



Institut des Sciences
Département de Sciences de la Matière
Filière : Chimie

Mémoire

Pour l'Obtention du Diplôme de Master
Spécialité Chimie Macromoléculaire
Thème :

Synthèse et Caractérisation des Composites par Polymérisation in-Situ de l'Aniline chargé d'Argile et de la Cellulose

Présenté par :

M^{elle}. KEBLI Fatiha
M^{elle}. BENAÏSSA Ahlem

Soutenu en 2019

Devant le jury composé de :

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

Examineurs : Mr. S. BOUSSELEM (Professeur) C.U.B.B.A.

Mme. K. YOUNES (M.C.B) C.U.B.B.A.

Encadrant: Mme. C. BACHIR Cherifa (M.C.A) C.U.B.B.A.

Co-Encadrant: Melle. S. N. Benaouda (Enseignante-Vacataire) C.U.B.B.A.

Remerciements

Dieu merci pour la santé, la volonté, le courage et la détermination qui nous ont accompagnés tout au long de la préparation et l'élaboration de ce travail et qui nous ont permis d'achever ce modeste travail.

Le présent travail est non seulement le résultat de notre courage, sacrifice, patience et endurance mais aussi une participation de plusieurs personnes qui nous sont chères.

*Ce mémoire n'aurait pu aboutir sans l'aide précieuse, les conseils avisés et les discussions avec **Mme. BACHIR Cherifa**, Maitre de Conférences au Centre Universitaire Belhadj Bouchaib Ain Témouchent, Sincèrement merci d'avoir accepté de nous encadrer, et pour votre soutien, vos remarques pertinentes, pour votre responsabilité, votre gentillesse, votre encouragement et la confiance qu'elle vous nous avez accordé.*

*Nous remercions également Mademoiselle **BENAOUDA Soumia**, Enseignante Vacataire au CUBBT, pour sa précieuse aide dans la réalisation de ce travail*

*Nous sommes très honoré par la présence, dans le jury, de **Monsieur KACIMI Soufi**, Professeur au CUBBT, Nous le remercions d'avoir présidé le jury cette thèse.*

*Nos vifs remerciements s'adressent également à Mr. **BOUSSELEM Ismain**, Professeur au CUBBT, et Mme **YOUNES kawter**, Maitre de Conférences au CUUBT de nous avoir honorés en acceptant de juger notre travail.*

*Ce travail a été réalisé aux laboratoires pédagogiques de Chimie au CUBBT. Un grand Merci à tous les membres de laboratoire, Ingénieurs, que nous avons eu le plaisir de travailler avec eux surtout **Mme Amraoui Bahria**, et encore merci aux membres de laboratoire*

de chimie des Matériaux LCM de l'université d'Oran pour leur aide précieuse dans la partie caractérisation.

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

Dédicaces

Je dédie ce modeste projet :

A ma chère mère, A mon cher père,

*Qui n'ont jamais cessé de formuler, des prières à mon
égard de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse
atteindre mes objectifs.*

A mes sœurs et leurs maris, A mon frère Tijani,

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

A Fatiha, Pour son entente et sa sympathie,

*A ma chère amie d'enfance Douaa, qui m'as aidé et
supporté le long de ma vie.*

*A mes chères amies qui m'ont aidé dans les moments
difficiles*

A toute ma famille, A tous mes autres ami(e)s,

A tous ce que j'aime et qui m'aiment.

Ahlem

Dédicaces

Je dédie ce modeste projet :

*A ma maman, mon rayon de soleil, ma raison de vivre,
la lanterne qui éclaire mon chemin et m'illumine de
douceur et d'amour, Qui m'a soutenu et encouragé
durant ces années d'études.*

*A mes sœurs, mes proches et Ceux qui ont partagé avec
moi tous les moments d'émotion lors de la réalisation
de ce travail.*

*Ils m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout
au long de mon parcours.*

*A tous mes amis qui m'ont toujours encouragé, et pour
leurs aides et supports dans les moments difficiles.*

*Et enfin à ma chère amie **Benaissa ahlem** mon binôme
qui a été patiente avec moi le long ce travail.*

Fatiha

Table des matières

Résumé en arabe.....	I
Résumé en Français.....	II
Abstract.....	III
Liste des abréviations.....	IV
Liste des figures.....	V
Liste des tableaux.....	VI

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1.Introduction.....	3
I.2.Polymères conducteurs.....	3
I.3.La polyaniline.....	4
I.3.1.Le monomère: aniline.....	4
I.3.2. Le polymère : polyaniline.....	4
I.3.3. Structure de la polyaniline.....	5
I.3.4.Synthèse de polyaniline.....	6
I.3.5.Les applications de la polyaniline.....	10
I.4.Les argiles.....	10
I.4.1. Définitions.....	10
I.4.2.Classification des minéraux argileux.....	12
I.4.3.L'illite.....	13
I.5.Cellulose.....	14
I.5.1. Généralités.....	14
I.5.2. Caractéristiques physico-chimiques de la cellulose.....	17
I.5.3. Application de la cellulose.....	17
I.6.Matériaux nanocomposites.....	18
I.6.1.Généralités.....	18
I.6.2.Classification des nanocomposites.....	18
I.6.3.Méthode d'élaboration des nanocomposites.....	19
I.6.4.Morphologie des nanocomposites polymères à renfort argileux.....	20
I.6.5.Les propriétés des composites.....	21

I.6.6. Applications des nanocomposites.....	22
Références.....	24

Chapitre II : Méthodes et Matériaux utilisés

II.1.Méthode	27
II.1.1.Diffraction de rayons X.....	27.
II.1.2.Analyse thermogravimétrique (ATG).....	27
II.1.3.Spectroscopie Infrarouge IR.....	28
II.2.Matériaux	28
II.2.1 L'illite.....	28
II.2.2 cellulose.....	28
II.2.3. Caractérisation par ILI.....	28
II.3. Caractérisations	29
II.3.1. Spectroscopie Infrarouge IR (cellulose/ Argile)	29
II.3.2. Diffraction des rayons X (cellulose/ Argile)	32
Références.....	34

Chapitre III : Synthèse et caractérisation des nanocomposites

III.1. Introduction	35
III.2. Synthèse	35
III.2.1 Polyaniline.....	35
III.2.2. Caractérisations.....	36
III.3. Composites Polyaniline/Matériaux	40
III.3.1. Synthèse.....	40
III.3.2. Résultats obtenus.....	41
III.3.3. Caractérisation des composites.....	44
.	
Références bibliographiques	49
CONCLUSION GENERALE	50

INTRODUCTION GENERALE

L'utilisation de polymères dans l'électronique apparaît comme un moyen simple de remplacer les matériaux inorganiques et difficilement recyclables,

Parmi eux, la polyaniline est le polymère le plus étudié de sa catégorie. Il apparaît comme un des semi-conducteurs les plus prometteurs en vue de ses propriétés et des applications qui peuvent en résulter.

Historiquement, les chercheurs ont toujours été intéressés par la possibilité de combiner deux matériaux possédant des propriétés différentes, dans le but de créer un nouveau matériau hybride unissant ces propriétés ou en possédant de nouvelles. De ce point de vue, l'objectif principal de cette thèse est la combinaison de la polyaniline avec des matériaux à renforts naturels :

- inorganique naturelle : argile issue du sol algérien
- biopolymère : cellulose

Les recherches se sont tournées vers les matériaux naturels cellulosiques et/ou argileux puisqu'ils possèdent à la fois l'aspect écologique (renouvelable et biodégradable) et l'aspect économique (généralement peu dispendieux et abondant). Ce mémoire s'inscrit dans ce cadre, avec pour objectif de développer un composite biodégradable, disposant des propriétés à la fois de la polyaniline et celle de la charge ajoutée.

Le présent projet vise ainsi, la préparation et la caractérisation des composites à base d'un polymère conducteur et de matrices naturelles par polymérisation in-situ.

Ce mémoire est divisé en trois chapitres résumés comme suit :

LE PREMIER CHAPITRE : rappelle d'abord une revue bibliographique, sur les polymères spécialement la polyaniline. Nous aborderons également des généralités sur les argiles en particulier l'illite et les nanocomposites polymère/matériau ainsi leurs différentes propriétés et applications.

LE DEXIEME CHAPITRE : comporte une description des techniques expérimentales utilisées ainsi la caractérisation matériaux utilisés.

LE TROISIEME CHAPITRE : ce chapitre présente l'élaboration et la caractérisation de la polyaniline ainsi les composites matériaux PANI-l'illite/PANI-cellulose par polymérisation in situ, ainsi que leur discussion.

Enfin, une conclusion générale récapitule les principaux résultats obtenus au cours de ce travail ainsi que des perspectives futures pour une éventuelle application des matériaux utilisés.

Liste des abréviations

PCI : Polymère conducteur intrinsèque

PCE : Polymère conducteur extrinsèque

ANI : Aniline

PANI : Polyaniline

ARI : Argile illite

(NH₄)₂S₂O₈ : Persulfate d'ammonium

PANI-PNGB: La polyaniline permigraniline base

PANI-EB: La polyaniline émeraldine base

PANI-ES: La polyaniline leucoéméraldine base

HCl: Acide chlorhydrique

H₂SO₄: Acide sulfurique

CMC : Cellulose

ARI-PANI-3-1 : Argile L'illite-polyaniline-3-1

CMC-PANI- 10 -1: Cellulose microcristalline-polyaniline-10-1

DRX: Diffraction de rayon X

ATG: Analyse thermogravimétrique

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Liste des figures

Figure I.1: structure d'aniline.....	4
Figure I.2 : Structure de la polyaniline.....	4.
Figure I.3 : Structure générale de la polyaniline.	5
Figure I.4 : Structure de la Leucoéméraldine Base (PANI-LEB) : $y=1$, forme totalement réduite.....	6
Figure I.5 : Structure de la Pernigraniline Base (PANI - PNGB): $y=0$ forme totalement oxydée.....	6
Figure I.6: Structure de l'Éméraldine Base (PANI - EB) : $y=0.5$ forme partiellement oxydée.....	6
Figure I.7 : Synthèse de la polyaniline	7
Figure I.8 : Formation de cation radical de l'aniline.....	8
Figure I.9 : Propagation de la chaîne de polymère par couplage cation radical/aniline.....	8
Figure I.10 : Le couplage de deux cations radical.....	8
Figure I.11 : Propagation de la chaîne de polymère de polyaniline.....	9
Figure I.12 Oxydation de la forme leucoéméraldine on pernigraniline.....	9
Figure I.13 : Transformation de l'état totalement oxydé à l'état semi-oxydé.....	10
Figure I.14 : Eléments structuraux de base des argiles lamellaires (couche tétraédrique et octaédrique).....	12
Figure I.15 : Structure de l'illite.....	14
Figure I.16 : Représentation de la molécule de cellulose.....	15
Figure I.17 : Schéma de la paroi des cellules de cellulose et de l'organisation des microfibrilles.....	15
Figure I.18 : Représentation de la chaîne de cellulose.....	16
Figure I.19: Les régions cristallines et amorphes dans les microfibrilles de cellulose.....	16
Figure I.20: Schéma représentant l'élaboration des composites nanoargiles par polymérisation in situ.....	19
Figure I.21 : Représentation des différentes morphologies des nanocomposites.....	20
Figure I.22 : Schéma de la tortuosité du trajet suivi par les molécules gazeuses.....	21
Figure II.1 : Argile grise Kenadsa.....	28.
Figure II.2: Cellulose microcristalline.....	28
Figure II.3: Spectre IR de la cellulose.	29.
Figure II.4 : Spectre IR de l'illite.....	30

Figure II.5: Spectre DRX de la CMC.....	31.
Figure II.6: Spectre DRX d'ARI.....	32
Figure III.1 : Schéma réactionnel de synthèse de la polyaniline.....	33
Figure III.2 : Diffractogramme DRX de la PANI.....	34
Figure III.3 : Spectre IR de la polyaniline.....	35
Figure III.4 : Courbes ATG de la PANI.....	36
Figure III.5 : Effet du rapport molaire n_{ox}/n_{mon} sur la synthèse du composite PANI-ARI...38	
Figure III.6: Effet du rapport molaire n_{ox}/n_{mon} sur la synthèse du composite PANI-CMC...38	
Figure III.7: Effet du taux de charge X% de l'illite sur la sur la polymérisation $n_{OX} /n_{an} =1$.39	
Figure III.8 : Effet du taux de charge X% de cellulose sur la polymérisation $n_{OX} /n_{an} =1$... 40	
Figure III.9 : Spectre DRX de l'ARI-PANI-3-1.....	41
Figure III.10 : Spectre DRX de CMC-PANI-10-1, CMC.....	42.
Figure III.11: Spectre IR du l'ARI-PANI-3-1, ARI, et PANI.....	43
Figure III.12 : Spectre IR CMC-PANI- 10 -1.....	45

Liste des tableaux

Tableau III.1 : Attribution des bandes d'absorption de la PANI.....	35
Tableau III.2 : les bandes IFR de composite Illite.....	44
Tableau III.3 : les bandes IFR de composite cellulose.....	45

Chapitre I

Synthèse bibliographique

Synthese Bibliographique

I.1.Introduction

Depuis les années 1940, la communauté des matériaux a pris conscience de l'intérêt que pouvaient présenter les composites. Ces matériaux sont constitués de l'assemblage d'au moins deux phases de natures différentes [1-2]. On distingue généralement une ossature, appelée renfort, qui assure la tenue mécanique et une protection, dénommée matrice, qui peut être un polymère assurant la cohésion de la structure [3- 4].

Au cours des dernières décennies, ces matériaux ont été particulièrement étudiés en raison de la possibilité de combiner les propriétés de chacun des constituants, voir générer les propriétés hybrides issues du mélange de ceux-ci. Toutefois, l'apparition des nanocharges ayant une des trois dimensions à l'échelle du nanomètre a permis de mettre en évidence que l'effet du renforcement devient de plus en plus remarquable à mesure que la taille individuelle de la charge diminue. D'où la naissance des matériaux nanocomposites.

Ce chapitre est focalisé d'abord sur la polyaniline, polymère choisi dans ce travail, de point de vue propriétés et applications, ensuite une revue bibliographique portée sur les argiles spécialement l'illite, la cellulose et les nanocomposites.

I.2. Polymères conducteurs

Si beaucoup de laboratoires ont ciblé leur recherche dans le domaine des polymères organiques, c'est parce que ces derniers possèdent des propriétés physico-chimiques très intéressantes. Les propriétés des polymères conducteurs sont fortement liées à la structure de leur monomère précurseur et à leurs conditions de polymérisation. Leur grand domaine d'application est varié puisqu'il est possible de changer leurs propriétés électrochimiques, optiques, chimiques et mécaniques en changeant le monomère et/ou en incorporant des dopants dans la matrice du polymère [5].

La flexibilité, la résistance, l'élasticité et la facilité de production des polymères conducteurs en ont fait l'un des domaines de recherche privilégiés pour la nanotechnologie. Outre leur utilisation dans le cadre des capteurs chimiques, la plupart des polymères conducteurs ont la particularité d'émettre de la lumière lorsqu'on leur applique une tension électrique. Cette découverte a permis la mise au point d'écrans ultraplats, tels que les écrans utilisant des OLED (Organique Light Electroluminescent Diode),

Synthese Bibliographique

de panneaux solaires ou d'amplificateurs optiques. Les polymères conducteurs se trouvent également dans certaines peintures anticorrosives, pour les blindages électromagnétiques et dans le domaine des capteurs autres que les capteurs de gaz comme par exemple les capteurs biochimiques [6].

I.3. Polyaniline

I.3.1. Le monomère : aniline

L'aniline est un composé organique renfermant une fonction amine primaire. Elle a pour formule : $C_6H_5NH_2$ (**Figure I.1**), masse molaire 93,13 g/mol, $d=1,174$, T° fusion $=-6,02^\circ C$ et T° ébullition $=184,1^\circ C$

C'est un liquide incolore, brunissant sous l'action de l'air et de la lumière, à l'odeur très désagréable ; peu soluble dans l'eau. Elle a une masse spécifique de $1,024g/cm^3$. C'est un produit assez toxique, que ce soit par injection ou par contact avec la peau [7, 8].

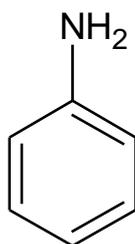


Figure I.1: structure d'aniline.

I. 3.2. Le polymère : polyaniline

La polyaniline (PANI) est le polymère conducteur intrinsèque le plus étudié par la communauté scientifique à cause de sa haute conductivité électrique [9], sa stabilité environnementale, sa facilité de préparation, ses propriétés électriques intéressantes, optiques et électrochimique, et son dopage /dédopage chimique plutôt simple.

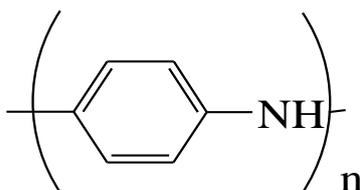


Figure I.2 : Structure de la polyaniline.

