

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
جامعة عمار ثليجي بالأغواط  
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT  
كلية العلوم  
FACULTE DES SCIENCES  
Département Des Sciences de la matière

## *Mémoire de MASTER*

**Domaine :** Sciences de la matière  
**Filière :** Chimie  
**Option :** Chimie organique appliquée

**Par :**

**TIMMAOUI Zineb**

### THEME

---

# Préparation et caractérisation des mélanges Argile\_polymère

---

*Soutenu publiquement devant le jury composé de:*

<i>Mr. Gherib .A</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Président</i>
<i>Mr .HAMDI ahmed</i>	<i>M.A.A</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mr. SAIDAT. B</i>	<i>M.A.A</i>	<i>Rapporteur</i>

*Année Universitaire 2013/2014*

## ***Remerciements***

*Nous remercions Allah tout de nous avoir donné la force, le courage et la volonté nécessaire pour réaliser ce modeste travail.*

*Nous tenons tout d'abord à exprimer notre gratitude la plus profonde au monsieur SAIDAT. B maître de conférences à l'université de Laghouat, d'avoir proposé ce sujet, pour m'encadrer avec patience et bonne humeur, qu'il trouve ici le témoignage de toutes nos reconnaissances et de nos profondes gratitudes.*

*Nous remercions le chef de département de science de matière et tous les professeurs de ce département surtout, Dr: Yousfi Med, Dr: DJERIDANE Amar et jury Gherib.A, Hamdiahmed.*

*Nous tenons également exprimé nous gratitude aux membres de la bibliothèque et l'équipe du laboratoire de la recherche.*

*De même nous remercions tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de cette étude.*

## ***Dédicace***

*Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents pour leur soutien et leur encouragement illimité durant ces longues années d'études.*

*À mes ancêtres et mes chers frères : Abed elwadoude, Ibrahim, AbedAllah, Abedel Baki, Ahmed, Mohammed, Abed el Majid.*

*Et ces enfants: Nour elhoda, Maroua, Said, Nosiba.*

*Je dédie également mes chers amis .*

*À tous mes professeurs pendant mes études .*

*À tous les étudiants de science de matière ; que je souhaite partager avec eux , Ce fruit que je récolte après un très long effort.*

*Mon encadreur le professeur **SAIDAT. B***

***Le regretté "Almarhoum" Noureddine GUENOU.***

*Zineb*

# *Table des matières*

**Liste des notations**

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

<b>I. Introduction générale</b>	1
<b>II. Matériel et méthodes</b>	3
<b>II.1. Matériel</b>	3
<b>II.1.1. Matériel végétal</b>	3
<b>II.1.2. Standard et réactifs</b>	7
<b>II.2.3 Méthodes de caractérisation</b>	7
<b>II.2.3.1 Diffraction des Rayons X</b>	8
<b>II.2.3.2 Spectrométrie infrarouge</b>	11
<b>III. Résultats et discussion</b>	12
<b>III.1. Résultats de la diffractométrie des rayons X (DRX)</b>	12
<b>III.2. Résultats de la Analyse par spectroscopie IR</b>	15
<b>IV. Conclusion générale</b>	17
<b>V. Référence Bibliographique</b>	18
<b>VI. Annexe</b>	19

## *Liste Des Notations*

<b>%</b>	:Pourcentage
<b>°C</b>	:Degré Celsius
<b>μL</b>	:Microlitre
<b>λ</b>	:langueur d'onde
<b>S/cm</b>	:Surface /cm
<b>g/l</b>	:Gramme/litre
<b>DRX</b>	:diffraction des rayons X
<b>Kg</b>	:Kilogramme
<b>IR</b>	:infrarouge
<b>M</b>	:Molaire
<b>Mg</b>	:Milligramme
<b>mL</b>	:Millilitre
<b>mM</b>	:Mili molaire
<b>Nm</b>	:Nanomètre
<b>pH</b>	:Potentiel d'hydrogène
<b>UV-Vis</b>	:Ultra-violet-Visible
<b>Montm</b>	:la montmorillonite
<b>Arg-Na</b>	:argile sodique

# *Liste Des Tableaux*

**Tableau 1 : La matière investiguée et son utilisation en médecine traditionnelle 3**

**Tableau 2 : Standard et réactif utilisé dans ce travail 7**

# Liste Des Figures

<b>Figure 1</b>	: Représentation schématique des différentes morphologies des nan composites polymère/argile obtenus par polymérisation in situ	2
<b>Figure 2</b>	: Schéma de la particule de kaolinite	4
<b>Figure 3</b>	: Schéma de la particule d'illite	5
<b>Figure 4</b>	: Schéma de la particule de montmorillonite	6
<b>Figure 5</b>	: Photographie au Microscope Electronique à Balayage des argiles [16]	6
<b>Figure 6</b>	: Indexation des pick. Correspondence pick- plans hkl	9
<b>Figure 7</b>	: Principe de fonctionnement d'un diffractomètre	9
<b>Figure 8</b>	: Diffractomètre X'Pert PHILIPS	10
<b>Figure 9</b>	: Spectrometry infrarouge	11
<b>Figure 10</b>	: Spectre DRX pour l'argile pur	12
<b>Figure 11</b>	: Diffratogramme de l'analyse qualitative de l'argile pur	13
<b>Figure 12</b>	: Argile brut	13
<b>Figure 13</b>	: Argile polymère	14
<b>Figure 14</b>	: polyaniline	14
<b>Figure 15</b>	: FTIR spectroscopie IR de PANI	15

### I. Introduction générale:

Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'amélioration de certaines propriétés des polymères et de la valorisation des argiles algériennes, visant à l'obtention de matériaux fonctionnels mettant à profit l'effet coopératif organique – inorganique. [1] Les argiles présentent un intérêt croissant car leurs applications industrielles ne cessent de se diversifier.

L'utilisation quotidienne des matériaux polymères dans des secteurs d'activité divers comme l'automobile ou l'emballage nécessite des progrès et innovations permettant d'améliorer les propriétés de ces matériaux et d'augmenter la diversification de leurs champs d'applications. L'incorporation d'agents renforçant dans les polymères conduit à des matériaux dits composites et permet de répondre efficacement aux attentes économiques et pratiques. Le noir de carbone, les fibres de verres ainsi que de nombreuses charges minérales sont devenues aujourd'hui classiques.[3]

Au début des années 90, une nouvelle famille de matériaux est née connue sous le nom « Nano composites ». Ils sont caractérisés par la dispersion des feuillets de matériaux aluminosilicates de l'ordre du nanomètre dans les matrices polymériques. Ceci engendre une amélioration des propriétés mécaniques et thermiques du polymère, pour de faibles fractions en poids de la charge dispersée [4-8].

