

Institut des Sciences  
Département de Sciences de la Matière

Filière : Chimie

## Mémoire

Pour l'Obtention du Diplôme de Master  
Spécialité Chimie Macromoléculaire

Thème :

---

# Synthèse de nano-composites magnétiques à base de polyaniline

## Application à la désinfection de l'eau

---

Présenté par :

M<sup>elle</sup>. BOUCHIKHI Imane  
M<sup>elle</sup>. BACHIR BESSEKLAL Amel

Soutenu en 2019

Devant le jury composé de :

<i>Président :</i>	<i>Mme. KIBOU zahira</i>	<i>(M.C.A) C.U.B.B.A.</i>
<i>Examineurs :</i>	<i>Mr. CHIKHI Ilyas</i>	<i>(M.C.B) C.U.B.B.A.</i>
	<i>Mme. RAMDANI Nassima</i>	<i>(M.C.B) C.U.B.B.A.</i>
<i>Encadrant :</i>	<i>Mr. Boussalem Smain</i>	<i>(Professeur) C.U.B.B.A.</i>

## **REMERCIEMENT**

*Je tiens à remercier DIEU le tout puissant pour toute la volonté et le courage qu'il me donne et offert pour réaliser ce travail.*

*Le travail présenté dans cette thèse a été réalisé au laboratoire de chimie appliqué de centre universitaire BELHADJ OUCHAUB.*

*J'exprime ma profonde gratitude à mon encadreur **Mr. BOUSSALEM Smain** pour toutes ses contributions, ses encouragements et ses conseils assez utiles et fructueux qui m'ont aidé à la réalisation de ce travail.*

*J'ai un remerciement spécial à **Mr. Beldjilali Mohamed** pour sa patience et ses précieux conseils, pour sa disponibilité exceptionnelle, il n'a pas hésité à engager toute son expérience, ses compétences, mais aussi ses qualités humaines et son enthousiasme, ainsi que son suivi attentif et régulier de l'évolution de ce travail.*

*Je suis très sensible à l'honneur que me fait **Mme. KIBOU Zahira**, en acceptant de présider le jury de cette soutenance.*

*J'adresse toute ma gratitude à **Mr. CHIKHI Ilyas** et **Mme. RAMDANI Nassima** pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'examiner ce travail et participer à ce jury.*

*Je remercie **M<sup>elle</sup> KHANE yasmine** pour nous aider et nous fournir les bactéries. Je vous remercie sincèrement les techniciens de laboratoire chimie Appliquée **Mme. AMRAOUI BEHRIYA** et **Mme. BAKADA OUAHIBA** et les techniciens de laboratoire de biologie.*

*Enfin, nous adressons nos plus sincères remerciements à tous nos proches et amis, qui nous ont toujours encouragées au cours de la réalisation de ce mémoire. Merci à tous et à toutes.*

## *Dédicaces*

*Au nom DIEU le clément et le Miséricordieux Louange a ALLAH le tout-puissant*

*Je dédie ce modeste travaille :*

*Aux êtres les plus chers que nous avons au monde ; **Nos parents***

*« Si je pouvais fleurir la terre de roses, si je pouvais illuminer le ciel entier d'étoiles scintillantes, je ne saurais jamais vous rendre, même un peu le bonheur et lumière que vous avez toujours été dans ma vie »*

*A nos chères sœurs*

*A nos frères*

*A chaque cousins et cousines*

*A tout les membres de nos famille Bachir Besseklal et Bouchikhi*

*A toute la promotion Master 2019.*

*Imane et Amel*

## *Liste des abréviations*

ABS : Absorbance.

BV : Le vert brillant.

°C : Degré à Celsius.

CNT : Carbone nano-tube.

DO : densité optique.

DRX : Diffraction rayon de X.

EDS : Systèmes des données électroniques.

FTIR : Spectroscopie InfraRouge à Transformée de Fourier.

GB : Green brillant.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

MNPS : Nanoparticules magnétiques.

NPS : Nanoparticules.

PANI : poly aniline.

PH : Potentiel d'hydrogène.

PVP : poly vinylpyridine.

Tr : Tour.

UFC : Unité Formant une Colonie.

UV : ultra-violet.

WD : Grande distance (wide distance).

## *Liste des figures*

<b>Figure 1</b> : Représente les différentes tailles des nanomatériaux.....	1
<b>Figure I.1</b> : Représente que L'eau aide à penser et apprendre.....	5
<b>Figure I.2</b> : purification des contaminants de l'eau.....	7
<b>Figure I.3</b> : la composition de la cellule bactérienne.....	8
<b>Figure I.4</b> : la structure de vert brillant.....	10
<b>Figure I.5</b> : les différentes techniques de traitement des eaux usées.....	11
<b>Figure I.6</b> : représente les types de les nano-composites.....	13
<b>Figure I.7</b> : La structure de NP Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	14
<b>Figure I.8</b> : La structure chimique de PANI.....	16
<b>Figure I.9</b> : les propriétés de PANI.....	16
<b>Figure I.10</b> : Schéma de principe de fonctionnement de spectrophotomètre UV-Visible..	17
<b>Figure II.1</b> : Montage utilisé pour la synthèse de l'oxyde de Fer.....	24
<b>Figure II.2</b> : Schéma de la préparation des nano-composites.....	25
<b>Figure II.3</b> : Représentation schématique Structure de nano-composite. ....	26
<b>Figure II.4</b> : Image illustrant les différentes étapes de préparations du Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @PANI.....	26
<b>Figure II.5</b> : Photographies illustrant de préparation les boîtes pétrées pour l'activité antibactérienne.....	28
<b>Figure II.6</b> : Différentes concentration du vert brillant.....	29
<b>Figure II.7</b> : Photo du spectroscopique UV-Visible.....	30
<b>Figure II.8</b> : Image de microscope électronique à balayage (coxem)-microanalyse EDS...	31
<b>Figure III.1</b> : MEB : (A) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ,(B) PANI, (C)(D)Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @PANI.....	36
<b>Figure III.2</b> : EDS de : (A) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (B) PANI, (C) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @PANI.....	37
<b>Figure III.3</b> : Diffcratogrammes de diffraction des RX : (E) de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (F) de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /PANI.	38
<b>Figure III.4</b> : Spectre FITR : (1) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (2) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @PANI.....	39
<b>Figure III.5</b> : Photos représentent l'activité anti bactérienne.....	40
<b>Figure III.6</b> : Effet de masse de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> @PANI sur élimination de E.Coli.....	41
<b>Figure III.7</b> : Effet de concentration des bactéries.....	42
<b>Figure III.8</b> : Réaction première ordre d'élimination d'E. Coli (A) :5mg(B) :6mg.....	43
<b>Figure III.9</b> : Réaction première ordre d'élimination d'E. Coli (C) :8mg(D) :10mg.....	44
<b>Figure III.10</b> : Adsorption de VB en fonction du temps.....	45
<b>Figure III.11</b> : le pourcentage d'adsorption de VB en fonction du temps.....	46
<b>Figure III.12</b> : variation de l'absorbance en fonction du temps.....	46
<b>Figure III.13</b> : Effet de la dose d'absorbant sur les capacités d'adsorption de VB.....	47
<b>Figure III.14</b> : Effet de concentration de l'absorbât sur l'adsorption de VB.....	48

## *Liste Des Tableaux*

<b>Tableau I.1</b> : Techniques de synthèses nanoparticules d'oxyde de fer.....	15
<b>Tableau II.1</b> : Représente les propriétés du produit chimique de la synthèse.....	23
<b>Tableau III.1</b> : Représente les diamètres des zones d'inhibitions des différentes bactéries..	41
<b>Tableau III.2</b> : la constante de vitesse de chaque concentration de nano-composite.....	45

## Sommaire

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I : Synthèse bibliographique</b>	
<b>I.1 Introduction.....</b>	<b>4</b>
<b>I.2. L'importance de l'eau .....</b>	<b>5</b>
<b>I.3. la désinfection de l'eau.....</b>	<b>6</b>
<b>I.4. les bactéries.....</b>	<b>8</b>
<b>I.5. Gram positive et Gram négative.....</b>	<b>8</b>
<b>I.6. Escherichia coli.....</b>	<b>9</b>
<b>I.7. Les colorants.....</b>	<b>9</b>
I.7.1. Classifications des colorants.....	9
I.7.2. Le vert brillant.....	10
<b>I.8. Procèdes de traitement de l'eau.....</b>	<b>11</b>
<b>I.9. Nanomatériaux.....</b>	<b>12</b>
I.9.1. Historique.....	12
I.9.2. Différents types de nanostructures.....	12
I.9.3. Nano-composite.....	13
<b>I.10. L'oxyde de fer magnétique .....</b>	<b>14</b>
<b>I.11. Structure de polyaniline et propriétés.....</b>	<b>16</b>
<b>I.12. Méthode D'analyse.....</b>	<b>17</b>
I.12.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	17
I.12.2. Infrarouge.....	17
I.12.3. Diffraction des rayons-X (DRX).....	18
I.12.4. Microscope électronique à Balayage MEB-EDS.....	18
<b>I.3. Conclusion.....</b>	<b>19</b>
<b>Référence.....</b>	<b>20</b>
<b>CHAPITRE II : Méthodes et Matériels utilisées</b>	
<b>II.1. Introduction.....</b>	<b>23</b>
<b>II.2. Produit chimique .....</b>	<b>23</b>
<b>II.3. Préparation d'oxyde de Fer.....</b>	<b>24</b>
<b>II.4. Préparation nano-composite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@PVP@PANI.....</b>	<b>25</b>
<b>II.5. Préparation des batteries.....</b>	<b>27</b>
II.5.1 Élimination d'E. Coli.....	27
II.5.2 Activités antibactérienne .....	27
<b>II.6. Préparation de colorant vert brillant.....</b>	<b>28</b>
II.6.1 Études d'adsorption.....	29
<b>II.7. Techniques expérimental d'analyse .....</b>	<b>29</b>
II.7.1 Spectroscopie UV-visible .....	30
II.7.2 MEB-EDS .....	31
II.7.3 DRX.....	31

II.7.4 Analyse infrarouge par transformée de Fourier (FTIR).....	32
<b>II. CONCLUSION.....</b>	<b>32</b>
<b>Référence.....</b>	<b>33</b>
<b>CHAPITRE III : Résultat et Discussion</b>	
<b>III.1. Introduction.....</b>	<b>35</b>
<b>III.2. Caractérisations.....</b>	<b>36</b>
III.2.1 MEB-EDS.....	36
III.2.2 EDX.....	37
III.2.3 DRX.....	38
III.2.4FTIR.....	39
<b>III.3. Application des nano-composites .....</b>	<b>40</b>
III.3.1 Activité antibactérienne .....	40
III.3.2 Elimination de E. Coli utilisant nano-composite.....	41
III.3.2.1 Effet de masse de nano- composite.....	41
III.3.2.2 Effet de concentration.....	42
III.3.3 Adsorption de vert brillant.....	45
III.3.3.1 Effet de la dose d'adsorbant.....	47
III.3.3.2 Effet de l'initiale concentration de vert brillant.....	48
<b>III. Conclusion.....</b>	<b>49</b>
<b>Référence.....</b>	<b>50</b>
<b>Conclusion Générale.....</b>	<b>52</b>

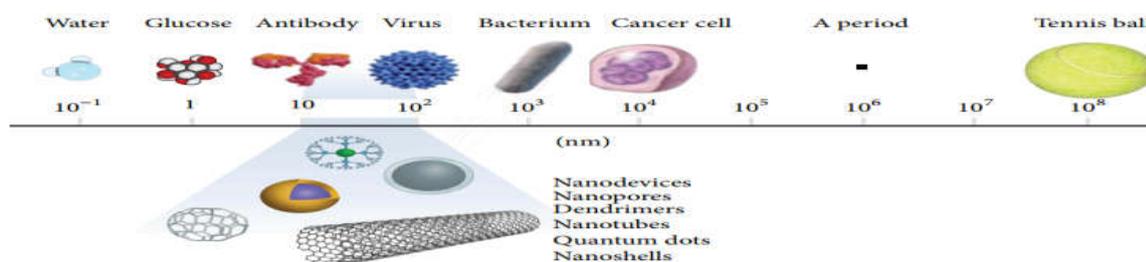
# *Introduction générale*

# Introduction Générale

## Introduction générale

L'eau a un large impact sur tous les aspects de la vie humaine, y compris mais sans s'y limiter, la santé, l'alimentation, l'énergie et l'économie. Outre les impacts environnementaux, économiques et sociaux d'approvisionnement en eau et d'assainissement, l'approvisionnement en eau fraîche l'eau est essentielle à la sécurité des enfants et des pauvres. On estime que 10 à 20 millions de personnes meurent chaque année à cause de à une infection hydrique et non mortelle provoque la mort de plus de 200 millions de personnes chaque année. Tous les jours, environ 5 000 à 6 000 enfants meurent des suites du problème de l'eau de la diarrhée. Il y a actuellement plus de 0,78 milliard les gens du monde entier qui n'ont pas accès à la sécurité ressources en eau entraînant de graves problèmes de santé. Il est estimé que plus d'un milliard de personnes dans le monde manquent l'accès à l'eau potable et dans quelques décennies, le courant l'approvisionnement en eau diminuera d'un tiers. Agents pathogènes présents dans l'eau [Escherichia coli, Shigella spp, Salmonella spp, Vibrio spp. Et protozoaires (Cryptosporidium)] la contamination des ressources en eau cause maladies (par exemple, diarrhée, maladie gastro-intestinale).

La nanotechnologie a été considérée comme efficace pour résoudre problèmes d'eau liés à la qualité et à la quantité.



**Figure .1. :** Représente les différentes tailles des nanomatériaux

Les nanomatériaux (par exemple, les nanotubes de carbone et les dendrimères) sont contribuer au développement de traitements plus efficaces processus parmi les systèmes d'eau avancés. Terre de nombreux aspects de la nanotechnologie pour répondre aux multiples problèmes de qualité de l'eau afin d'assurer la stabilité de l'environnement. Cette étude fournit une perspective unique sur les bases recherche en nanotechnologie pour le traitement de l'eau / des eaux usées et réutiliser en se concentrant sur les défis de la recherche future.

Des études récemment publiées indiquent que parmi les polymères présentant de manière inhérente des propriétés antibactériennes, figurent également des polymères conducteurs tels que poly aniline (PANI), qui a donné lieu à fait l'objet d'une attention considérable en raison de son potentiel dans le domaine biomédical et d'autres applications prometteuses. Son

# Introduction Générale

---

efficacité contre les bactéries gram positives et gram-négatives, les colorants et contre les champignons Ils ont observé une réduction significative des unités formant colonies (UFC) de Staphylococcus à Gram positif. Aureus (*S. aureus*, 95%), Escherichia Gram négatif coli (*E. coli*, 85%) et champignons de *Candida albicans* (92%). Dans le domaine des agents antibactériens, les nanoparticules métalliques présentent un intérêt particulier, car elles pourraient être synthétisées avec une grande surface spécifique et des sites actifs très potentiels. Les nanoparticules d'oxyde de fer présentent une classe distincte d'oxydes métalliques avec des propriétés magnétiques distinctes et une biocompatibilité supérieure.

Ce travail de mémoire a donc pour objectif de fabriquer de nano composite à base de  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  par Co-précipitation pour la désinfection de l'eau par les bactéries et le colorant.

Ce travail se décompose en trois chapitres :

- **Le premier chapitre** consiste une recherche bibliographique sur l'eau et nanomatériaux, procédés de traitement de l'eau, les types des nano composites, structure de PANI,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et leur propriétés.
- **Le deuxième chapitre** matériel et méthode de synthèse de nano composite  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  et préparation des bactéries.
- **Troisième chapitre** contient les résultats et discussion de produit finale, l'analyse de produit et enfin l'application.

***Chapitre I :***  
***Synthèse bibliographique***

# Synthèse Bibliographique

---

## Introduction

Les méthodes traditionnelles de dépollution de l'eau présentent plusieurs inconvénients tels que besoin énergétique élevé, élimination incomplète des polluants et génération de substances toxiques boue. La filtration peut être utilisée pour éliminer les contaminants, mais cela produit une forte boue concentrée en une phase toxique et difficile à éliminer. Ainsi, là est une exigence réelle pour une technologie plus efficace et moins énergivore pour traitement des eaux usées municipales et industrielles. Parmi les différentes émergentes technologies, la nanotechnologie a montré un potentiel incroyable pour la dépollution des eaux usées en raison de leurs propriétés uniques. Les nano-fils, les nanotubes, les films, les particules, les points quantiques et les colloïdes sont les différentes morphologies de nanomatériaux ayant au moins une dimension inférieure à 100 nm. À cette échelle, les matériaux présentent souvent des caractéristiques physiques, Propriétés chimiques et biologiques comparées à leurs homologues volumineuses En raison de leurs surfaces spécifiques plus grandes, les nanomatériaux sont un excellent adsorbant de divers types de polluants. L'ingénierie de surface peut également être incorporée à maximiser la réactivité de surface. La plus grande surface leur permet également de catalyser la dégradation, l'oxydation et la réduction des contaminants à la surface. Donc, en plus d'une surface élevée, la sélectivité des nanoparticules pour des processus de purification de l'eau spécifiques doit reposer sur l'affinité chimique, la densité de charge en surface et la capacité de transfert d'électrons. Les nanomatériaux possèdent également une grande mobilité en solution et le volume entier peut être rapidement analysé avec de petites quantités de nanomatériaux en raison de leur petite taille. Ainsi, une variété de produits efficaces, écologiques et des nanomatériaux inorganiques et organiques rentables avec différentes technique sont été utilisés et testés pour l'épuration, la désinfection, l'élimination des déchets lourds.