Synthese Bibliographique

I.3.3. Structure de la polyaniline

La polyaniline est un polymère obtenu par oxydation de l'aniline. Il est constitué d'une succession de cycles aromatiques de type benzénique pontés par un hétéroatome d'azote [10].

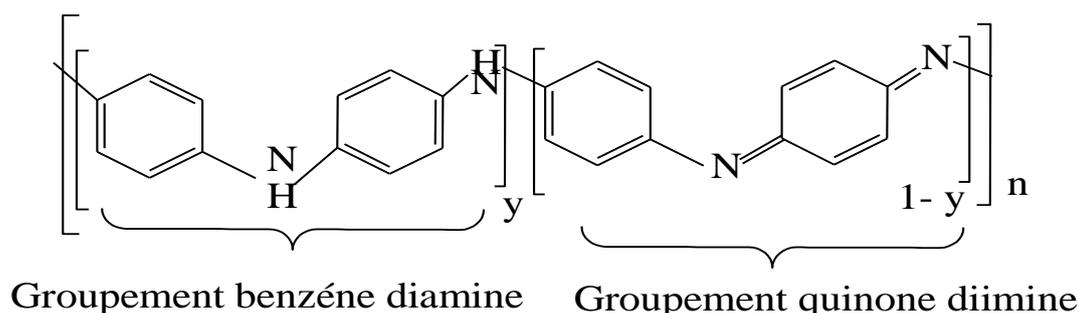


Figure I.3 : Structure générale de la polyaniline.

Le paramètre (Y) représente le degré d'oxydation du polymère, 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 responsable des différentes propriétés physico-chimiques associées à la polyaniline [11].

I.3.3.1. Etat de l'oxydation

Dans l'état neutre, la polyaniline peut exister sous trois formes en fonction de son degré d'oxydation :

1. La polyaniline leucoéméraldine base

C'est une forme totalement réduite, constituée uniquement d'unités benzénoïde (Figure I.4). Ce solide de couleur transparente réagit facilement avec l'oxygène de l'air donnant l'éméraldine base [12].

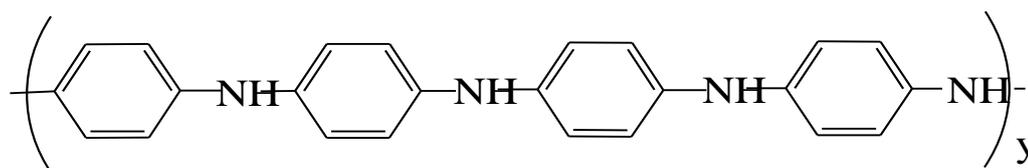


Figure I.4 : Structure de la Leucoéméraldine Base (PANI-LEB) : $y=1$

Synthese Bibliographique

2. La polyaniline pernigraniline base

Elle est totalement oxydée, possédant uniquement des unités quinoïde. C'est un solide de couleur rouge, partiellement cristallin, est facilement hydrolysé en milieu acide [13] (Figure I.5).

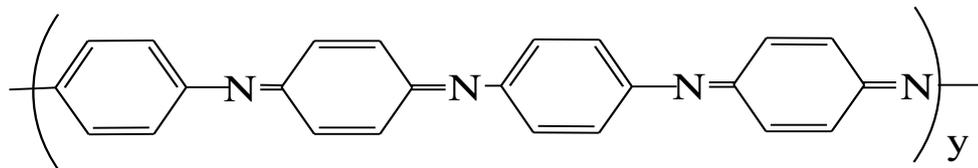


Figure I.5 : Structure de la Pernigraniline Base (PANI - PNGB): $y=0$

3. La polyaniline émeraldine base

Elle possède autant de groupements benzène diamine que de groupements quinoïde diimine (Figure I.6). De couleur bleu foncé, elle est stable autant chimiquement que thermiquement [14].

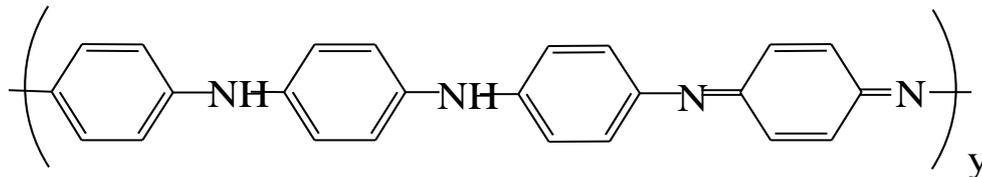


Figure I.6: Structure de l'Émeraldine Base (PANI - EB) : $y=0,5$ forme partiellement oxydée.

L'émeraldine base est la forme qui suscite le plus grand intérêt. Son dopage permet d'obtenir un polymère électro-conducteur.

I.3.4. Synthèse de la PANI

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

- La polymérisation par émulsion inverse.
- La polymérisation enzymatique.
- La polymérisation photochimique.

Synthèse Bibliographique

La synthèse par voie chimique est la principale méthode commerciale de production de la polyaniline. Elle nécessite la présence d'un oxydant dans un milieu acide organique ou aqueux. La synthèse la plus commune est menée entre 0 et 5°C à des pH variant entre 0 et 2 en utilisant une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (HCl) et un rapport molaire oxydant/monomère (persulfate d'ammonium ((NH₄)₂S₂O₈) /aniline) inférieur ou égal 1 [15].

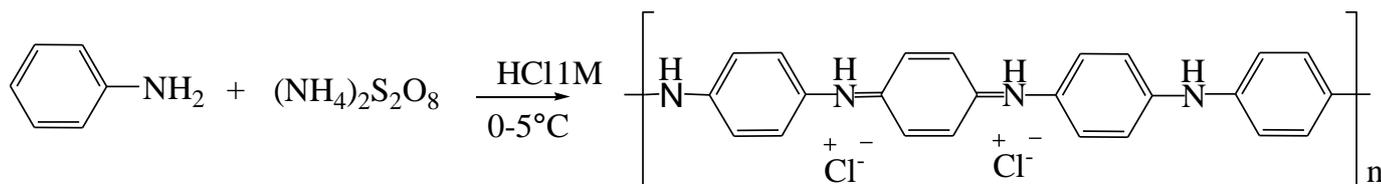


Figure I.7 : synthèse de la polyaniline.

I.3.4.1. Paramètres de synthèse de PANI

Il existe plusieurs facteurs influençant la préparation de la polyaniline, tels que :

- La température a une influence sur les propriétés de la polyaniline et en particulier, sur son poids moléculaire.
- La nature d'oxydant son potentiel d'oxydation que son processus de dégradation.
- Le rapport molaire de l'oxydant/monomère est un paramètre important influençant les propriétés du polymère.
- La nature de l'acide a une influence important sur le temps de polymérisation, sur la morphologie, sur les propriétés physicochimique, et sur la masse molaire [16-17].

I.3.4.2. Mécanisme de la polymérisation oxydative de l'aniline

Le mécanisme de la polymérisation oxydative de l'aniline à été étudié par plusieurs auteurs, c'est la principale méthode commerciale pour la préparation de la PANI [18-19], et plusieurs compagnies la produisent en poudres en dispersions et en produits de revêtement.

La première étape de la polymérisation est l'oxydation de monomère, afin d'obtenir un cation radical (stabilisé par résonance) (Figure I.8).

Synthese Bibliographique

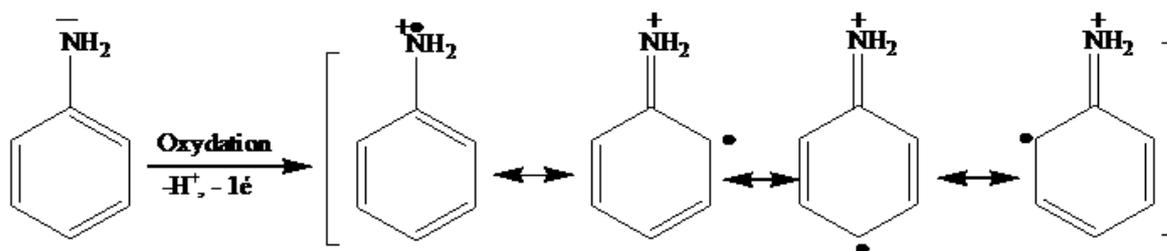


Figure I.8 : Formation de cation radical de l'aniline.

Pour la deuxième étape, deux mécanismes de couplage sont proposés :

Le couplage du cation radical formé avec une molécule de l'aniline (Figure I.9)

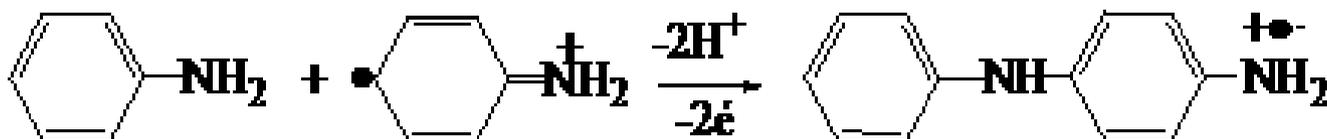


Figure I.9 : Propagation de la chaîne de polymère par couplage cation radical/aniline.

Ou bien le couplage de deux cations radicaux (Figure I.10). Ce deuxième mécanisme est plus largement accepté par la communauté scientifique.

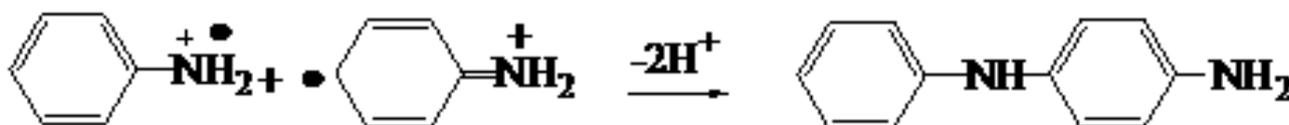


Figure I.10 : Le couplage de deux cations radicaux.

Dans l'étape de propagation de la chaîne polymère, le dimère est oxydé en un cation radical, puis il est de nouveau couplé avec un monomère oxydé (cation radical) ou avec un autre dimère de type cation radical. (Figure I.11)

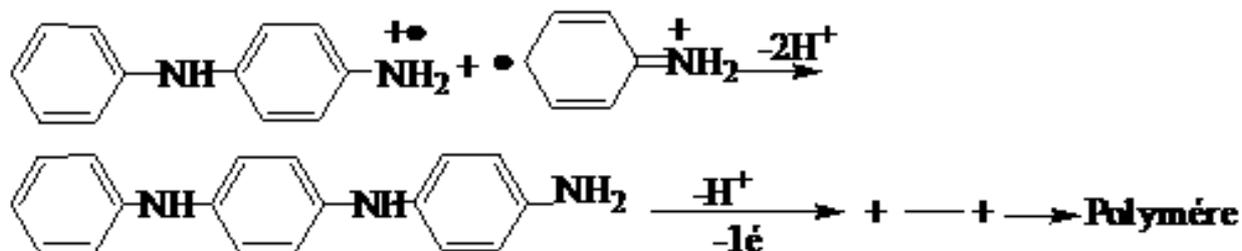


Figure I.11 : Propagation de la chaîne de polymère de polyaniline.

Synthese Bibliographique

La chaîne polymère obtenue est sous la forme réduite (LEB). Donc pendant la propagation, cette forme est oxydée et se transforme en PNGB (Figure I.12).

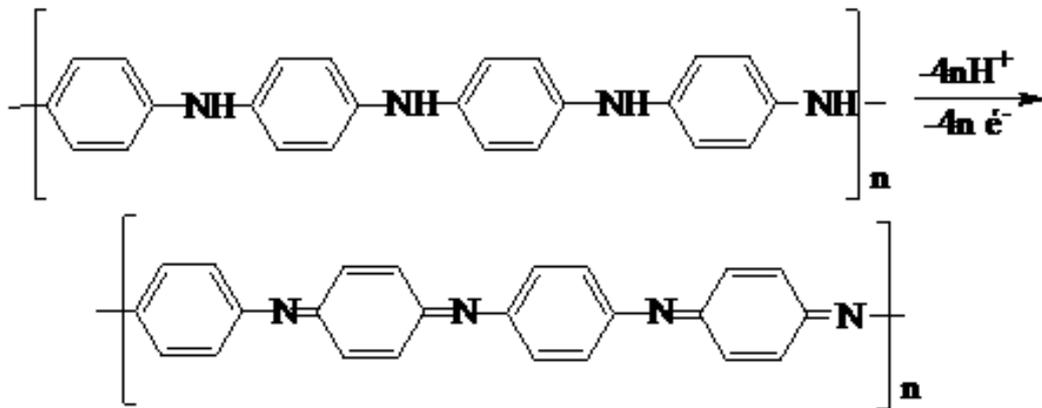


Figure I.12 : Oxydation de la forme leucoéméraldine on pernigraniline.

Dans l'étape suivante, le polymère totalement oxydé est réduit à l'état semi-oxydé (éméraldine) par réaction d'oxydo-réduction du monomère (Figure I.13).

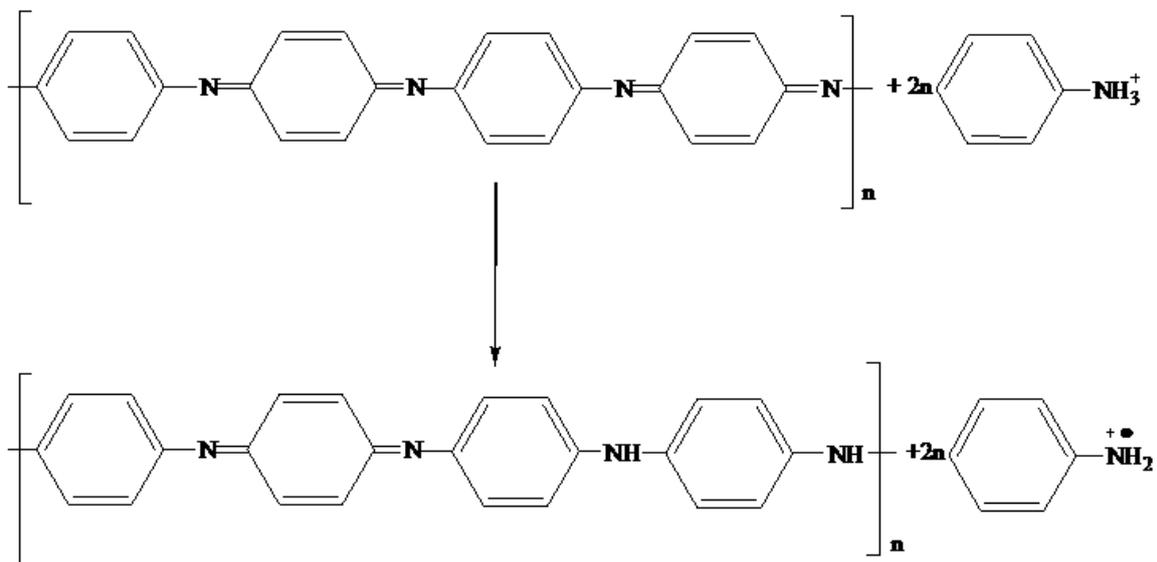


Figure I.13 : Transformation de l'état totalement oxydé à l'état semi-oxydé.

La polymérisation se fait en milieu acide, ce qui permet simultanément la protonation des sites imines, forme base de la PANI, donc la polyaniline est sous sa forme éméraldine sel [20].

Synthese Bibliographique

I.3.5 Applications de la PANI

Les polymères conducteurs sont des matériaux qui restent encore peu appliqués aux techniques industrielles courantes par rapport à d'autres matériaux, mais commencent à percer en ce début de millénaire.

On peut citer [21-22]:

- Le stockage d'énergie : batteries et piles au lithium (piles commercialisées)
- Les afficheurs électrochromes (écrans plats, diodes)
- Les capteurs à gaz, biocapteurs (analyse d'ADN, de protéines, antipollution)
- Les textiles conducteurs (chauffants par effet Joule)
- L'optique non linéaire ; les transistors organiques, les super condensateurs et les cellules photovoltaïques.
- La protection contre la corrosion [23] (remplaçant des phosphates ou chromates) et les peintures conductrices

I.4. Les argiles

I.4.1. Définitions

L'argile est une matière naturelle provenant d'une roche sédimentaire. Le terme argile désigne couramment des minéraux de la famille des phyllosilicates. Ceci signifie que leurs cristaux sont constitués des feuillets, composés majoritairement de silice, d'aluminium et d'oxygène, auxquels s'ajoutent parfois des métaux et des alcalins ou alcalino-terreux (sodium, calcium, potassium). Toutefois, il faut noter que certaines argiles ne présentent pas une structure feuilletée, mais en forme de fibre.

Le feuillet est constitué d'un assemblage de couches tétraédriques et octaédriques [24] (**Figure I.14**)

La couche de tétraédrique : au sommet du tétraèdre, il existe quatre ions d'oxygènes (O^{2-}) enserrent un ion de silicium (Si^{4+}), équidistant à chacun d'eux. Ces tétraèdres s'ordonnent entre eux pour former une couche tétraédrique.

Synthese Bibliographique

La couche octaédrique : au centre d'octaèdre, un ion d'aluminium (Al^{3+}) ou bien le magnésium (Mg^{2+}) est équidistant aux six hydroxyles (OH^-) des sommets.