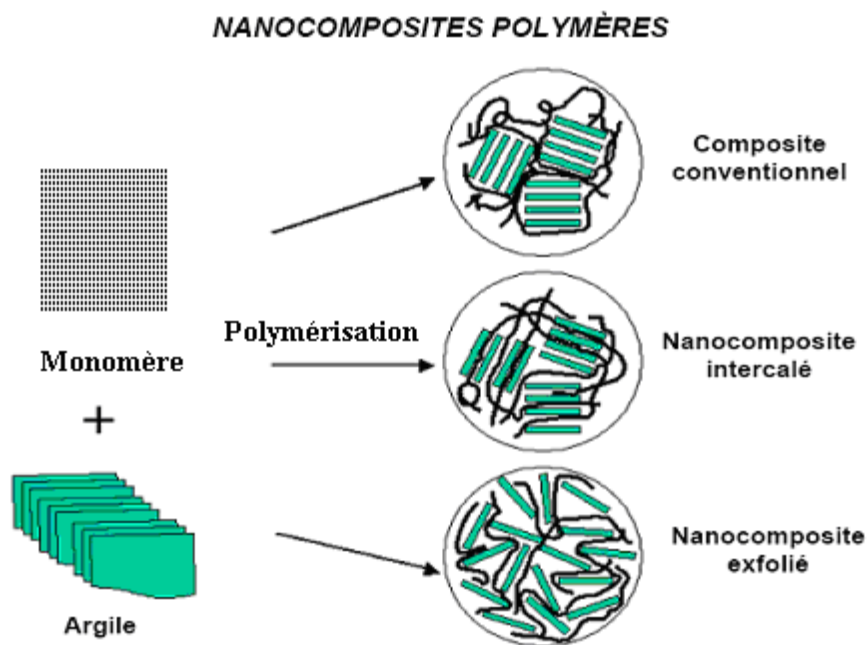
Un composite est un matériau constitué de plusieurs composants et qui possède des propriétés qu'aucun des constituants ne posséderait seul. Plus particulièrement, on appelle nano composite, un système hétéro phase composé d'une phase dont l'une des dimensions au moins est nanométrique [9].

Idéalement, dans ce type de système, la composition et la structure du matériau varient à l'échelle du nanomètre. Toutefois, le terme *nano composite* couvre un ensemble plus vaste de matériaux [10].

Parmi les nanoparticules inorganiques, les renforts les plus utilisés sont les phyllosilicates à cause de leurs caractéristiques intrinsèques exceptionnelles, facteur de forme, surface spécifique etc., caractéristiques qui ont une influence capitale sur certaines propriétés des nano composites telles que les propriétés thermiques[11], mécaniques [12] ou électriques [13,14].

## Introduction générale

Les nano composites, dont la partie inorganique est un phyllo silicate, sont obtenus par des procédés qui se distinguent par le mode de dispersion de la charge au sein de la matrice polymérique [15]. On peut obtenir trois structures différentes (figure 1), la première consiste en un système diphasique classique dans lequel les couches d'argile se trouvent sous forme d'agglomérats, dans la deuxième le nano composite est intercalé, les chaînes polymériques pénètrent dans l'espace libre entre les couches d'argile régulièrement empilées. Dans la troisième structure les feuillets d'argile sont exfoliés et dispersés dans la matrice.



**Figure1:** Représentation schématique des différentes morphologies des nano composites polymère/argile obtenus par polymérisation in situ [ 15].

La polymérisation en masse représente l'un des procédés les plus efficaces pour la production de nano composites inorganique - organique. Dans ce cas l'élaboration de ces matériaux consiste à polymériser par voie radicalaire en masse un monomère en présence de particules minérales de taille nanométrique.


### II .Matériel et méthodes

#### II.1. Matériels

##### II.1.1. Matériel végétal

L'argile est récoltée dans la région de Adrar au mois de mars 2014 (Tableau 1).

**Tableau 1: Lamatière investiguée et son utilisation en médecine traditionnelle**

Description de la Argile	Photos
<p><b>Famille :</b>argile <b>Nom latin :</b><i>argile Adrar</i> <b>Nom vernaculaire :</b> Tine</p> <p><b>Utilisation dans la médecine traditionnelle :</b></p> <p>L'argile draine les suppurations et les plaies, résorbe les contusions, hématomes, entorses, foulures, œdèmes, elle soulage les douleurs articulaires et musculaires, les courbatures, les sinusites, les maux de gorge, les irritation de la peau, les coups de soleil, petites brûlures, blessures légères, les ballonnements et maux de ventre en assainissant l'intestin (par ses propriétés anti-inflammatoires, cicatrisantes, adoucissantes et antiseptiques).</p> <p>Par voie interne, l'argile agit comme un stimulant des organismes fatigués qu'il reminéralise grâce à ses oligo-éléments et à ses minéraux. Il renforce les défenses naturelles et aide à la régénération des cellules.</p>	

### I.2.2 Classification des argiles :

Il est possible de distinguer les types de minéraux argileux par :

#### I.2.2.1 La kaolinite $[(Si_2O_5) Al_2 (OH)_4]n$ :

Elle est constituée d'une succession de couches alternées de silice (tétraèdre) et d'alumine (octaèdre) (figure 2), dont la liaison se fait par substitution de certains  $OH^-$  par des oxygènes  $O^{2-}$ . Les liaisons entre feuillets de kaolinite sur l'effet composé de liaisons hydrogène et de forces de Van der Waals qui confèrent à l'ensemble une structure stable qui n'est pas affectée par la présence d'eau. La particule de kaolinite comporte 100 à 150 feuillets qui lui donnent une épaisseur de 0,1  $\mu m$  et une largeur de 1  $\mu m$  ; l'épaisseur d'un feuillet est d'environ  $7.2 \text{ \AA}$ .

Sa surface spécifique totale est de l'ordre de 10 à 20  $m^2/g$  [16].

