22]

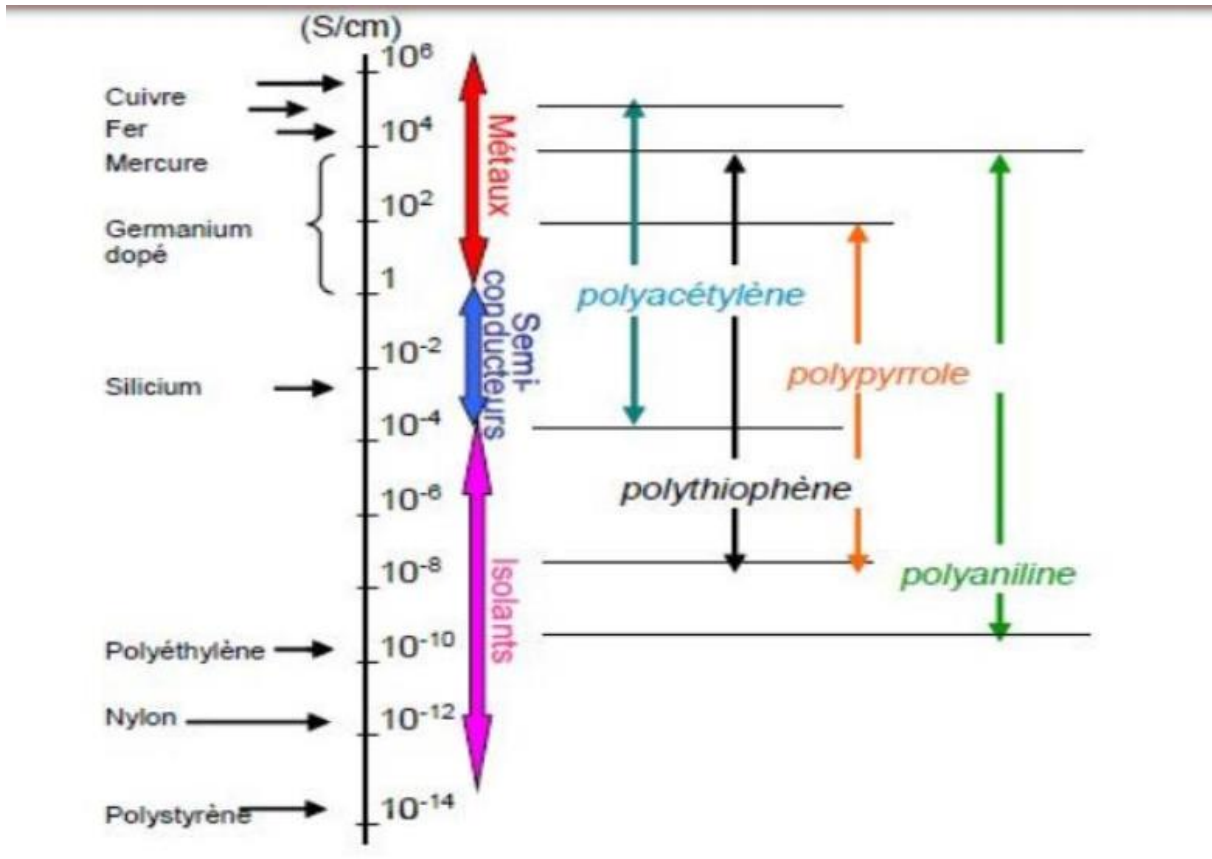


Figure II .2 : Echelle de conductivité de quelques polymères et autre corps en S.cm-1.

### I.2.3.Polyaniline (PANI) parmi les polymères conducteurs

La PANI est un semi-conducteur dont le gap théorique est estimé à 1.4 eV, valeur qui est légèrement inférieure à celles mesurées expérimentalement, de l'ordre de 2.0 eV. La PANI existe sous différents états d'oxydation selon le degré d'oxydation des atomes d'azote (figure II.3).



Figure II.3: Motifs réduit et oxydé de la PANI.

Dans cette classification, la plupart des polymères conjugués non dopés se situent à la frontière entre les isolants et les semi-conducteurs. Les gaps des polymères conjugués les plus étudiés sont indiqués sur le (Tableau II.1)[29] .

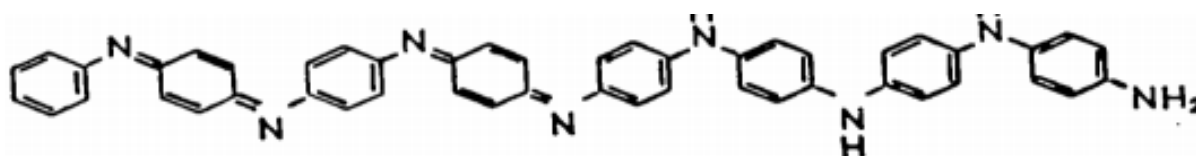
**Tableau I.2 :** Valeurs des bandes interdites de certains polymères conjugués.

Polymère conjugué	Gap (ev)
Trans -PA	1.4-1.5
Pani EB	1.4
Pani PNG	1.8-2.0
PT	2.0-2.1
PPY	3.2

## I.2.4.POLYANILINE

### I.2.4.1.Historique

La polyaniline est sans doute le plus ancien polymère conjugué, en effet son existence remonte à 176 ans ; depuis 1834, ou elle a été accidentellement obtenue par Runge sous forme d'un dépôt noir indésirable]. En 1862, H. Létheby réussit à synthétiser pour la première fois la polyaniline par oxydation électrochimique de l'aniline sous la forme d'un précipité vert foncé, dans des conditions aqueuses acides, baptisé sous le non de noir d'aniline (**Figure II. 4**).



**Figure II. 4:** Formule de la polyaniline préparée par Létheby.

Pendant les années qui ont suivi, de nombreux chercheurs comme Lightfoot en 1863, Coquillons en 1875 et Nietski en 1878 ont commencé à s'intéresser à ces nouveaux produits. Au début du 20eme siècle, les chimistes ont entrepris l'étude de ce noir d'aniline. Ainsi, en 1907 Willstatter et al. , ont considéré le noir d'aniline comme un composé formé d'une chaîne à huit noyaux ayant une structure indamine (figure II.5).

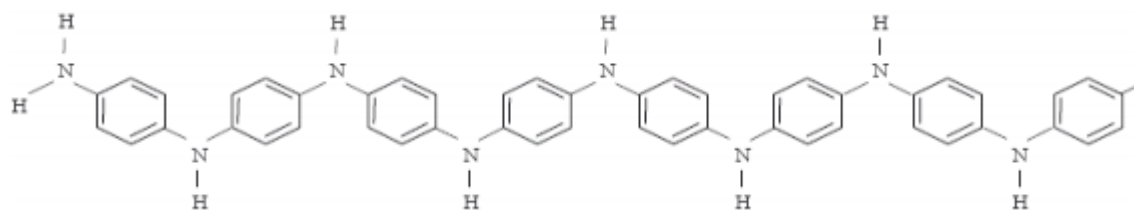


Figure II.5 : Structure de l'indamine

La constitution de ce polymère est restée longtemps mal définie ; ce n'est qu'en 1910 que Green et Woodhead. S'imposent comme les pionniers dans la recherche concernant la polyaniline. Ils proposent une description de sa structure chimique. Le groupe de Surville montra en 1968 les propriétés redox de la polyaniline. En outre, pendant toute cette période, n'a été connu au sujet de ses propriétés électriques. Néanmoins, l'intérêt vis avis de ce polymère ne s'est vraiment développé qu'après la découverte par shirakawa et al. Des propriétés de conduction du poly acétylène .c'est ainsi qu'en 1989, Bridgestone-Seiko commercialisa pour la première fois une pile rechargeable ultra mince fabriquée avec une cathode de PANI et en 1992, Cao et mil trouvèrent que le contre-ion de l'acide utilisé pour doper la polyaniline permet d'obtenir un polymère électro conducteur .Ceci a constitué le début d'une grande explosion, le nombre de publications concernant la polyaniline est depuis en pleine croissance.

En comparaison avec les autres polymères conducteurs, la PANI à une très bonne stabilité thermique et environnementale, une facilité d'élaboration avec un coût relativement bas et une conductivité électrique contrôlable par dopage acido-basique [30] .

#### I.2.4.2.Définition de la polyaniline

Le terme polyaniline est un nom générique pour une famille entière de polymères qui se distinguent par leur degré d'oxydation dont la formule générale est donnée sur la (figure II.6) [1].

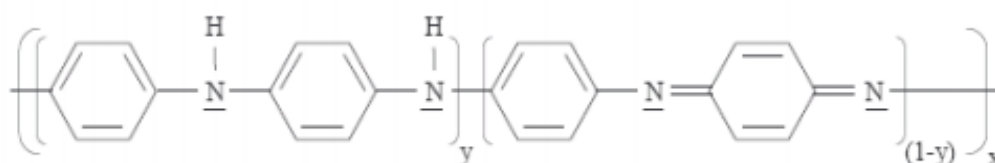


Figure II.6 : Structure générale de la polyaniline.

Le paramètre (X) représente le degré d'oxydation du polymère, quant au paramètre (Y), il indique 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.

Les trois états principaux de la PANI sont

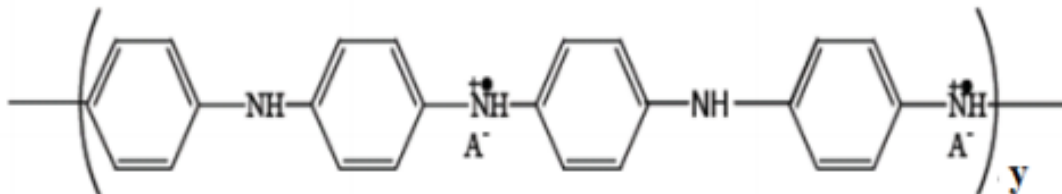
- La leucoéméraldine : solide blanc composé d'enchaînement de 100% de motifs à l'état réduit de type benzène diamine. Ce solide s'oxyde à l'air.
- L'Éméraldine : un solide bleu constitué de 50% de motifs réduits benzène diamine et 50% de motifs oxydés de type quinone diamine. C'est la forme stable de la PANI.
- La pernigraniline : solide rouge composé d'enchaînements de 100% de motifs oxydés de type quinone diamine.

Ce solide est facilement hydrolysé en milieu acide. La forme conductrice de la PANI est un sel d'Éméraldine qui peut être obtenu par dopage redox à partir de la forme leucoéméraldine lors de réactions d'oxydation chimique ou électrochimique, comme pour la plupart des polymères conjugués. Lors du dopage redox, le nombre d'électrons de la chaîne varie alors que le nombre de protons reste inchangé. Dopage protonique (acido-basique)

- $x = 1 ; y = 0$  leucoéméraldine.
- $x = 1 ; y = 1$  Éméraldine.
- $x = 0 ; y = 1$  pernigraniline[31].