La couche d'octaèdre et de tétraèdre s'accolent selon des plans, par mise en commun d'O et d'OH, donc la structure en feuillets séparés par des espaces interfoliaires.

Synthese Bibliographique

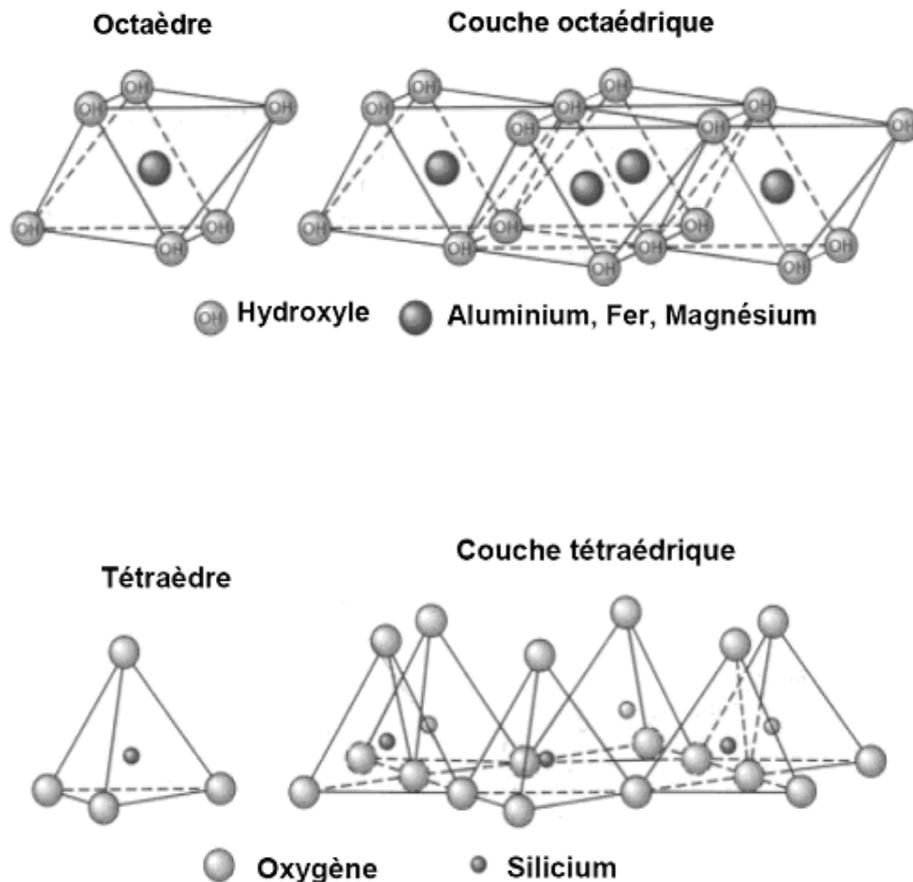


Figure I.14 : Eléments structuraux de base des argiles lamellaires (couches tétraédrique et octaédrique).

I.4.2. Classification des minéraux argileux

I.4.2.1. Minéraux de type 1/1 (T-O) : ils sont constitués d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. La distance interfeuillets est de l'ordre de 7Å [25]. Les principaux représentants de cette famille sont les kaolinites.

I.4.2.2. Minéraux de type 2/1 (T-O-T) : Les feuillets des minéraux de type 2/1 sont constitués de deux couches tétraédriques contenant du silicium encadrant une couche octaédrique contenant de l'aluminium, La distance basale est de l'ordre de 10 Å .Cette famille contient deux groupes : le groupe des smectites caractérisé par la capacité de gonflement (la montmorillonite) et le groupe des micas non gonflant (l'illite) [25].

Synthese Bibliographique

I.4.2.3. Minéraux de type 2/1/1 (T-O-T-O) : ce groupe est constitué par un feuillet de type (2/1) et d'une couche octaédrique interfoliaire [25]. L'épaisseur du feuillet est d'environ 14 Å. C'est l'exemple de la Chlorite.

L'argile utilisée dans ce travail est : l'illite

I.4.3. L'illite

Le nom illite vient de l'état américain de l'Illinois, où l'illite a été décrite pour la première fois en 1937 par Ralph E. Grimm, RH Bray et WF Bradley.

Sa composition est riche en calcium (14%), en fer (9%), et pauvre en magnésium. Cette argile est retrouvée dans le nord de la France où elle est connue pour ces propriétés, malgré sa composition, elle est tout de même de qualité inférieure à la montmorillonite. Elle se révèle néanmoins avoir un pouvoir d'adsorption important. On l'utilise en tant que cataplasme épais à appliquer sur les contusions diverses (entorses.....) ou encore pour adsorber des impuretés (déchets organiques, micro organismes.....).

I.4.3.1. Structure et propriétés

Les illites sont des phyllosilicates de famille 2/1 de type mica non gonflant. L'aluminium de la couche octaédrique de l'illite est partiellement substitué par les ions Mg^{2+} ou Fe^{2+} . Le déficit de charge créé par cette substitution, souvent important, est compensé par les ions K^+ . La présence du potassium, cation anhydre, dans l'espace interfoliaire assure une rigidité de la liaison entre les feuillets ce qui empêche le gonflement de ces minéraux en présence de l'eau. Ces ions potassium sont difficilement échangeables ce qui est à l'origine d'une faible capacité d'échange cationique CEC.

Synthese Bibliographique

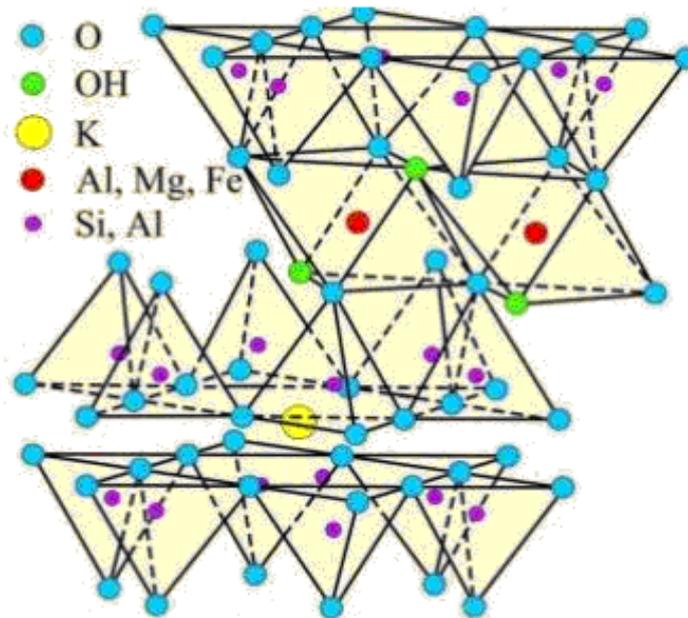


Figure I.15 : Structure de l'illite.

I.4.3.2. Applications de l'illite

L'argile illite apparaît comme anti-infectieuse et régulatrice intestinale, antidiarrhéique, antimycosique, antiparasitaire, cicatrisante et antihémorragique, présentant un pouvoir adsorbant et couvrant, et anti sérotonine [26].

Cette argile est l'une des principales phases argileuses utilisées pour la préparation des mélanges pour la céramique traditionnelle. Les matières premières utilisées pour la fabrication des carreaux en grès cérame blanc sont principalement constituées de feldspaths, de quartz et de minéraux argileux (kaolinite, smectite et illite) [27].

I.5. Cellulose

Bien que la cellulose ait été utilisée pendant des siècles dans des applications très diversifiées, sa composition chimique, sa structure et sa morphologie sont restées très longtemps ignorées. Ce polysaccharide est le constituant majeur des organismes photo synthétiques et assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux dont il constitue entre 30 et 99 % du poids sec.

Synthese Bibliographique

I.5.1. Structure chimique

La cellulose est considérée comme le polymère renouvelable le plus abondant sur terre. C'est un homo-polysaccharide linéaire composé d'unités -D-glucopyranose liées entre elles par des liaisons osidiques de type β (1 \rightarrow 4). L'unité répétitive, composée de l'association de deux monomères de glucose (l'un droit, l'autre renversé), est appelée cellobiose. La structure chimique de la molécule est présentée sur la **Figure I.16**.

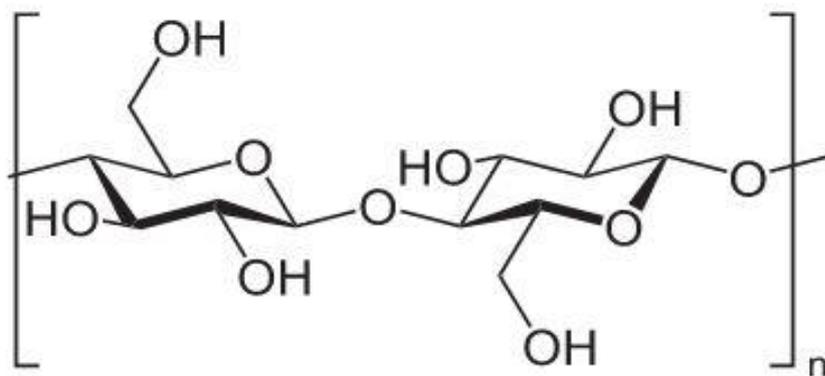


Figure I.16 : Représentation de la molécule de cellulose.

Chaque monomère comporte trois groupes hydroxyle. Grâce à leur capacité à former des liaisons hydrogène, ils jouent un rôle majeur dans les propriétés physiques de la cellulose. La microfibrille de cellulose est l'élément de base de la fibre de cellulose, formée durant la biosynthèse. Les chaînes de poly- -(1-4)-D-glucosyl s'agrègent pour former une fibrille, qui correspond à un assemblage de molécules stabilisées latéralement par des liaisons hydrogène intermoléculaires [28].

Synthese Bibliographique



Figure I.17: Schéma de la paroi des cellules de cellulose et de l'organisation des microfibrilles.

En raison de la structure orientée du polymère, les deux extrémités de la chaîne sont différentes et seule l'une d'elle présente un groupe hydroxyle hémiacétalique à propriété réductrice. L'extrémité réductrice (R) du polymère correspond à l'unité glucose dont l'hydroxyle en position anomérique est libre et donc en équilibre avec la forme aldéhyde, contrairement à l'extrémité opposée, dite non réductrice (NR), dans laquelle le groupement hydroxyle anomérique est engagé dans une liaison osidique (**Figure I.18**) [29].

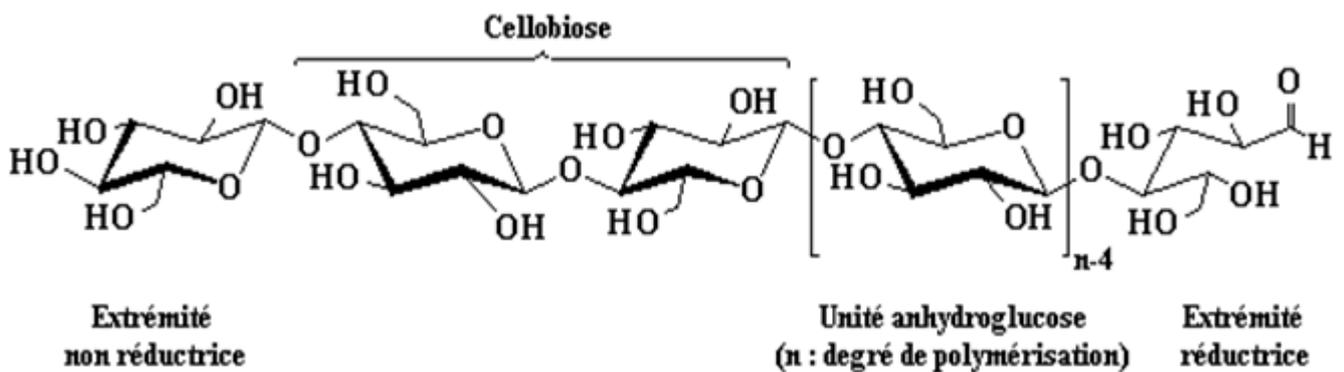


Figure I.18 : Représentation de la chaîne de cellulose.

Synthese Bibliographique

I.5.2. Caractéristiques physico-chimiques de la cellulose

La cellulose possède des régions cristallines et des régions amorphes. Les liaisons hydrogènes étant beaucoup plus nombreuses dans la première. Le taux de cristallinité de la cellulose est de 40 à 50% pour le bois, 60% pour le coton et supérieur à 70% pour certaines algues marines [30].

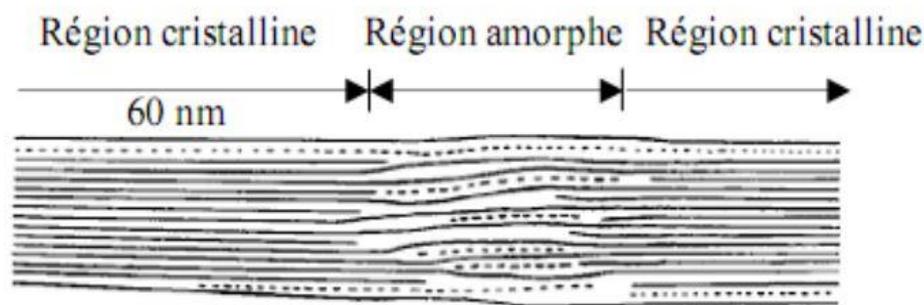


Figure I.19 : Les régions cristallines et amorphes dans les microfibrilles de cellulose.

I.5.3. La structure microcristalline

Il existe un intérêt croissant pour le développement de produits à base de bio issus de sources renouvelables parmi eux on compte la cellulose microcristalline [31] ; est une cellulose purifiée et partiellement dépolymérisée [32]. Cette cellulose est obtenue par une hydrolyse contrôlée à 105°C avec des acides minéraux de l'alpha-cellulose provenant directement de fibres végétales. Plusieurs filtrations et lavages sont ensuite nécessaires pour purifier la suspension de cellulose.

La structure fibreuse est ainsi détruite pour redonner une structure particulière. Le changement de morphologie est induit par l'hydrolyse préférentielle des chaînes cellulosiques des zones amorphes. Ainsi, la cellulose microcristalline possède un haut degré de cristallinité (de 50 à 82%) et un DP plus faible compris entre 150 et 350 [33].

Les conditions d'obtention de la cellulose microcristalline, qui restent généralement confidentielles, influencent considérablement la pureté du produit finale.

I.5.4. Application de la cellulose

La cellulose microcristalline, utilisée dans ce travail, est principalement utilisée dans : l'industrie alimentaire comme agent de dispersion, antiagglomérant, émulsifiant, épaississant et stabilisant l'industrie pharmaceutique en tant que diluant pour comprimés et capsules, agent de glaçage,

Synthese Bibliographique

désintégrateur de comprimés et agent antiagglomérant Aux États-Unis, la consommation quotidienne de cellulose microcristalline a été estimée entre 2 et 10 g/jour [34].

I.6. Matériaux nanocomposites

I.6.1. Généralités

Un composite est un matériau constitué de plusieurs phases chimiquement dissemblables et séparées par une interface clairement définie entre la charge et la matrice. Un nanocomposite sera définie comme un composite dont l'une des phases aura au moins une dimension de l'ordre du nanomètre. Les charges sont le plus souvent des substances minérales, mais elles peuvent aussi être, elles-mêmes, des particules polymères synthétiques ou naturelles [35]. La matrice peut être constituée d'une matière métallique, céramique ou polymère (thermoplastique ou thermodurcissable [36].

Les charges dans un polymère peuvent améliorer une ou très rarement plusieurs de ses propriétés mécaniques : module d'Young, résistance aux chocs, résistance à l'usure ou à la déchirure et augmentent la résistance à la chaleur ou au feu car les polymères organiques supportent mal les températures élevées et se décomposent rapidement. C'est le cas par exemple du polyamide 6 dont la tenue thermique a été améliorée de 87°C par l'ajout de 4 % de montmorillonite.

La charge peut également apporter au polymère une propriété supplémentaire optique, électrique ou magnétique. Par exemple, on ajoute des charges dans les peintures pour colorer, mais également pour améliorer la conduction électrique et permettre les dépôts par cataphorèse [37].

I.6.2. Classification des nanocomposites a matrices polymères

On peut classer les nanocomposites selon les dimensions des nanocharges incorporés, on distingue trois types [38, 39, 40]

Renfort de type 3D : les trois dimensions de la charge sont de taille nanométrique, la charge se présente sous forme de sphère. Exemple : la silice souvent utilisée dans les silicones, le noir de carbone utilisé comme renfort dans les pneus.

Renfort de type 2D : deux dimensions sont de taille nanométriques. La charge se présente sous forme de tube (nanotube de carbone) ou sous forme de fibre (silicate aciculaire).

Renfort de type 1D : une seule dimension est de l'ordre du nanomètre, la charge se présente sous forme de feuillet (feuillet graphite ou feuillet d'argile).

Synthese Bibliographique

Afin d'Améliorer les propriétés mécaniques, thermiques, électriques et/ou mécaniques, on ajoute de faible quantités de nanocharges.