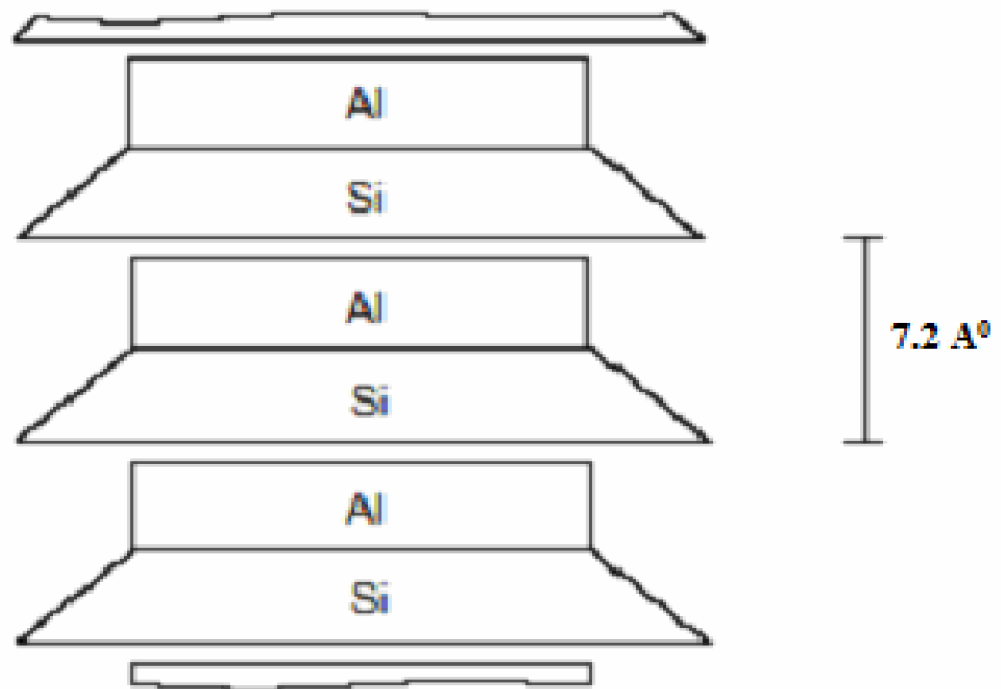


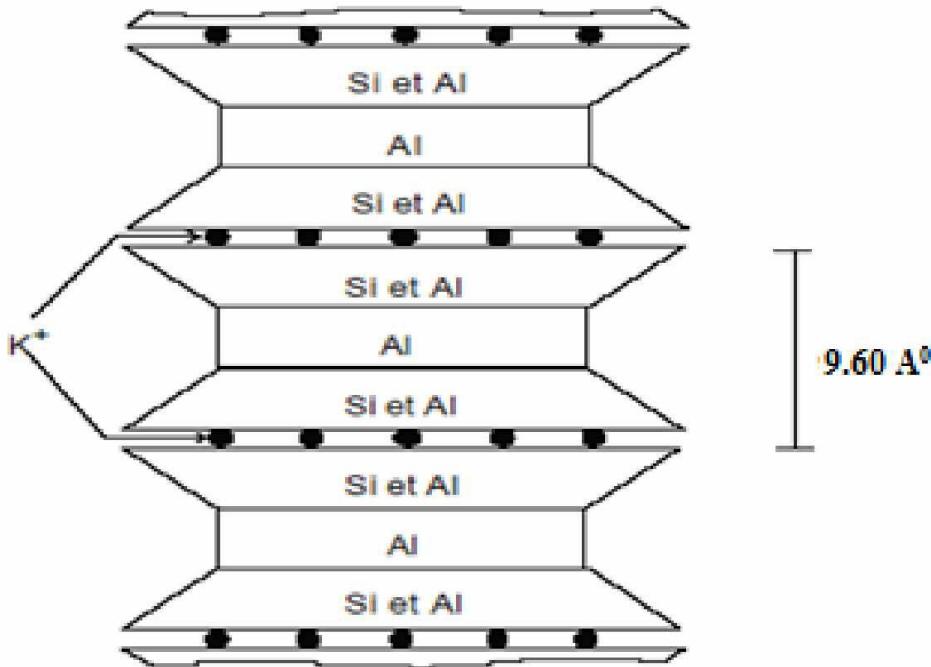
Figure 2 : Schéma de la particule de kaolinite.

#### I.3.2.2 L'illite $[(Si_4-nAl_nO_{10}) Al_2 K_n (OH)_4]n$ :

Le feuillet élémentaire est composé d'une couche d'alumine entre deux couches de silice (figure 3). Dans les couches de silice, un ion  $Si_4^+$  sur quatre est remplacé par un ion  $Al_3^+$ . Le déficit de charge qui en résulte est compensé par les ions  $K^+$  qui assurent des liaisons assez fortes entre les feuillets. On peut aussi rencontrer dans le feuillet de silice certaines

substitutions isomorphes partielles de  $\text{Al}_3^+$  par  $\text{Mg}_2^+$  et  $\text{F}_2^+$  ainsi que de silicium par l'aluminium.

Les particules d'illite sont plates de forme moins régulière que celle des particules de kaolinite. Elles ont un diamètre moyen variant entre  $0,1 \mu\text{m}$  et  $3 \mu\text{m}$  et une épaisseur de l'ordre de  $0,01 \mu\text{m}$  à  $0,3 \mu\text{m}$ . L'illite a une surface spécifique totale de l'ordre de  $65$  à  $100 \text{ m}^2/\text{g}$  [16].