### I.2.4.3. La polyaniline conductrice (dopée)

La forme conductrice de la polyaniline, est porteuse de charges. Ces charges sont apportées par protonation. Le sel de polyéméraldine est la seule forme conductrice de la polyaniline (**figure II.7**). Elle est de couleur verte et peut atteindre des conductivités de quelques dizaines à plusieurs centaines de S/cm tout en gardant de très bonnes propriétés mécaniques [1].



**Figure II.7 :** Structure de l'Éméraldine Sel (PANI-E.S).

Toutefois, comme beaucoup d'autres polymères conducteurs, la forme conductrice de la polyaniline (PANI-E.S) est insoluble dans la plupart des solvants usuels, et reste difficile à utiliser dans les procédés standards.

#### **I.2.4.4.Synthèse de polyaniline**

La synthèse de la polyaniline s'effectue généralement par couplage oxydant de l'aniline Grâce a un oxydant chimique approprié ou par oxydation électrochimique sur électrode inerte. Deux voies de synthèse peuvent donc être adoptées : chimique ou électrochimique.[32]

#### **I.2.4.5.Différentes voies de synthèse de la polyaniline**

##### **I.2.4.5.1.Les voies de synthèses chimiques**

La polymérisation de l'aniline dans un milieu aqueux, en utilisant des agents oxydants comme: persulfate d'ammonium, iodure de potassium, peroxyde d'hydrogène, dichromate de potassium etc....., permet d'obtenir la PANI sous la forme d'une poudre verte. 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.

La synthèse typique consiste à dissoudre 0,1 M d'aniline dans une solution 1 M d'acide protonique notamment HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HClO<sub>4</sub>, etc. La solution des oxydants (0,1 M) avec ou sans acide protonique est rajoutée doucement avec agitation durant 20-30 min. Après 10-15 minutes, la solution devient verte. Un précipité (vert/bleu) formé après 6h. L'agitation se poursuit pendant 24h, enfin un précipité vert noir est récupéré puis séché [33].

##### **I.2.4.5.2.Les voies de synthèses électrochimiques**

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. Pourtant, d'autres électrodes comme le fer, le cuivre, zinc etc. ont été utilisées L'avantage de cette méthode est l'obtention directe de films d'architecture et d'épaisseur contrôlée (composite ou non). Malheureusement, elle nécessite l'utilisation de matériel spécifique et la surface des dépôts est limitée par la taille des électrodes. Cette caractéristique restreint la mise en œuvre notamment dans le cas d'une application industrielle [33] .

#### **I.2.4.6. Influence du milieu sur les propriétés optiques de la PANI**

La couleur de la PANI peut tout d'abord être régulée par le taux d'oxydation de la PANI et donc par une différence de potentiel. En effet, la PANI est transparente à l'état totalement réduit, puis bleu vert à l'état semi oxydé et bleu noir à l'état totalement oxydé et peut donc être utilisée dans des dispositifs dont on souhaite changer la couleur ou la transparence par un

stimulus électrique comme par exemple dans les vitres intelligentes" qui se teintent pour faire baisser la luminosité selon la tension appliquée. Sur le même principe, les octodes sont des dispositifs permettant de mesurer optiquement le pH. En effet, le taux de dopage de la PANI est dépendant du pH du milieu d'une part, et d'autre part la variation du taux de dopage modifie le spectre d'absorption UV-vis Proche [31].

IR : une variation de pH peut donc être caractérisée par des changements spectraux. Un des avantages de ce système vient du fait que les changements spectraux les plus significatifs induits par le dopage se produisent dans le proche infrarouge (PIR), une zone où peu de composés absorbent. Le suivi du pH du milieu consiste alors à mesurer la valeur de l'absorbance d'une ou quelques longueurs d'ondes sélectionnées dans le PIR [34].

### I.2.4.7. Mécanisme de polymérisation de la PANI

Les mécanismes des polymérisations chimique et électrochimique de l'aniline étudiés par Différents auteurs sont très proches. La polymérisation se fait par étapes, c'est une Polycondensation.

La première étape de la polymérisation est l'oxydation du monomère en un cation radical Stabilisé par résonance [35] .

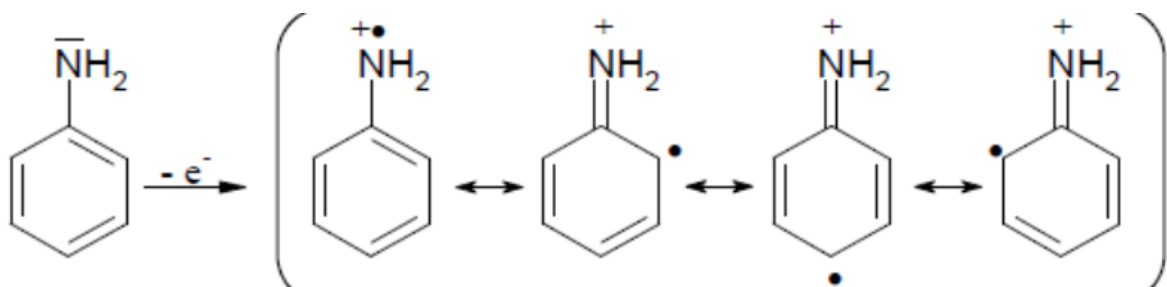


Figure II.8 : Formation du cation radical de l'aniline [35].

✚ Pour la seconde étape, deux mécanismes sont proposés :  
Soit le couplage d'un cation-radical avec une molécule de monomère, l'aniline

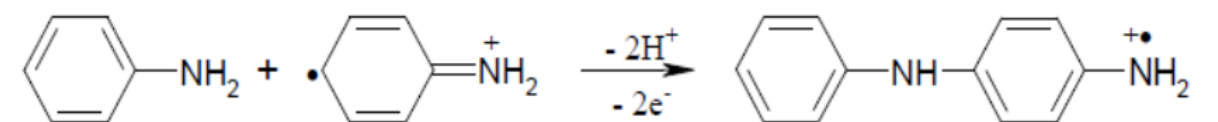


Figure II.9 : Propagation de la chaîne polymère par couplage cation-radical/aniline. [35]

✚ Soit par le couplage de deux cations-radicaux dans deux formes de résonance

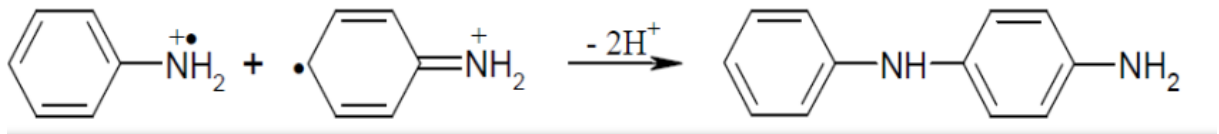


Figure II.10 : Couplage de deux cations-radicaux [35].

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) soit avec le dimère oxydé (dimère radical cation)[35].

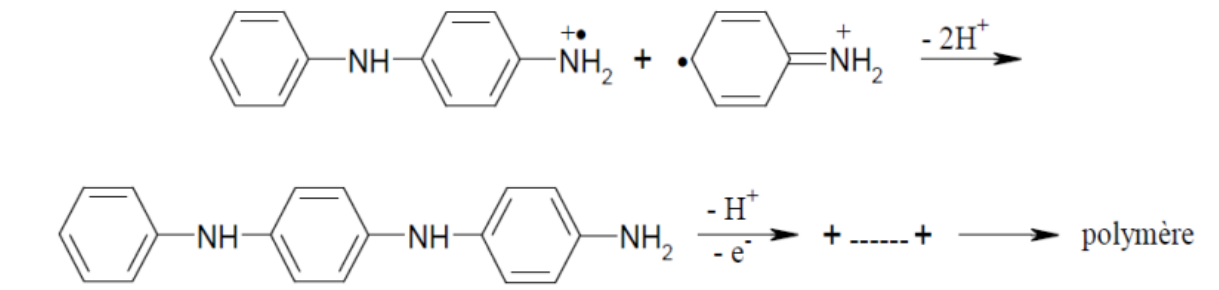


Figure II.11: Propagation de la chaîne polymère de polyaniline.

### I.2.4.8. Applications des polymères conducteurs intrinsèques

Cette classe de matériaux est considérée comme très prometteuse pour des applications dans divers domaines. Leurs principales applications sont présentées sur le **Tableau II.1**.

Tableau I. 3 : Principales applications de polymères conducteurs.

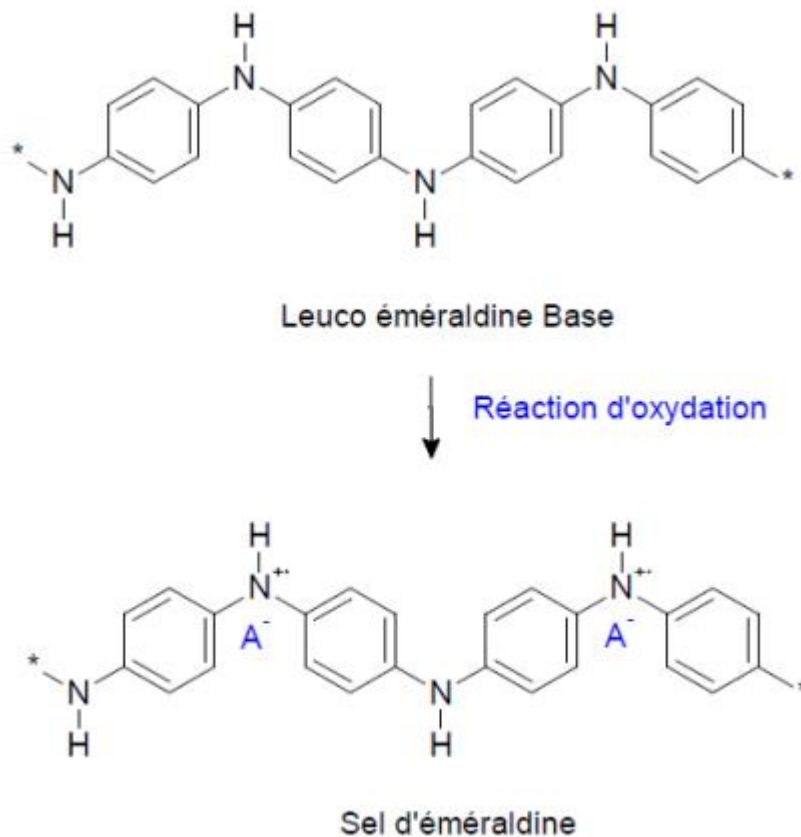
Application à l'état dopé	Application à l'état non dopé
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Les diodes électroluminescentes.</li> <li>• Les transistors à effet de champs.</li> <li>• Les cellules photovoltaïques.</li> <li>• Les lasers polymères.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Les batteries rechargeables.</li> <li>• La lithographie.</li> <li>• Les revêtements anticorrosion.</li> <li>• Le blindage électromagnétique.</li> <li>• Les matériaux électrochromes.</li> <li>• Les détecteurs biologiques.</li> </ul>



### I.2.4.9. Dopage de la PANI

Comme dans le cas des autres polymères conducteurs, le dopage de la PANI est généralement obtenu par des réactions d'oxydoréduction. Toutefois, la plus grande particularité de la PANI est qu'elle peut être également dopée par réaction avec certains acides de Lewis ou par simple protonation de la forme Eméraldine base par un acide de Bronsted.