I.6.3. Méthodes d'élaboration des nanocomposites polymères à renfort Argileux

De nombreuses voies [41,42] peuvent être utilisés afin de synthétiser des composites a renforts argileux. Deux méthodes principales peuvent être mises en œuvre la polymérisation in-situ et la polymérisation à l'état fondu.

I.6.3.1. Polymérisation in-situ par intercalation de monomère

La polymérisation in situ a été la première méthode utilisée pour synthétiser des composites polymères nano-argile à base de polyamide 6 (la voie de synthèse principale du N6 est la polymérisation par ouverture de cycle de l' ϵ -caprolactame par hydrolyse) [43]. Ce mode de synthèse est basé sur la croissance des chaînes polymères au sein de l'espace interfoliaire du renfort argileux. [44].

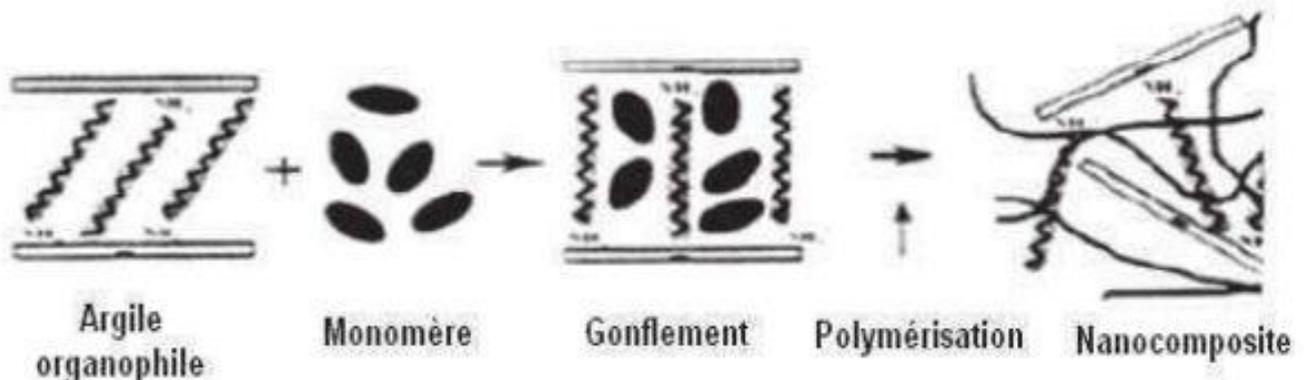


Figure I.20: schéma d'élaboration des composites nanoargiles par polymérisation in situ.

I.6.3.2. Polymérisation à l'état fondu par intercalation de polymère

Cette technique a été rapportée pour la première fois par vaia et al en 1993 [45]. Elle consiste à mélanger l'argile avec la matrice polymère à l'état fondu. Il s'agit d'une méthode bien adaptée pour les polymères thermoplastiques, dans laquelle les composants sont mélangés par une action mécanique comme l'extrusion ou le moulage par injection à haute température [46]. Cette méthode a plusieurs

Synthese Bibliographique

avantages comme l'absence d'utilisation de solvants organiques et la compatibilité avec les procédés industriels [47].

I.6.4. Morphologies des nanocomposites polymères à renfort argileux

Plusieurs morphologies peuvent être générées après introduction de charge lamellaire dans une matrice polymérique. En effet, les propriétés des matériaux nanocomposites sont également dépendantes de l'organisation des feuillets dans le volume de la matrice [48].

Lorsque la distance entre les feuillets d'argiles n'augmente pas, les feuillets ne sont donc pas gonflés par le polymère. On parle de structure de type **microcomposite** (composite conventionnel).

Lorsque la distance entre feuillets augmente légèrement (de quelques angströms), c'est à dire lorsque quelques chaînes de polymère ou des extrémités de chaînes ont partiellement pénétré dans l'espace interfoliaire sans toutefois séparer les particules, on parle de structure **intercalée**.

Enfin, lorsque les feuillets sont individualisés et totalement dispersés dans le milieu polymère, l'état obtenu est qualifié **d'exfolié**. Cette dernière morphologie est la plus intéressante car elle permet d'avoir une interaction maximale entre les feuillets d'argiles et la matrice polymère.

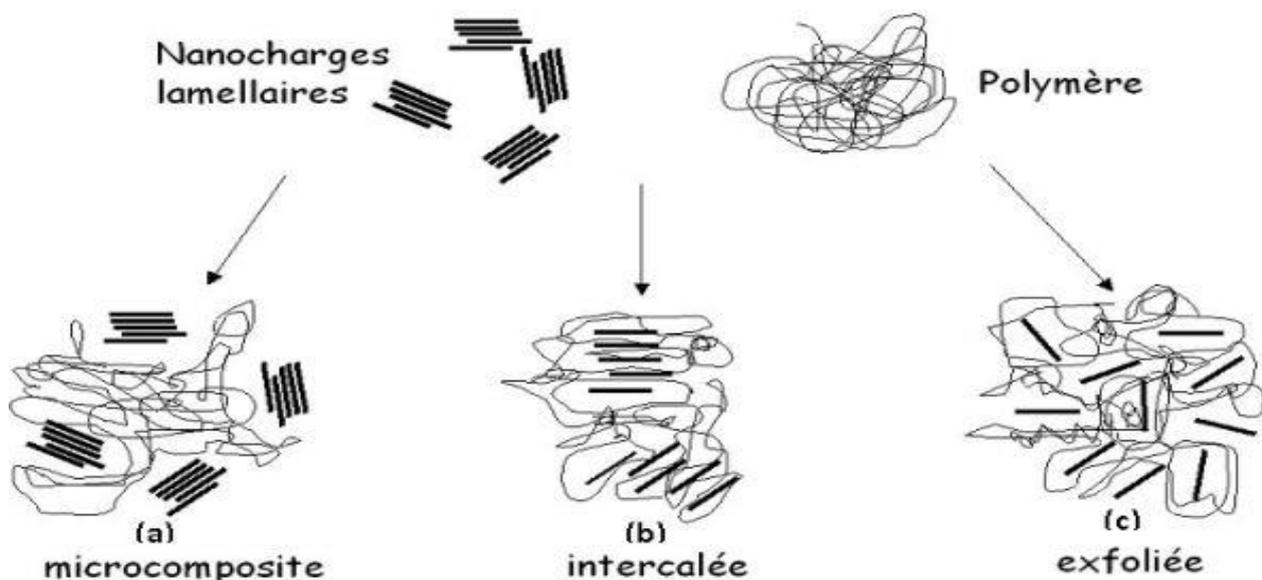


Figure I.21: Représentation des différentes morphologies des nanocomposites.

Synthese Bibliographique

I.6.5. Propriétés des composites

I.6.5.1. Propriétés mécaniques

L'ajout d'argile à une matrice polymère va permettre d'améliorer les propriétés mécaniques, en particulier le module d'Young dont l'exfoliation des feuillets est le facteur et la contrainte à la rupture. Les feuillets intercalés ont une surface de contact feuillet/polymère beaucoup plus faible que les feuillets exfoliés. Ainsi, l'ajout d'argile à une matrice de type polyamide va permettre d'obtenir des morphologies exfoliés. Les modules de ces polyamides sont alors considérablement renforcés.

En revanche, le module d'un composite à base de polyméthylméthacrylate/nanoargile, qui montre une structure plutôt intercalée, n'augmente que très peu. La contrainte à la rupture d'un matériau varie fortement selon la nature des interactions argile/matrice [49-50].

I.6.5.2. Propriétés barrières

Depuis les travaux du groupe de recherche de Toyota, la capacité des nanocomposites à réduire l'absorption d'humidité et à diminuer la perméabilité à l'eau et aux gaz a été mise en œuvre.

La perméabilité au dioxyde de carbone a été mesurée dans le cas de polyimides partiellement exfoliés préparés par Lan et al [51], le rapport de la perméabilité du nanocomposite à la perméabilité de la matrice pure diminue de manière importante dès que le taux de charge augmente, pour des valeurs faibles (< à 2 % en masse), les résultats montrent que meilleure est la dispersion, meilleure sera l'imperméabilité.

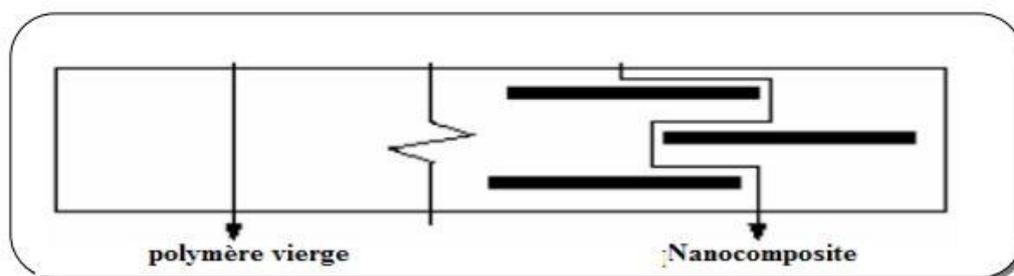


Figure I.22 : Schéma de la tortuosité du trajet suivi par les molécules gazeuses.

I.6.5.3. Stabilité thermique

L'amélioration de la stabilité thermique de nanocomposites à matrice polymère a été mise en évidence par les premiers travaux de Blumstein en 1965 (système PMMA / Montmorillonite) [52] il a été montré que le PMMA intercalé entre les feuillets d'argile dans des conditions où la matrice PMMA

Synthese Bibliographique

seule est complètement dégradée. Burnside et Giannelis [53] ont observé un comportement similaire dans le cas du polydimethylsiloxane (PDMS) réticulé. L'analyse thermogravimétrique a montré, une température de décomposition de 140°C plus élevée pour le nanocomposite que pour le PDMS pur, ce qui valorise ces polymères et permet leur utilisation à de plus hautes températures.

I.6.5.4. Propriétés de retard de feu

La réduction de l'inflammabilité est un paramètre clé dans l'application des polymères techniques et de commodités dans de nombreuses applications, plus particulièrement dans le domaine du bâtiment et dans le transport [54,55]. Il a été prouvé que les matrices polymères à renfort argileux présentaient une amélioration non négligeable de la résistance au feu par rapport aux autres renforts.

I.6.5.5 Autres propriétés observées pour les nanocomposites à renforts lamellaires

D'autres propriétés ont également été mises en évidence avec l'ajout de nanocharges, telle que l'augmentation de la biodégradabilité, la stabilité dimensionnelle, les caractéristiques optiques, la conductivité ionique ou encore des propriétés électriques dans les polymères conducteurs (CPC).

I.6.6. Applications des nanocomposites

I.6.6.1. Applications industrielles optique et optoélectronique

Le Fraunhofer Institut a développé des matériaux polymères hybrides, les ORMOCERS (ORganically MODified CERamicS), à base de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) et de polycarbonate (PC) qui permettent d'obtenir facilement des réseaux de lentilles de diffraction ou de réfraction [56]. D'autres ORMOCERS hybrides sont aussi sur le marché de la microélectronique en tant que diélectriques, isolants, agents de scellement ou de moulage. Leur très bonne qualité optique permet de réaliser des guides d'ondes sur substrats souples dans des dispositifs optoélectroniques comprenant des transmetteurs et récepteurs pour les télécommunications, des commutateurs thermo-optiques et des coupleurs. Des études récentes au CEA ont aussi permis de développer des revêtements multicouches antirélecteurs hybrides pour cavité de miroir laser. Ces revêtements polymère-oxyde de métaux de transition sont prometteurs. Ils présentent de bonnes propriétés de réflexion et un seuil d'endommagement à très haut flux laser [57].

Synthese Bibliographique

I.6.6.2.Applications biomédicales

Les matériaux biodégradables sont des matériaux qui se dégradent principalement par hydrolyse ou par des réactions métaboliques. Par conséquent, les bionanocomposites à matrices polymères représentent un intérêt pour les technologies biomédicales telles que l'ingénierie des tissus, des os artificiels ou la thérapie génique.

Actuellement en plein développement, les recherches sur les bionanocomposites concernent également la transplantation cellulaire (organes artificiels pour le traitement du diabète), les tests diagnostiques (immobilisation d'antigènes pour tests immunologiques) et l'imagerie du petit animal.

I.6.4. Applications des nanocomposites de cellulose

Les bionanocomposites à base de cellulose ont plusieurs applications dans diverses industries. Les applications potentielles de la nanocellulose et de ses biocomposites sont largement adoptées par l'industrie du papier et de l'emballage. Toutefois, les nanocomposites à base de cellulose ont suscité beaucoup d'attention en raison de leur dimension à l'échelle nanométrique, de leur résistance et de leur rigidité élevées, destinés à être utilisés dans plusieurs industries telles que la construction (fabrication de composites structurels), l'automobile (fabrication de pièces à membrane pour appareil électroacoustique), pharmacie (pour applications biomédicales) et cosmétique. De plus, les composites nanocellulosiques peuvent être appliqués en tant que membranes pour ultrafiltration, échange d'ions, piles à combustible, etc. pour en nommer quelques uns. La nanocellulose ayant un large éventail d'applications a été examinée de manière approfondie [58].

Synthese Bibliographique

Références bibliographique

- [1] R.Daviaud, C.Filliatre, (1987), Introduction aux matériaux composites 1- Matrices organiques, Institut des matériaux composites, Ed. CNRS.
- [2] Teknea, Sep (1989), Matériaux composites, Introduction à l'usage des ingénieurs et des techniciens.
- [3] J.M. Berthelot, (1999), Matériaux et composites, Ed Tec & Doc.
- [4] F.Blake, (2001), Les nanocomposites à matrice polymère, Agence Rhône-Alpes pour la maîtrise des matériaux.
- [5] A. RAIES, (2015), Elaboration de films minces électroluminescents à base de polymère conducteur électronique et de nanotubes de carbone, L'UNIVERSITE PARIS-SACLAY PREPAREE A "CENTRALESUPELEC",
- [6] M.BOUZIANE, (2015), Élaboration d'une composite polyaniline/ polystyrène destiné à l'emballage antistatique, , UNIVER SITE Dr. Moulay TAHAR DE SAIDA,
- [7] Composé ANILINE, Universalis Encyclopaedia.
- [8] B.Soumya, D.Fatiha, (2018), Elaboration et caractérisation de composites polyaniline/matrice naturelle, Centre universitaire belhadj bouchaib d'ain temouchent.
- [9] M. Bouhadid, Conception, Caractérisation et Mise En (Euvre De Matériaux organiques conducteurs pour des applications dans le domaine de capteurs chimiques, Thèse de Doctorat, Université de PAU et des pays de L'Adour, 24.
- [10] M.BOUZIANE, (2015), Élaboration d'une composite polyaniline/ polystyrène destiné à l'emballage antistatique, , UNIVER SITE Dr. Moulay TAHAR DE SAIDA.
- [11] M.BAZIZ, (2010), Syntheses Et Caracterisations De Nanocomposite Polyaniline – Sépiolite, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran «Mohammed Boudiaf» Faculté des Sciences.
- [12] M. Dioromedof, F. H.Cristofini, R. DeSurville, M. Jozefowicz, L. T. Yu, R. Buvet, J. Chem. Phys, (1971), 68, p.1005.
- [13] A. G. Mac Diarmid, J. C. Chiang, M. Halppern, W. S. Huang, (1985), S. L. Mu, N. L. Somasiri, Molec. Cryst. Liq. Cryst, 121, p.173
- [14] M.Ginder, A.F. Richter, A.G. MacDiarmid, (1986), A.J. Epstein, Bull. Am. Phys. Soc. 31, p582.
- [15] Synthese –Polyaniline, dissertations, etudier.com.
- [16] Z. Huang, et al., (1997), Selective Deposition of Conducting Polymers on Hydroxyl-Terminated Surfaces with Printed Monolayers of Alkylsiloxanes as Templates. Langmuir, 13, 24, Pp. 6480-6484.
- [17] X. Wang, N. Liu, X. Yan, (2005), W, Zhang, Y, Wei, Chem; Leu., 34, 42,
- [18] M. Breitenbach, K.H. Heckner, J. Chem. (1973), Electroana, 43, p.267

Synthese Bibliographique

- [19] Y. Wei, G.W. Jang, C.C. Chan, K.F. Hsueh, R. Hariharan, (1990),S.A. Patel, C.K. Whitecar, J.Chem. Phys, 94, p.7716.
- [20] M.BAZIZ, (2010), Syntheses Et Caracterisations De Nanocomposite Polyaniline – Sépiolite, Université des Sciences et de la Technologie d’Oran «Mohammed Boudiaf».
- [21] Y .HATTAB, Etude de l’évolution des propriétés électriques et thermiques de nanocomposites polymères -Argiles en milieux agressifs, , Université des Sciences et de la Technologie d’Oran Mohamed Boudiaf.
- [22] J.Stejskal, I.Sapurima, J.Prokes, J.Zemek, Synth .Met, (1999), 105, 195-202.
- [23] A.Gok, B. Sari, M. Talu, Synth. Met, (2004), 142, 41-48.
- [24] M.BOUMELIK, (2016), Etude de l’adsorption d’un polluant sur des matériaux de la région de Béchar, Université des Sciences et de la Technologie d’Oran Mohamed Boudiaf.
- [25] M.BAZIZ, (2010), Syntheses et caracterisations de nanocomposites polyaniline-sépiolite, Université des Sciences et de la Technologie d’Oran «Mohammed Boudiaf».
- [26] Argiletz.com/Fr/actualites/l’argile-verte-illite.
- [27] www.researchgate.net/publication/248536542_The_Use_of_Illitic_Clays_in_the_Production_of_S_tonewar_Tile_Ceramics.
- [28] Olivier PRAS, (2011), Utilisation de Cellulose pour l’élaboration de matériaux photoluminescents ou conducteurs, université de Grenoble, P 29 Amaury Lepetit (2017) Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène. Université du Québec à Trois-Rivières.
- [29] Olivier PRAS, (2011), Utilisation de Cellulose pour l’élaboration de matériaux photoluminescents ou conducteurs, université de Grenoble, P 88.
- [30] A. Manish, T.Tamal Mandal, 2019, commercial application of nanocomposite. Biotechnologie report.
- [31] https://www.csst.qc.ca/prevention/reptox/pages/fiche-complete.aspx?no_produit=9068
- [32] D. Y. Liu, G. X. Sui, D. Bhattacharyya (2014) Synthesis and characterization of nanocellulose-based polyaniline conducting films. Composites Science and Technology P 31-36
- [33] www.csst.qc.ca/prevention/reptox/pages/fiche-complete.aspx?no_produit=9068
- [34] Synthesis and characterization of nanocellulose-based polyaniline conducting Films
- [35] R. S. Potember, R. C. Hoffman, H. S. Hu, J. E. Cocchiaro, C. A. Viands, R. A. Murphy,T. O. Poehler(1987), Polymer, 28, 574.
- [36] A. Fina, H.C.L. Abbenhuis, (2006) , Polymer Degradation and Stability , 91, p.1064-1070.
- [37] M. Aldissi, Makromol,(1989), Chem. Macromol. Symp. 1,24 .