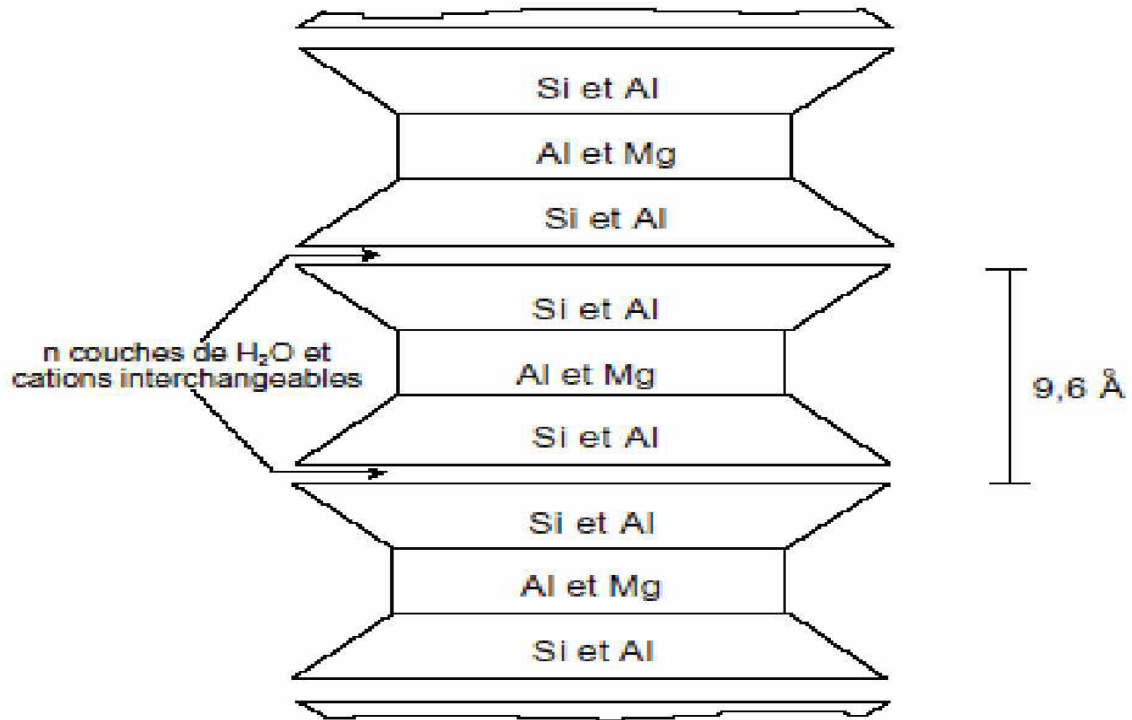
**Figure 3** : Schéma de la particule d'illite.

### I.2.2.3 La montmorillonite $[(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{Al}_{5/3}\text{Mg}_{1/3})\text{Na}_{1/3}(\text{OH})_2]_n$ :

La montmorillonite, appelée aussi smaltite, est un minéral argileux de type 2 : 1 dont le feuillet élémentaire est composé d'une couche d'alumine comprise entre deux couches de silice. Une substitution partielle de l'aluminium Al par le magnésium Mg est fréquente. À l'instar de la kaolinite, les couches peuvent se prolonger indéfiniment dans les deux autres directions. Les forces de Van der Waals, dues principalement au moment électrique qui règne entre les feuillets et qui soudent les sommets de feuillets de silice, sont faibles par rapport aux autres forces de liaison. Cela se traduit par une déficience en charge négative nette dans les feuillets en octaèdre. Pour cette raison les ions échangeables peuvent pénétrer dans la structure et séparer les couches.

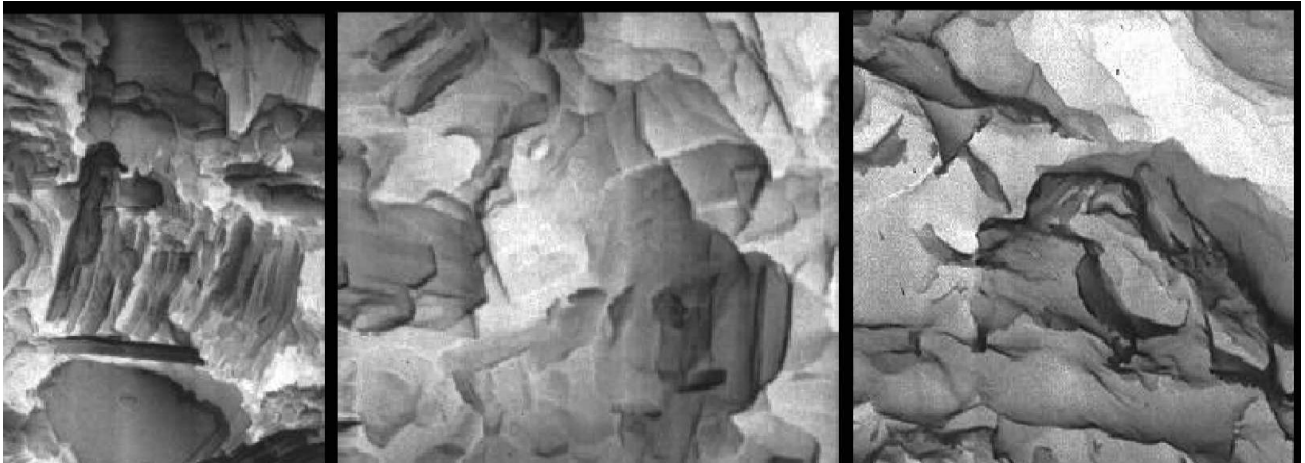
La montmorillonite est donc caractérisée par une structure instable qui est affectée par la présence d'eau. Les plaquettes de montmorillonite ont une forme quelconque est de taille très

9,67 Å [16] (figure 4).



**Figure 4** : Schéma de la particule de montmorillonite.

La figure 5 présente leurs photographies prises au microscope électronique à balayage.



Kaolinite IlliteMontmorillonite

**Figure 5** : Photographie au Microscope Electronique à Balayage des argiles [16].

### II.1.2. Réactifs chimiques:

Tous les produits utilisés dans ce travail sont d'un grade analytique élevé (**Tableau 2**).

**Tableau 2 : Standard et réactif utilisé dans ce travail**

Produit	M	Firme
L'eau(H <sub>2</sub> O) et Papier filtre qualitative Ø15cm	C=720cm <sup>3</sup>	NASSAH
NaCL	58,44	ROTH
Aniline	93,13	Riedel de haen
Sodiumpersulfate (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	238,10	BDH
Phosphoriqueacide 85% (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )	98,00	
Acétone (C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O)		RPE

### II.2. Méthodes:

La purification consiste à disperser une masse donnée de l'échantillon d'argile brute naturelle dans un certain volume d'eau distillée. Nous soumettons le mélange ensuite à une bonne agitation pendant 6 à 8 heures jusqu'à l'homogénéisation complète de la suspension. Dans cette optique, nous avons mis une quantité de 100 g d'argile dans un erlenmeyer de 3 L avec 1 L d'eau distillée sous agitation mécanique forte.

Pour l'élimination des sels, on réalise des lavages continus de l'argile par l'eau distillée jusqu'à l'absence de la manifestation de séparation. On obtient à la fin une suspension quasiment homogène.

#### II.2.1.Synthèse de PANiPh :

L'aniline (0.74 g - 0.008 mole) a été ajoutée à un soluté contenant la quantité différente de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> s'est dissous en 80 ml de distillé l'eau, et la solution résultante était ultrasonicated pendant 10 minutes avec l'aide d'un appareillage ultrasonique numérique de Sonifier S-450d Branson équipé d'un bout d'ultrasons et de l'opération à l'amplitude de 10% .