# Synthèse Bibliographique

## I.1. L'importance de l'eau

L'eau est la substance la plus essentielle pour toute forme de vie. Près de 71% de la planète la surface est recouverte d'eau mais seulement 1% est disponible pour la consommation. Plus de 1,1 milliard les populations manquent d'eau potable et près de 1,8 million d'enfants meurent chaque année de la diarrhée principalement due à la contamination de l'eau[1]. Selon les estimations, d'ici 2025, 50% de la population mondiale vivra dans les zones de stress hydrique. Encore une fois, en raison du rythme rapide de l'urbanisation, de la forte industrialisation et du changement des modes de vie des populations, de plus en plus de déchets dangereux, les sous-produits ont contaminé les sources d'eau naturelles. La rareté de pure potable L'eau devient maintenant le principal défi mondial pour ce siècle. Ainsi, l'utilisation de Les sources d'eau non conventionnelles (par exemple, les eaux pluviales, les eaux douces contaminées, les eaux saumâtres, les eaux usées et l'eau de mer) peuvent constituer une alternative à l'eau douce[2].

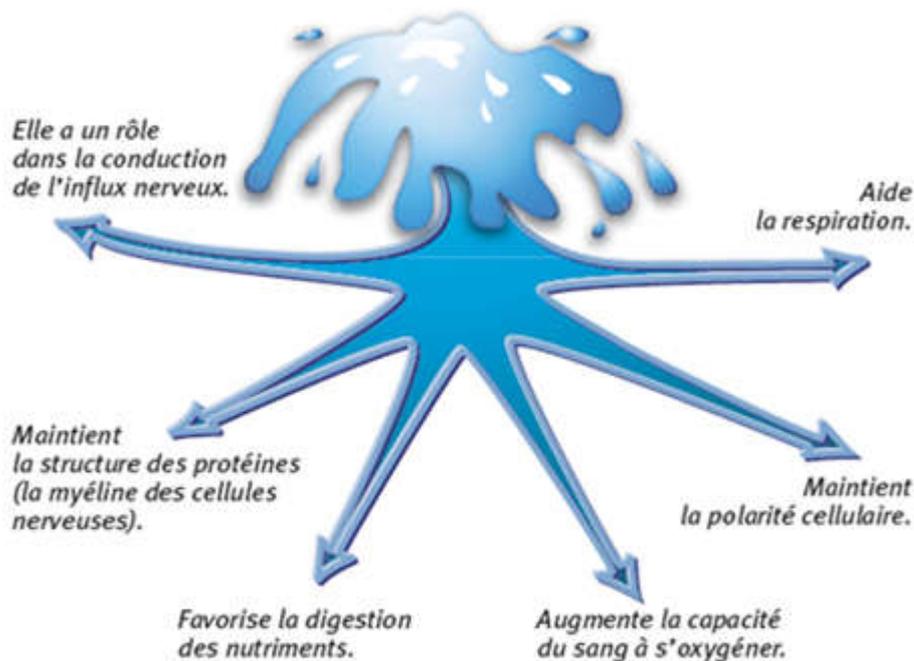


Figure I.1 : Represente que L'eau aide à penser et apprendre.

### I.2. La désinfection de l'eau

La désinfection est l'une des techniques les plus utilisées pour la purification des eaux usées. Mais il est urgent de surmonter les limitations et les dangers que représentent les techniques de désinfection conventionnelles qui conduisent à la formation de sous-produits de désinfection nocifs (DBP). Bien qu'elles soient efficaces dans la lutte contre les agents pathogènes microbiens, utilisation conventionnelle de désinfectants chimiques tels que le chlore, les chloramines et l'ozone peut réagir avec divers constituants de l'eau naturelle pour former des SPD. La forte tendance à l'oxydation de ces désinfectants classiques conduit à la formation de nombreux DBP. Différentes nanoparticules ont démontré d'excellentes propriétés désinfectantes. Sans créer de tels DBP poussant la fiabilité et la robustesse de la désinfection à nouvelles hauteurs. Ces nano-désinfectants sont des oxydants relativement doux et inertes dans eau. Le mécanisme de ces désinfectants induits par les nanoparticules est différent de celui des désinfectants classiques. Ces nanoparticules peuvent soit directement interagir et perturber ou pénétrer avec la membrane cellulaire et interrompre le mécanisme de transfert d'électrons ou initier des espèces réactives de l'oxygène (ROS) production qui provoque les dommages cellulaires[3].

# Synthèse Bibliographique

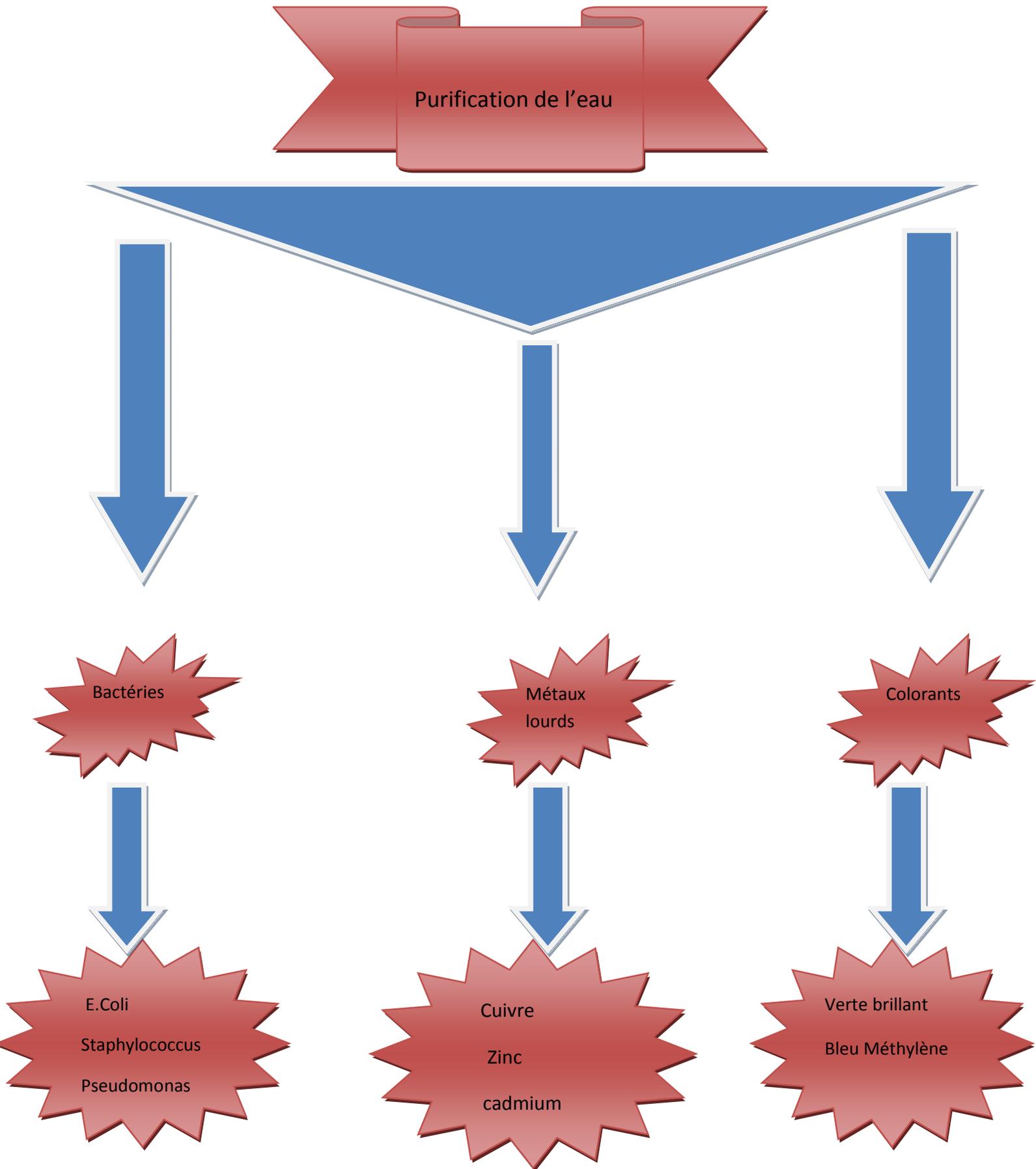


Figure I.2 : purification des contaminants de l'eau.

# Synthèse Bibliographique

## I.3. Les Bactéries

Les bactéries occupent une grande variété de niches écologiques sur Terre. Leur longue histoire évolutive les a exposés à des environnements extrêmement différents et ils ont développé une plasticité remarquable en réponse à des conditions physico-chimiques localement changeantes. En particulier, les bactéries peuvent détecter et réagir aux signaux chimiques, thermiques et mécaniques, ainsi qu'aux champs électriques et magnétiques[4].

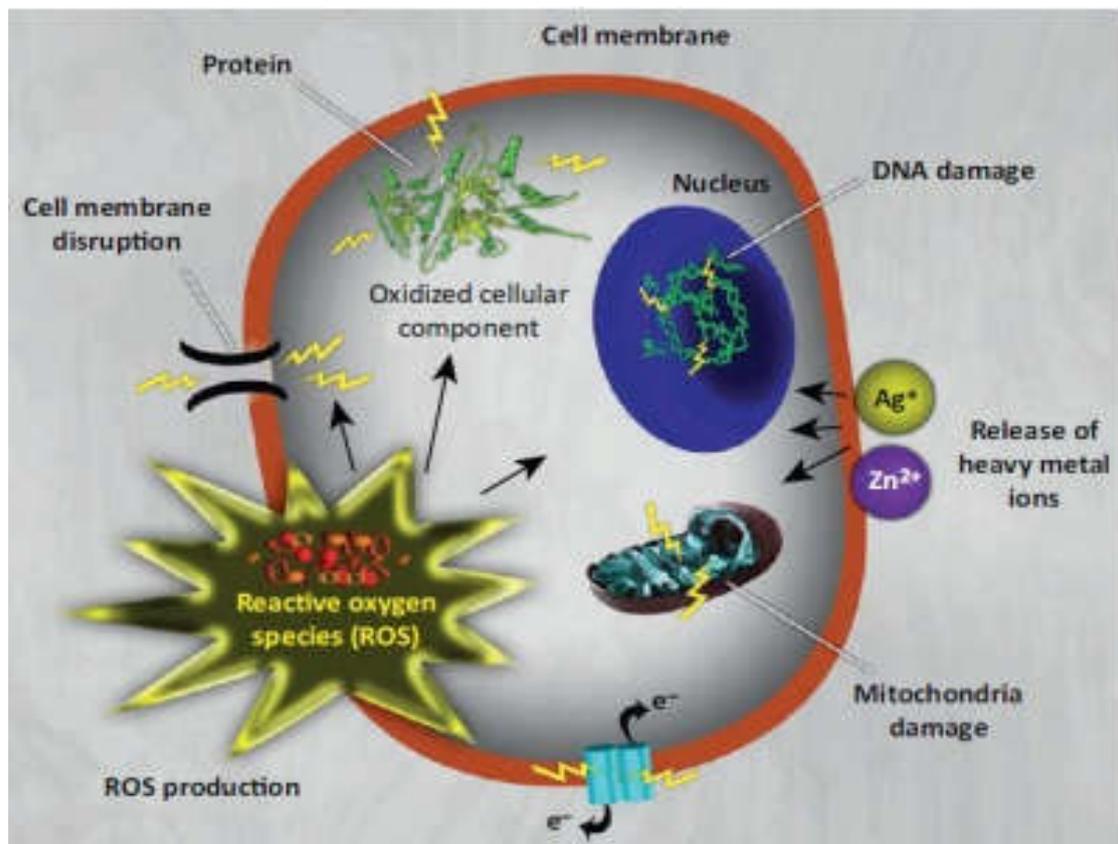


Figure I.3 : la composition de la cellule bactérienne

## I.4. Bactérie à gram positive et gram négative

Les bactéries à Gram positif sont mises en évidence par une technique de coloration appelée coloration de gram. Les bactéries Gram positif ont (sauf exception) une structure unie membranes qui s'organisent en trois grandes parties (de l'extérieur vers l'intérieur). Les bactéries gram négative constituer une structure multi membranes.

# Synthèse Bibliographique

---

## I.5. Escherichia coli

Escherichia coli (appelée également E. coli) est une bactérie Gram négative de la famille des Enterobacteriaceae qui colonise l'intestin des mammifères. Très courante chez l'être humain, elle a été découverte en 1885 dans des selles de nourrissons. Certaines souches peuvent être pathogènes et à l'origine de gastroentérites, infections urinaires, méningites ou septicémies.

Les souches non pathogènes constituent la flore bactérienne dominante des intestins de leur hôte. Elles peuvent leur fournir de la vitamine K2 et les protègent d'invasion par des bactéries pathogènes. L'ancienneté de la découverte de cette souche ainsi que sa facilité de culture en font le modèle bactérien le mieux connu actuellement [5].

## I.6. Les Colorant

Les teintures et les pigments ont suscité beaucoup d'intérêt dans ces dernières années, et les retirer des eaux usées est très important. Ces colorants sont les plus largement utilisés dans les industries telles que textiles, papier, plastiques, cuir, produits alimentaires et cosmétiques à colorier des produits[6]. Les rejets d'eaux usées colorées de ces industries peuvent présenter un risque écotoxique et introduire le danger potentiel de bioaccumulation [7].

### I.6.1. Classification des colorants

Les colorants sont généralement classés comme anioniques, cationiques, azoïque en fonction de la charge ionique des molécules de colorant. Les cationiques sont plus toxiques que les colorants anioniques.

- **Les colorants acide ou anionique**

Ces composés sont solubles dans l'eau grâce à leurs groupements sulfonates ou carboxylates. Ils sont appliqués sur des fibres animales telles que la laine et la soie et sur quelques fibres acryliques modifiées. Leurs interactions avec la fibre sont basées principalement sur des liaisons ioniques entre les anions sulfonates et les groupes d'ammonium de la fibre. La figure I-9 représente un exemple de ces colorants.

- **Les colorants basique ou cationique**

Les colorants basiques ou cationiques sont des sels d'amines organiques. Ils sont solubles dans l'eau et ils établissent des liaisons solides avec les fibres. De nombreux colorants basiques présentent un impact dangereux sur l'environnement. Leurs

## Synthèse Bibliographique

manipulations doivent se faire correctement. Ce type de colorants peut être appliqué sur le coton, sur certains types de polyamides et de polyester modifiés.

- **Les colorants développés ou azoïques insolubles**

Ce type de colorants est insoluble. Il se développe directement sur la fibre grâce à une réaction de couplage qui se produit entre une base diazotée et un agent de couplage. Cette classe de colorant permet d'obtenir des teintures très solides de manières générales sur les fibres cellulosiques [8].

### I.6.2. Le vert brillant

Le vert brillant (GB ou bien VB) est l'un des colorants cationiques communément utilisés à diverses fins, par ex. colorant biologique, agent dermato-logique, médecine vétérinaire, additif à l'alimentation des volailles pour empêcher la propagation de moisissures, de parasites intestinaux et de champignons.

Dans le présent travail, on rapporte un traitement des eaux contenant un colorant vert brillant par une technique d'adsorption [9].

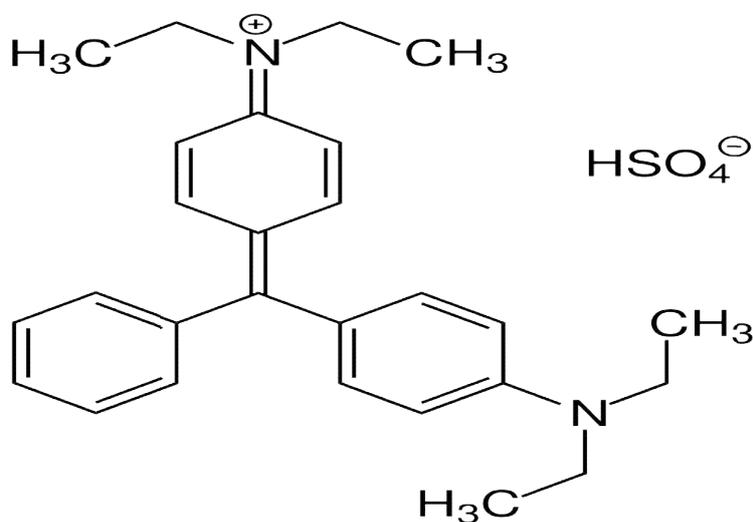


Figure I.4 : la structure de vert brillant.