Synthese Bibliographique

- [38] Fabio.Bertini, Maurizio Canetti, (2006), *Polymer Degradation and Stability*, 91, p. 600-605.
- [39] S.Peeterbroeck, M. Alexander, (2004), *Composites Science and Technology*, 64, p .2317-2323.
- [40] Fabio.Bertini, Maurizio Canetti, (2006), *Polymer Degradation and Stability*, 91, p. 600-605.
- [41] M.Alexandre, P. Dubois, (2000), *Mater. Sci. Eng* , 28, p .1-63.
- [42] S. Ray, M. Okamoto, (2003), *Prog. Polymer. Sci.* 28, p .1539-1641.
- [43] A.Okada, M. Kawasumi, A. Usuki, Y. Kojima, T. Kurauchi, O. Kamigaito, (1990), *Mater. Res. Soc. Pro*, 171, p .45.
- [44] S.Sinha Ray, M. Okamoto, (2003), *Progress in Polymer Science*, 28(11) , p1539-1641.
- [45] R.A.Vaia, E.P.Giannelis, (1997), *Macromolecule*, 30, p. 7990-7999.
- [46] F.Hussain, M. Hojjati, M.Okamoto , R.E.Gorga , (2006), *Polymer-matrix nanocomposites, processing, manufacturing, and application: an overview. J of Composite Materials*, 40, p.1511-1575.
- [47] Q.H. Zeng, A.B.Yu, G.Q. Lu , D.R. Paul , (2005). *J of Nanoscience and Nanotechnology*, 5,p. 1574- 1592.
- [48] S.Ray, M.Okamoto, (2003), *Progress in polymer science*, 28(11), p 1539–1641.
- [49] J.Solomon,S Almusallam,F Seefeldt,A Somwangthanaroj,P Vardan,(2001), *Macromolecules*, 34, Pp.1864-1872.
- [50] C.Vovelle.J .L. Delfau, (1997), *Combustion Des plastiques, Technique De L'ingénieur,Plastique Et Composites* ,3,Pp,170.
- [51] S.Bourbigot, R, Delobel.S.Duquesne, (2006), *Comportement au Feu Des Composites De L'ingénieur, Plastique Et Composites*, 5, Pp, 330.
- [52] A.Okada, M. Kawasumi, A. Usuki, Y.Kojima, T.Kurauchi, O.Kamigaito, (1990), *Mater. Res. Soc. Pro*, 171, p. 45-50.
- [53] A.Blumstein, (1965), *J.Polym.Sci*, 3, p. 2665-2673.
- [54] S.D.B.urnside, E.P.Giannelis, Giannelis, (1995), *J.Chem.Mater*, 7, p .1597-1600.
- [55] E.Ruitz-Hitzky, P. Aranda, *Adv.*, (1990), *Mater.*, 2, Pp.545-547.
- [56] P.Enzel, T, Bein. , (1989), *Chem, Commun* 1326.Zéolite.
- [57] U. Schulz, U.B. Schallenberg, and N. Kaiser. , 2002, *Antireflection coating design for plastic optics. Applied Optics*, 41(16):3107–3110.
- [58] C.Sanchez, B. Julian, P. Belleville, and M. Popall. , 2005, *Applications of hybrid organic - inorganic nanocomposites. Journal of Materials Chemistry*, 15(35-36):3559–3592.

Chapitre II

Méthodes et Matériaux

Méthodes et Matériaux

Nous consacrons cette partie à exposer les méthodes de caractérisation utilisées dans ce travail, à savoir : la spectroscopie λ Infrarouge à transformée de Fourier (FITR). L'analyse thermogravimétrique (ATG), la diffraction de rayon X (DRX) et les mesures texturales par adsorption d'argon. Ensuite, nous entamerons la caractérisation des matériaux de départ utilisés dans la synthèse des composites \rightarrow l'argile et la cellulose.

II.1. Méthodes

II.1.1. Diffraction de rayons X

La diffraction de rayons X a été utilisée pour étudier qualitativement la cristallinité des matériaux, les minéraux ainsi la détermination de l'écartement des feuillets pour le cas des argiles [1]. Cette technique est basée sur la diffraction d'un faisceau mono-chromatique de rayon X par les plans réticulaires dans un solide ordonné. La loi de Bragg établit que l'on peut relier la distance inter-réticulaire dans à l'angle d'incidence du faisceau, selon l'équation :

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

Tel que :

d: représente la distance entre deux plans réticulaires indexés dans le système de Miller (hkl)

θ : demi-angle de diffraction

n: ordre de diffraction

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons

Les matériaux ont été analysés par un diffractomètre de type Bruker AXS D8 en utilisant une anticathode en Cuivre ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). Ces solides ont été balayés de $2\theta=2^\circ$ -- 70° avec un pas de $0,02^\circ$ et avec un temps de comptage de 4 s par pas.

II.1.2. Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique ATG mesure le changement de masse d'un matériau comme fonction de la température et du temps, dans une atmosphère contrôlée. Son utilisation idéale est de servir à évaluer le contenu volatile et la stabilité thermique. La caractérisation gravimétrique a été réalisée par un appareil de type Labsys evo dans l'intervalle de température 36-1100 °C.

Méthodes et Matériaux

II.1.3. Spectroscopie Infrarouge IR

La spectroscopie IR fournit des informations précieuses sur les molécules d'eau et les groupements fonctionnels des différents matériaux. La caractérisation par spectroscopie IR a été réalisée par un appareil de type BRUKER au niveau de laboratoire de Chimie des Matériaux LCM (Université d'Oran), dans l'intervalle de longueur d'onde [500-4000 cm^{-1}].

II.2. Matériaux

II.2.1 Argile

L'argile utilisée dans ce travail est une poudre grise de Kenadsa (**Figure II.1**), on la trouve à Bachar au sud-ouest de l'Algérie, ce matériau sera désigné par ARI.



Figure II.1 : Argile grise Kenadsa

II.2.2. Cellulose

La cellulose utilisée dans ce projet, est une cellulose microcristalline blanche (Biochem Chemopharma) (**Figure II.2**) Ce matériau sera désigné par CMC.

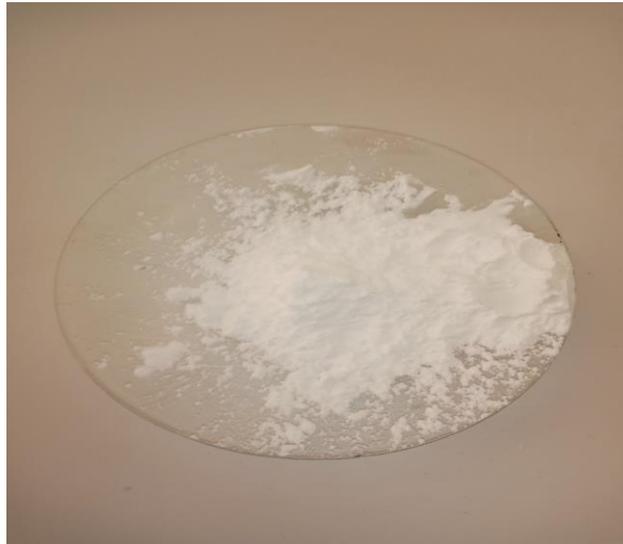


Figure II.2: Cellulose microcristalline.

II.3. Caractérisations

II.3.1. Spectroscopie Infrarouge IR

a. Cellulose

Le spectre FTIR de la cellulose est présenté dans la figure **II.3**

Le spectre obtenu montre une bande d'absorption située à 3249 cm^{-1} attribuée aux groupements OH.

On note, ainsi, une bande d'absorption située à 2924 cm^{-1} relative aux vibrations de la liaison C-H du cycle pyranose

On observe aussi des bandes situées à 1414 et 1336 cm^{-1} correspondent à une déformation du groupement O-H.

La bande située envers 1147 cm^{-1} montre une liaison C-O d'un alcool primaire (-CH₂OH).

On constate également la présence d'une bande intense envers 994 cm^{-1} correspond à la vibration C-O-C du cycle pyranose.

Méthodes et Matériaux

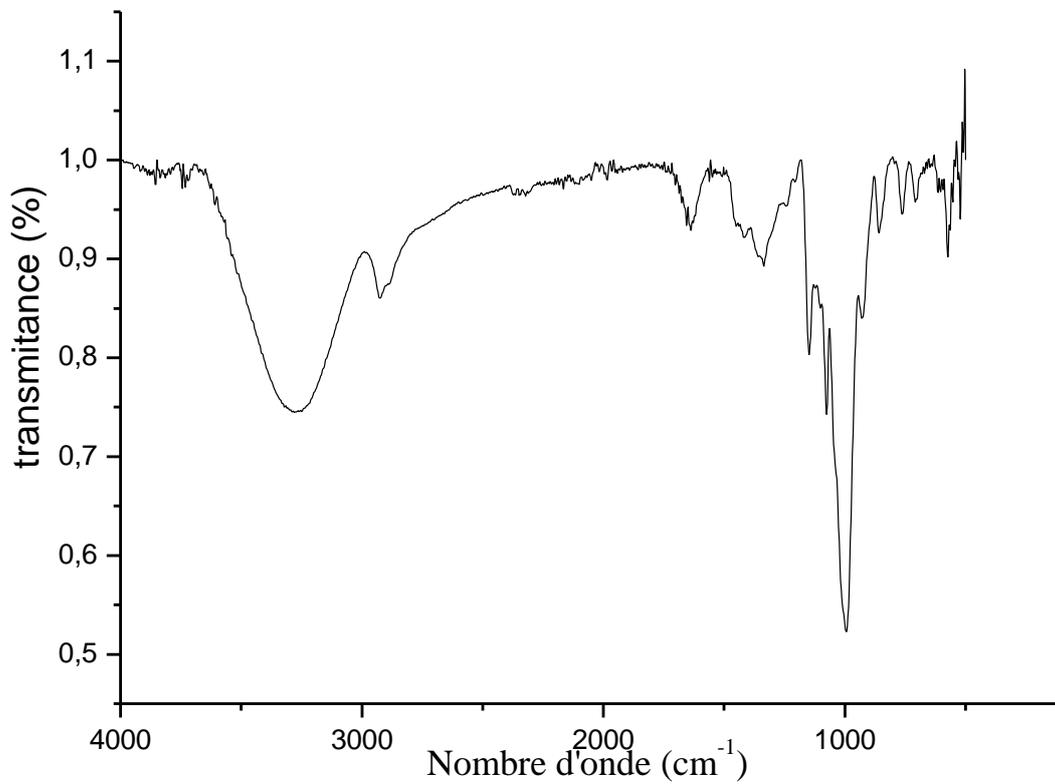


Figure II.3: Spectre IR de la cellulose.

Méthodes et Matériaux

b. Argile

Le spectre IR de l'argile présente les bandes d'absorption suivantes (Figure II.4) :

Groupement OH

- Une bande d'absorption située à 3608cm^{-1} relative à la vibration des groupements OH de l'eau de constitution.
- Une bande d'absorption située à 1628cm^{-1} correspondant à la déformation angulaire des molécules d'eaux absorbées (entre les feuillets).

Liaison Si-O

- On note une bande intense d'absorption à 976 cm^{-1} attribuée à la vibration de valence de la liaison Si-O due à la présence du cation trivalent en position octaédrique substitué au silicium et aussi la présence du cation ferrique en site octaédrique, ce qui correspond à la présence d'illite d'après Farmer [2].

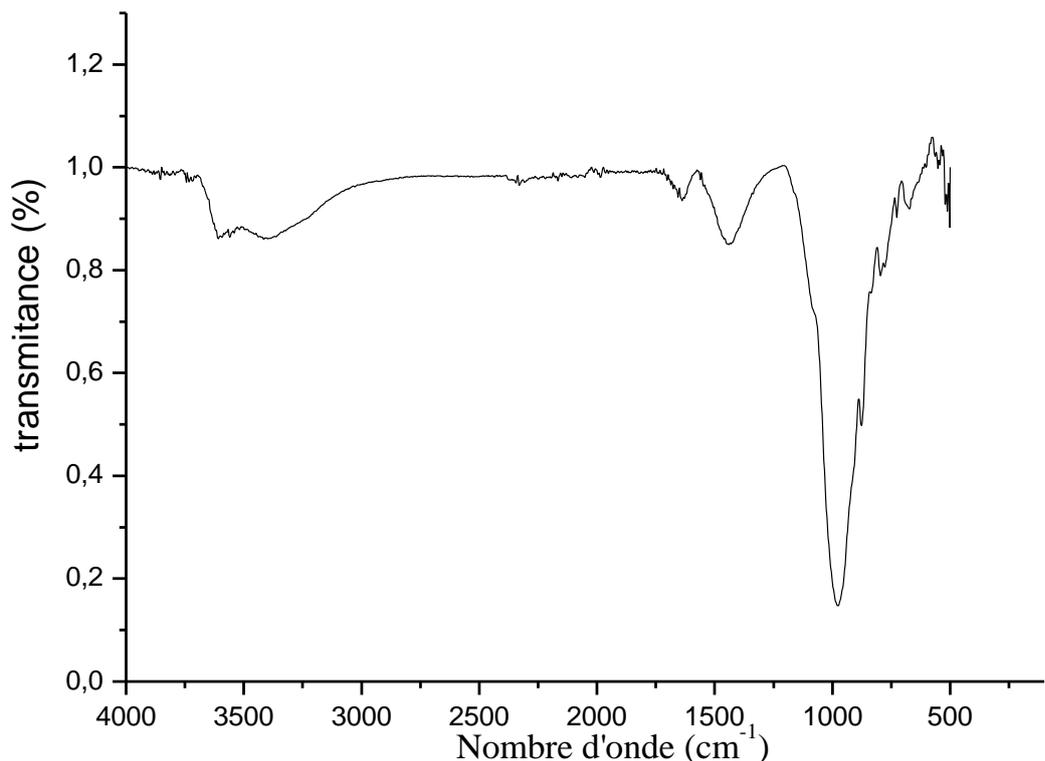


Figure II.4 : Spectre IR de l'illite

II.3.2. Diffraction des Rayons X

a. Cellulose

Le diffractogramme de poudre de la cellulose **Figure II.5** contient des pics situés à 2θ : $15,09$; $17,62$; $23,27^\circ$ caractéristiques de la cellulose microcristalline [3-4].

Ce matériau présente une structure semi-cristalline qui est due à la présence d'une zone amorphe dans le spectre DRX.