Puis un soluté contenant 0.008 mole d'aps en 10 ml de arroser, on l'a rapidement ajouté et le milieu de réaction a été soumis à un traitement d'ultrasons pendant 5 minutes. La polymérisation était effectuée à la température ambiante pour 6 h au repos.

La poudre vert-foncé a été versée dans l'acétone, filtrée et séchée sous vide.

### II.2.2.Synthèse des nano-composés de PAniPh/Argile:

Pour la préparation des nano-composés de PAniPh/argile , Le rapport molaire d'Ani:H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> :APS de 1.0:0.13:1.0 a été utilisé .

0.06 g de l'argile, MMT-Na + ou Mmt-cooh a été gonflé en 80 ml soluté contenant 0.74 g (0.008 mole) d'aniline et de 0.094 g (0.001 mole) de l'acide phosphorique et dispersé avec l'ultrason cationrayonnement pendant 10 minutes.

Après 24 h sans remuer, la dispersion était encore soumis au traitement d'ultrasons pendant 5 minutes, et à la solution d'aps (g 1.83 en 10 ml de l'eau) a été rapidement ajouté et ultrasonicated pendant 10 minutes.

Ensuite que la réaction a été effectuée à la pièce la température pour 6 h au repos.L'hybride de conduite des matériaux ont été versés dans 200 ml d'acétone, filtré, lavée les 100 ml d'acétone et étant séché au poids constant sous vide à la température ambiante.

### II.2.3Caractérisation :

#### II.2.3.Méthodes de caractérisation

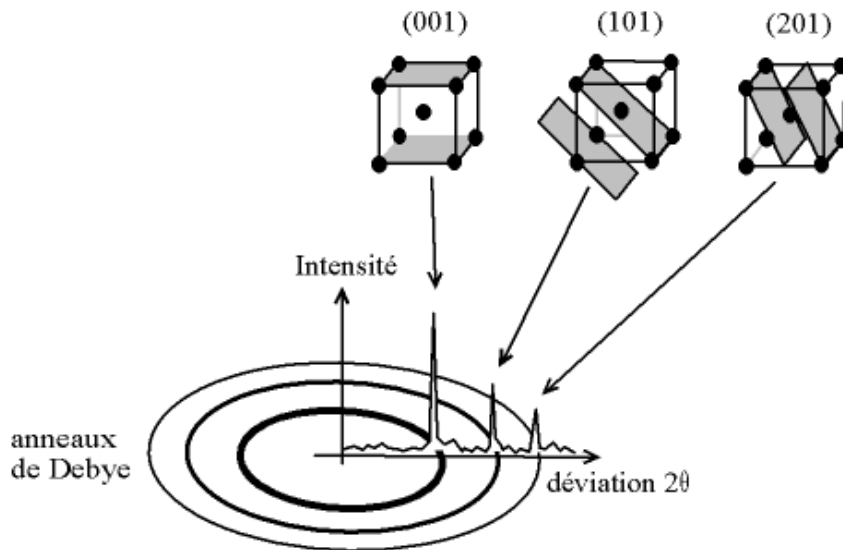
##### II.2.3.1Diffraction des Rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse des solides qui est basée sur la loi de Bragg. Cette loi s'annonce de la façon suivante :

Si  $\lambda$  est la longueur d'onde de la radiation et  $d$  est la distance inter-réticulaire du plan cristallin diffractant, alors les directions  $2\theta$  de l'espace dans lesquelles on aura des pics d'intensité vérifie :

$$2d \sin\theta = \lambda$$

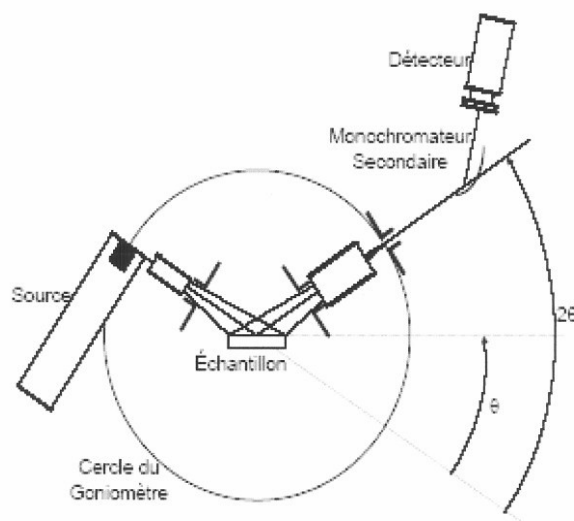
Par la loi de Bragg, on peut donc associer chaque pic à un plan atomique imaginaire. On sait que ces plans peuvent être désignés par des indices de Miller ( $hkl$ ). On peut donc de même associer ces indices ( $hkl$ ) aux pics de diffraction. On parle d'indexation des pics.



**Figure 6 :** Indexation des pics. Correspondance pics- plans hkl.

La diffraction des rayons X consiste en l'enregistrement de l'intensité des rayons diffractés par un échantillon en fonction de l'angle entre les rayons incidents et l'échantillon sur le support.

Le fonctionnement en mode  $\theta/2\theta$  du diffractomètre implique que la source des rayons X et le détecteur forme toujours des angles égaux avec le support. L'appareil de mesure s'appelle un diffractomètre. Les données collectées forment le diagramme de diffraction ou diffratogramme (Fig. I.6).



**Figure 7:** Principe de fonctionnement d'un diffractomètre.

## Matériel et méthodes

---

Cette technique de caractérisation permet de contrôler l'état de cristallisation et vérifier la pureté des composés, mais également de mettre en évidence les relations structurales d'un composé (positions et environnement des atomes dans le réseau cristallin).

Les positions et les intensités des différentes raies de diffraction observées seront comparées à celles disponibles dans la banque de données regroupant les fiches de références JCPDS (Joint Commîtes Powder Diffraction Standards).

Pour notre étude, les enregistrements des diagrammes des échantillons sous forme de poudre ont été réalisés de manière systématique, avec un diffractomètre X'Pert PHILIPS (Fig. 3), équipé d'une anticathode en cuivre en utilisant la raie  $K_{\alpha}$  d'une longueur d'onde  $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$ .



**Figure 8 :** Diffractomètre X'Pert PHILIPS.

### II.2.3.1 Spectrométrie infrarouge

La méthode spectrométrique d'absorption infrarouge est fondée sur les propriétés vibrationnelles des liaisons interatomiques. La fréquence de vibration entre deux atomes A et B peut être assimilée à celui d'un oscillateur harmonique, donnée par la relation suivante :

$\bar{\nu}$  Oùest la fréquence de vibration ( $\text{cm}^{-1}$ ) ; C est la vitesse de la lumière ( $\text{cm/s}$ ) ;

$k_a$  est la constante de force de la liaison AB et  $\mu_{AB}$  est la masse réduite du couple d'atomes.