Le dopage acide de la PANI peut être réalisé lors de sa synthèse. Le milieu étant acide, les deux processus se font simultanément. Ce dopage s'effectue sans modification du nombre d'électrons  $\pi$  ni de l'état d'oxydation de la chaîne, seules les orbitales de ces électrons sont modifiées. Le sel d'Eméraldine ainsi obtenu est le même que dans le cas du dopage redox (Figure II.12).



**Figure II. 12 :** Formation du sel d'Eméraldine lors du dopage protonique de l'Eméraldine base.

Le dopage protonique offre la possibilité de doper et de dé dopé la PANI de manière infinie par un stimulus extérieur tel que le pH. Il offre aussi une grande souplesse d'utilisation à la PANI. En effet, un grand nombre d'acides peut être utilise, certains de ces acides fonctionnalisés en plus d'être dopants, peuvent être plastifiants ou agents de solubilisation de la PANI dans les solvants usuels [27].

#### **I.2.4.10. Les propriétés physico-chimiques de la polyaniline**

- ✚ Polymères simple et peu couteux à produire.
- ✚ Possède une excellente stabilité à l'air et facile à mettre en œuvre.
- ✚ Stabilité chimique et thermique Pani-EB, Pani-ES.
- ✚ La Pani est insoluble dans la plus part de solvants organiques aussi l'eau.
- ✚ Les solvants organiques capables solubilise la Pani on note le méthylpyrrolidinone, certains solvants aminés, acide sulfurique concentré.
- ✚ Sa structure cristalline.
- ✚ Caractère très rigide de sorte impossible de fondre.
- ✚ Température de fusion plus élevée que la température de dégradation et température de transition vitreuse aussi plus élevée.
- ✚ Poids léger, et niveau élevé de conductivité.
- ✚ Bons candidats pour le blindage électromagnétique (absorptions de radiation électromagnétiques)

## **Partie 3**

**GENERALITES SUR**

**L'OXYDE DE FER**

**ET**

**LES NANOCOMPOSITES**

### **I.3.Introduction**

Le mot composite, dans le terme matériau composite, signifie que deux matériaux ou plus sont combinés à une échelle macroscopique nettement inférieure à celle de la pièce pour former un troisième matériau. Une interphase se crée entre les deux constituants et aura pour rôle de transmettre les contraintes de l'un à l'autre sans déplacement d'où l'établissement d'une bonne adhérence.

#### **I.3.1. Définition d'un matériau composite**

Un matériau composite est décrit comme un assemblage de deux ou plusieurs matériaux de nature différentes, dont l'intérêt est de bénéficier des propriétés de chaque composant pour en constituer un seul adapté à plusieurs applications, et aboutir à un matériau ayant des propriétés de l'ensemble final supérieures aux propriétés de chacun des matériaux pris séparément.

Un matériau composite est constitué en général d'une ou plusieurs phases discontinues dispersées dans une phase continue, la phase continue est appelée matrice et la phase discontinue est nommée renfort, on obtient alors un matériau hétérogène et anisotrope [37, 38].

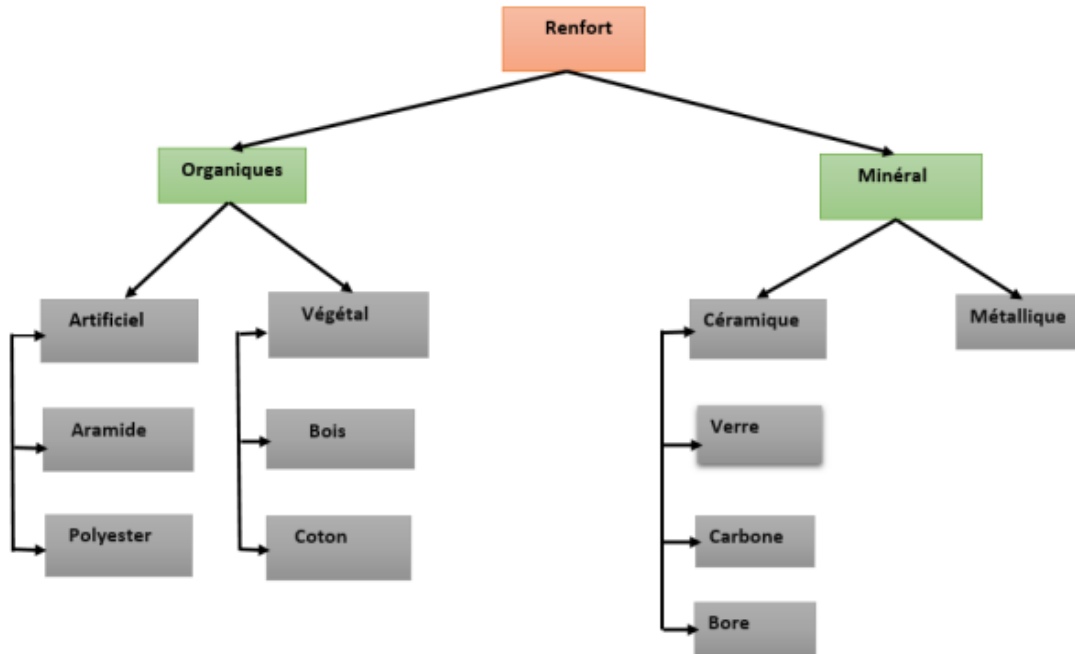
#### **I.3.2.Les renforts**

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire, allant de la particule de forme allongée à la fibre continue qui donne au matériau un effet de résistance orientée[39].

##### **I.3.2.1.Types de renforts**

Les différents types de renforts sont cités dans l'organigramme ci-dessous[40].

**Organigramme 1** : représente les types de renforts.



### I.3.3. Les charge

#### I.3.1.1. Charges organiques

Charges cellulosiques, utilisées en tant que **charges des résines thermodurcissables** (phénoplastes et aminoplastes), sont

- Farines de bois
- Farines d'écorces de fruit et de noyaux
- Fibres végétales
- Pâtes de cellulose
- Amidons

Les avantages de ces matières cellulosiques sont leur coût peu élevé et leur faible densité.

#### I.3.3.2. Charges métalliques

L'addition de poudres ou de paillettes métalliques (aluminium, cuivre, nickel, fer, Etc...) Est effectuée pour rendre conducteurs de l'électricité ou de la chaleur les matériaux plastiques employés en aérospatiale, en électronique et en particulier pour la protection électromagnétique de divers dispositifs.

### I.3.4.Oxydes et hydrates métalliques

#### a. Poudres et microsphères

L'alumine, les oxydes de zinc, de magnésium, de titane et d'antimoine sont utilisés sous forme de **poudres fines** comme charges du polypropylène, des compositions polyvinyliques, des résines époxydes, des polyesters insaturés. Tous permettent de diminuer le prix de revient et d'augmenter la densité de la matière plastique. L'oxyde de béryllium est utilisé sous forme de **microsphères**, qui sont des microsphères de densité voisine de 0,003 et d'un diamètre de l'ordre de 40 m.

#### b. Oxyde de béryllium

Utilisé sous forme de microsphères dans les résines époxydes, il augmente les conductivités électrique et thermique. Ces carbo sphères sont aussi utilisées dans les mousses structurales (PUR) à densité contrôlée, ainsi que pour la fabrication de pièces polyesters ultra légères.

#### c. Les céramiques

Il existe des microsphères en céramique dont la densité varie entre (0,4 et 2,4) et les dimensions de (1 à 3 000 m). Une microsphère de 70 m comportant un revêtement permettant une meilleure dispersion a été mise au point. Conseillée dans les résines polyesters en combinaison avec  $\text{CaCO}_3$ , elle apporte une réduction de masse de (15 à 25 %) avec une amélioration des résistances à la compression et au choc.

#### d. L'oxyde de fer

Les oxydes de fer sont les ferrites les plus connus historiquement. Les types d'oxyde de fer sont nombreux ; parmi on cite la magnétite. nous expliciterons ici les principales caractéristiques physico-chimiques de la magnétite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [5].

#### e. Le carbone

##### **Le noir de carbone**

Le noir de carbone est utilisé depuis très longtemps dans l'industrie des plastiques, à la fois comme colorant, pigment, barrière anti-UV, antioxydant. Le noir de carbone améliore la résistance à la chaleur du polyéthylène réticulé par irradiation et celle du PVC. La conductivité thermique augmente avec le augmente avec le taux de carbone et avec la finesse des particules.

### I.3.5. La magnétite

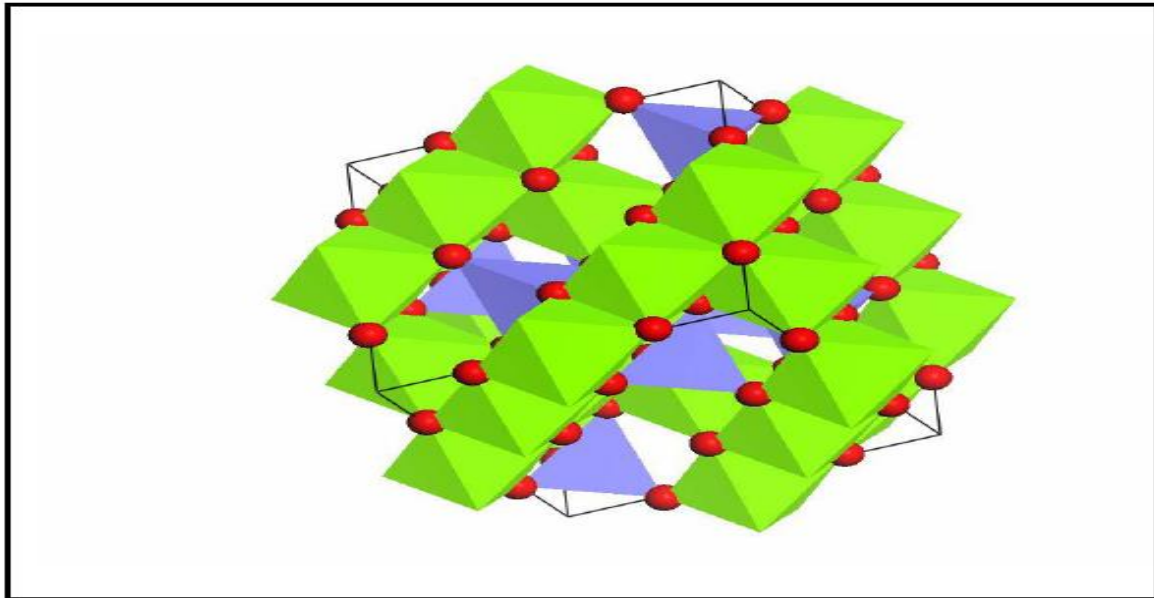
La magnétite est un matériau naturel fortement magnétique, de formule chimique  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , de masse volumique  $5,2 \text{ g}\cdot\text{cm}^3$  à  $20^\circ\text{C}$ , de température de fusion  $1538^\circ\text{C}$  et soluble dans l'acide chlorhydrique. La magnétite appartient à la famille des spinelles, c'est-à-dire répondant à la formule chimique générale  $\text{AB}_2\text{X}_4$ , où A est un métal divalent (Fe, Mg, Zn, Mn, Co, Ni), B un métal trivalent (Fe, Al, Cr, V, Ga, In) et X un anion. La magnétite forme des cristaux typiquement octaédriques, plus rarement dodécaédriques, exceptionnellement cubiques (figure 10) [41].