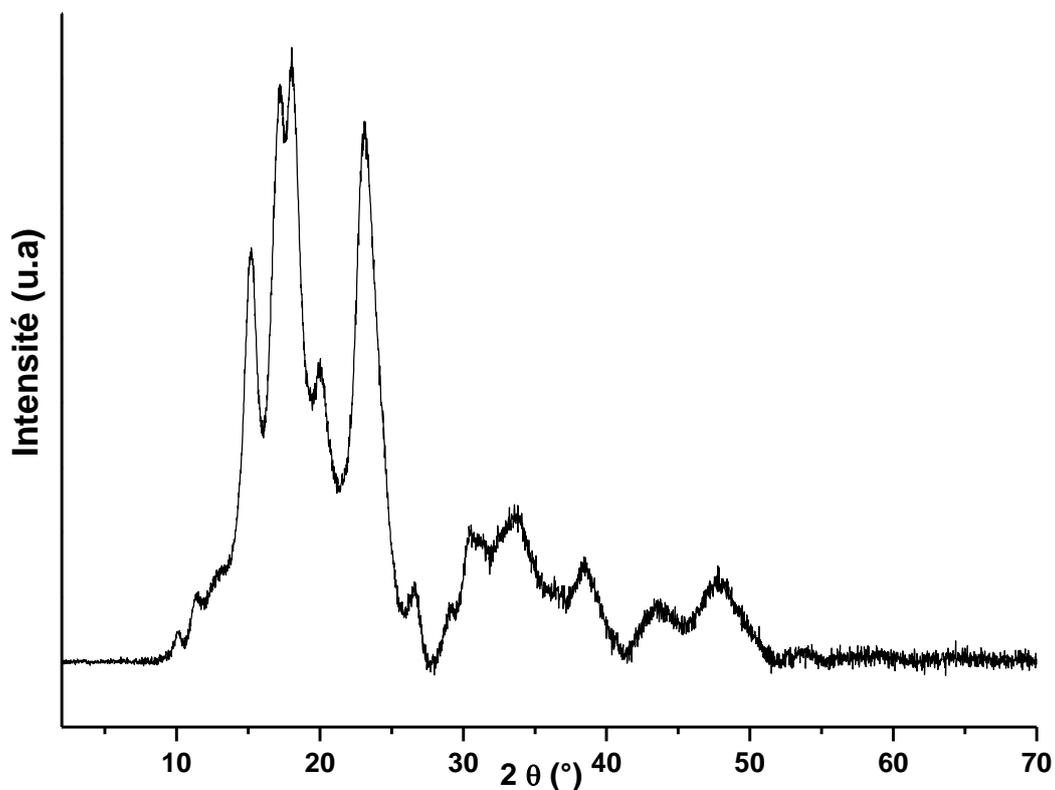


Figure II.5: Spectre DRX de la CMC

b. Argile

La diffraction de rayons X permet d'étudier la structure cristalline et la détermination des minéraux présents dans les échantillons.

Les argiles extraites du sol contiennent toujours des minéraux argileux et autres que les argiles, tels que le quartz et autres impuretés telles que des oxyhydroxydes de fer.

Méthodes et Matériaux

Les résultats obtenus **Figure II.6** montrent que l'argile de Kenadsa contient une phase argileuse constituée essentiellement de l'illite caractérisée par des pics à $2\theta=8,7$; $19,8$; $34,6$ et $61,5^\circ$ de réflexions (001) ; (002) ; (130) et (060) respectivement.

La présence de la kaolinite apparaît à $2\theta= 11,8^\circ$. Ainsi, on note la présence des impuretés en particulier le quartz, caractérisé par le pic le plus intense dans le diffractogramme à $2\theta= 26,8^\circ$ [5-6].

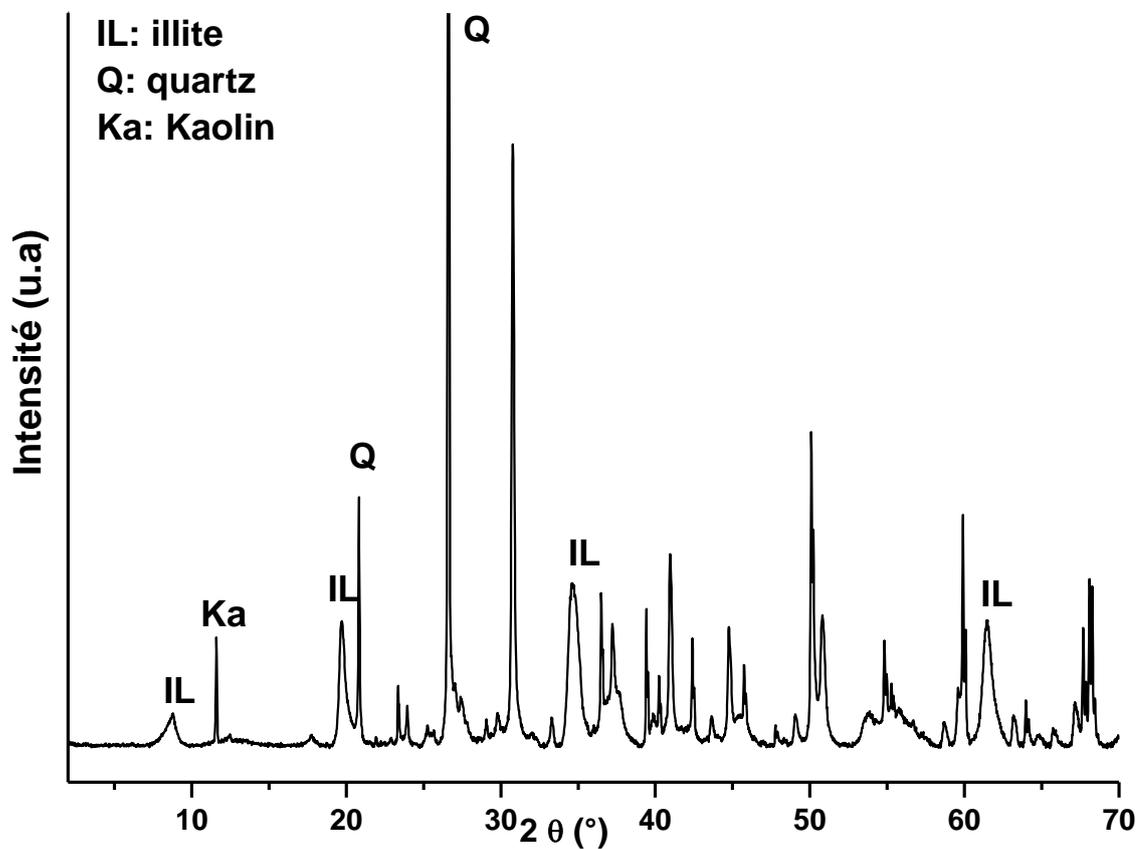


Figure II.6: Spectre DRX d'ARI.

Références bibliographiques

- [1] Moore, D.M. and Reynolds Jr., R.C. (1997) X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. 2 ed., University Press, Oxford, p. 241.
- [2] Farmer, V.C. (1974) the infrared spectra of minerals. Monograph **4**, Mineralogical Society, London.
- [3] Nicola Terine, Roger Ibbett and Kurt Christian Schuster, Lenzinger Berichte89 (2011), Overview on native cellulose and microcrystalline cellulose I structure studied by x-ray diffraction (waxd): comparison between measurement techniques.
- [4] Ashutosh M, Rui K, M E Himmel and David K J 2011 Effects of alkaline or liquid-ammonia treatment on crystalline cellulose: changes in crystalline structure and effects on enzymatic digestibility Biotechnology for Biofuels 4(41) DOI: 10.1186/1754-6834-4-41.
- [5] Brindley, G. W. and Brown, G. (1980) Crystal structures of clay minerals and their Xray Identification. Mineralogical Society, Monograph **5**, London, p. 539.
- [6] Steudel, A. (2008) Selection strategy and modification of layer silicates for technical applications. Dissertation, Fakultät für Bauingenieur-, Geo- und Umweltwissenschaften der Universität Karlsruhe.

Chapitre III

Synthèse et caractérisation des composites

Synthèse et caractérisation des composites

III.1. Introduction

Dans le cadre de ce travail, les renforts sélectionnés pour la synthèse des nanocomposites à matrice polyaniline sont des matériaux possédant des propriétés différentes, afin de créer des nouveaux matériaux, qui sont la cellulose et l'argile de type illitique.

Ce chapitre est consacré à la synthèse et la caractérisation des composites PANI-illite et PANI-cellulose en étudiant différents paramètres d'élaboration de ces matériaux. Les méthodes utilisées pour la caractérisation des composites obtenus sont : la DRX, La spectroscopie IR, l'analyse thermique ATG.

III.2. Polyaniline

III.2.1. Synthèse

Nous avons dans un premier lieu synthétisé la polyaniline émeraude sel, afin de comparer cette dernière avec celles des nanocomposites/matériaux.

La polyaniline est généralement préparée par oxydation directe de l'aniline au contact d'oxydants chimiques appropriés. La première étape consiste à purifier l'aniline commerciale par distillation simple. La polyaniline émeraude sel est synthétisée selon le procédé standard développé par Mac Diarmid et *al.* [1].

C'est à dire par oxydation de l'aniline ($C_6H_5NH_2$) en présence de persulfate d'ammonium ($(NH_4)_2S_2O_8$) comme oxydant, dans une solution d'acide chlorhydrique (HCL). La réaction de polymérisation s'effectue sous agitation magnétique à température ambiante pendant 24h. La PANI obtenue de couleur verdâtre est filtrée, lavée à l'eau distillée-l'éthanol et séchée à $60^\circ C$ (**Figure III.1**).

Synthèse et caractérisation des composites

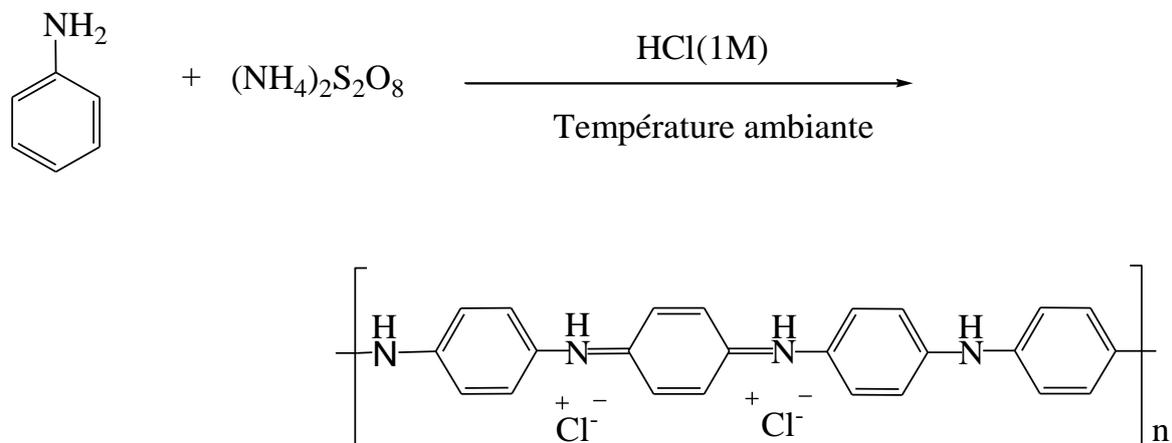


Figure III.1 : Schéma réactionnel de synthèse de la polyaniline.

III.2.2. Caractérisations

Diffraction de rayons X (DRX)

Dans le cas des polymères, la diffraction des rayons X est utilisée pour étudier l'arrangement et l'orientation des chaînes au sein du matériau.

Le diffractogramme de poudre de la PANI est constitué d'une succession des pics situés 2θ : 8,7 ; 15, 20,4 ; 25,3 ° caractéristiques de la polyaniline semi-cristalline [2-3].

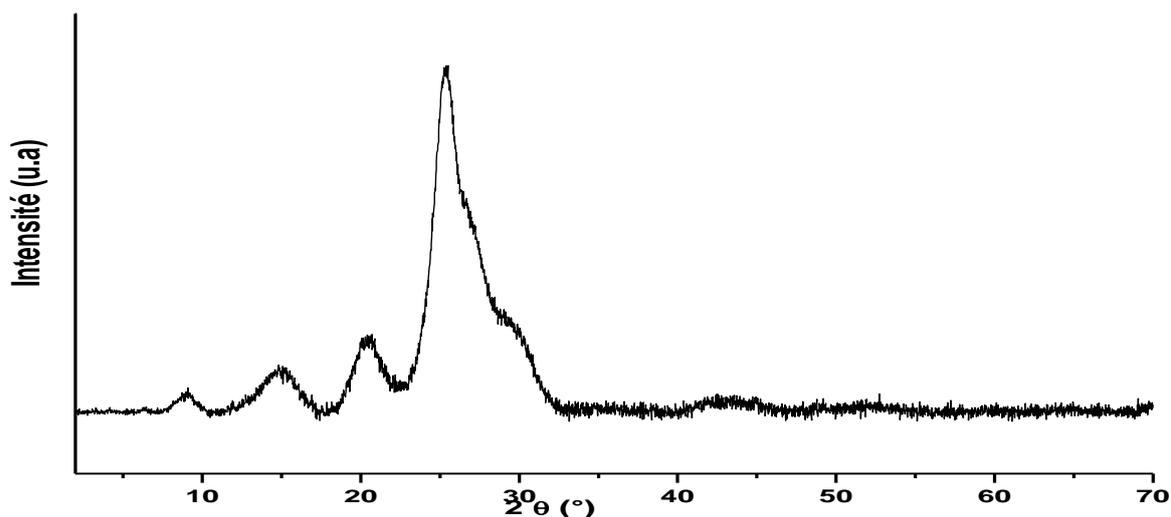


Figure III.2 : Diffractogramme DRX de la PANI

Synthèse et caractérisation des composites

Spectroscopie IR

La figure III. 3 et le tableau III.1 représentent les bandes d'absorption caractéristiques de la PANI:

Tableau III.1 : Attribution des bandes d'absorption de la PANI.

Bandes d'absorption (cm⁻¹)	Attribution
3752	Élongation de N-H asymétrique de -NH ₂ ⁺
1684 1533	Deux bandes associées respectivement aux vibrations de valence des liaisons (C=N) des cycles quinoïdes et liaison (C-N) des cycles benzoïdes [4-5]
1395 1213	Les bandes correspondent aux élongations C-N du polymère [6-7]
979	Correspond à la liaison (C-H) aromatique.

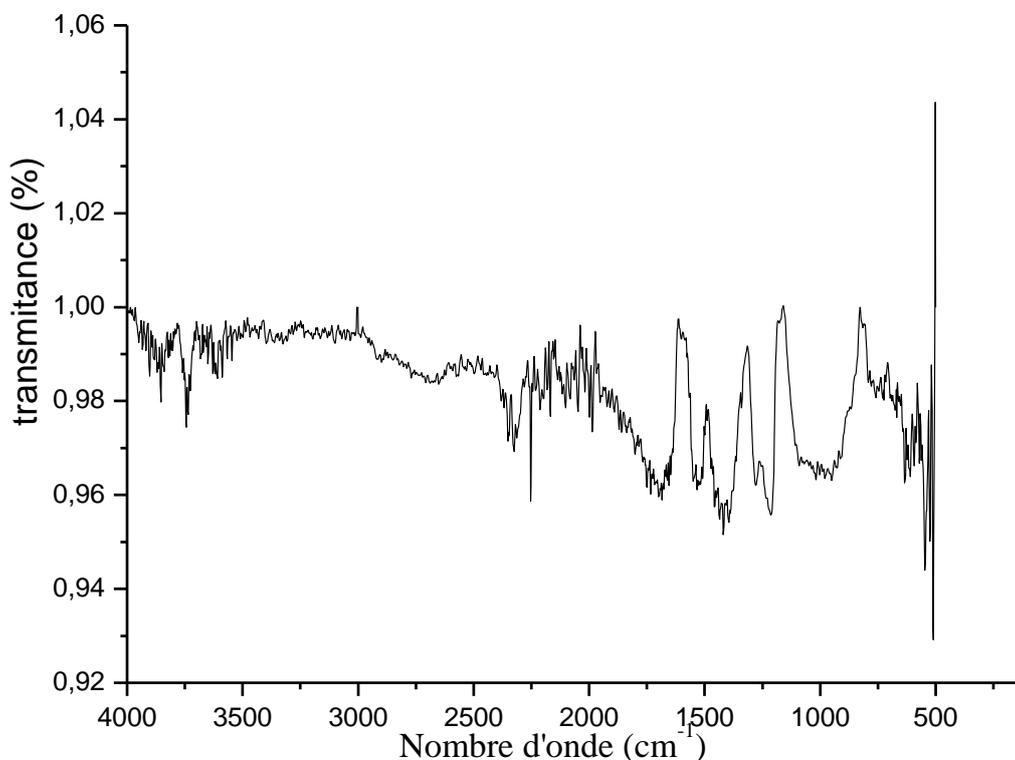


Figure III.3 : Spectre IR de la polyaniline

III.2.4. Analyse thermogravimétrique ATG

L'analyse ATG de la polyaniline pure présente trois pertes de masse. La première perte est située à une température $<150^{\circ}\text{C}$ attribuée au départ des molécules d'eau et le solvant de lavage résiduel (éthanol). la seconde perte de masse est située dans l'intervalle $150\text{-}300^{\circ}\text{C}$ est due au départ de l'acide dopant HCl. Enfin, on observe une troisième perte de masse importante commençant à 300°C qui correspond à la dégradation du polymère PANI