## I.7. Procédés de traitement de l'eau

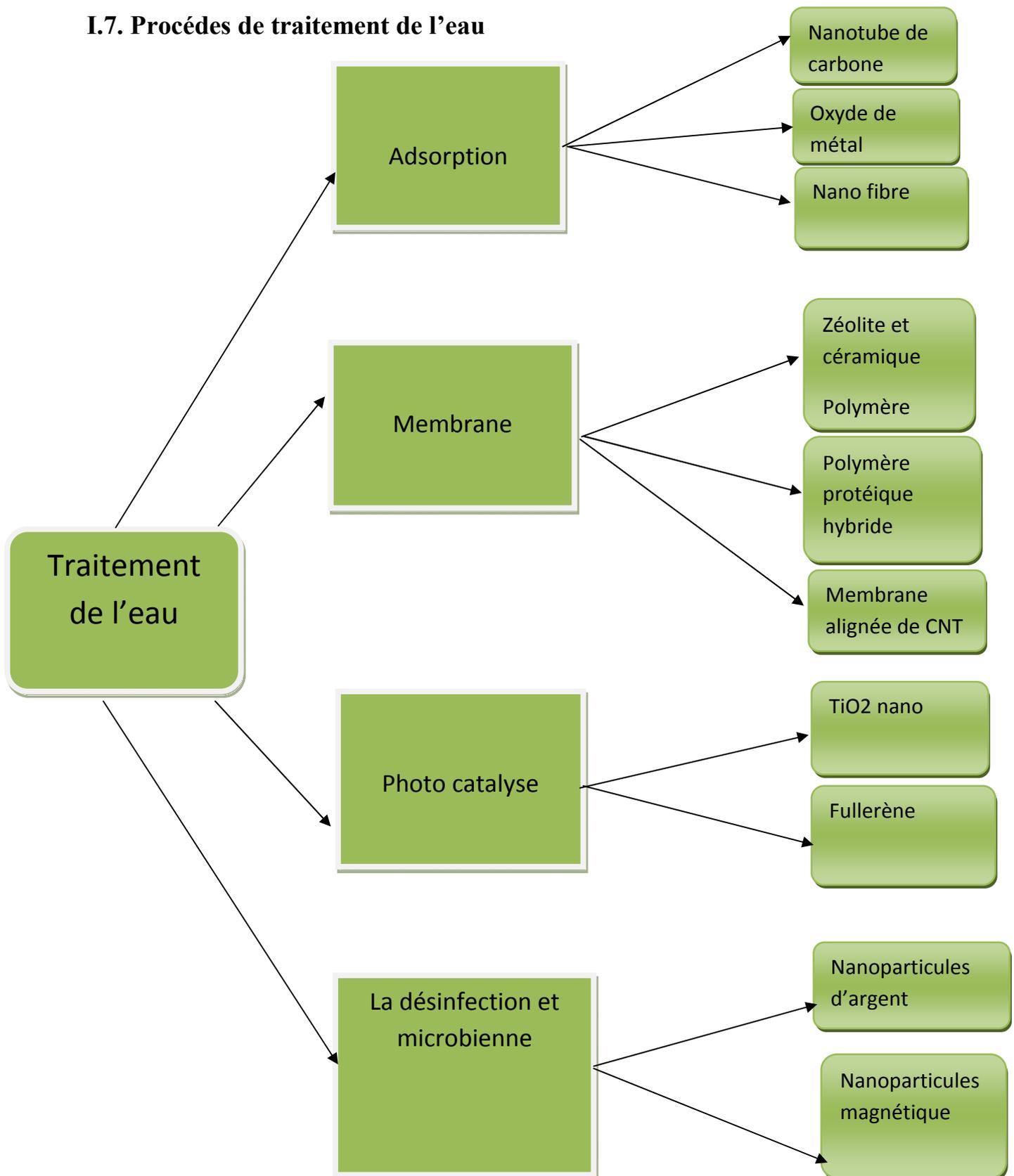


Figure I.5 : les différentes techniques de traitement des eaux usées.

## **I.8. Nanomatériaux :**

La nanotechnologie est un domaine multidisciplinaire, car elle combine les connaissances de disciplines différentes: chimie, physique et biologie, entre autres. La nanotechnologie est l'art et la science de la manipulation de la matière à l'échelle atomique ou moléculaire et offre la possibilité d'améliorer considérablement les technologies de protection de l'environnement [10].

### **I.8.1. Historique**

Le mot «nanotechnologie» a été introduit pour la première fois par Norio Taniguchi lors de la Conférence internationale sur la production industrielle tenue à Tokyo en 1974 afin de décrire le traitement extrêmement fin des matériaux avec une précision nanométrique et la création de mécanismes nanométriques. Les idées de la stratégie nanotechnologique, avancées par Richard Feynman (connu sous le nom de «Père de la nanotechnologie») dans sa conférence prononcée en 1959 lors de la session de l'American Physical Society, ont été développées par Eric Drexler en 1986[11]. Les nanotechnologies et les nanosciences ont pris leur essor au début des années 1980 avec deux développements majeurs : la naissance de la science des grappes et l'invention du microscope à balayage à tunnel (STM) en 1981. Ces développements ont conduit à la découverte de Fullerènes en 1985 et à l'attribution structurelle des nanotubes de carbone en 1991[12].

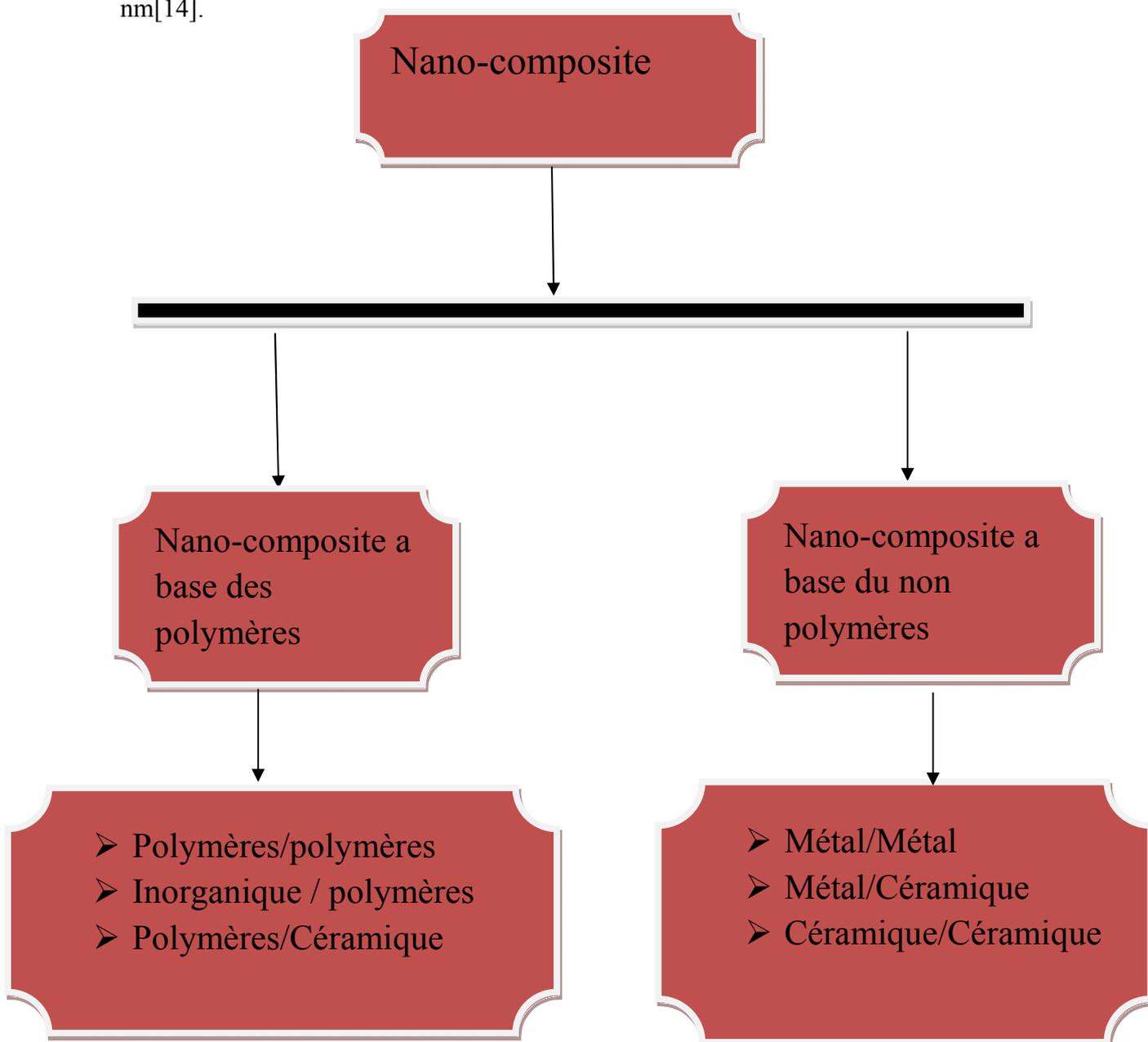
### **I.8.2. Différents types de nanostructures**

Il existe trois types de nanostructures (i) zéro dimension : nanoparticules (ii) unidimensionnelles : nano-fils et nanotubes (iii) deux dimensions : films minces. Les trois nanostructures ont des propriétés différentes. Les nanostructures ou nanoparticules de dimension zéro incluent les particules monocristallines, polycristallines et amorphes avec toutes les morphologies possibles, telles que les sphères, les cubes et les plaquettes.

## Synthèse Bibliographique

### I.8.3. Nanocomposite

Un nano-composite est un matériau composite dont l'un des composants a au moins une dimension. c'est une taille nano-scopique d'environ  $10^{-9}$  m[13]. Les caractéristiques générales des revêtements nano-composites sont un matériau hôte dans lequel un autre matériau est incorporé de manière homogène, avec un (ou les deux) de ces matériaux ayant une échelle de longueur caractéristique de 1–100 nm[14].



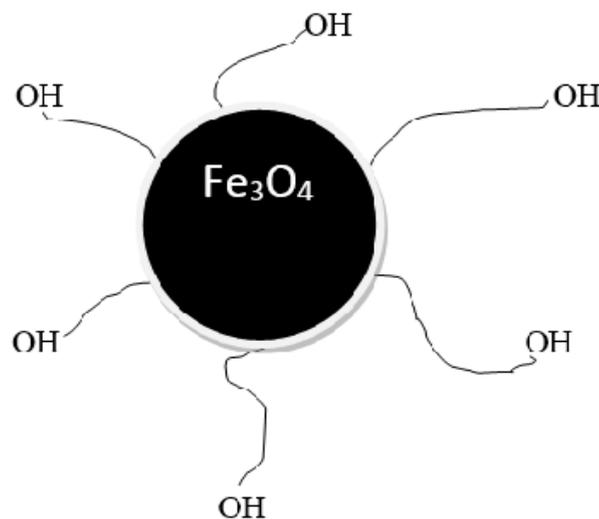
**FigureI.6** : représente les types de les nano-composites.

## Synthèse Bibliographique

### I.9. L'oxyde de fer magnétique

Les nanoparticules d'oxyde de fer sont d'excellents exemples de l'intérêt de diminuer la taille pour accéder à des propriétés d'usages nouvelles ou améliorées. Les diverses propriétés des nanoparticules d'oxyde de fer (magnétique, électrique, optique et réactivité) [15]. Les caractéristiques qui les définissent sont leurs tailles comprises entre 1 et 100 nanomètres (nm). Ces particules présentent des propriétés supérieures à celles des particules classiques de taille micrométrique [16].

Permettent une large gamme de domaines d'applications tels que le biomédical, le traitement des eaux, la catalyse, les capteurs de gaz, les accumulateurs lithium-ion, la décoration et la cosmétique [15].



**Figure I.7 :** La structure de NP Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

## Synthèse Bibliographique

Il existe un certain nombre de techniques pour produire des nanoparticules magnétiques.

Méthodes de synthèse	Coprécipitation	Décomposition thermique	Microémulsion	Milieu Polyol	Hydrothermique
Conditions de synthèse	Très simple	Complicé Atmosphère inerte	Complicé	Très simple à T°C d'ébullition du solvant	Simple haute pression
T(C)	20-90	100-320	20-50	>180	220
Temps de réaction	Minutes	Heures et jours	Heures	Heures	Heures et jours
Solvant	Eau	Organique	Organique	Organique	Eau ou Eau/Ethanol
Taille (nm)	<20	<20	<50	<10	< 1000
Distribution de taille	Relativement étroite	Très étroite	Relativement étroite	Très étroite	Très étroite
Control de morphologie	Correct	Très bon	Bon	Très bon	Très bon
Rdt	Elevé	Elevé	Passable	Moyen	Moyen

**Tableau I.1 :** Techniques de synthèses nanoparticules d'oxyde de fer[17].

**La Co-précipitation** est la méthode la plus simple. Elle permet un contrôle de la composition et de la morphologie, une pureté des composés très satisfaisante. En terme de contrôle de taille et de morphologie des nanoparticules, la décomposition thermique semble la meilleure méthode développée jusqu'ici. Les microémulsions peuvent être également employées pour synthétiser des nanoparticules mono dispersées avec des morphologies spécifiques. Cependant, cette méthode exige une grande quantité de solvant .Finalement, la synthèse hydrothermale reste une méthode relativement peu explorée pour la synthèse de nanoparticules magnétiques, bien qu'elle permette l'élaboration de matériaux d'excellente cristallinité [17].

## Synthèse Bibliographique

### I.10. Structure de polyaniline et propriétés

Les polymères conducteurs appartiennent à une famille particulière de composés d'unités monomères à liaisons chimiques conjuguées qui, dans certaines conditions (dopage), assurent la conductivité électronique du polymère [18].

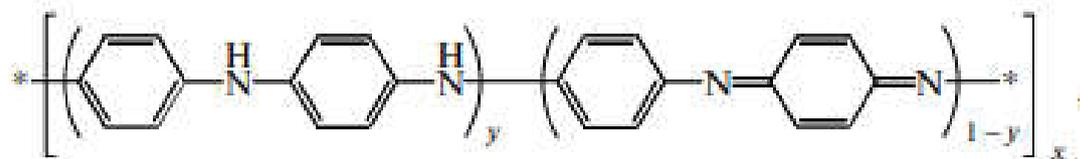


Figure I.8 : La structure chimique de PANI.

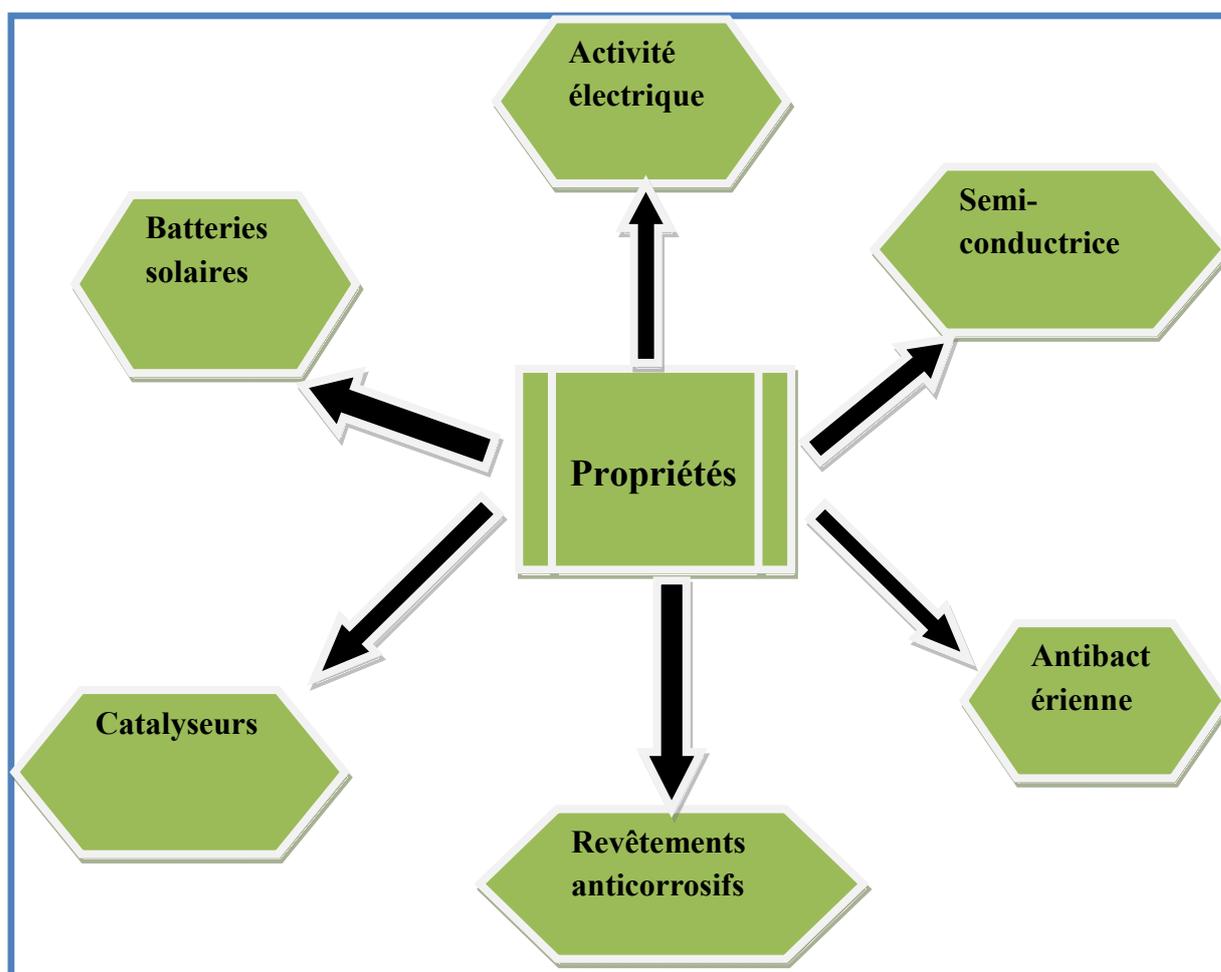


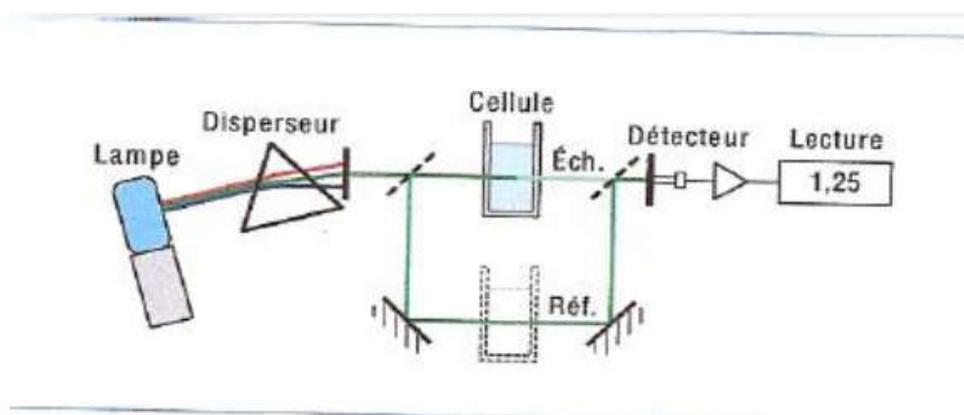
Figure I.9 : les propriétés de PANI

## I.11. Méthode D'analyse

### I.11.1. Spectrophotométrie UV-Visible

La spectrophotométrie UV-Visible est une méthode non-destructive très commune dans les laboratoires d'analyse. Elle est basée sur la propriété des molécules d'absorber des radiations lumineuses de longueur d'onde déterminée.