**Figure III.1:** Image des cristaux de la magnétite naturelle.

#### I.3.5.1. Structure cristalline de la magnétite l'oxyde de fer

La magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) et la magnétite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) adoptent la structure spinelle, qui est de symétrie cubique. Elle a été établie pour la première fois par Bragg [3], et Nishi kawa [4]. En 1915 par diffraction des rayons X. Elle doit son nom au minéral  $\text{MgAl}_2\text{O}_3$ , les spinelles ont pour formule chimique générale  $\text{AB}_2\text{X}_4$  dans laquelle A et B représentent les cations et X les anions. Elles sont construites à partir de l'arrangement cubique faces centrées des anions oxygène  $\text{O}^{2-}$ . La structure spinelle de la magnétite est du genre  $\text{AB}_2\text{O}_4$  (Figure 10) où A sont les atomes en sites tétraédriques entourés de quatre ions  $\text{O}^{2-}$  et B les atomes en sites octaédriques entourés de six ions  $\text{O}^{2-}$ , dans lesquels prennent place les différents cations nécessaires à la neutralité de la maille [42].



**Figure III.2 :** Structure spinelle : les sites tétraédriques sont représentés en bleu, les sites octaédriques en Vert et les atomes d'oxygène en rouge.

Le mail élémentaire est représenté en trait plein noir [42].

La magnétite est une structure spinelle qui présente des propriétés magnétiques très Intéressantes, notamment une forte aimantation avec saturation. Cependant elle est très sensible à l'oxydation et les nanoparticules de magnétite super paramagnétiques présentent une aimantation avec saturation plus faible que celle de la magnétite massive[43].

### I.3.5.2. Matériaux ferromagnétiques

Les atomes ou molécules possèdent chacun un moment magnétique individuel et ils sont en interaction avec leurs plus proches voisins => alignement collectif sur des domaines de l'ordre du micromètre.

=> Existence de domaines spontanément aimantés : domaines de Weiss Mais direction de l'aimantation variable d'un domaine à l'autre du fait de l'agitation thermique => aimantation totale nulle.

- modification des domaines sous l'effet d'un champ magnétique => apparition d'une aimantation induite parallèle au champ :

- champ et aimantation de même sens.

- $\chi$  décroît avec la température car l'agitation thermique croît

- comportement essentiellement non linéaire.

- si on supprime le champ, les domaines reprennent partiellement leur indépendance, mais les interaction magnéto cristallines résiduelles font que les moments de chaque domaine restent



partiellement alignés sur le champ initial =>aimantation rémanente. Qui disparaît si la température augmente ou si on applique un nouveau champ de sens opposé[44].

### **I.3.6.Les propriétés d'oxyde de fer**

#### **I.3.6.1.Propriétés électriques des oxydes**

Les modes de conduction électrique des oxydes de métaux de transition sont régis par le comportement des électrons externes des cations [45].

#### **I.3.6.2.Propriétés magnétiques des oxydes de fer**

Un matériau magnétique est caractérisé par l'existence de moments magnétiques locaux dont la somme dans une direction donnée fournit ce que l'on appelle l'aimantation du matériau. L'aimantation à saturation est une caractéristique magnétique statique. C'est un paramètre qui dépend notamment de la composition du matériau magnétique et de sa structure. L'étude du magnétisme des oxydes de fer est fondamentale, au vu des nombreux domaines d'application concernés telles que l'enregistrement magnétique, la Ferro fluidité, ... . Nous précisons par la suite les propriétés magnétiques (aimantation à saturation et température de Curie) des oxydes de fer dans leur forme massive[46, 47].

### **I .3.7.Propriétés des matériaux nanocomposites à renfort magnétite**

Des particules de la magnétite ont été employées comme la phase de renforcement incluse à l'intérieur de la matrice de polymère ; la magnétite est unique parce qu'elle a la magnétisation de saturation la plus élevée (92-100 ému/g) [13] et un volume exceptionnellement bas, résistivité ( $1.068 \times 10^{-2}$  de  $\Omega$  centimètre) [21]. La magnétite a le potentiel désiré pour fournir des propriétés magnétiques, électriques, et mécaniques au composé final. Les propriétés électriques et magnétiques des nanoparticules dépendent de leur taille [1, 48]

**Tableau I.3 :** Liste de composants multifonctionnels proposés et leurs propriétés de contribution.

	Mécanique	Magnétique Perméabilité	Conductivité Électrique et thermique	Attributs
Matrice Polymère	•			Léger
Charge Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	•	•	•	M <sub>s</sub> élevé et basse résistivité M <sub>s</sub> = f (taille de nanoparticule)
PANI enduit			•	M élevé <sub>s</sub> et basse résistivité M <sub>s</sub> = f (taille de nanoparticule)

### I.3.8. Application des composites

Les matériaux composites disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et, pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique. Ils enrichissent aussi les possibilités de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes, aptes à remplir plusieurs fonctions. Dans chacun des marchés d'application (automobile, bâtiment, électricité, équipements industriels,...), ces performances remarquables sont à l'origine de solutions technologiques innovantes. Les matériaux composites offrent aux industriels des possibilités nouvelles d'associer fonction, forme et matériaux, au sein de réalisations des matériaux et systèmes de plus en plus performants et de mieux satisfaire des besoins parfois contradictoires (poids, fonctions...) auxquels les matériaux homogènes classiques répondent difficilement[49].

# **Chapitre II**

## **Matériels et Méthodes**

## II. Introduction

L'idée d'améliorer les propriétés des matériaux existe depuis toujours. En effet, l'homme cherche continuellement à perfectionner les propriétés des matériaux qui l'entourent ou qu'il fabrique en les associant ou en les combinant entre eux de diverses manières. Cette partie est consacrée à la préparation des nanoparticules d'oxyde métallique puis la formation de nano composite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> /PANI. La deuxième partie est consacré sur la dégradation des colorants .Le troisième partie regroupe l'ensemble des techniques de caractérisation du produit synthétisé... (MEB, UV-Visible, DRX).

### II.1.Produit Chimique

Les produits chimiques qui ont été utilisés sont de plus haut degré de pureté. Le solvant utilisé est l'eau distillé.

**Tableau II.1** : Les produits chimiques utilisés.

Produit	symboles	Masse molaire	Masse volumique	Solubilité
Chlorure de fer	FeCl <sub>3</sub>	162,204 g/mol	2,80 g.cm <sup>-3</sup>	Soluble dans l'eau
Sulfate de fer	FeSO <sub>4</sub>	151,908 g/mol	3,65 g.cm <sup>-3</sup>	Soluble dans l'eau et insoluble dans l'alcool
polyvinylpyrrolidone	PVP	40000 g/mol	1,2 g.cm <sup>-3</sup>	soluble dans l'eau
Sulfate d'ammonium	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	132,14 g/mol	1,77 g.cm <sup>-3</sup>	soluble dans l'eau
Hydroxyde de sodium	NaOH	39,997 g/mol	2,1 g.cm <sup>-3</sup>	soluble dans l'eau
Acide chlorhydrique	HCl	36,46 g/mol	1,00 g.cm <sup>-3</sup>	soluble dans l'eau
Aniline	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub>	93,13 g/mol	1,02 g.cm <sup>-3</sup>	soluble dans l'eau
Bleu méthylène	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> Cl <sub>3</sub> NS	319,85 g/mol	/	soluble dans l'eau
Tétrahydroborate sodium	NaBH <sub>4</sub>	37,83 g/mol	1,074 g.cm <sup>-3</sup>	soluble dans l'eau

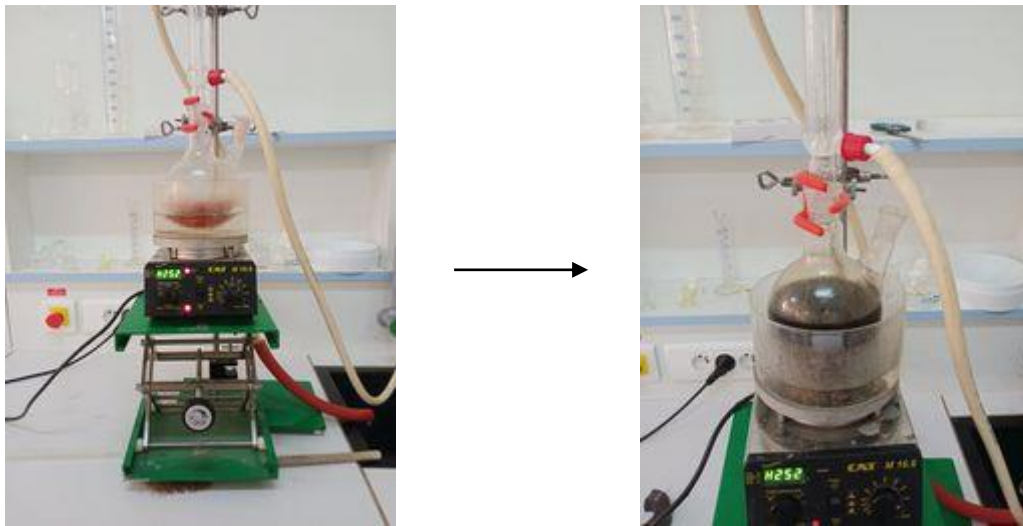
## II.2.Préparation de nanoparticule de $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Pour la préparation des nanoparticules d'oxyde de fer  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , nous avons choisis la méthodes Co-précipitation a cause de sa simplicité.