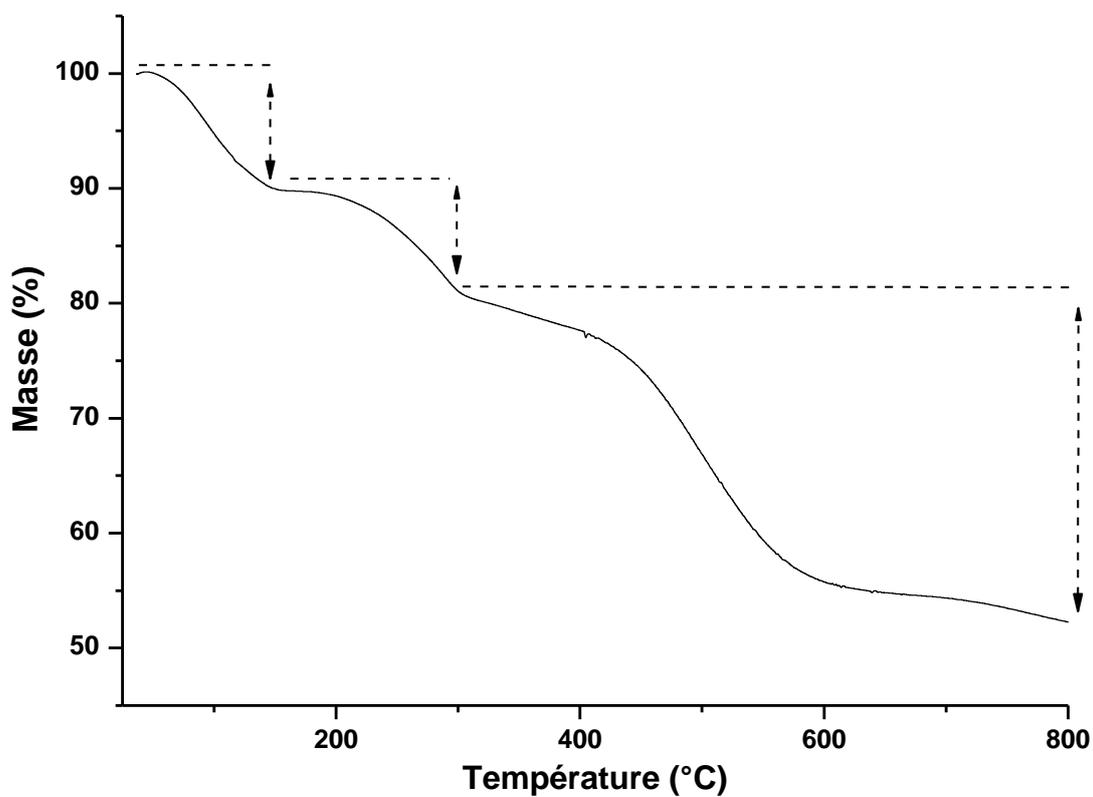


Figure III.4 : Courbes ATG de la PANI.

Synthèse et caractérisation des composites

III.3. Composites polyaniline/matériaux

III.3.1. Synthèse

Dans des béchers on introduit 1g d'aniline et respectivement X% (0.5, 1, 2, 3, 5, et 10 %) de matériau dans une solution HCl 1M. On laisse agiter pendant 1 h à température ambiante.

Ensuite, on prépare le mélange de l'oxydant persulfate d'ammonium-HCl. Ce dernier est introduit goutte à goutte dans le premier mélange aniline-matériau-HCl à température ambiante. On remarque l'apparition de la couleur bleue après 2 à 4 minutes puis, après un certain temps, on passe à une solution colloïdale d'un précipité vert foncé. Le mélange est maintenu sous agitation pendant 24 h. Les nanocomposites obtenus sont filtrés et lavés puis séchés à 60°C.

Plusieurs paramètres sont pris en considération lors de cette synthèse tel que la nature et la quantité de la charge X% ajoutée et le rapport oxydant / monomère n_{ox}/n_{an} .

Les matériaux obtenus seront désignés comme suit :

PANI : Polyaniline vierge.

ARI-PANI- X% - n_{ox}/n_{an} : Composite illite.

CMC-PANI- X% - n_{ox}/n_{an} : Composite cellulose.

III.3.2. Résultats obtenus on commence par le rapport

a. Effet du rapport oxydant / monomère

On commence par l'étude de la variation de rapport molaire n_{ox}/n_{mon} sur les taux de conversion en pour différents taux de charges. Pour chaque matériau, six expériences ont été établies à température ambiante pendant 24h, et pour deux rapports molaires 0,5 et 1. Les résultats sont présentés sur les figures III.5et III.6.

Les rendements obtenus pour un rapport molaire 1 sont plus élevés par rapport à ceux du rapport molaire 0,5. Donc on remarque que le rendement de PANI-illite pour un taux de charge 3% (50%) est plus élevé que celui de la PANI et par rapport aux autres charges (10% 5% 2% 1%).

Synthèse et caractérisation des composites

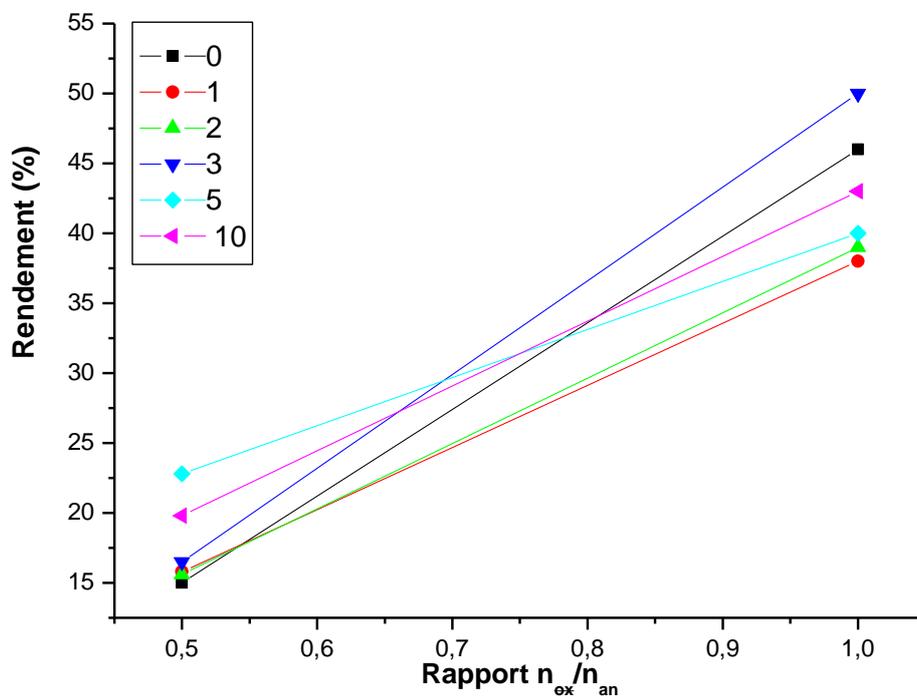
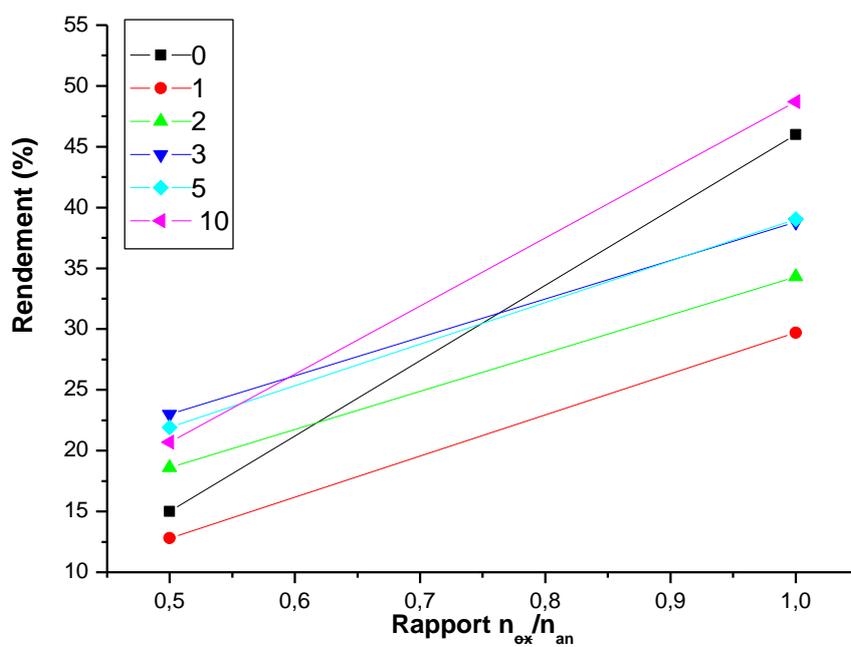


Figure III.5 : Effet du rapport molaire n_{ox}/n_{mon} sur la synthèse du composite PANI-ARI



Synthèse et caractérisation des composites

Figure III.6: Effet du rapport molaire n_{ox}/n_{mon} sur la synthèse du composite PANI-CMC

L'ajout de l'oxydant dans le cas de cellulose joue également un rôle très important d'amorçage dans la réaction de polymérisation.

On remarque dans le figure III.6 une augmentation des taux de conversion en augmentent le rapport n_{ox}/n_{mon} .

b. Effet de la nature et la quantité de la charge ajouté

Nous avons effectué une série d'expériences à différents pourcentage, à température ambiante, pendant 24h, avec un rapport molaire optimisé : n_{ox}/n_{an} égal à 1. La variation des rendements de polymérisation en fonction du pourcentage de la charge naturelle ajoutée est présenté dans les figures III.7 et III.8.

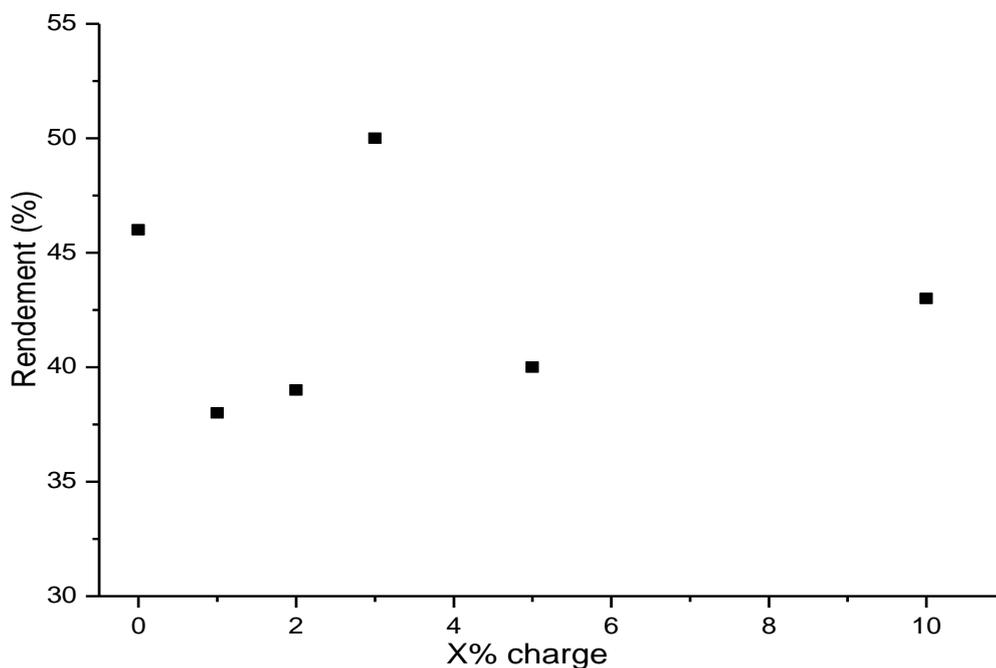


Figure III.7: Effet du taux de charge X% de l'illite sur la sur la polymérisation

$$n_{OX} / n_{an} = 1$$

Synthèse et caractérisation des composites

On observe (**Figure III.7**) pour l'illite que les rendements augmentent aussi avec les différentes charges. Ainsi, pour la charge 3%, le taux de conversion on a obtenu un pourcentage optimal de 52%, le taux de conversion diminue pour les charges 1% ; 2% ; 5%, on peut l'attribué au grand nombre de radicaux nanométrique libres dans le milieu réactionnel qui peuvent se combiner entre eux pour former des oligomères.

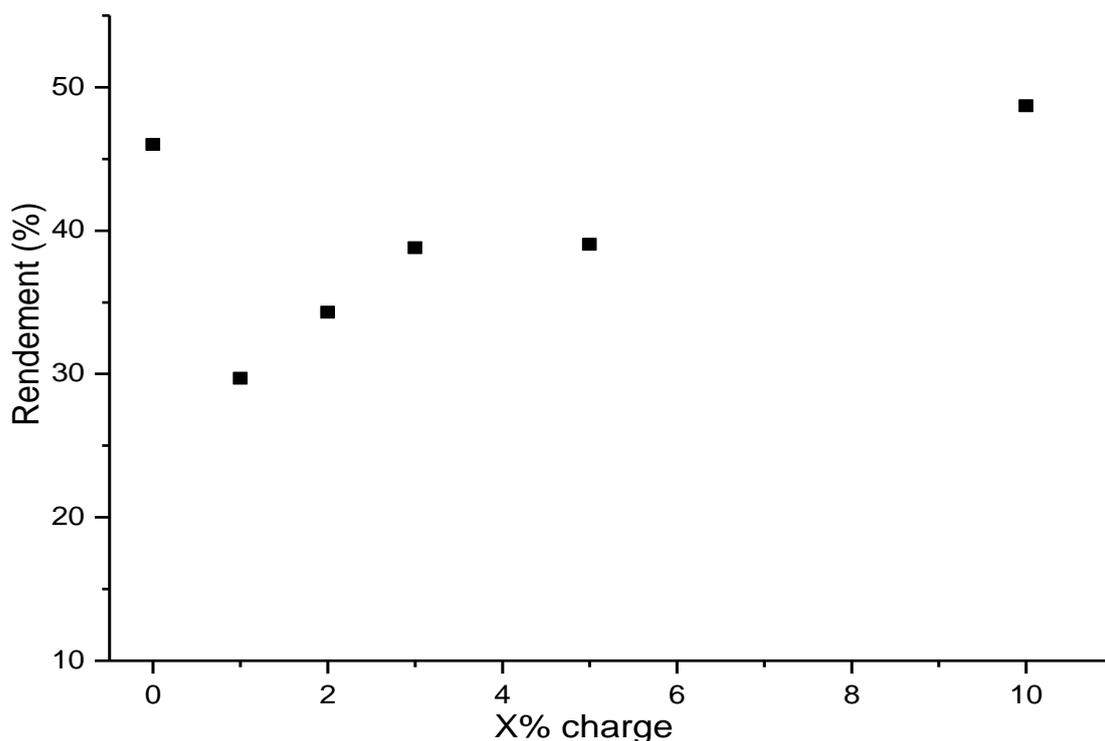


Figure III.8 : Effet du taux de charge X% de cellulose sur la polymérisation

$$n_{OX} / n_{an} = 1$$

On remarque que les rendements, pour la cellulose avec des charges croissantes 1% ; 2% ; 3% ; 5% ; 10%, augmentent avec une manière remarquable. Pour les 2 charges 1% et 10% rendements optimaux de 46% et 48% ont été obtenus.

Synthèse et caractérisation des composites

III.3.3. Caractérisation des composites.

III.3.3.1. Diffraction de rayons X (DRX)

Les résultats de l'analyse DRX des composites obtenus sont présentés dans les Figures III.9 et III.10. Le diffractogramme DRX du matériau ARI-PANI-3-1 (Figure III.9) présente les mêmes pics caractéristiques de la polyaniline PANI et l'apparition d'autres pics moins intenses caractéristiques de l'illite. Les résultats obtenus suggèrent la formation d'un composite exfolié PANI-illite. En effet, le pic caractéristique de l'illite s'est déplacé vers des valeurs de 2θ plus grandes et a diminué d'intensité. Le même phénomène a été marqué pour le cas de la kaolinite.