**Figure 9** :Spectrométrie infrarouge



### III. Résultats et discussions

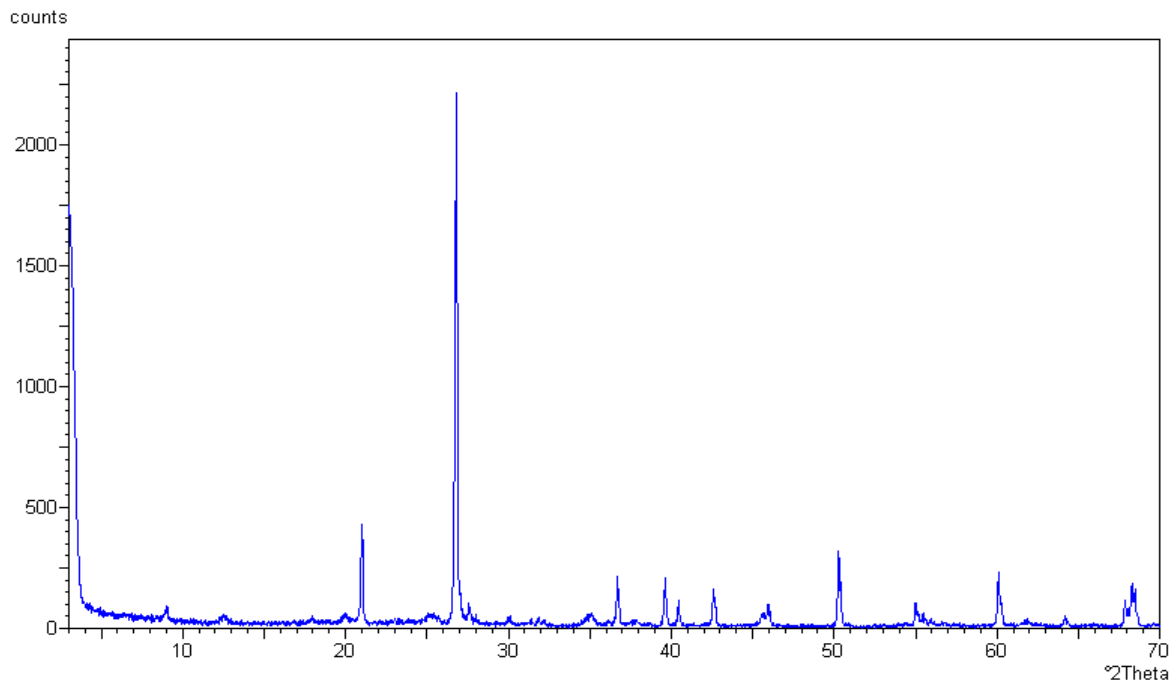
#### III.1 Résultats de la diffractométrie des rayons X (DRX) :

Pour l'étude qualitative des espèces chimiques présentes dans les argiles, nous avons utilisé la technique de la diffractométrie de rayons X. Les résultats sont représentés dans les figures ci-dessous.

On présente pour chaque couleur une espèce correspondante :

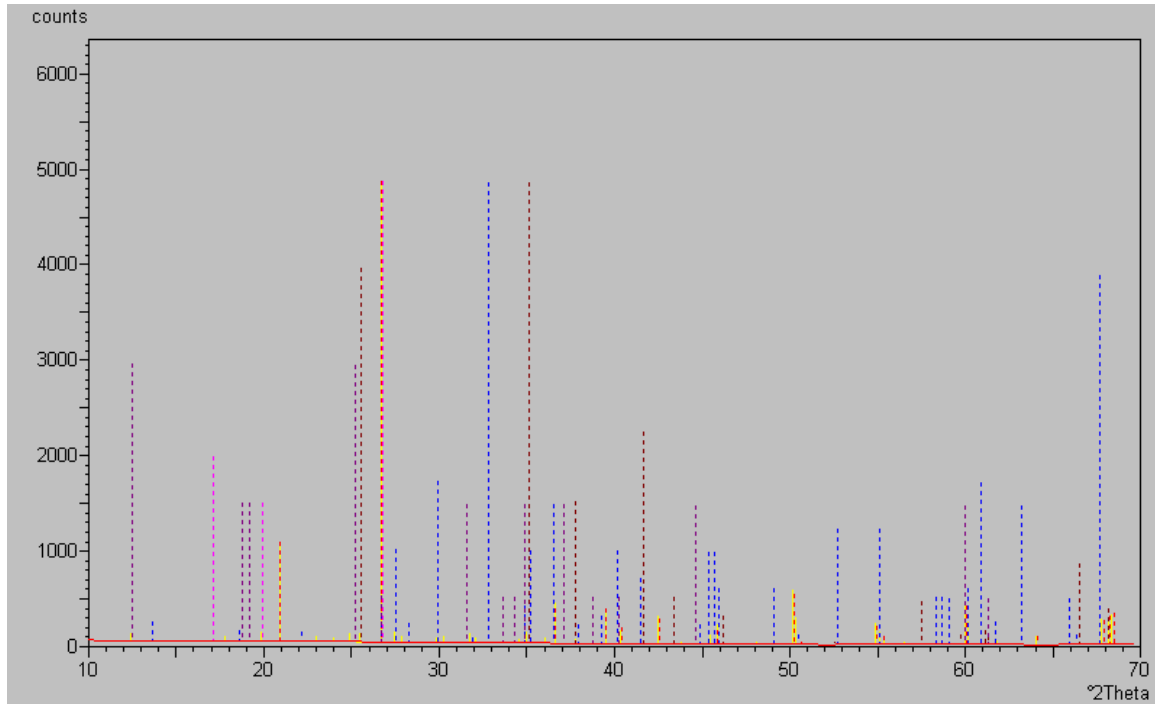
- ✓ Rouge : représente la silice  $\text{SiO}_2$ .
- ✓ Rose : représente l'illite-montmorillonite.
- ✓ Jaune : représente oxyde de magnésium  $\text{MgO}$ .
- ✓ Gerona : représente l'oxyde d'aluminium  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .
- ✓ Bleu claire : représente l'oxyde de fer  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .
- ✓ Mauve :  $(\text{Mg-Al})_3(\text{Si, Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_{10}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$