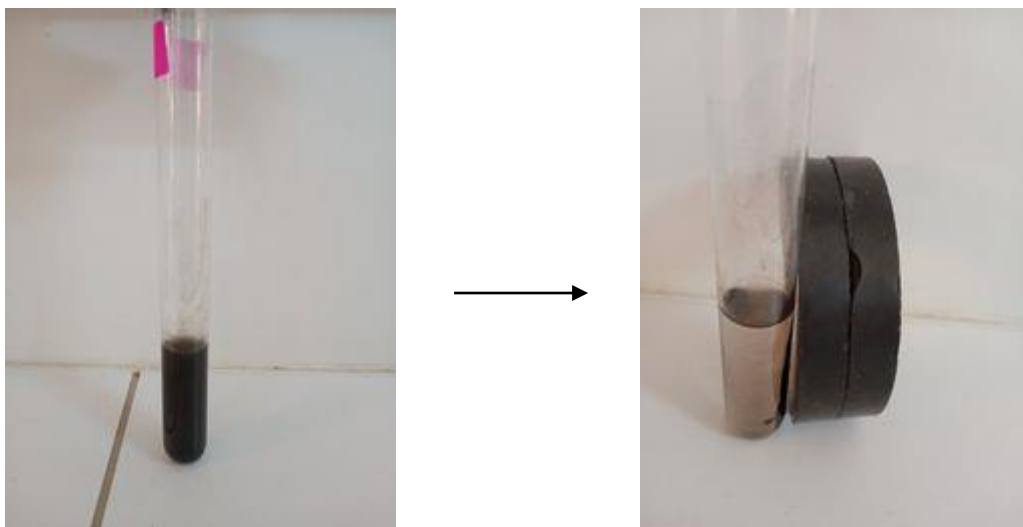
On prend 100 ml de  $\text{FeSO}_4$  [0,5]M est on les introduits dans un ballon de 500 ml , puis on ajoute ensuite 50 ml de  $\text{FeCl}_3$  [0,5]M et on porte le mélange à reflux  $80^\circ\text{C}$  pendant 2h .On ajout ensuite une solution de  $\text{NaOH}$ [1]M goutte a goutte.

la couleur de la solution devient noire prouvant ainsi la formation de nanoparticule  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  .

Le produit finale est séparé par la centrifugeuse a 4900 tr min pendant 10min et laver 3 fois par l'eau distillé puis séché a une température de  $100^\circ\text{C}$  pendant 24 heure.



**Figure II.1 :** Montage utilisé pour la synthèse de l'oxyde de Fer.



**Figure II.2 :** image de l'aimantation des nanoparticules  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

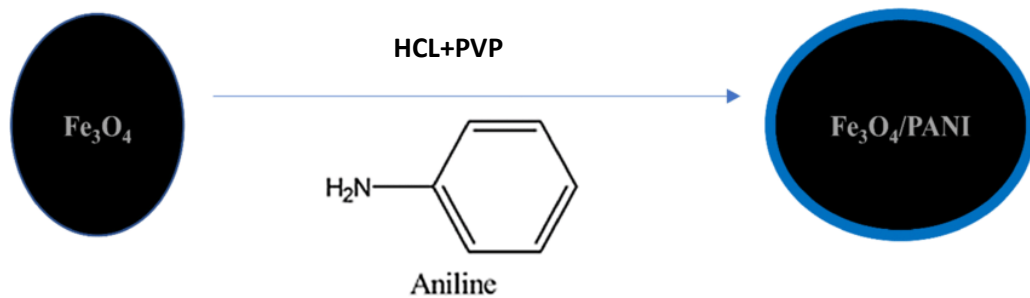
### II.3.Préparation de nanocomposite de Pani Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Pour la synthèse de nanocomposite nous avons procédés comme suit

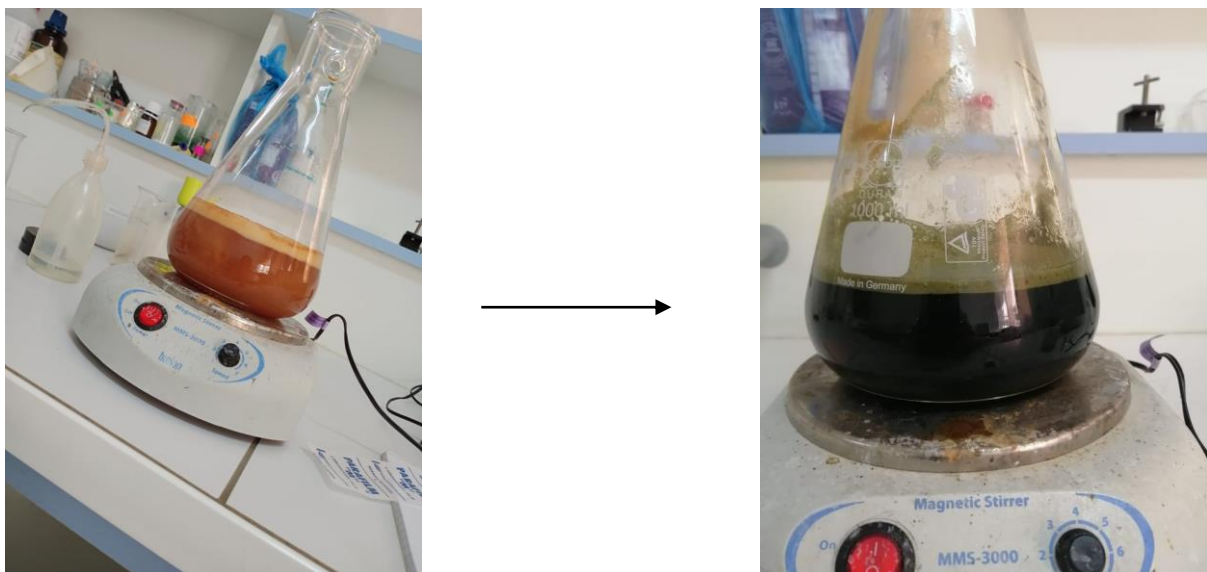
Préparer une solution 0,05M de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dans un bécher contenant 0,8g de pvp , la solution est ensuite soumise sous ultrason pendant 20min (solution A) .

Une solution de Hcl (1ml Hcl dans 19 ml H<sub>2</sub>O) est ensuite introduite dans la solution A

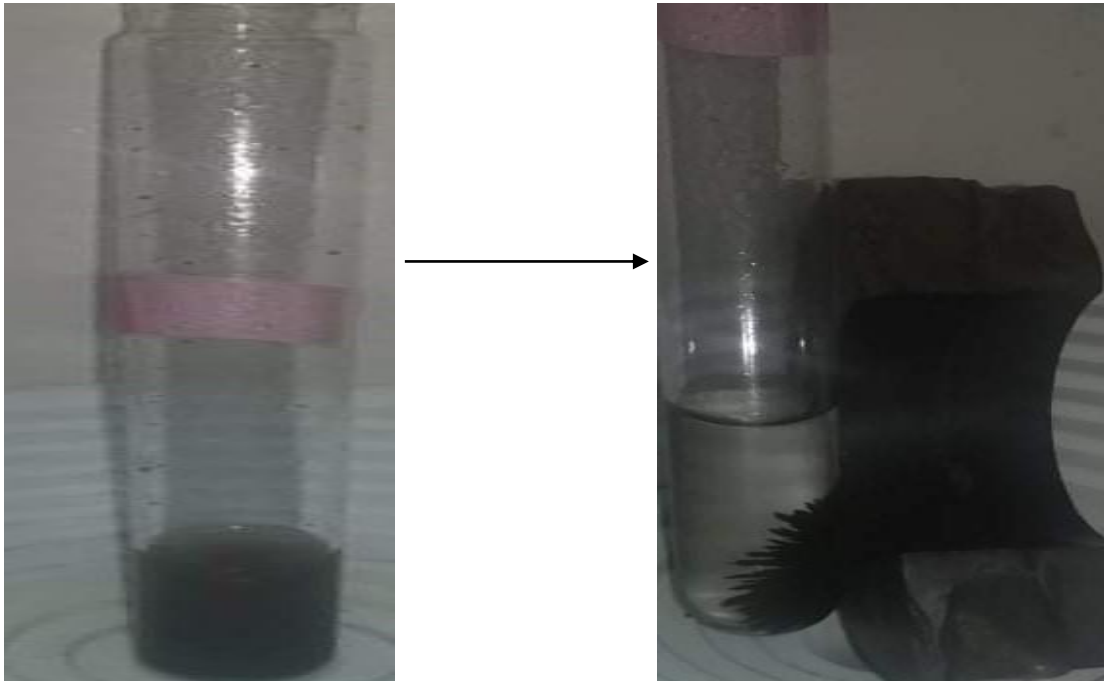
On ajout ensuite 0,5 ml d'aniline a la solution précédente et on laisse le tout sous agitation pendant 4h. Le produit obtenu est purifié par un lavage à l'eau distillé, puis séché a une temperature de 70c° .



**Figure II.3 :** Schéma de Synthèse des nanocomposites de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/PANI.



**Figure II.4 :** Montage utilisé pour la synthèse des nanocomposites Pani / Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> .



**Figure II.5:** Image de l'aimantation des nanocomposites Pani /  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

#### **II.4. Techniques expérimental d'analyse**

Cette partie présente les principes et appareillages des différentes méthodes de caractérisations utilisées régulièrement dans ce travail de mémoire. Sont présentes les techniques analytiques de microscopie, les techniques spectrométriques et structural.

##### **II.4.1.L'analyse spectrophotométrie UV-Visible**

L'analyse spectrophotométrie UV-Visible est fondée sur l'étude du changement D'absorption de la lumière par le milieu (solution), en fonction de la variation de la Concentration de l'élément. Le principe d'analyse est basé sur la loi de Beer Lambert.



**Figure II.6 :** Photo du spectroscopique UV-Visible.

#### **II.4.2. Microscopie électronique à balayage**

La morphologie et la composition des nanocomposite ont été mises en évidence par microscopie électronique à balayage - spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie. L'instrument de SEM (COXAM) fonctionnait à une tension d'accélération de 25 KV avec un grossissement de 30 000 X et une grande distance (WD) de 14,900. Les nanocomposites ont été obtenues par centrifugation et séchées pour être placées à l'intérieur de grilles de carbone.





**Figure II.7 :** Image de microscope électronique à balayage (coxem)-microanalyse (MEB) .

### II.4.3. Diffraction du rayon X (DRX)

La diffraction des rayons X est une technique très utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés du fait que leurs atomes sont arrangés selon des plans cristallins spécifiques.