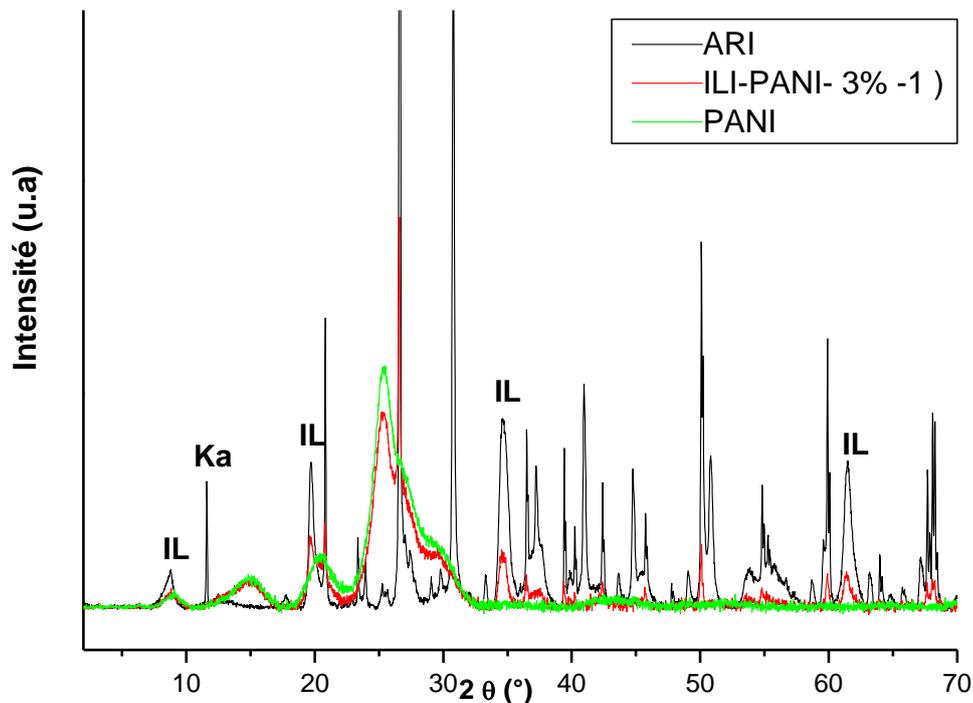


Figure III.9 : Spectre DRX de l'ARI-PANI-3-1.ARI

Synthèse et caractérisation des composites

La Figure III.10 représente le diffractogramme du composite PANI/CMC chargé à 10% CMC-PANI-10-1. Dans ce cas, on note la présence des mêmes pics caractéristiques de la polyaniline PANI et l'apparition d'autres pics moins intenses caractéristiques de la cellulose. Ces résultats suggèrent la formation d'un nouveau composite Pani-cellulose.

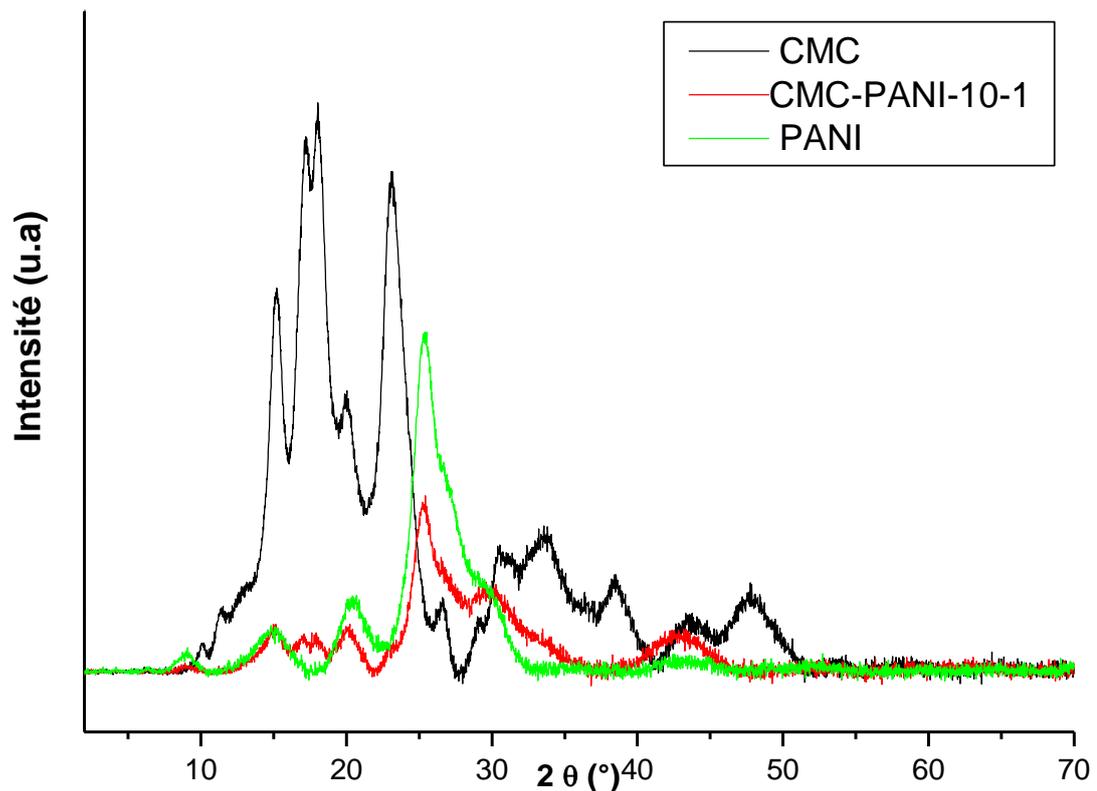


Figure III.10 : Spectre DRX de CMC-PANI-10-1, CMC.

III.3.3.2. Caractérisations par FIR

a. ARI-PANI- 3 -1

Pour avoir plus d'information sur les phénomènes produits lors de la formation des différents composites, nous avons utilisés encore la spectroscopie IR a fin de comparer les spectres IR des matériaux naturels de départ a ceux des composites.

Le spectre FTIR du composite ARI-PANI-3-1 (**Figure III.11**), montre les mêmes bandes d'absorption que celui de la PANI. Ainsi la disparition des bandes caractéristiques de l'argile.

Synthèse et caractérisation des composites

Ces résultats montrent la formation du composite Pani-illite et ce qui confirme les résultats de la DRX.

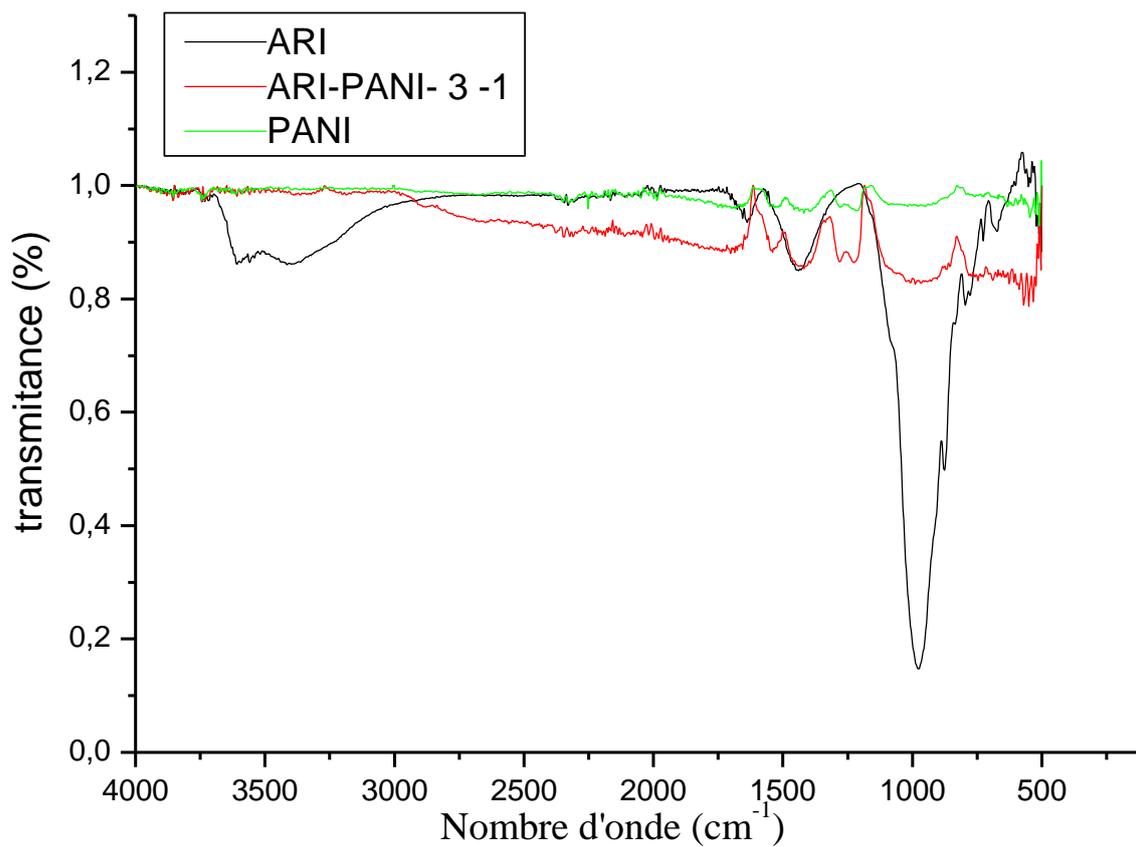


Figure III.11: Spectre IR du l'ARI-PANI-3-1, ARI, et PANI

Synthèse et caractérisation des composites

Tableau III.2 : les bandes IFR de composite Illite

Bandes d'absorption (cm⁻¹)	Attribution
3352	Une bande d'élongation liée au groupement OH de l'eau d'hydratation
1702	Déformation des molécules d'eaux absorbées (Entre les feuillets)
1224 996	Une bande d'adsorption attribué a la vibration de valence de la liaison Si-O due a la présence de cation trivalent en position octaédrique substitué au silicium et aussi la présence de cation ferrique en site octaédrique.
733-533	On observe des bandes correspondant aux liaisons Si-O-X, avec X= Al, Fe, Mg.....

b. CMC-PANI-10-1

Le spectre IR du composite CMC-PANI- 10 -1 (**Figure III.12**) fait apparaître les bandes caractéristiques du polymère associées a celle du cellulose, ce dernier montre les mêmes bandes d'absorption que celle de la PANI.

Tableau III.3: les bandes IFR de composite cellulose.

Bandes d'absorption (cm⁻¹)	Attribution
3734	une bande d'absorption attribuée aux groupements OH.
1559	Une bande correspondant à la liaison (C=C) aromatique.
1281	La présence des bandes élongation aux liaisons (C=O) et (C-O-C).

Synthèse et caractérisation des composites

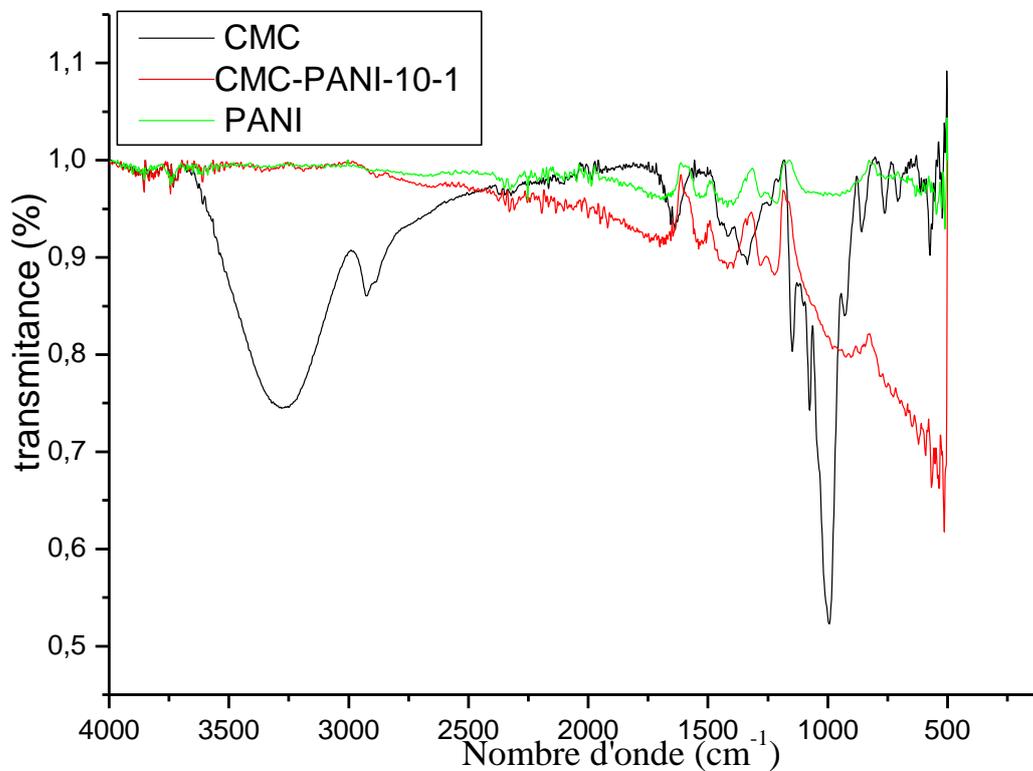


Figure III.12 : Spectre IR CMC-PANI- 10 -1

Le spectre composite PANI/CMC et la combinaison des deux spectres ne diffèrent que par l'intensité et un petit déplacement de certaines bandes .

Le composite Pani/MCC a montré une intensité plus faible pour la bande OH qui pourrait être due à la couverture du CMC. Dans ce cas, une interaction Pani-CMC s'est effectuée confirmant ainsi la formation du composite correspondant.

Synthèse et caractérisation des composites

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de notre étude est d'élaborer des composites à base d'un polymère conducteur qui est la polyaniline et la matrice naturelle d'argile illitique et d'un biopolymère la cellulose.

Dans la première partie de la thèse, un travail important a consisté la synthèse de la polyaniline par voie chimique oxydative en présence du persulfate d'ammonium qui joue le rôle d'un amorceur.

Nous avons par la suite procédé à la préparation des composites à base de polyaniline à température ambiante avec différents matériaux d'argile et cellulose et deux rapports molaires n_{ox}/n_{an} (0,5 et 1) pour différents pourcentages de la charge ajoutée.

Les résultats obtenus montrent que les meilleurs rendements de la synthèse des composites a été obtenus pour un rapport molaire $n_{ox}/n_{an} = 1$

→ CMC-PANI- 10 -1: 48 %

→ L'ARI-PANI-3-1= 50 %

Différentes techniques d'analyse ont été utilisées pour la caractérisation des composites. L'analyse par DRX a montré la formation des composites Polyaniline-Illite et Polyaniline-Cellulose. Ainsi la spectroscopie IR a confirmé les résultats de la DRX.

Les résultats de ce travail sont originaux et encourageants et nécessitent une continuité en étudiant les propriétés thermiques et texturales et d'entrevoir de grandes perspectives en termes d'utilisation de ces matériaux dans des applications bien spécifiques.

On peut dire encore que les résultats de notre étude, peuvent être qualifiés d'importants, notamment qu'ils mettent l'accent sur la valorisation des sources naturelles algériennes de la région de Sud algérien.

Synthèse et caractérisation des composites

Références bibliographiques

- [1]. A. G. Mac Diarmid, J. C. Chiang, A. F. Richter, A. J. Epstein, *Synth. Met.*, (1987), **18**, Pp.285.
- [2] Bal Sydulu Singu, Palaniappan Srinivasan and Srinivas Pabba, (2012), Benzoyl Peroxid Oxidation Route to Nano Form Polyaniline Salt Containing Dual Dopants for Pseudocapacitor, *Journal of The Electrochemical Society*, **159** (1) A6-A13.
- [3] Amir Mostafaeian, Ashkan Zolriasatein, (2012), Synthesis and Characterization of Conducting Polyaniline Nanocomposites Containing ZnO Nanorods.
- [4] Y. Hattab, (2015), Etude De L'évolution Des Propriétés Electriques Et Thermiques De Nanocomposite Polymères-Argiles En Milieux Agressifs, Thèse De Doctorat Université Mohamed, Boudiaf d'Oran.
- [5] Z. Zhang *Adv. Funct Mater.*, (2006), **16**, Pp. 1100-1104.
- [6] H. Yan, N. Tohima, *Synth. Met.* **69** (1995), Pp. 151.
- [7] E.T. Kang, K.G. Neoh, T.C. Tan, S.H. Khor, (1990), *Macromolecules*, **23**, Pp.29-18.

Résumé

Le sujet de cette thèse se situe dans le contexte de nanocomposite à base de polyaniline et de matrice naturelle (argile et cellulose) par polymérisation in-situ de l'aniline. Nous avons choisi la famille de polyaniline principalement en raison de son haute conductivité électrique et leur stabilité environnementale.

Dans ce contexte, nous avons mis en œuvre l'utilisation de différents outils pour la caractérisation des matériaux synthétisés et naturels par à savoir la diffraction des rayons X et la spectroscopie Infra-rouge.

Les résultats obtenus montrent l'obtention des composites PANI-argile et PANI-cellulose dans des conditions bien déterminées.

Abstract

The present work focuses on the synthesis of a conductive composite by in-situ polymerization of aniline with natural materials (cellulose, algerien clay). We chose the family of polyaniline mainly because of their good performance, high electrical conductivity and environmental stability.

The structural features of the obtained composites were investigated through X-ray ,diffraction and IR spectroscopy.

The results confirmed the formation of new composites, with interesting structural properties.

الملخص

موضوع هذه الأطروحة يختص في مادة البولي انيلين والمصفوفة الطبيعية (الطين والسليولوز) عن طريق بلمرة الأنيلين في الموقع.

اخترنا عائلة البولي انيلين أساسا بسبب أدائها الجيد ، الموصلية الكهربائية العالية والاستقرار البيئي.

في هذا السياق ، قمنا بتطبيق استخدام أدوات مختلفة لتوصيف المواد المركبة والتركيبية وهي: حيود الأشعة السينية ، التحليل

الطيفي بالأشعة تحت الحمراء. أظهرت النتائج الحصول على مركبات جديدة ذات خصائص هامة .