#### Spectre DRX de l'argile:

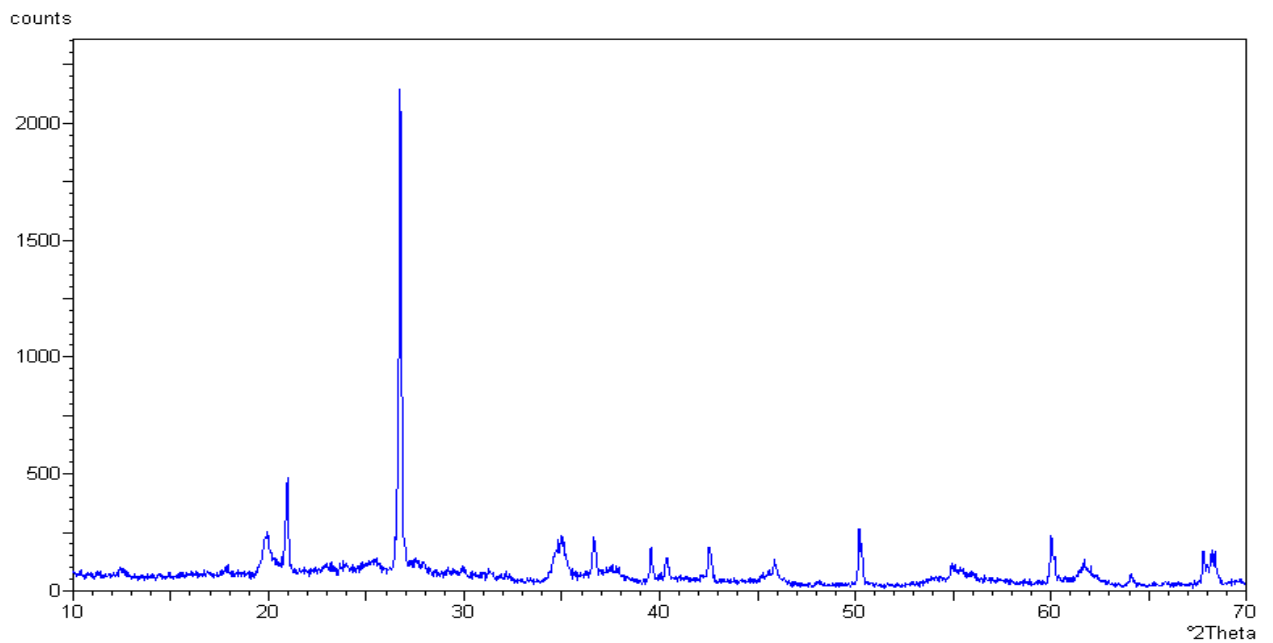


**Figure 10:** Spectre DRX pour l'argile pur.

### III. Résultats et discussions

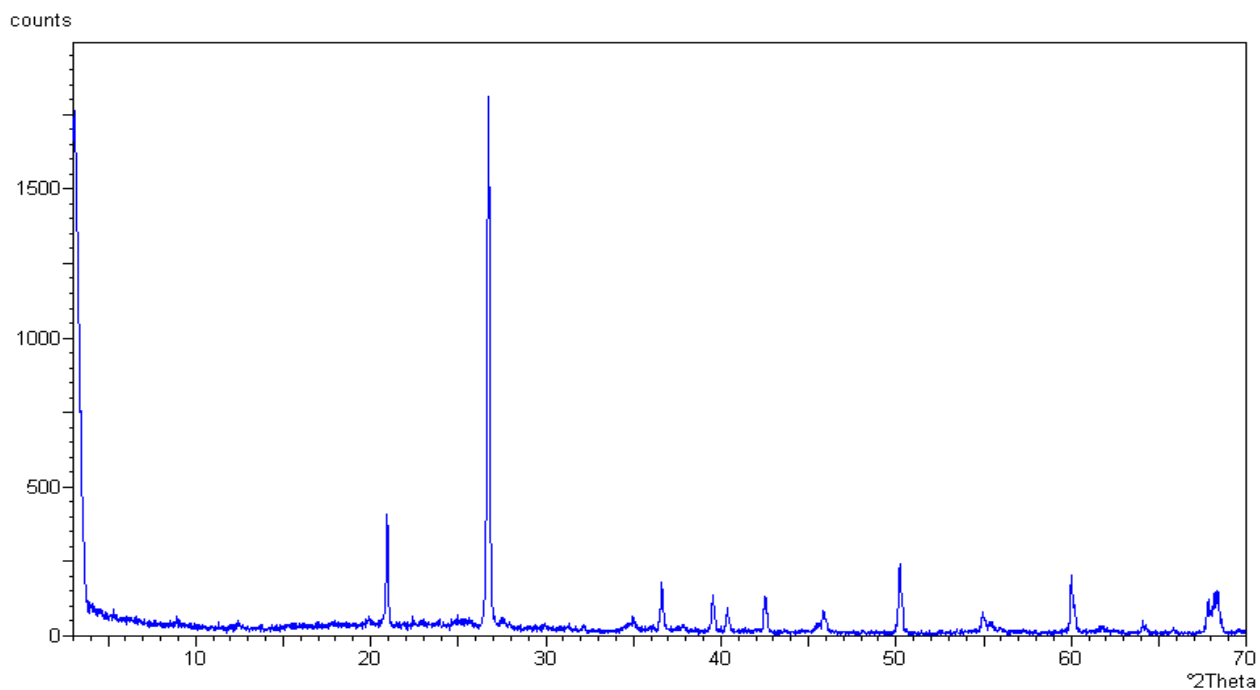


**Figure 11** :Diffratogramme de l'analyse qualitative de l'argile pur.

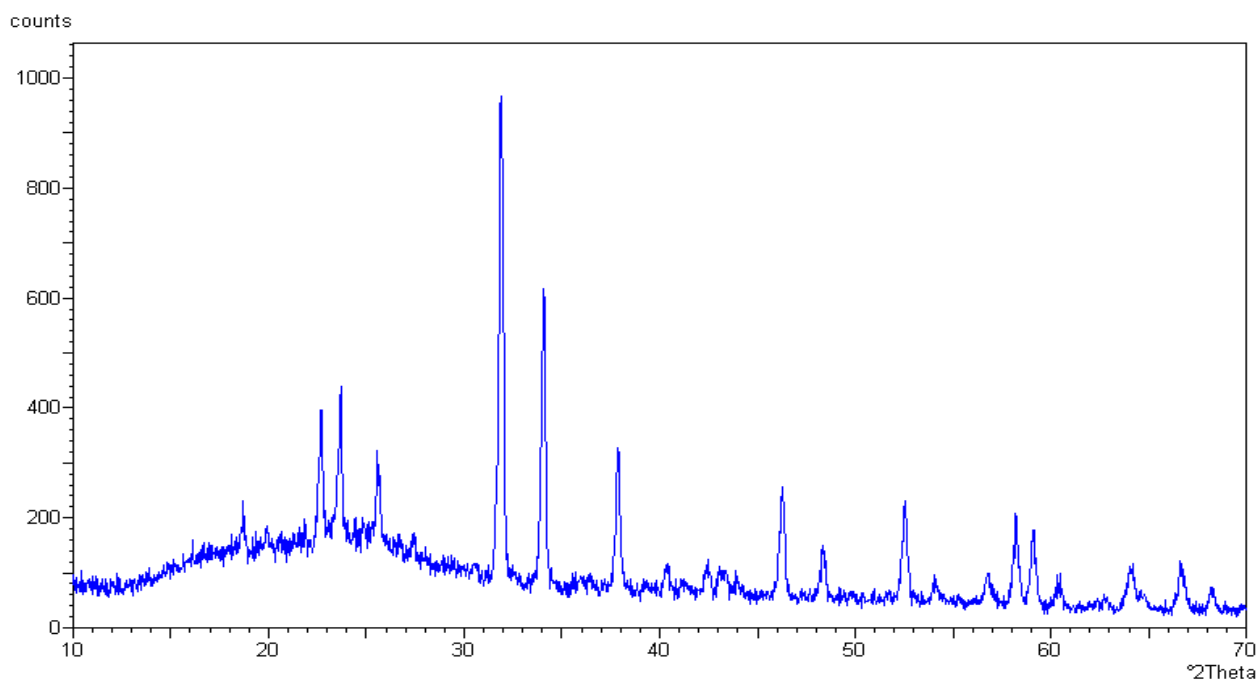


**Figure 12**:Argil brut

### III. Résultats et discussions



**Figure 13:**Argil polymère



**Figure 14:**poylianilin

#### ❖ Interprétations des résultats DRX :

On remarque que notre argile pure est riche en silice  $\text{SiO}_2$  et alumine. C'est une argile aluminosilicate. Elle contient aussi un mélange d'illite-montmorillonite et de Oxyde de fer.

En comparant le diffratogramme de l'argile brut et pur nous remarquons la disparition de certains pic et la qualité de ces dernier s'est largement améliorée ce qui indique que l'étape de purification est très bonne.