#### II.4.3.1. Principe

Un faisceau de rayons x monochromatique incident est diffracté par l'échantillon à certains angles spécifiques selon la loi de Bragg :  $2.d.\sin(\theta) = \lambda .n^1$  . L'enregistrement du signal par un détecteur appliqué permet de visualiser les angles et intensités des pics de diffraction obtenus. L'indexage de ces pics est réalisée à l'aide de bases de données spécifiques permettant l'identification du (ou des) composé(s) en présence la taille moyenne des particules ont été déterminée Par l'équation de Scherrer.

$$d = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$



**Figure II.8** : image de diffraction de rayon X

## Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié la synthèse des nanoparticules de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et les nanocomposites  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et PANI et le protocole qui conduit à la formation de ces nanoparticules. Nous avons aussi cité les différentes techniques de caractérisation utilisées, telles que la spectrophotométrie UV-Visible, la microscopie électronique à balayage (MEB), la Diffraction des rayons X (DRX).

# **CHAPITRE III**

**Résultat**

**Et**

**Discussion**

### III. Introduction

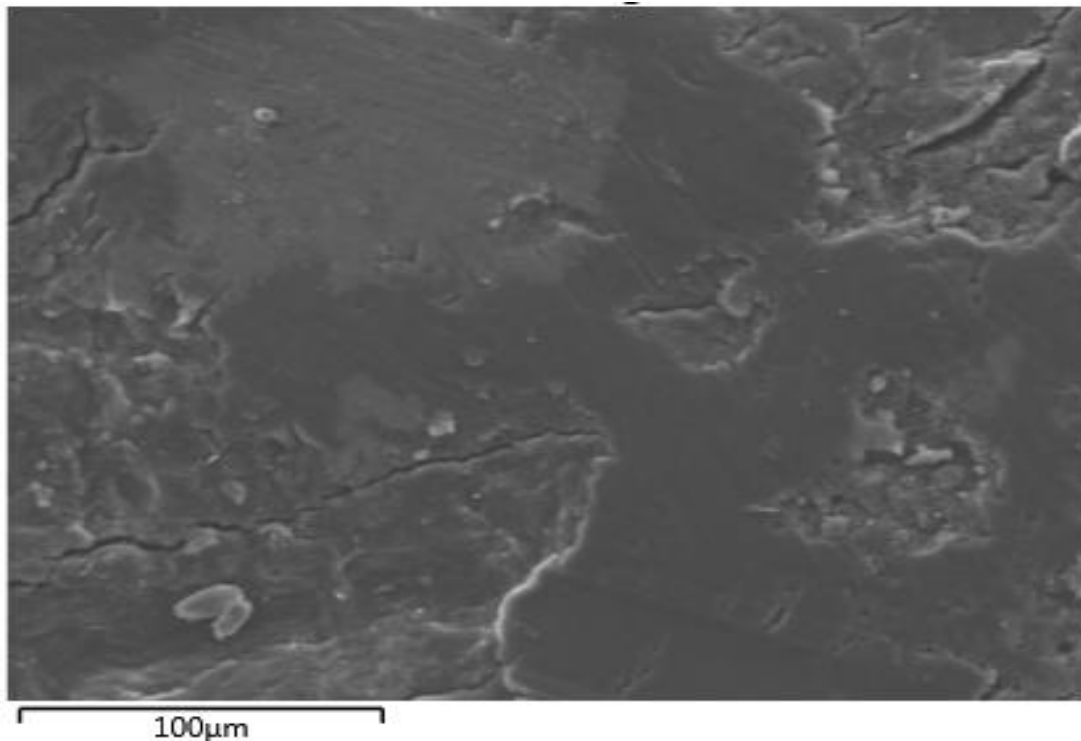
Dans ce chapitre nous allons présenter et discuter les résultats obtenus sur les nanocomposites de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  /PANI synthétisées. Les techniques de caractérisation de ces nanoparticules utilisées dans cette étude sont: l'analyse par spectrophotométrie UV-visible pour l'étude de leurs absorbances, la diffraction des rayons X pour la détermination de structure cristallographique et la microscopie électronique à balayage pour l'étude de morphologie ,et comme application nous avons choisis d'étudier la dégradation du BM en présence des nanocomposites préparés .

#### III.1. Caractérisation morphologique par MEB

La morphologie et la taille des nanocomposites de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /Pani et nanoparticules  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ont été analysées en utilisant un microscope électronique à balayage.

la première figure(A) représente la morphologie lisse de la polyaniline.

Les nanocomposites Pani/  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  montre une morphologie rugueuse qui explique la formation de la Pani à la surfaces des nanoparticules  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  qui sont représenter dans la figure (B).



**Figure 1** : la morphologie de la PANI.

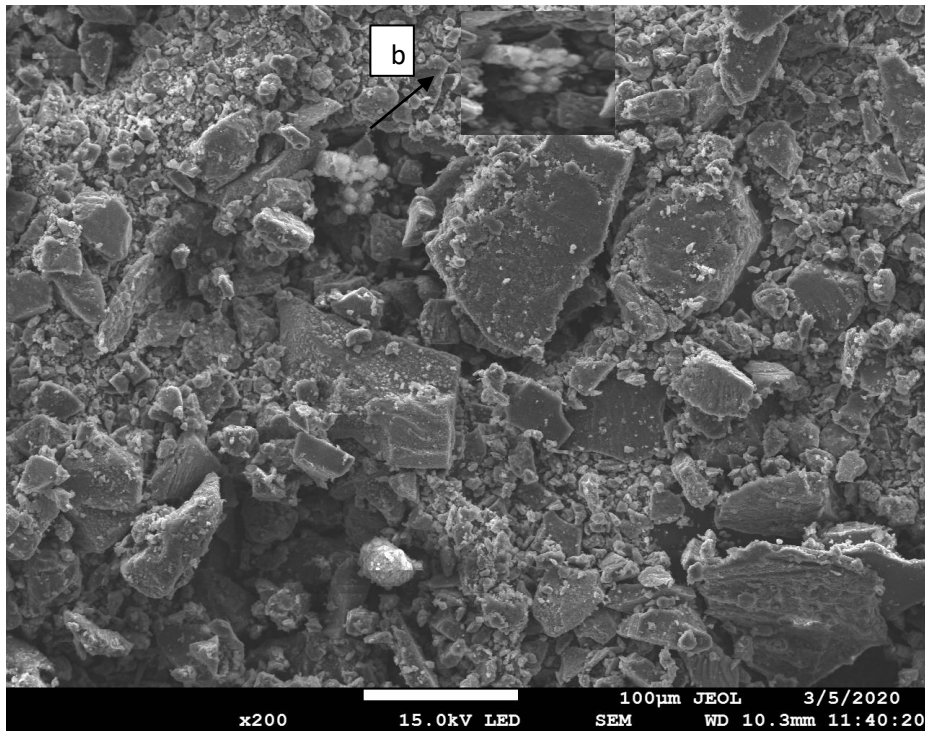


Figure 2: (B)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  /Pani, (b) zoom de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  recouvre par aniline.

### III.2.Caractérisation Diffraction du rayon X DRX

LA cristallinité du  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -NPs et  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /PANI sont identifiés via l'analyse DRX . Les spectres DRX sont présentés dans la Figure C il montrent clairement l'incorporation de la polyaniline à la surface des  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -NPs, ces dernier présente des pics caractéristiques à  $2\theta = 30,36^\circ, 32,05^\circ, 37,42^\circ, 43,44^\circ, 45,72^\circ, 53,79^\circ$  et  $57,43^\circ, 62,80^\circ$  qui sont affectés aux plans (220), (311), (222), (400), (311), (422) ,(511)et (440), respectivement.

La polyaniline ne présente aucun pic caractéristique car elle est amorphe. Sa présence affecte surtout la qualité du spectre obtenu figure (D)

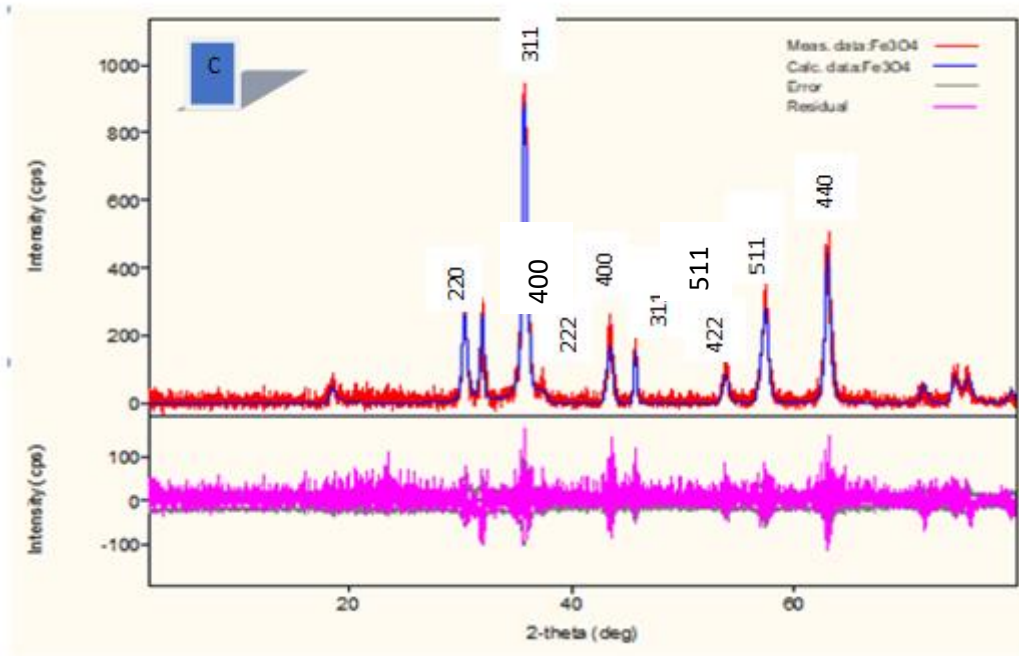


Figure 3 : (C) spectre DRX de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

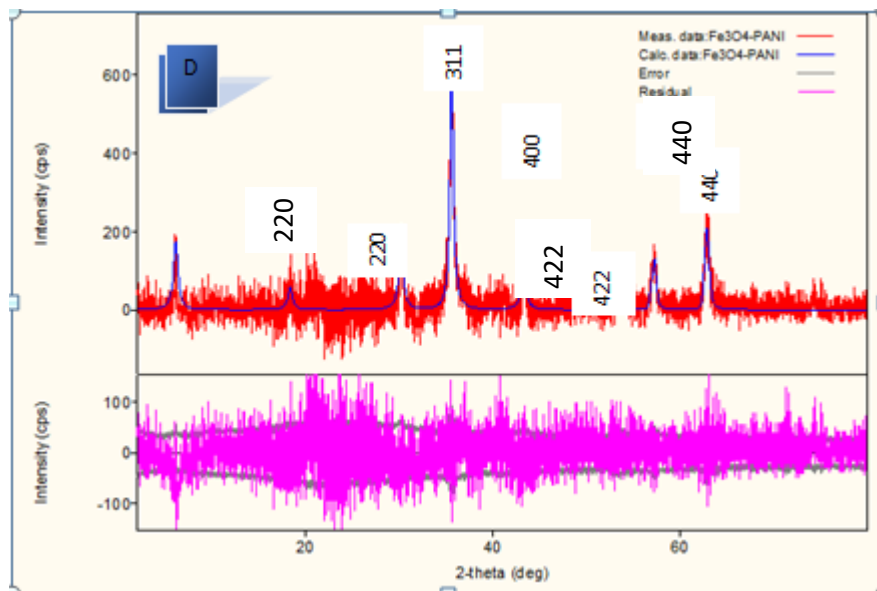


Figure 4 : (D) spectre DRX de  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ .

### III .3.Application des nanocomposites $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Pani}$

Dans un premier temps nous avons étudié la dégradation du bleu méthylène par nanoparticules  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  les résultats obtenus sont rassemblé dans la figure 1. La figure 1 montre

que la diminution de la bande caractéristique de BM est négligeable, par conséquent l'effet catalytique de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  n'est pas vraiment prononcé pour provoquer la dégradation de BM .

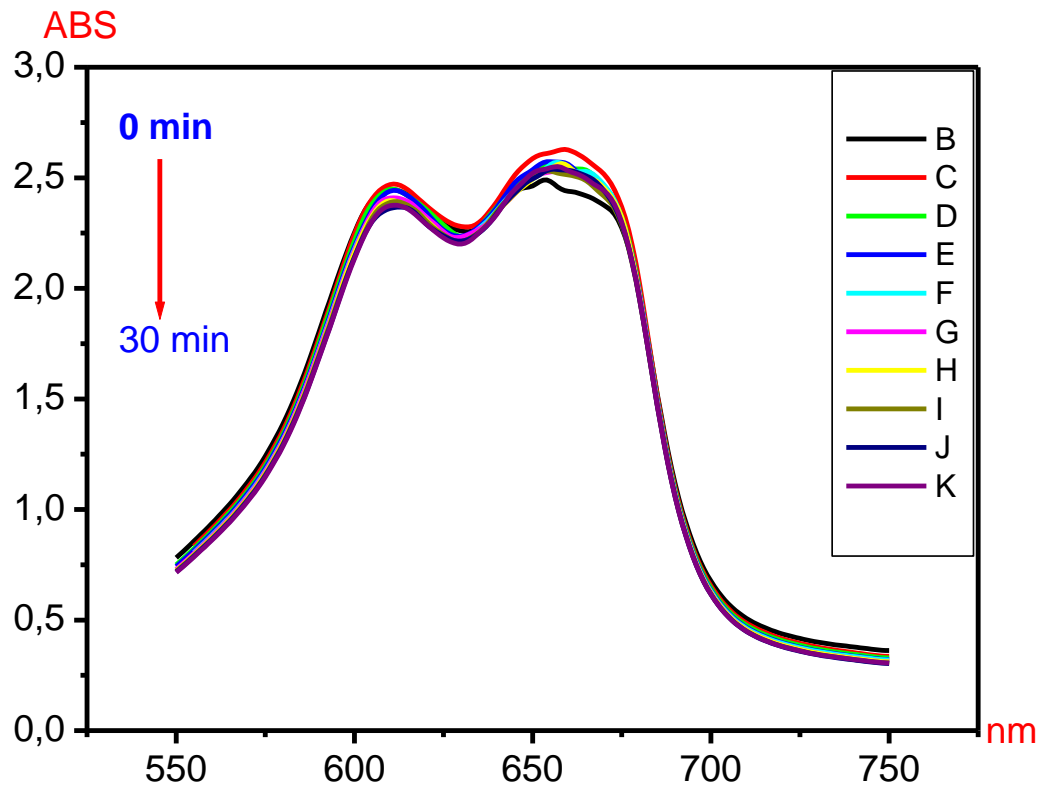
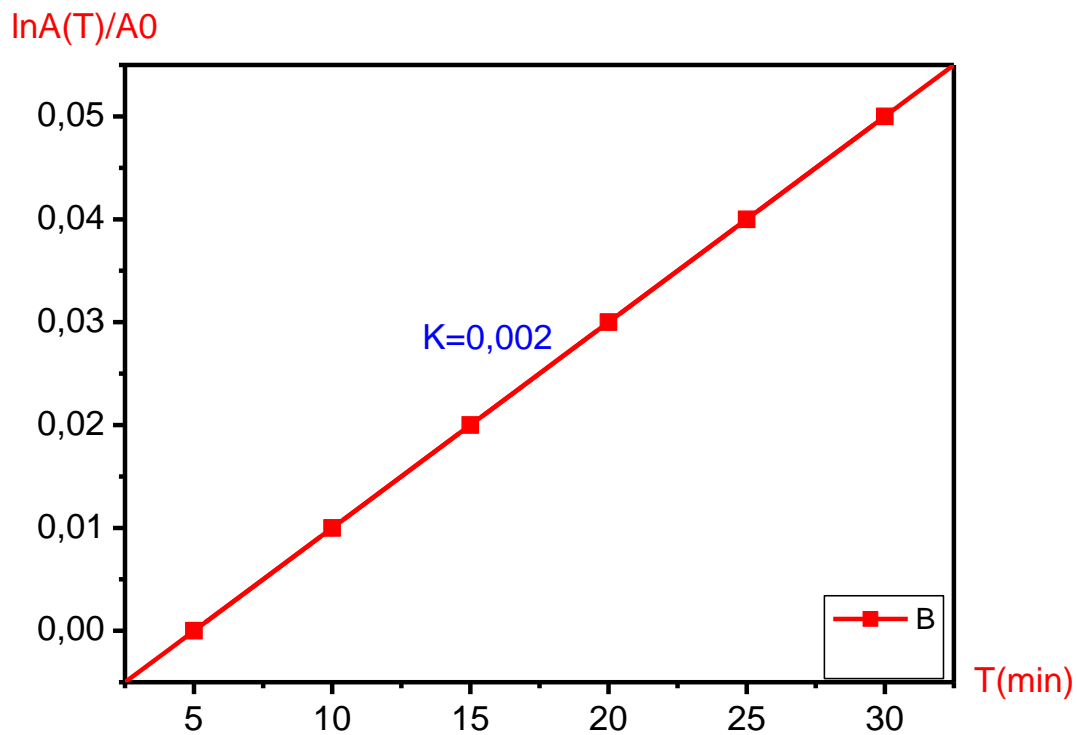


Figure 5: variation de l'absorbance en fonction de longueur d'onde.



**Figure 6 :**  $\ln A(t)/A_0$  en fonction du temps.

On peut noter aussi que la constante de vitesse de dégradation est très faible  $K=0,002$ .

Par contre lors de l'utilisation des nanocomposites Pani /  $Fe_3O_4$  on observe une nette diminution de la bande caractéristique de BM, expliquant ainsi l'efficacité de ce nanocomposite dans la dégradation du BM .Ainsi la constante de vitesse passe à  $k=0,04$  ( 20 fois ) plus importante que la première .



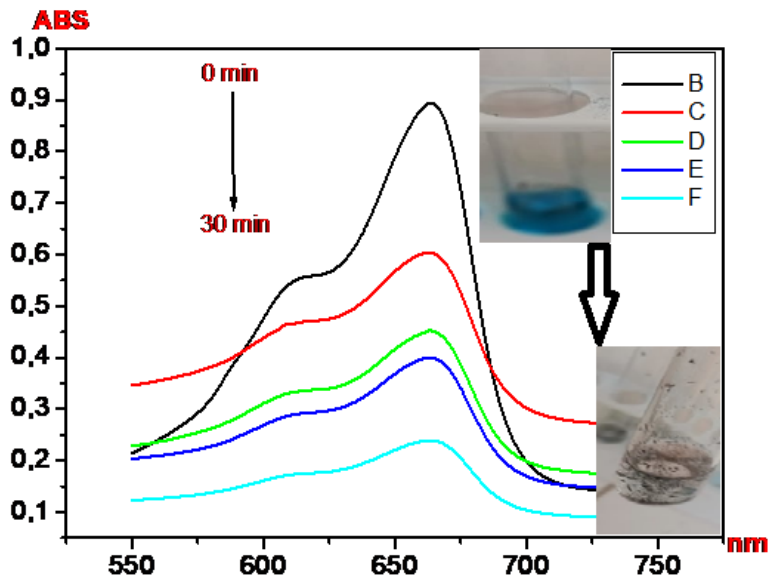


Figure 7 : variation de l'absorbance en fonction de longueur d'onde.

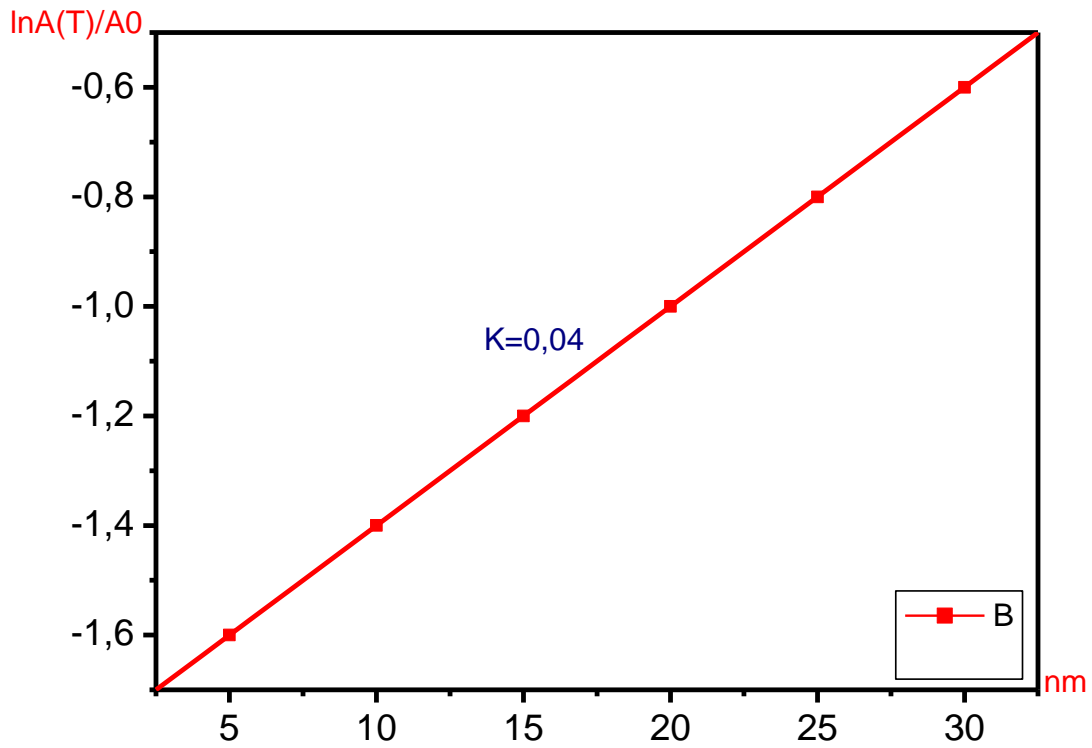


Figure 8 :  $\ln A(t)/A_0$  en fonction de temps.