Les spectrophotomètres UV-Visible comporte une source de lumière (lampe) suivi d'un monochromateur, d'un compartiment pour placer les échantillons, puis d'un dispositif de réception associé à un dispositif de traitement des données permettant de tracer le spectre [19].



**Figure I.10** : Schéma de principe de fonctionnement de spectrophotomètre UV-Visible

### I.11.2. Infrarouge

La spectroscopie infrarouge est une technique qui résulte de l'interaction rayonnement matière. En effet, lorsqu'on soumet une molécule à une radiation infrarouge, la structure moléculaire se met à vibrer et ceci a pour effet de modifier les distances interatomiques (vibration de valence ou d'élongation) et les angles de valence (vibration de déformation)[20]. Cette technique peut aussi nous renseigner sur les différents types de vibrations des liaisons dans un composé donné, comme elle permet aussi de déterminer la présence de groupements fonctionnels dans les molécules organiques, et les structures dans certain molécules organiques, et les structures dans certain molécules simples[21].

## Synthèse Bibliographique

---

### **I.11.3. Diffraction des rayons-X (DRX)**

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse idéale pour l'étude d'échantillons solides cristallisés. A chaque phase cristalline correspond un ensemble caractéristique de pics de diffraction (diffractogramme). Cette signature unique permet donc une caractérisation et une identification de toutes les phases[22].

#### **But**

Cette technique permet à la fois de démontrer la nature cristalline ou amorphe d'un solide ou une poudre, ainsi qu'à en déterminer les différentes phases cristallines.

#### **Principe**

Le principe de la DRX consiste à faire diffracter les rayons X sur un échantillon solide plat ou une poudre. La diffraction se fait suivant la loi de Bragg lorsqu'il existe une organisation des atomes dans le solide suivant des plans cristallins.

#### **Conditions d'analyses / soumission d'échantillons**

Les échantillons doivent être des solides ou des poudres. Pour les mesures en températures, un gaz vecteur circule nécessairement à travers la chambre afin d'éviter les risques d'explosion. Ce gaz vecteur peut être de l'air synthétique (atmosphère oxydante), de l'hydrogène à 5 % dans argon (atmosphère réductrice), ou de l'argon pur (atmosphère neutre).

La diffraction des rayons X n'est pas, généralement, une technique destructrice. Mais l'utilisation de la chambre en température transformera l'échantillon de manière irréversible[23].

### **I.11.4. Microscope électronique à Balayage MEB-EDS**

La morphologie et la composition des nano-composite 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 nano-composites ont été obtenues par centrifugation et séchées pour être placées à l'intérieur de grilles de carbone. EDS montrant la composition et le pourcentage de nanocomposite [24].

# Synthèse Bibliographique

---

## Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté une étude bibliographique sur l'eau et les techniques de purification de l'eau avec une partie sur l'état de contaminants (Les bactéries et les colorants) et leur procédés de traitement. Un intérêt particulier est donné aux nanoparticules et de leurs méthodes d'élaboration et différentes méthodes de caractérisation.

# Synthèse Bibliographique

---

## Références

1. WHO, U., Progress on sanitation and drinking-water. World Health Organization, 2010.
2. Mihranyan A, F.N., Strømme M, Current status and future prospects of nanotechnology in cosmetics. *Prog Mater Sci*, 2012. **57(5)**: p. 875–910.
3. Manab Deb Adhikari, S.M., Jiban Saikia, b Gopal Das and a.A. Ramesh, Magnetic nanoparticles for selective capture and purification of an antimicrobial peptide secreted by food-grade lactic acid bacteria†. *Journal of Materials Chemistry B*, 2014. **2(10)**: p. 1432–1438.
4. Alexandre Persat, C.D.N., Minyoung Kevin Kim, Francois Ingremeau, Albert Siryaporn, Knut Drescher,, B.L.B. Ned S. Wingreen, Zemer Gitai,, and a.H.A. Stone, *The Mechanical World of Bacteria cell*, 2015: p. 988-997.
5. Ophélie Zeyons, Etudes des interactions physicochimiques et biologiques entre des nanoparticules manufacturées et des bactéries de l'environnement, 2008. 330. P.77-78.
6. Vandevivere, P.C.B., R.; Verstraete, Treatment and reuse of wastewater from the textile wet-processing industry: Review of emerging technologies. *W. J. Chem. Technol. Biotechnol*, 1998. **72** p. 289–302.
7. Pak, D.C., Decolorizing dye wastewater with low temperature catalytic oxidation. *W. Water.Sci Technol*, 1999. **40**: p. 115–121.
8. Yassine Bentahar, Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines: application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse. 2016. p.1-170.
9. B.K. Nandi, Adsorption characteristics of brilliant green dye on kaolin. *Journal of Hazardous Materials*. 2008. p.387-395.
10. Sayan Bhattacharya, I.S., Aniruddha Mukhopadhyay, Dhrubajyoti Chattopadhyay, Uday Chand and G.a.D. Chatterjee, Role of nanotechnology in water treatment and purification: Potential applications and implications. *International Journal of Chemical Science and Technology*, 2013. **3(3)**: p. 59-64.
11. Gaffet, E., Nanomaterials : a review of the definitions, applications, health effects. Howto implement secure development Nanomatériaux : une revue des définitions, des applications, des effet. 2014.
12. Astruc, M.-C.D.a.D., Gold Nanoparticles: Assembly, Supramolecular Chemistry, Quantum-Size-Related Properties, and Applications toward Biology, Catalysis, and Nanotechnology. *Chemical Reviews*, 2004. **104**: p. 293–346.
13. Pandya, S., nanocomposites and it's application-review. 2015.
14. Rihab lakhal, nouveau procede d'elaboration de micro et nanoparticules d'oxyde de fer en voie seche: caracterisation, etude du procede et proposition d'un mecanisme reactionnel. 2016. p.23-25.

## Synthèse Bibliographique

---

15. Iskandar Idris Yaacob, Synthesis and characterization of magnetic iron oxide nanoparticles via w/o microemulsion and Massart's procedure, *Journal of Materials Processing Technology* 191 (2007) 235–237.
16. Belyouci Ousama, Le charbon actif magnétique et la bentonite magnétique dans la rétention du Praseodymium et du cadmium. *Optimisation des procédés*, 2017. p1-142.
17. L. Santo, U.o.R.T.V., a.J.P.D. Italy, University of, and P. Aveiro, Nanocomposite coatings: A review. *Materials and surface engineering*, 2012: p. 97-120.
18. Guendouzen Naima. Synthèse et caractérisation de nanoparticules semi-conductrice de CuS : Effet de l'EDTA. 2017. p 1-75.
19. Sergeyev, Z.A.B.a.V.G., Polyaniline: Synthesis, Properties, and Application. *Polyme Science, Ser. C*, 2014. **56**: p. 153-164.
20. Younes, M., L'utilisation de la spectroscopie infrarouge pour la caractérisation des minéraux. 2011: p. 1-42.
21. beldjilali mohamed, z.a., biosynthèse et application des nanoparticules d'argent. 2017: p. 1-29.
22. Mahnaz Mahdavi , F.N., Mansor Bin Ahmad , and Rosfarizan Mohamad Green Biosynthesis and Characterization of Magnetic Iron Oxide(Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Nanoparticles Using Seaweed (Sargassum muticum) Aqueous Extract. *Molecules*, 2013. **18**: p. 5954-5964.
23. I P Sari, a.Y.Y., Green synthesis of magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanoparticles using *Graptophyllum pictum* leaf aqueous extract. *IOP Conf*, 2017. **191**: p. 1-5.
24. Ahila KG, V.M., 3 Thamaraiselvi C, Preparation of iron magnetic nanoparticles using aquatic macrophyte *Salvinia adnata* Desv and its application in dye decolorization. *International Journal of Advanced Research and Development*, 2018. **3**: p. 175-179.

***CHAPITRE II :***  
***Matériel et Méthode***

# Matériels et Méthodes

## II.1 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>@PVP@PANI.

Le second partie représente la désinfection de l'eau par bactérie et le colorant avec différent paramètre (concentration, masse, le temps) avec l'effet antibactérienne et antifongique .Le troisième partie regroupe l'ensemble des techniques de caractérisation du produit synthétisé... (MEB-EDS, IR, DRX).

## II.2 Produit chimique

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

Produit	Symbole	Masse Molaire	Remarque
Chlorure de fer	FeCl <sub>3</sub>	162.2g/mol	Soluble dans l'eau
Sulfate de fer	FeSO <sub>4</sub>	151.908g/mol	Soluble dans l'eau Insoluble dans l'alcool
Poly (vinylpyrrolidone)	PVP	40000g/mol	Soluble dans l'eau
Sulfates d'ammonium	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	132.14g/mol	Soluble dans l'eau
Hydroxyde de sodium	NaOH	39.997g/mol	Soluble dans l'eau
Acide chlorhydrique	HCl	36.46g/mol	Soluble dans l'eau
Aniline	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub>	93.13G/MOL	Soluble dans l'eau

**Tableau II.1** : Représente les propriétés du produit chimique de la synthèse.

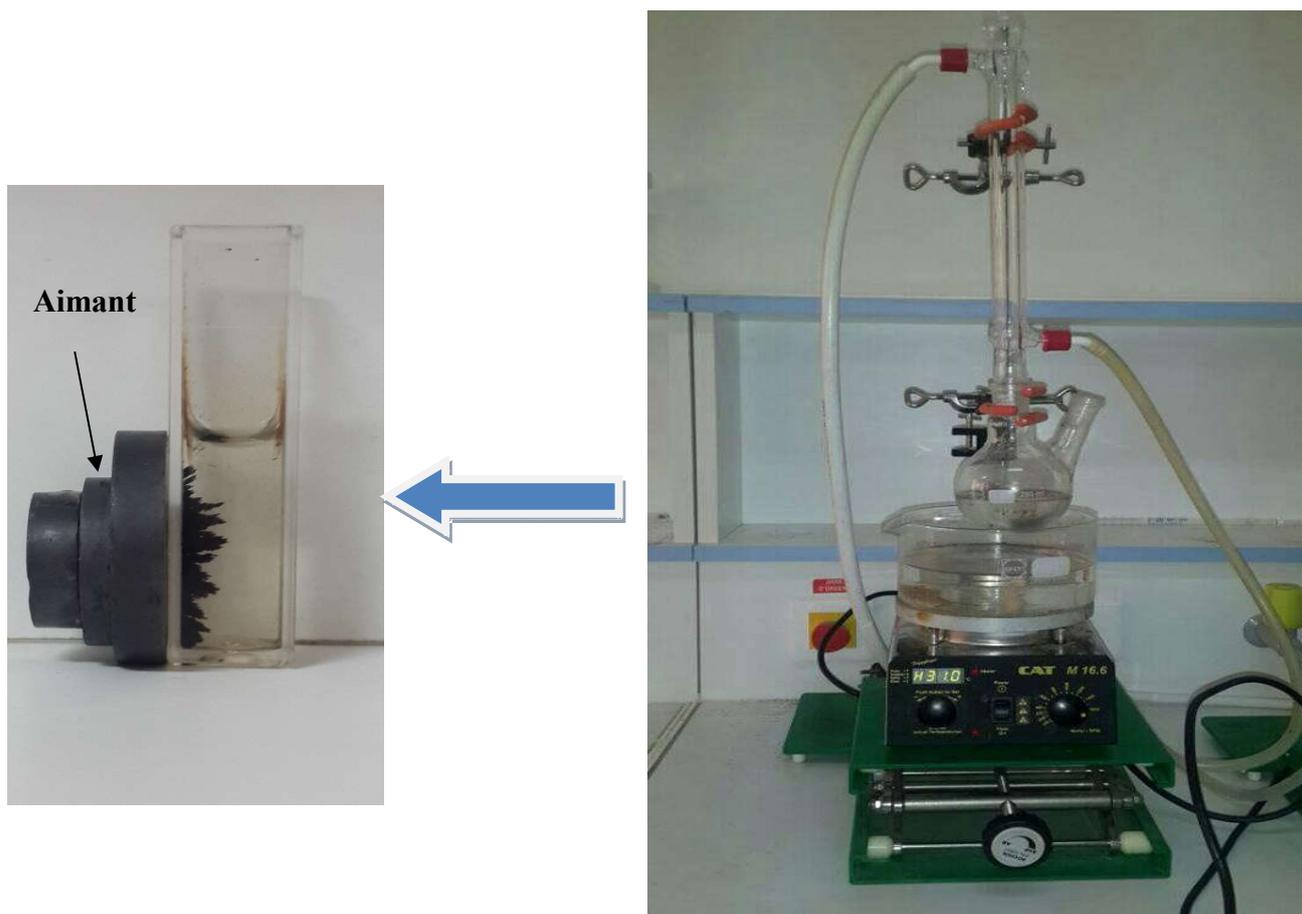
## Matériels et Méthodes

### II.3 Préparation d'oxyde de Fer

Pour la préparation de nanoparticules d'oxyde de Fer( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), nous avons choisis la méthode Co-Précipitation à cause de leur simplicité et utilisation.

On a prends 100ml de  $\text{FeSO}_4$  [0.5M] est mets dans un ballon de 500ml avec un ballon magnétique puis on a verser 50ml  $\text{FeCl}_3$  [0.5M] sous agitation a température  $80^\circ$  au chauffage de reflux pendant 1heure.La solution deviens Orange à cause de volume de  $\text{FeSO}_4$  , ensuite on a mets  $\text{NaOH}$  [1M] gout a gout pour bien disperser dans la solution et continuer l'agitation 30 min encore . La couleur de la solution deviens noir qui prouver la formation de nanoparticule  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Le produit finale est séparer par la centrifugation à 4900 Tr/min pendant 20 min et laver 3 fois par l'eau distillé puis séché à température  $60^\circ\text{c}$  pendant 24 heure [1].



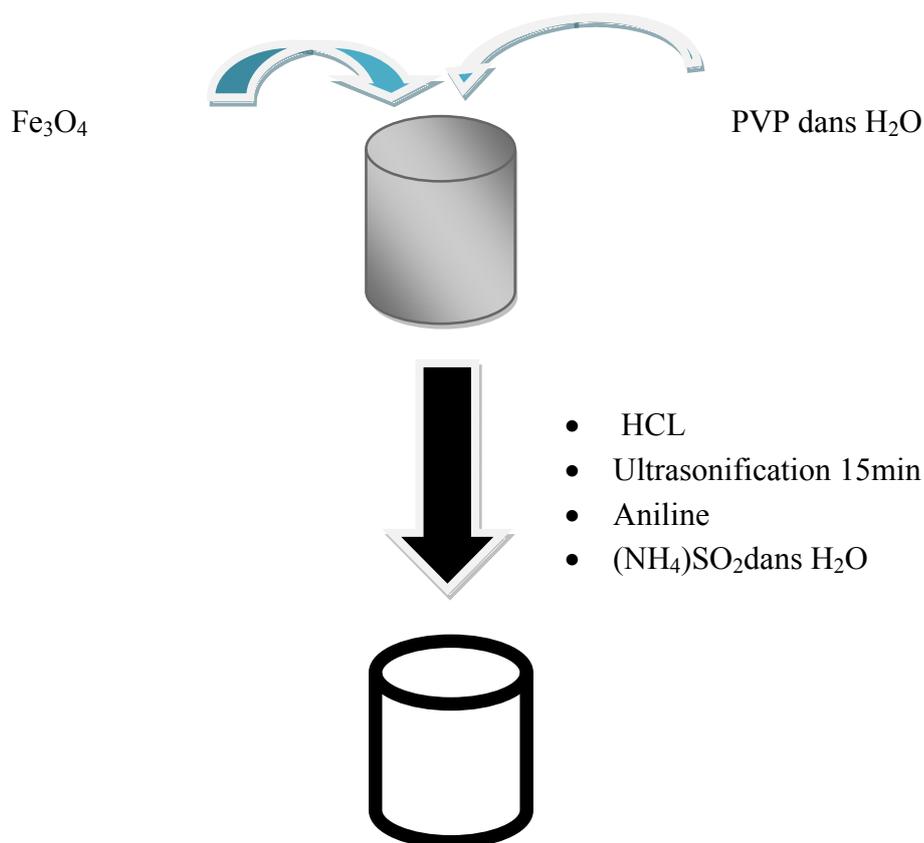
**Figure II.1 :** Montage utilisé pour la synthèse de l'oxyde de Fer.