**Conclusion**

Au terme de ce chapitre nous citons toutes les résultats de nos expériences réalisées au laboratoire.

# **Conclusion Générale**

## **Conclusion générale**

L'objectif principale du présent travail est l'application des nanocomposites Pani / Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pour la dégradation d'un colorant cationique (le bleu de méthylène). Cette étude nous a permis de dégager l'importance de l'utilisation du matériaux préparés et son utilisation comme dépolluant organique.

En effet un taux de dégradation de x%= 90% pendant un temps t=30 min à été observer.

La structure des matériaux préparé à été confirmé par microscopie électronique a balayage (MEB) et diffraction des rayons X (DRX) .On effet ces deux techniques on montré clairement la formation de la polyaniline à la surface des nanoparticules magnétiques.

L'analyse DRX à montré l'apparition des pics caractéristiques des nanocomposites Pani / Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Nous pouvons conclure que cette étude ouvre des perspectives relatives à la préparation des matériaux utilisé pour le traitement des effluents industriel et même à la potabilisation .elle pourrait être complété et amélioré en utilisant d'autre support .

## Référence

- [1] D. SOUMEUR, SYNTHÈSES ET CARACTÉRISATIONS DE NANOCOMPOSITES POLYANILINE–MAGNETITE, usto, 2012.
- [2] G.J. Hedley, Ultrafast photophysics of iridium complexes, University of St Andrews, 2010.
- [3] H. Shirakawa, E.J. Louis, A.G. MacDiarmid, C.K. Chiang and A.J. Heeger, Journal of the Chemical Society, Chemical Communications, (1977) 578.
- [4] A. Gök, M. Omastova and J. Prokeš, European polymer journal, 43 (2007) 2471.
- [5] X. Lu, W. Zhang, C. Wang, T.-C. Wen and Y. Wei, Progress in Polymer Science, 36 (2011) 671.
- [6] A. Liu, L.H. Bac, J.-C. Kim and L. Liu, Journal of nanoscience and nanotechnology, 12 (2012) 6031.
- [7] M. Yari and S. Sedaghat, Journal of Physical & Theoretical Chemistry, 5 (2009) 13.
- [8] U.S. Waware and S.S. Umare, Reactive and Functional Polymers, 65 (2005) 343.
- [9] I. Sari and Y. Yulizar, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 2017.
- [10] (بالراشد, and 2017) ب. علي, م. أيمن.
- [11] B. Khalfaoui, A.H. Meniai and R. Borja, Journal of Chemical Technology & Biotechnology, 64 (1995) 153.
- [12] G. Zayani, L. Bouselmi, A. Ghrabi, K. Ghazzi, P. PICHAT and F. MHENNI, INRST, Laboratoire Eau & Environnement, Tunisie, (2002) 7.
- [13] S. Bayou, W. Bezzaz and S.E. Kouras, Etude de la dégradation photocatalytique de quelques colorants synthétiques en milieu aqueux, Université jijel, 2018.
- [14] A. BENAÏSSA and C. Kacem, Doc. Génie des procédés. Université Mentouri Constantine, (2011).
- [15] I. Bousnoubra and K. Djebbar, Contribution à l'élimination de colorants (Vert de méthyle et Bromocrésol pourpre) par procédés photochimiques en phase homogène (séparés et mélangés), en phase hétérogène en milieu aqueux et par adsorption (Vert de méthyle) sur ZnO, جامعة الإخوة منتوري قسنطينة, 2017.
- [16] F.Z. Saidi, Elimination du Bleu de Méthylène par des Procédés d'Oxydation Avancée, 2013.
- [17] L. Naidja, (2010).
- [18] C.D.A.A.P. DE, M elle BENDJELLOUL Meriem, Université Abdelhamid Ibn Badis–Mostaganem, 2017.
- [19] Y. Bentahar, Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines: application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse, Côte d'Azur, 2016.
- [20] I. FEDDAL, CONTRIBUTION A L'ELIMINATION D'UN POLLUANT ORGANIQUE, EN MILIEU HYDRIQUE: BLEU DE METHYLENE (BM), SUR DES MATERIAUX ARGILEUX MODIFIES, 2016.
- [21] N. Oubagha, Mémoire de magister, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, (2011).

- [22] G. Crini, P.-M. Badot, N. Morin-Crini and G. Torri, Les principales techniques d'épuration des eaux industrielles polluées: une revue récente des méthodes proposées dans la littérature, Presses universitaires de Franche-Comté, 2007.
- [23] S. Karthikeyan, A. Titus, A. Gnanamani, A. Mandal and G. Sekaran, Desalination, 281 (2011) 438.
- [24] S. Hammami, Étude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée. Application à la dépollution des rejets industriels, Université de Marne la Vallée, 2008.
- [25] P.V. Nidheesh, R. Gandhimathi and S.T. Ramesh, Environmental Science and Pollution Research, 20 (2013) 2099.
- [26] S. Merabet, D. Salmi and K. Slimani, Application de l'électroflottation-électrocoagulation pour l'élimination d'un colorant textile Cas du Bleu d'indanthrène RS, université Abderahmane Mira, 2014.
- [27] M. Jouini and L. Bencharif, (2012).
- [28] H. Sadki, M. Bennani and M. Bouachrine, Revue Interdisciplinaire, 1 (2016).
- [29] O. Bardagot, Semi-conducteurs organiques de type n pour la conversion d'énergie, Grenoble Alpes, 2019.
- [30] M. ANSARI and M. SOUIDI.
- [31] S. DAIKH, (2019).
- [32] W. Saade, C.P. Pinto, D. Becker and C. Dalmolin.
- [33] E. Genies, A. Boyle, M. Lapkowski and C. Tsintavis, Synthetic metals, 36 (1990) 139.
- [34] M. Xiong, G. Gu, B. You and L. Wu, Journal of applied polymer science, 90 (2003) 1923.
- [35] F. Guan, M. Chen, W. Yang, J. Wang, R. Zhang, S. Yang and Q. Xue, Applied surface science, 230 (2004) 131.
- [36] M. Galimberti, V.R. Cipolletti and M. Coombs, Developments in Clay Science, Vol. 5, Elsevier, 2013, p. 539.
- [37] V.V. Do Thi, Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, 2011.
- [38] A. Elouaer, Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales, Reims, 2011.
- [39] M. HADDADI, Mémoire de fin de cycle de Mater en physique. Université EL Hadj Lakhdar BATNA, (2011).
- [40] C. Aribi, Étude comparative du comportement des différents matériaux composites (différentes matrices), univ-bouira. dz; Université Bouira; univ bouira, 2012.
- [41] S. Gassas and S. Hafsi, (2016).
- [42] A. Bazine and M.S. Ferah, Elaboration par sol-gel et caractérisation d'oxyde métallique (type:  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) aux propriétés photocatalytiques, 2017, جامعة الإخوة منتوري قسنطينة.

- [43] L. Truffault, Synthèse et caractérisation de nanoparticules à base d'oxydes de cérium et de fer pour la filtration des UV dans les produits solaires, Université d'Orléans, 2010.
- [44] R. ZAALANI, (2020).
- [45] R. Lakhal, Nouveau procédé d'élaboration de micro et nanoparticules d'oxyde de fer en voie sèche: Caractérisation, étude du procédé et proposition d'un mécanisme rationnel, 2016.
- [46] R. Jurgons, C. Seliger, A. Hilpert, L. Trahms, S. Odenbach and C. Alexiou, Journal of Physics: Condensed Matter, 18 (2006) S2893.
- [47] M.A. Uddin, H. Tsuda, S. Wu and E. Sasaoka, Fuel, 87 (2008) 451.
- [48] G. Goya, T. Berquo, F. Fonseca and M. Morales, Journal of applied physics, 94 (2003) 3520.
- [49] A. Toufik, (2017).

## ملخص:

في هذا العمل تطرقنا لمشكلة تلوث البيئة التي أصبحت مصدر اهتمام العالم الراجع إلى تلوث مصادر الغزل والنسيج بالأصبغ.

ومنه في هذه الدراسة هدفنا تركيب مواد نانو مركب جديد بتركيبية أساسية من أكسيد الحديد وبولي أنيلين عن طريق البلورة الكيميائية وذلك باستعمال كبريتات الأمونيوم كمؤكسد مع جزء من مونومار (أنيلين) , لإزالة الملوثات الموجودة في البيئة.

ولقد استنتجنا أن مركب النانو يمكنه القضاء على 95% من الأصبغ .

وفي الأخير قمنا بتحليل النانو مركب بتقنيات مخبرية :المسح بالمجهر الإلكتروني ،الأشعة السينية .

## الكلمات المفتاحية :

التلوث، البيئة، الأصباغ، نانو مركب، البلمرة الكيميائية.

## ***Résumé :***

Dans ce travail, nous avons abordé le problème de la pollution de l'environnement, qui est devenu une source d'attention mondiale en raison de la pollution des sources textiles avec des colorants. À partir de cette étude, nous avons cherché à synthétiser de nouveaux matériaux nanocomposites avec une composition basique d'oxyde de fer et la polyaniline par polymérisation chimique utilisant du sulfate d'ammonium comme oxydant avec une partie de monomère (Aniline) pour éliminer les polluants présents dans l'environnement . Nous avons conclu que le nanocomposite peut éliminer 95% des colorants.

Enfin, nous avons analysé le nanocomposite à l'aide des techniques de laboratoire : microscopie électronique à balayage (MEB), diffraction des rayons X (DRX).

### **Les mots clés :**

Pollution, environnement, colorants, nanocomposite, polymérisation chimique.

## ***Abstract :***

In this work, we touched on the problem of environmental pollution, which became a source of world attention due to the pollution of textile sources with dyes. From this study, we aimed to synthesize new nanocomposite materials with a basic composition of iron oxide and polyaniline through chemical polymerization using ammonium sulfate as an oxidizer with a portion of monomer (Aniline) to remove pollutants present in the environment. We concluded that the nano compound can eliminate 95% of dyes.

Finally, we analyzed the nano-composite using laboratory techniques: scanning electron microscopy, X-rays.

### **Key words :**

Pollution, environment, dyes, nano-composite, chemical polymerization.