## Matériels et Méthodes

### II.3 Préparation nano-composite $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PVP/PANI}$

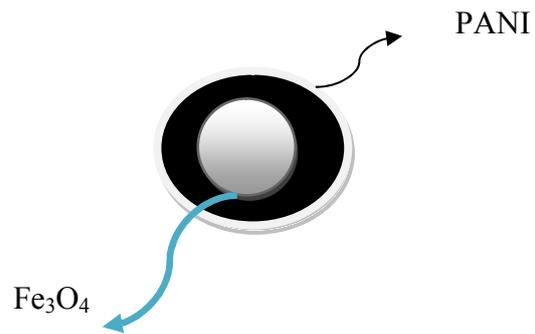
Pour la synthèse de nano-composite, nous suivons les étapes suivantes :

- préparer la solution d'un 0.05g de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dans un bécher contient 0.8g de PVP puis soumis les ultra-sons pendant 20min pour homogène la solution (solution A)
- Préparer la solution d'une HCL (1ml HCL dans 19ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) ensuite mets dans le bécher qui mentionné A avec les ultra-sons pendant 10min.
- Prend 0.5 ml d'aniline est mets dans la dernier solution et ultra-sons pour bien homogène et pour dopé tous les molécules d'aniline.
- La solution de 0.4g de  $(\text{NH}_4)\text{SO}_2$  solubilisé dans 10ml de l'eau distillé.
- Le mélange de la réaction reste sous agitation pendant 4heure puis faire la centrifugation à 4900 Tr/min pendant 20min avec 3 fois lavage par l'eau distillé ensuite sécher dans a température  $70\text{c}^\circ$  [2].

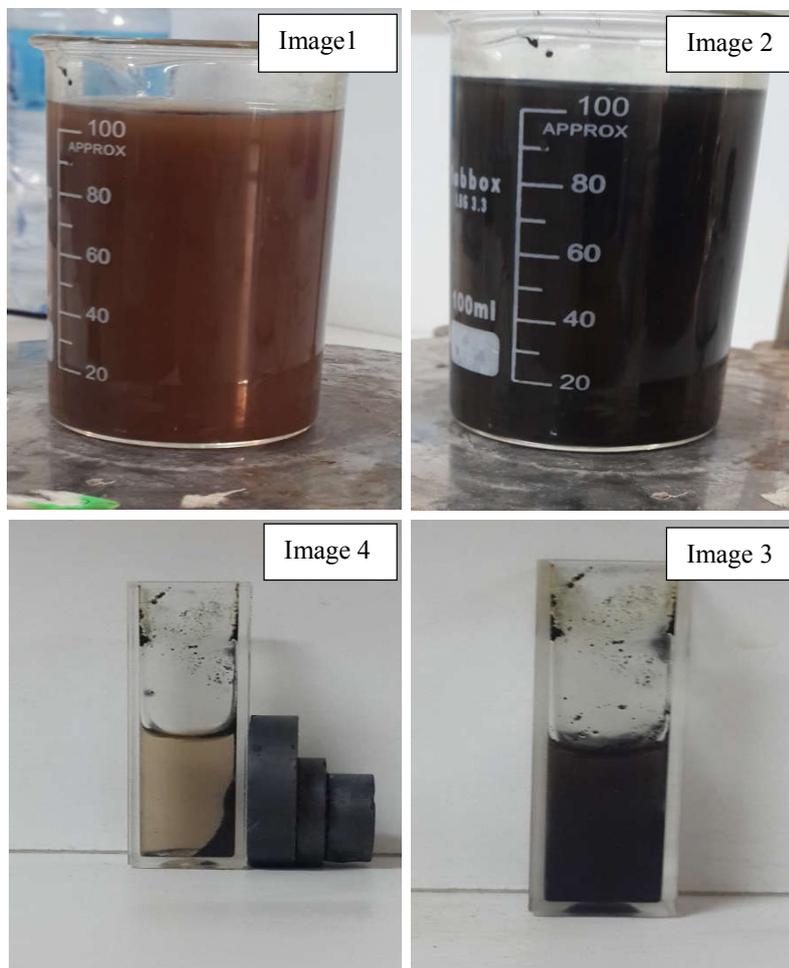


**Figure II.2:** Schéma de la préparation des nano-composites.

## Matériels et Méthodes



**Figure II.3 :** Représentation schématique Structure de nano-composite.



**Figure II.4 :** Image illustrant les différentes étapes de préparations du  $\text{Fe}_3\text{O}_4@$ PANI.

## Matériels et Méthodes

---

### II.4 Préparation des bactéries

*E. coli* a été cultivé dans 100 ml de milieu de croissance bouillon nutritif, composé de 17.5g de peptone de caséine, 2g de l'extrait de viande et 1.5g de l'amidon à 37 ° C pendant 24 h pour donner un nombre de cellules d'environ  $10^8$ .

Les cellules ont ensuite été séparées du milieu de croissance par centrifugation (6000 tr / min pendant 10 min à 15C). Les pastilles bactériennes ont été lavées trois fois avec de l'eau DI stérilisée éliminer le milieu de croissance résiduel et ont ensuite été remis en suspension dans de l'eau dés ionisée stérilisée pour obtenir des solutions mères bactériennes ayant une densité cellulaire d'environ  $10^8$  UFC / ml. La concentration de la suspension de bactéries a été établie en utilisant la densité optique à 600 nm (DO600) mesurée avec un appareil à ultraviolets Spectrophotomètre [3].

#### II.4.1 Élimination d'E. Coli

En règle générale, 0,01 g de nanoparticules  $Fe_3O_4$  et nano-composite  $Fe_3O_4@PVP@PANI$  ont été ajoutés dans 5ml de suspension de *E. coli* ( $10^8$  UFC / ml) à 25 ° C et à pH 6,0 sous agitation mécanique pendant 30 min pour étudier le rendement de l'élimination. Enquêter sur l'influence de masse et de concentration de bactérie. Les études ont été effectuées à différentes masses (5, 6, 8, 10mg) et de concentration de bactérie ( $10^6$ ,  $10^7$ ,  $10^8$ ) UFC/ml.

Efficacité d'élimination % =  $(A_0 - A_t) / A_0$

$A_0$  : Absorbance  $t=0$ .

$A_t$  : Absorbance  $t \neq 0$ .

#### I.4.2 Activités antibactérienne

L'effet antibactérien de nano-composite  $Fe_3O_4@PVP@PANI$  ont été évalués in vitro contre des souches de bactéries à Gram positif, notamment *Staphylococcus aureus* 25923 et *Staphylococcus aureus* 43 300 et Gram- souches bactériennes négatives *E. coli* ATCC 2592, *Pseudomonas.aeruginosa* ATCC 9027. Les cultures pures du microorganisme ont été sous-cultivées sur bouillon Muller – Hinton à On a préparé les boîtes de Pétri à 37 ° C en versant 10 ml de gélose Muller Hinton pour bactéries, la gélose pomme de terre-dextrose et on a laissé se solidifier. On inocule chaque

## Matériels et Méthodes

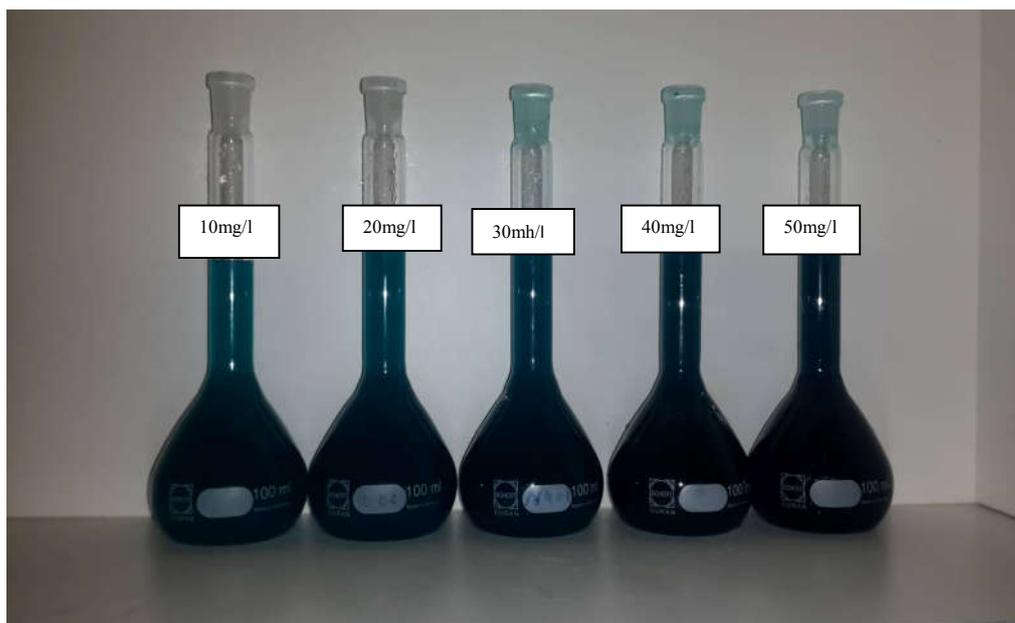
plaque d'agar avec 0,1 ml de suspension microbienne normalisée ( $10^6$  cellules / ml) et on tamponne uniformément à l'aide d'un coton-tige stérile. Des puits de 6 mm ont été coupés à l'aide d'une micropipette et remplis de 10mg de nano-composite et PANI, servant de contrôle négatif. Après une incubation de 24 h à 37 ° C pour les bactéries, le diamètre de la zone d'inhibition a été mesuré [4].



**Figure II.5 :** Photographies illustrant de préparation les boites pétrées pour l'activité antibactérienne.

### II.5 Préparation de colorant vert brillant

Pour la préparation du colorant d'une concentration 100mg/l de vert brillant a été fait par prendre 100mg de colorant et mets dans une fiole de 1 litre avec l'eau distillé puis faire la dilution pour préparer les concentrations suivants (10, 20, 30, 40, 50 mg/l).



**Figure II.6 :** Différentes concentrations du vert brillant.

### II.5.1 Études d'adsorption

Des études d'adsorption ont été réalisées en mélangeant 50mg de nano-composite  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PVP}/\text{PANI}$  avec 50ml de vert brillant de concentration 10mg/l.

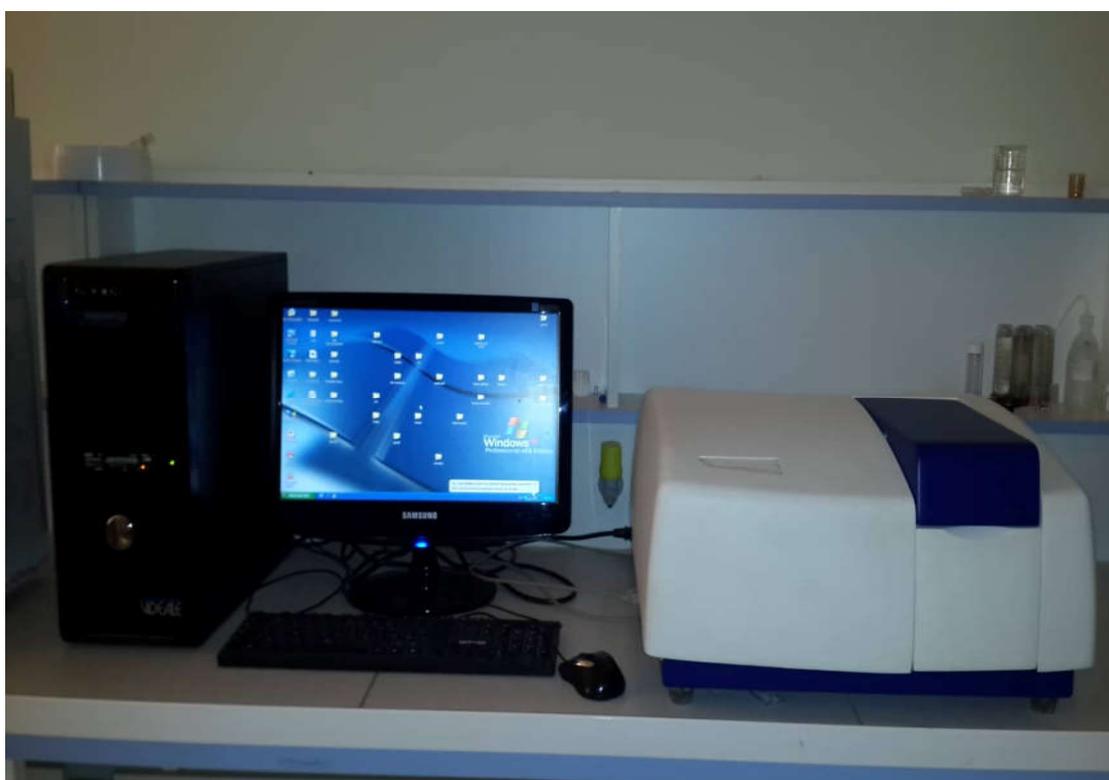
Différentes doses d'adsorbant (10, 20, 30, 40, 50mg) et différentes concentrations de vert brillant (10, 15, 20, 25, 30, 40, 50mg/l) ont été utilisées pour cette étude. Les concentrations initiales et finales des solutions de vert brillant ont été déterminées en mesurant l'absorbance à 625 nm par spectroscopie d'absorption UV-visible.

### II.6 Techniques expérimentales d'analyse :

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

### II.6.1 Spectroscopie UV-visible

Adsorption de colorant a été contrôlée par spectres UV-visible (modèle 6800). Le modèle 6800 est un véritable spectrophotomètre UV / visible à double faisceau équipé d'optiques symétriques à haute stabilité pour une large gamme d'applications. L'absorbance du colorant et l'adsorption a été mesurée périodiquement à 625 nm. L'axe des X représente la longueur d'onde et le axe effectuer absorbance. L'eau distillée a été utilisée pour la correction du fond dans les spectres d'absorption UV visible [5].



**Figure II.7 :** Photo du spectroscopique UV-Visible.

### II.6.2 MEB-EDS

La morphologie et la composition des nano-composite 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 nano-composites ont été obtenues par centrifugation et séchées pour être placées à l'intérieur de grilles de carbone. EDS montrant la composition et le pourcentage de nano-composite.



**Figure II.8:** Image de microscope électronique à balayage (coxem)-microanalyse EDS.

### II.6.3 DRX

L'analyse DRX a été enregistrée par le diffractomètre Philips (PW 1710) en utilisant le rayonnement  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ), avec une plage de  $2\theta$  à partir de  $20 = 10$  à  $80^\circ$ . Identifier la structure et la cristallinité des nanoparticules  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et nano-composite  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PVP}@\text{PANI}$ .

### II.6.4 Analyse infrarouge par transformée de Fourier (FTIR)

Les nanoparticules d'oxyde de fer  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et nano-composite  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PVP}@\text{PANI}$  ont été obtenues par centrifugation à 4900 tr / min pendant 30 min et les processus de remise en suspension ont été répétés 3 fois. Les spectres FTIR ont été utilisés pour déterminer le groupe fonctionnel dans les nanoparticules d'oxyde de fer et le nano-composite en utilisant FTIR (Agilent Cary 640), les spectres enregistré dans l'intervalle 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$  à température ambiante.

## CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons illustré la méthode de synthèse les nanoparticules de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et les nano-composites  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$ . Nous avons également illustré les différentes étapes qui conduisent à la formation de ces nanoparticules. Les différentes techniques de caractérisation utilisées sont aussi rappelées en détails, telles que la diffraction des rayons X (DRX), la spectrophotométrie UV-Visible, la spectrophotométrie Infrarouge, la microscopie électronique à balayage.

### Référence

- [1] Nangmenyi G, Yue Z, Mehrabi S, Mintz E, Economy J. Synthesis and characterization of Ag nanoparticle impregnated fiberglass and utility in water disinfection. *Nanotechnology* 2009;20(49):495705
- [2] Shouhu Xuan, Y.-X.J.W., Jimmy . Yu, and Ken Cham-Fai Leung, Preparation, Characterization, and Catalytic Activity of Core/Shell Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@Polyaniline@Au Nanocomposites. *Langmuir*, 2009. **25(19)**: p. 11835–11843.
- [3] J. song, F. Zhang, Y. HUANG, A. A. Keller, X. Tang, W. Zhang, W. Jia and J. Santos, Highly efficient bacterial removal and disinfection by magnetic barium phosphate nanoflakes with embedded iron oxide nanoparticles *Environ. Sci.: Nano*, 2018, DOI:10.1039/C8EN00403J
- [4] 1. Anna Pachla, Z.L.-B., Dariusz Moszyński, Agata Markowska-Szczupak, and R.J.W. Urszula Narkiewicz, Niko Guskos1, Grzegorz Żołnierkiewicz, Synthesis and antibacterial properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Ag nanostructures. *Tech.*, Vol. 18, No. 4, 2016 *Polish Journal of Chemical Technology*, 2016. **18(4)**: p. 110—116.
- [5] Zondi N, Makwena Justice M, Pierre Kalenga M, Precious Nokwethemba S Green synthesis of chitosan capped silver nanoparticles and their antimicrobial activity *Materials Research Society* 2018

***CHAPITRE 03 :***  
***RESULTAT ET DISCUSSION***

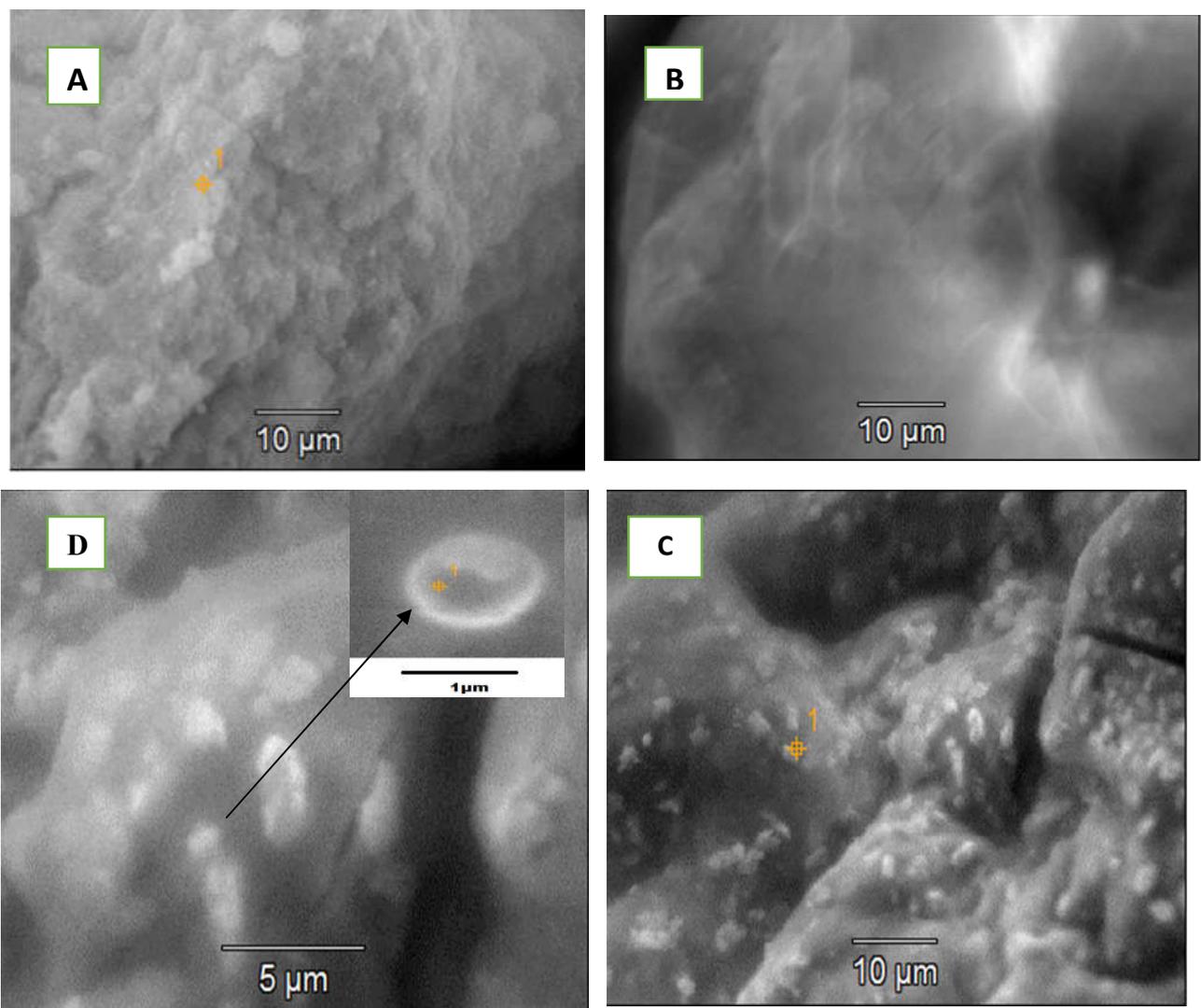
### III.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter et discuter les résultats obtenus sur les nano-composites 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. La spectrophotométrie infrarouge à transformation de Fourier (FTIR) et aussi utilisée pour l'analyse vibrationnelle et l'état de surfaces des nano-composites. Et aussi pour présenter les applications de nos matériaux.

### III.2 Caractérisations

#### III.2.1 MEB

La morphologie et la taille de nano-composite et nanoparticules  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et poly aniline ont été analysées en utilisant microscope électronique à balayage. L'image de nanoparticule  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  montrant une taille sphérique contraire de poly aniline qui a une morphologie plane [1]. Le nano-composite montrant une morphologie plane avec des nanoparticules sphérique sur la surface qui prouve la formation de nano-composite  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  [2].



**Figure III.1. :** (A)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , (B) PANI, (C)(D)  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$ .

## Résultat et discussion

### III.2.2 EDS

Le spectre EDS enregistré pour les nanoparticules, nano-composite et poly aniline sont représentés sur la figure(2). La présence du signal de l'oxygène et du Fer avec un pourcentage de 45% dans  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et 35% dans le nano-composite pour l'Oxygène et 31% dans  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et 15% dans le nano-composite pour le fer [2].

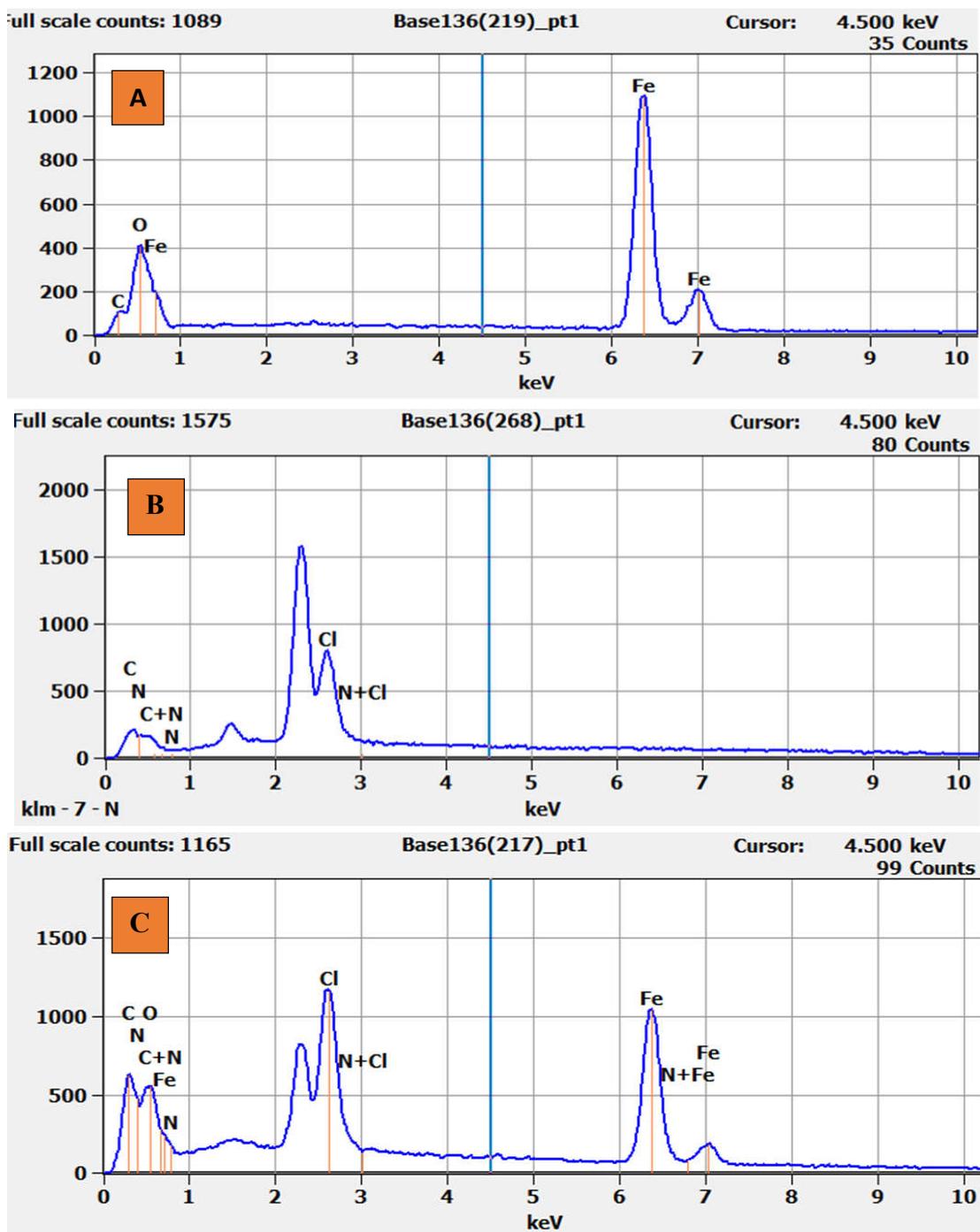


Figure III.2. : (A)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , (B) PANI, (C)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @PANI.

## Résultat et discussion

### III.2.2 DRX

Pureté de phase et cristallinité du synthétisé  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -NPs et  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @PANI peuvent être identifiés via l'analyse DRX. Les modèles de XRD synthétisé  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -NPs et  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @PANI sont présentés à la Figure (3). Une diffraction large pic a été observé (Figure 3) ce qui est attribué aux algues K. Les pics de diffraction de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -NP synthétisés (Figure 3). ont été détecté 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 au cristal plans de (220), (311), (222), (400), (311), (422), (511) et (440), respectivement et pour la diffraction de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @PANI ont été détecté à  $2\theta = 18,32$ ,  $30,16$ ,  $35,53$ ,  $43,26$ ,  $53,4$ ,  $57,25$ ,  $62,82$  qui sont affectés au cristal plans de (111), (220), (311), (222), (400), (511), (400). Les pics de diffraction analysés ont été bien assortis avec les articles, qui ont déclaré le système cristallographique de structure cubique. Les pics de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -NPs et  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @PANI sont clair la haute pureté des nanoparticules synthétisées et nano-composite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @PANI [3].

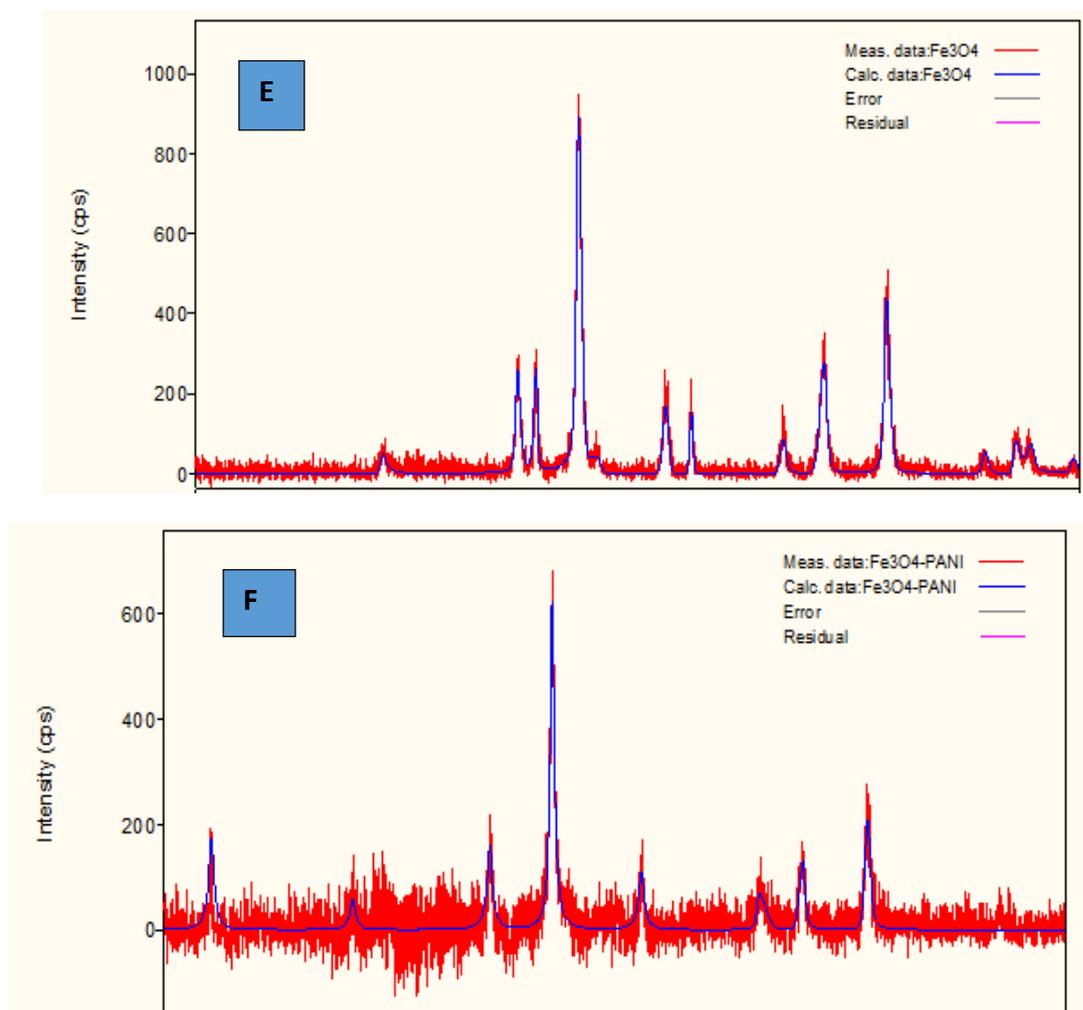


Figure III.3. : (E) de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (F) de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /PANI.

## Résultat et discussion

### III.2.3 FTIR

Tout d'abord, les nanoparticules de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  avec des groupes hydroxyle Sur leurs surfaces ont été modifiées avec poly aniline pour introduire NH Groupes. Afin de confirmer le succès de la modification du  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticules avec les spectres poly aniline, FTIR de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  modifiés ont été mesurés et sont montrés dans la Figure(4).le FTIR de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  a été indiquer une vibration a  $574\text{ cm}^{-1}$  qui attribuer la bande Fe-O et pour le  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  a été trouvé des vibrations a  $3392, 1540, 1102, 535\text{ cm}^{-1}$  peut être attribué à N-H, C-O, N-C, Fe-O étirement des vibrations, respectivement. Le spectre de la  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  modifié a une bande nette à environ  $535\text{ cm}^{-1}$  qui correspond aux pics de vibration Fe-O. Les résultats indiquent que poly aniline a été attaché avec succès à la surface des sphères de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . [4]

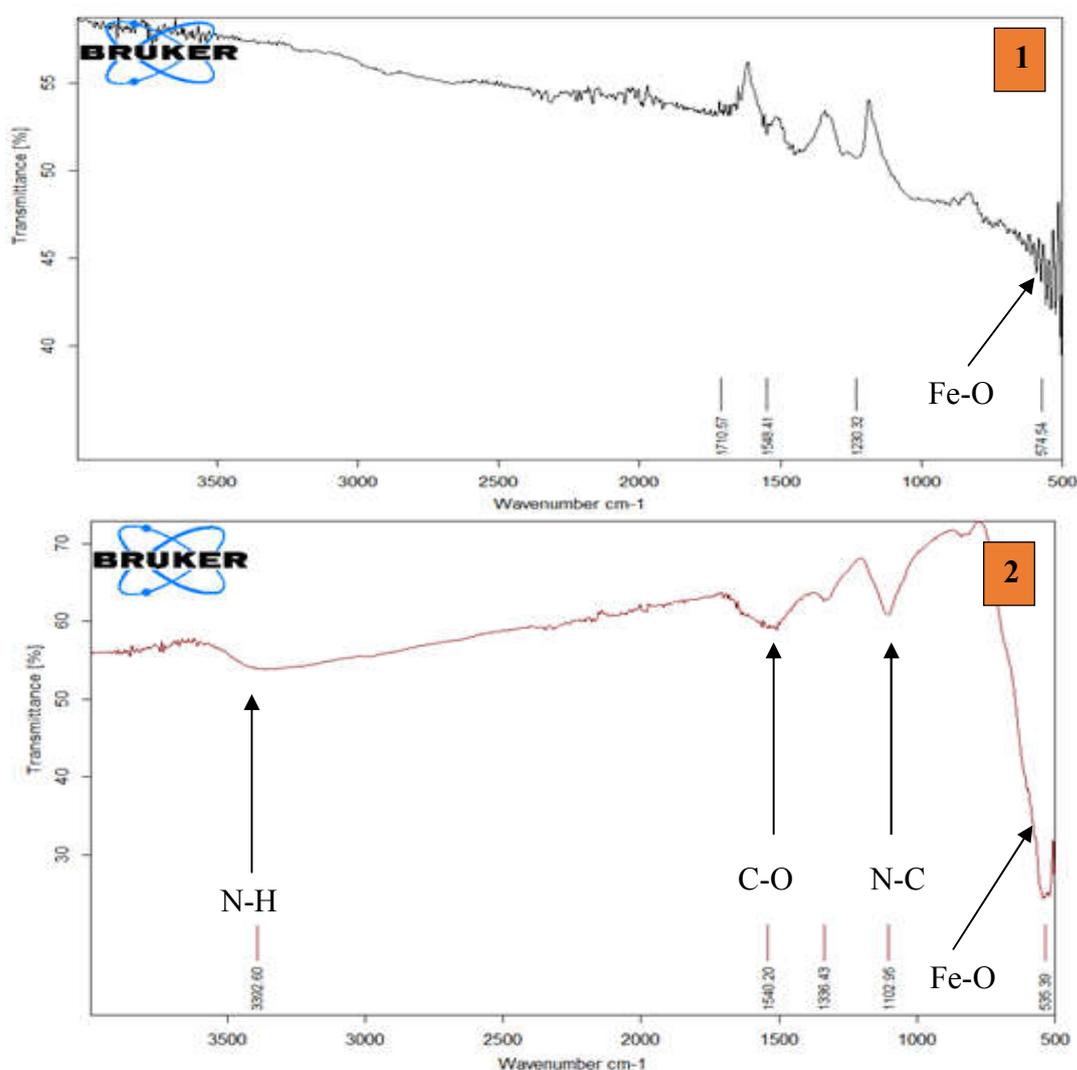


Figure III.4. : (1)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , (2)  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$ .

### III.3 Application des nano-composites

#### III.3.1 Activité antibactérienne

$\text{Fe}_3\text{O}_4@$ PANI ont montré des propriétés antibactériennes remarquables, bien que le mode d'action et le mécanisme de leurs activités antibactériennes n'ont pas été clarifiés. *Coli* et *Pseudomonas* (bactéries à Gram négatif), *Staphylococcus aureus* 25923 et *Staphylococcus aureus* 43300 (bactéries Gram positives) ont été choisis en tant que bactérie représentative pour l'étude de l'antibactérienne propriété des nanoparticules de  $\text{Fe}_3\text{O}_4@$ PANI. Le  $\text{Fe}_3\text{O}_4@$ PANI fait semblant d'avoir une bonne activité bactéricide donc dans ces travaux les quatre organismes différents comme *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* 43300, *Staphylococcus aureus* 25923 et *Pseudomonas*. Dans ces  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  est agie en tant que contrôle positif. [5]

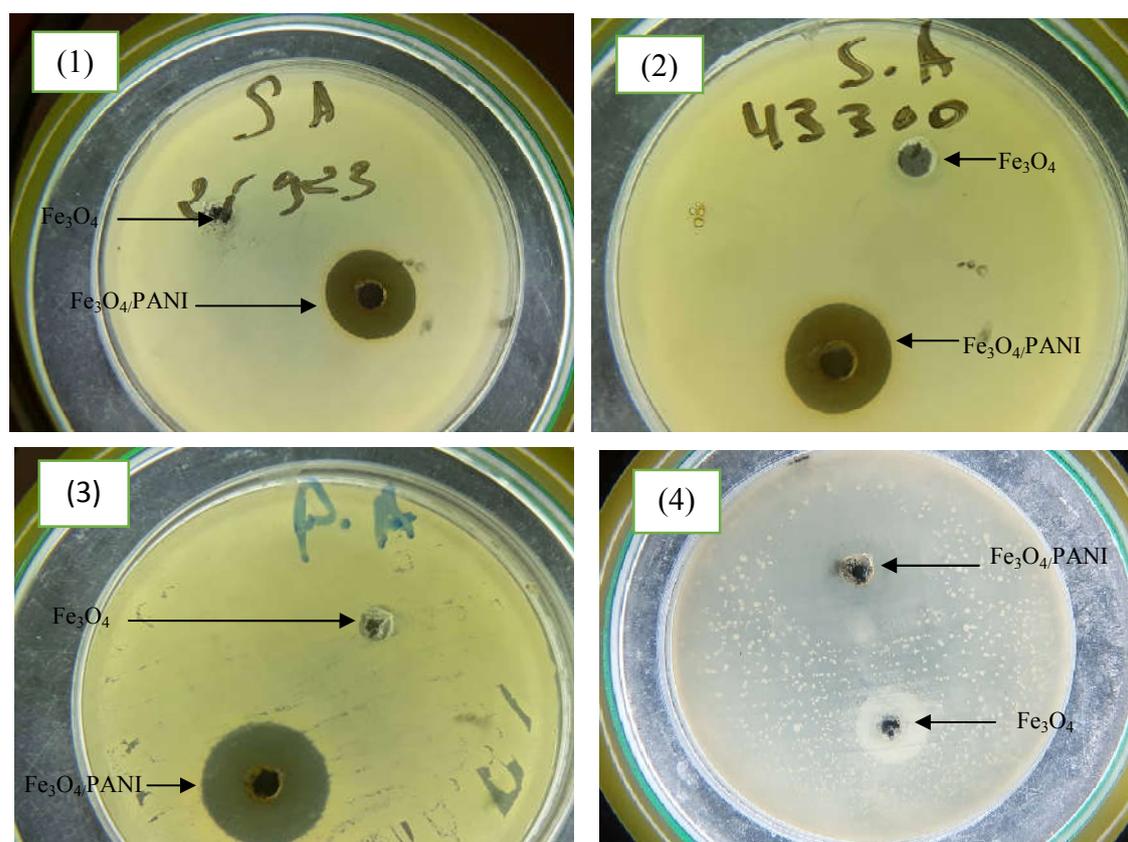


Figure III.5. : Photos représentent l'activité anti bactérienne :(1) *Staphylococcus aureus* 25923,

(2) *Staphylococcus aureus* 43300, (3) *Pseudomonas*, (4) *E. coli*.

## Résultat et discussion

La bactérie	Escherichia coli	Staphylococcus aureus 25923	Pseudomonas	Staphylococcus aureus 43300
Le diamètre de la zone d'inhibition (mm)	34.5	25	23	18

Tableau III.1 : Représente les diamètres des zones d'inhibition des différentes bactéries.

### III.3.2 Elimination de E. Coli utilisant nano-composite

Une série d'expériences ont été menées pour étudier l'influence de différents

Facteurs tels que le dosage initial de nano-composite et la concentration initiale de bactérie ( $10^6, 10^7, 10^8$ ) UFC/ml.

#### III.3.2.1 Effet de masse de nano- composite

Lorsque la dose de nano-composite a été augmentée de 5mg à 10mg, la capacité d'élimination d'E.Coli est augmentée à cause de la disponibilité des sites active sur la surface. L'effet de la quantité de nano-composite sur l'efficacité d'élimination coli a été examiné en ajoutant diverses quantités de nano-composite en suspensions cellulaires à une concentration de  $10^8$  CFU / mL. Nano-composite qui a ensuite été isolées à l'aide d'un champ magnétique externe. Comme le montre la figure (6), l'efficacité de l'élimination a augmenté progressivement tandis que la concentration de MNP augmentait de 5 mg / ml à 10 mg / ml, puis à un niveau plus élevé avec augmentation de la concentration de nano-composite, ce qui est évidemment dû à la disponibilité de sites de surface actifs pour l'adsorption d'agents pathogènes augmente avec l'augmentation de la concentration en nano adsorbants. [6]

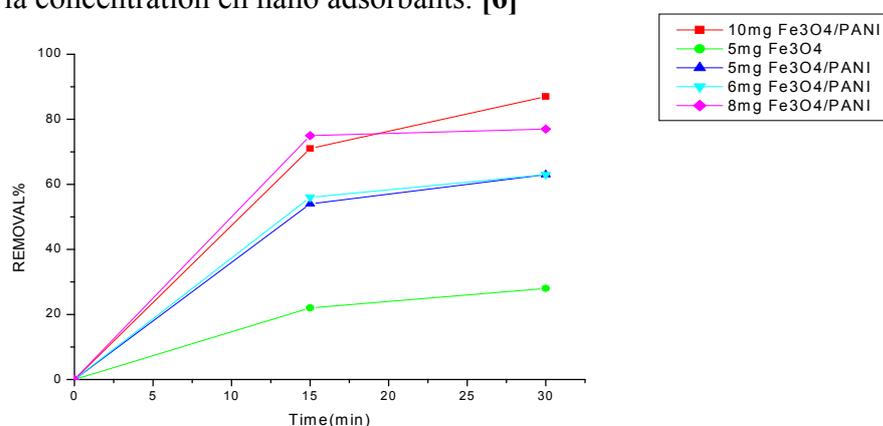


Figure III.6. : Effet de masse de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> @PANI sur l'élimination de E.Coli.

## Résultat et discussion

### III.3.2.2 Effet de concentration des bactéries

Amélioration de l'efficacité d'élimination lorsque la concentration de E. coli a été diminuée de  $10^8$  à  $10^6$  CFU/ml, tandis que la concentration initiale a augmenté. E. coli a entraîné une diminution de l'efficacité d'élimination. Le pourcentage d'élimination de bactérie E. coli a été trouvé 93% dans la concentration initiale ( $10^6$  UFC/ml) en 30 min contraire à la concentration ( $10^8$  UFC/ml) qui a été trouvé 87% en 30 min. La figure (7) démontre la capacité d'élimination de E. coli en fonction du temps pour le nano-composite [7].

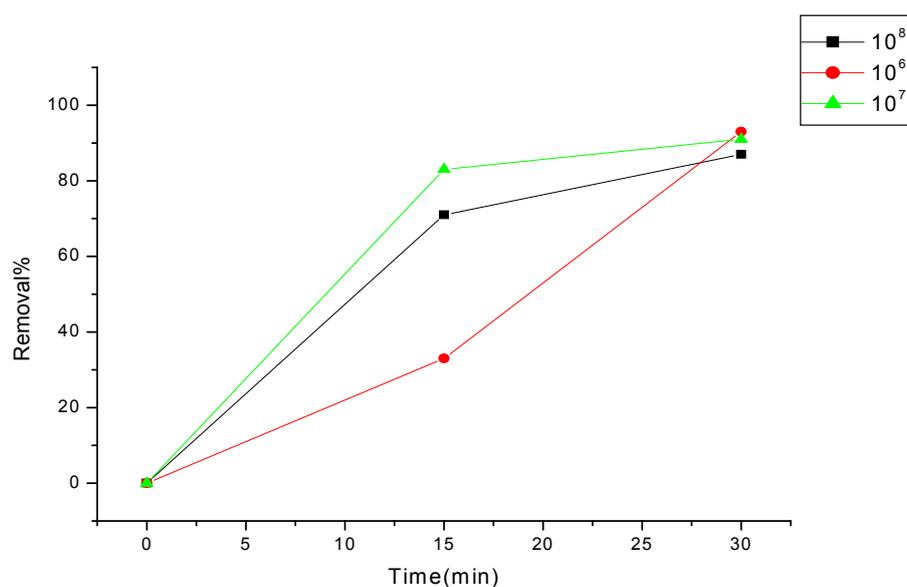


Figure III.7. : Effet de concentration des bactéries.

La charge de surface des bactéries est opposée à celle des matériaux magnétiques à pH 6 qui a déjà démontré par zêta potentiel qui nous donne une charge positive sur la surface de nano-composite (+5). Par conséquent, des floes de cations polyvalents à la surface du matériau magnétique et la membrane cellulaire négative se forment rapidement en raison de la charge neutralisation, ce qui est en accord avec les études précédentes.

## Résultat et discussion

### ➤ Cinétique d'élimination E. Coli

La cinétique d'élimination de bactérie E. Coli a été modélisée dans une équation de taux de premier ordre à taux constant.

$$\ln [C_{ini}/C_{fin}] = K.t$$

Où,  $C_{ini}$  = concentration initial de E.Coli,  $C_{fin}$  = concentration final de E.Coli et  $t$  = temps

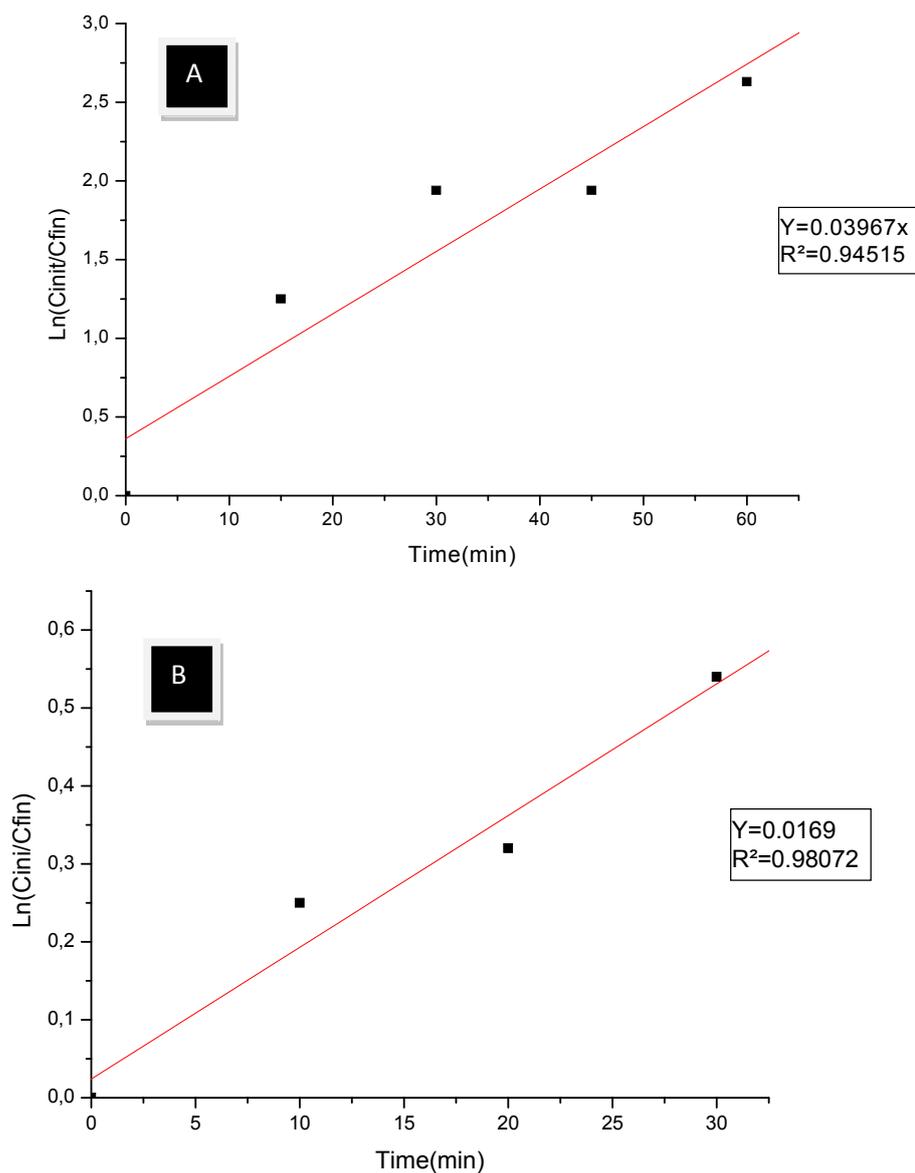
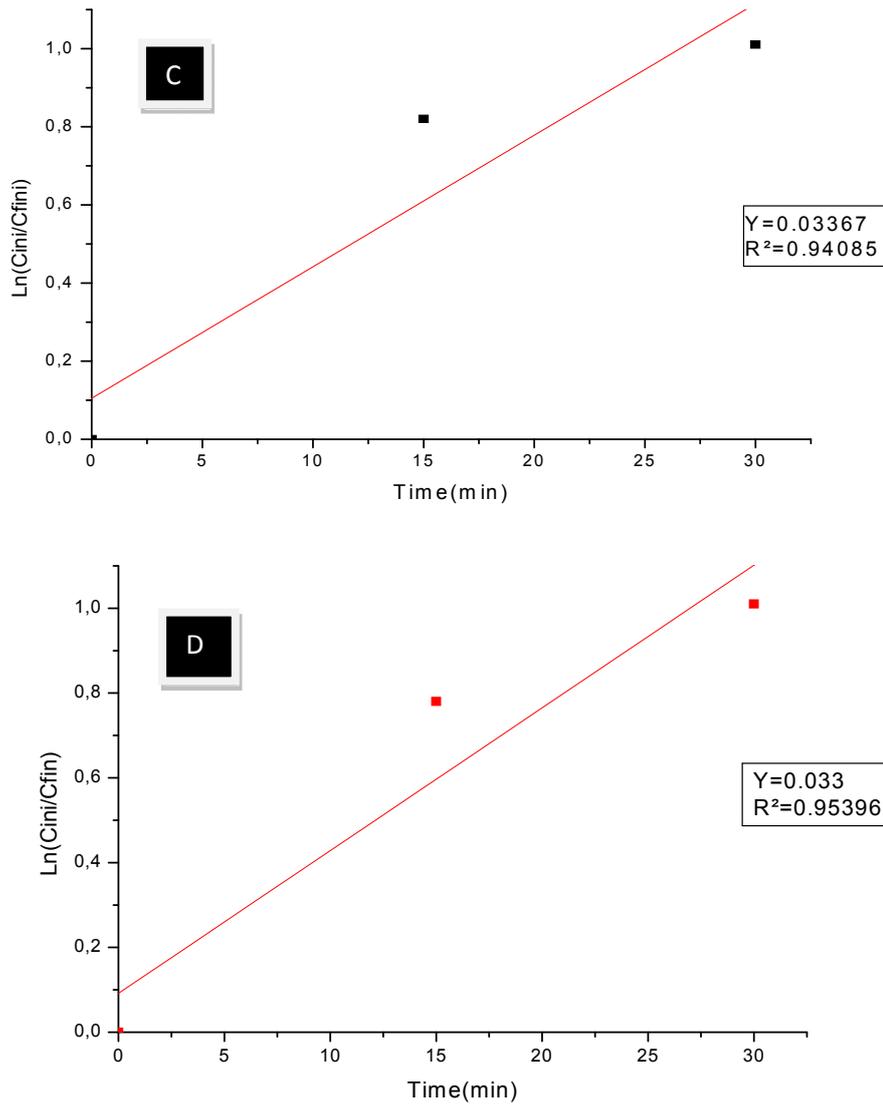


Figure III.8 : Réaction première ordre d'élimination d'E.Coli (A) :5mg (B) :6mg.

## Résultat et discussion



**Figure III.9 :** Réaction première ordre d'élimination d'E.Coli (C) :8mg(D) :10mg.

Pour évaluer la capacité d'élimination de bactérie, nous observons les remarques quand la quantité ou bien le dosage de nano-composite augmente 5mg à 10mg nous observons une constante de vitesse très importante contrairement à une masse faible. Le tableau suivant démontre la constante de vitesse de chaque concentration de nano-composite

## Résultat et discussion

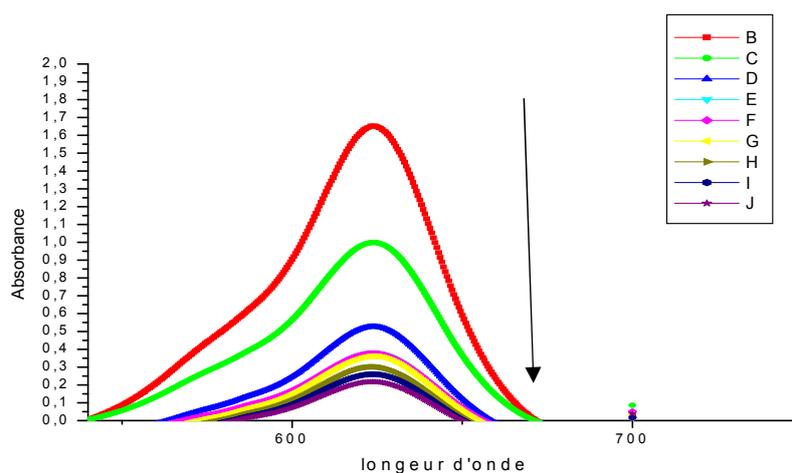
La dose	5mg	6mg	8mg	10mg
R <sup>2</sup>	0.98	0.95	0.94	0.94
K	0.016	0.0330	0.0336	0.039

**Tableau III.2.** : La constante de vitesse de chaque concentration de nano-composite.

Quand la constante de vitesse de la réaction augmente, la vitesse d'élimination augmente

### III.3.3 Adsorption du vert brillant

Plusieurs facteurs peuvent être affectés au processus d'adsorption, tels que le dosage de l'adsorbant et la concentration de colorant. En plus de ces facteurs, la taille et la forme de nano-composite affectent également la performance d'adsorption. Plusieurs chercheurs Wenjun Jiang et al. Jing Hu et al, ET Thi May Do et Al ont utilisé les eaux usées préparées synthétiquement pour l'étude. Parce que notre objectif était le traitement des eaux usées de la installation de prétraitement utilisant les nano-composite, adsorption plus élevée capacités peuvent être obtenues en optimisant les paramètres ci-dessus l'échantillon. Les effets de certain de ces facteurs sont discutés au-dessous.



**Figure III.10** : Adsorption de VB en fonction du temps.

## Résultat et discussion

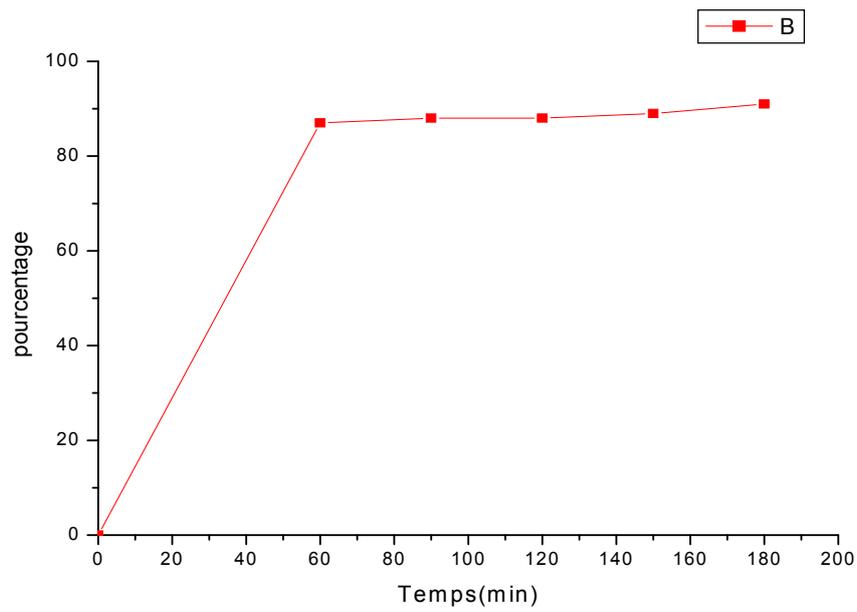


Figure III.11 : le pourcentage d'adsorption de VB en fonction du temps.

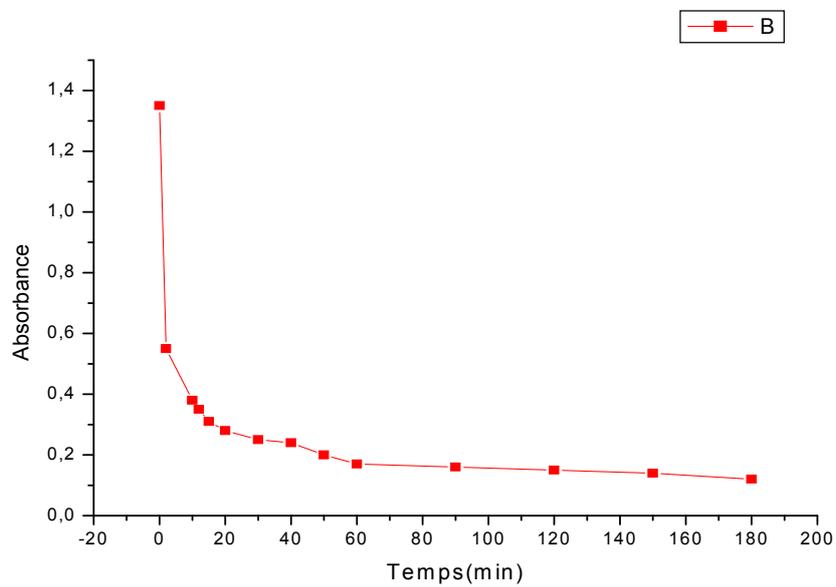


Figure III.12 : Variation de l'absorbance en fonction du temps.

## Résultat et discussion

### III.3.3.1 Effet de la dose d'adsorbant

La dose d'adsorbant est un autre paramètre important dans l'examen de la capacité d'adsorption d'un adsorbant. La détermination de l'effet de la dose d'adsorbant donne une idée quant à la quantité minimale d'adsorbant à utiliser pour le processus d'adsorption. Cette valeur est utile du point de vue de coût.

L'adsorption de vert brillant par le nano-composite a été réalisée avec mélange continu sur un agitateur magnétique à température ambiante. Le vert brillant restant dans l'échantillon a été contrôlé en fonction de concentration et pH=6. Des expériences ont été menées avec la concentration initiale de vert brillant dans l'échantillon à 10 mg / L, et dosage de nano-composite de 20 à 50 mg.

L'effet du dosage de nano-composite sur l'adsorption de vert brillant est présenté à la Figure (15). L'efficacité d'adsorption est passée de 74 à 92% à un pH de 6, avec l'augmentation de la quantité de MNP de 20mg à 50mg. Ceci est dû à l'augmentation de la surface où l'adsorption prend place [8].

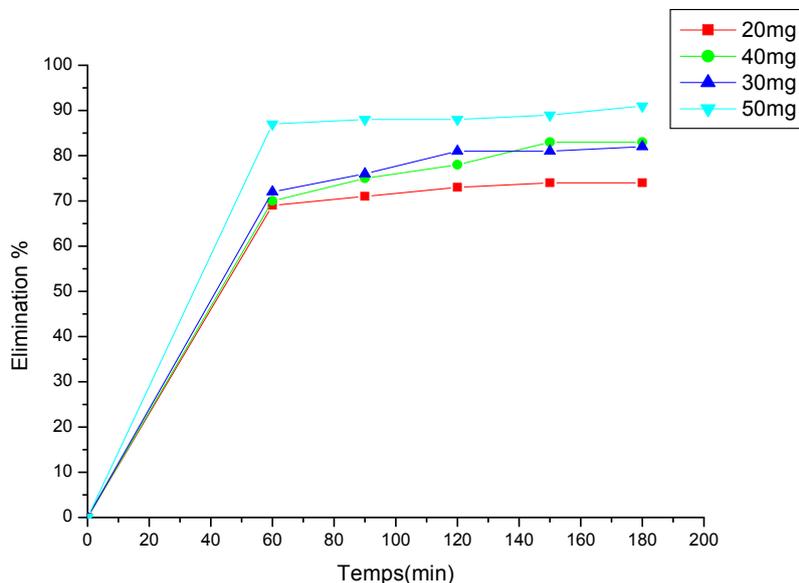


Figure III.13 : Effet de la dose d'absorbant sur les capacités d'adsorption de VB.

## Résultat et discussion

### III.3.3.2 Effet de la concentration en vert brillant

Des expériences ont été menées avec la première concentration de vert brillant de 10 à 50mg / L, tout en faisant varier le temps de contact de 0 à 180 min et dosage de nano-composite 50 mg à un pH de 6. L'adsorption du vert brillant par le nano-composite a été rapide au premier 15 min suivies d'une étape d'adsorption lente de vert brillant à plus long terme temps de contact comme illustré à la Figure (16).

Après 10 minutes, l'efficacité d'élimination observée de vert brillant par le nano-composite à des concentrations initiales en vert brillant de 10, 20, 30, 40, 50mg/l étaient 92%,87%,83 ,73%,30% respectivement. Sous ces expérimentales conditions, l'efficacité d'élimination de vert brillant modestement diminué en fonction de l'augmentation de la concentration de colorant [9].

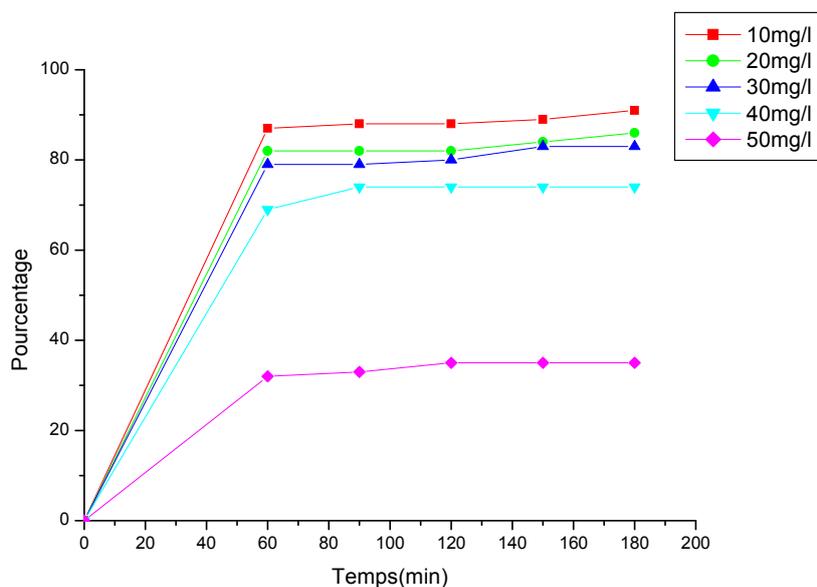


Figure III.14 :Effet de concentration de l'absorbât sur l'adsorption de VB.

### Conclusion

Les travaux relatés à travers ce chapitre ont permis de caractériser les nano-composites formés, a permis de valider la formation de nanoparticules de l'oxyde de fer.

En effet, d'après les images MEB on peut voir la dispersion des nanoparticules dans la matrice avec la formation d'agrégats pour tous les échantillons. L'analyse DRX nous a permis de valider la formation de nano-composites par les valeurs de  $2\theta$  des plans cristallins caractéristiques de fer, l'analyse spectroscopique FTIR a montré certains déplacements dans les valeurs de nombre d'ondes des spectres qui nous confirme la formation des nano-composites  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$ .

Enfin, L'évaluation des nano-composites pour l'antibactérienne et désinfections de l'eau de bactéries et aussi l'étude de l'adsorption de colorants VB.

### Référence

- [1] ahmad S, Riaz U, Kaushik A, et al. Soft templatesynthesis ofsuper paramagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles a novel technique. *J InorgOrganometPolym*, 2009, 19: 355–360.
- [2] Deng J. Magnetic and conducting Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-cross-linked polyaniline nanoparticles with core-shell structure. *Polymer*, 2002, 43:2179–2184.
- [3]Tamer U, Gündoğdu Y, Boyacı H, et al. Synthesis of magnetic coreshell Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Au nanoparticle for biomolecule immobilization and detection. *J NanopartRes*, 2010, 12: 1187–1196.
- [4]SHEN Y.F., TANG J., NIE Z.H., WANG Y.D., REN Y.,ZUO L., *J. Separ. Purif. Technol.*, 68 (2009), 312.
- [5] M. N. Grigor'eva, S. A. Stel'makh, S. A. Astakhova, I. M. Tsenter, L. U. Bazaron, V. B. Batoev and D. M. Mognonov, *J. Appl. Polym. Sci.*, 2014, 131, 40319.
- [6] N. Tran, A. Mir, D. Mallik, A. Sinha, S. Nayar, T. Webster, Bactericidal effect of iron oxide nanoparticles on *Staphylococcus aureus* , *Intern. J. Nanomed.* 5 (2010) 277–283.
- [7]C. Lee, J.Y. Kim, W.I. Lee, K.L. Nelson, J. Yoon, D.L. Sedlak, Bactericidal effect of zero-valent iron nanoparticles on *Escherichia coli* , *Environ. Technol.* 42 (2008) 4927–4933.
- [8] Q.H. Shi, Y. Tian, X.Y. Dong, S. Bai, Y. Sun, *Biochem. Eng. J.* 16 (2003) 317.
- [9]Kosa SA, Al-Zhrani G, Salam MA. Removal of heavy metals from aqueous solutions by multi-walled carbon nanotubes modified with 8-hydroxyquinoline. *Chem Eng J.* 2012;181:159–68.

# *Conclusion générale*

# Conclusion Générale

---

## Conclusion générale

La nanotechnologie est un domaine prometteur pour les traitements des eaux. Nous avons pu observer que la taille des particules jouait un rôle crucial dans la toxicité.

Ce travail avait pour objectif l'élaboration des nano-composites à base des nanoparticules magnétiques enrobé par la polyaniline.

Le travail s'est articulé autour de deux principaux points. La décontamination de l'eau et l'adsorption d'un colorant modèle (le VB). Les résultats obtenus ont montrés que le nano-composite préparé peut être utilisé comme adsorbant de colorants et aussi comme désinfectant.

Le  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  fabriqué pourrait maintenir haute efficacité de capture la bactérie (plus de 91%) sur une différent large gamme de concentration des bactéries ( $10^6$ ,  $10^7$ ,  $10^8$  CFU/ml). De plus, la force ionique avait peu d'effet sur la capture des bactéries, plus de 80% de cellule bactérienne pourrait être capturé en différent masse de  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  (5, 6, 8, 10mg). Le pourcentage d'élimination de vert brillant montre une forte adsorption entre  $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{PANI}$  et le colorant maintenir haute efficacité de capture (plus 90%). Les résultats une alternative possible à la suppression du chou vert et suggère également que ces nano-composites ont une double les propriétés des activités coagulantes et antibactériennes, idéales pour le traitement de l'eau.

La structure des nanoparticules utilisées ainsi que les différents nano-composites élaborés ont été caractérisée par spectroscopie IRTF, l'état de dispersion des charges au sein de nano-composites par la diffraction des rayons X (DRX), la morphologie par MEB et EDS.

## المخلص

البيئة تعاني من مشكلة التلوث التي أصبحت أولوية في العالم، بسبب تلوث مصادر المياه بالبكتيريا والأصباغ. في هذه الدراسة، نحن مهتمون بإعداد مواد نانو مركب جديدة تعتمد على أكسيد الحديد وبوليأنيلين  $Fe_3O_4@PANI$  لإزالة الملوثات الموجودة في بيئة مائية. لقد ثبت أن مركب النانو يمكنه القضاء على ما يصل إلى 93 % من البكتيريا و 90% من الأصباغ. تتميز المركبات النانوية المحضرة بواسطة التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FTIR)، المسح المجهرى للإلكترون (MEB)، حيود EDS والأشعة السينية.

**الكلمات المفتاح:**

التلوث، البكتيريا، مركبات نانوية مغناطيسية، الامتزاز، البيئية.

---

## Résumé

L'environnement connaît un problème de pollution qui est devenu prioritaire dans le monde, à cause de la contamination des sources hydriques par les bactéries et les colorants. Dans cette étude nous sommes intéressés à la préparation de nouveaux matériaux nano-composites à base d'oxyde de fer et de polyaniline  $Fe_3O_4@PANI$  pour l'élimination des contaminants présents dans un environnement aqueux. On a montré que le nano-composite peut éliminer jusqu'à 93% de bactéries et 91% de colorants.

Les nano-composites préparés ont été caractérisés par spectroscopie infra-rouge (FTIR), microscopie électronique à balayage (MEB), EDS et diffraction rayon de X.

### Mots clés :

Pollution, les bactéries, nano-composites magnétiques, adsorption, environnements.

---

## Abstract

The environment is experiencing a problem of pollution that has become a priority in the world, because of the contamination of water sources by bacterial and dyes. In this study we are interested in the preparation of new nano-composite materials based on iron oxide and  $Fe_3O_4@PANI$  polyaniline for the removal of contaminants present in an aqueous environment. It has been shown that nano-composite can eliminate more than 93% of bacterial and 91% of dyes.

The prepared nano-composites were characterized by infra red spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), EDS and X-ray diffraction.

### Keywords :

Pollution, bacterial, magnetic nano-composites, adsorption, environments.