En ce qui concerne le diffratogramme du composite; l'allure des pics et leur nombres de l'argile pur n'est pas affecté par présence du poly aniline mais un décalage des pic vers la gauche est observé ce qui indique que le polymère est incorporé entre les feuillets de l'argile. Notant aussi qu'il Ya la disparition des pic du polymère qui a présenté une certaine cristallinité comme le montre son diffratogramme.

#### III.2 Résultats de analyse par spectroscopie IR:

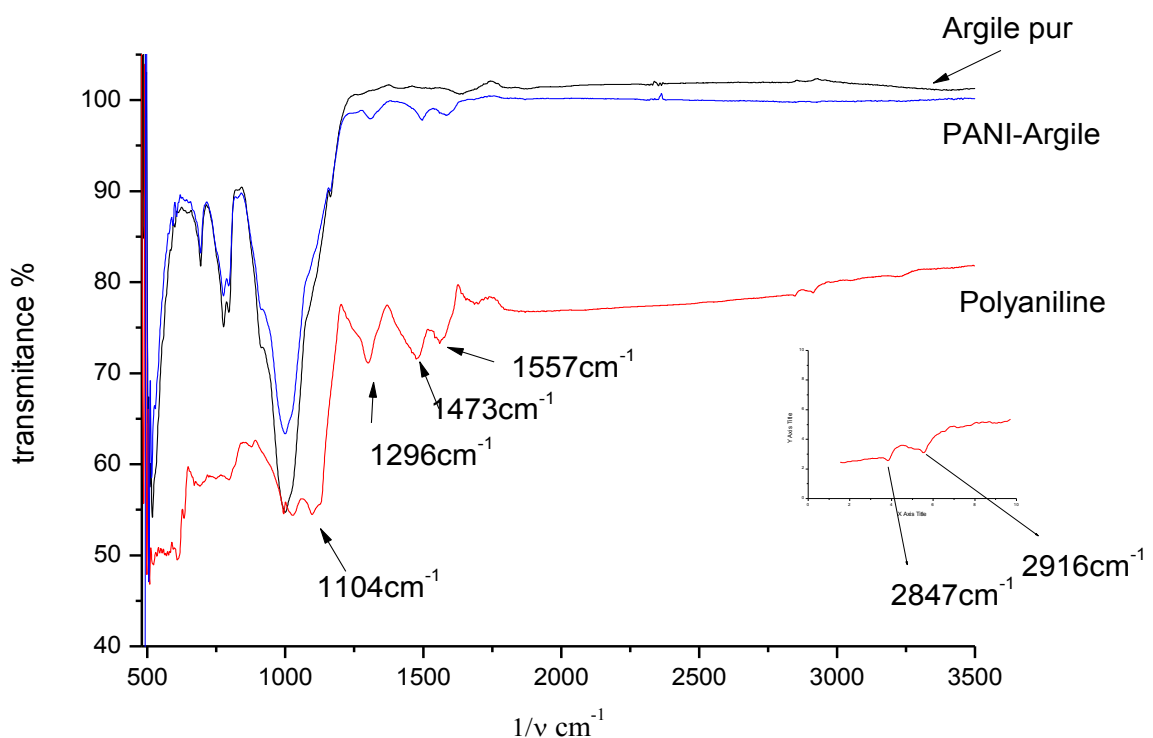


Figure 15: FTIR spectroscopie IR de PANI

#### ❖ Interprétations des résultats de IR :

##### Groupements OH :

la bande large faible intensité centrée vers 1625  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée aux vibrations de déformation des molécules  $\text{H}_2\text{O}$  adsorbées entre les feuillets. Ce qui signifie qu'il y a une faible adsorption des molécules d'eau.

##### Liaisons Si-O :

Les liaisons Si-O sont caractérisées par les bandes d'absorption suivantes:

· la bande intense située entre 900-1200  $\text{cm}^{-1}$  correspond aux vibrations de valence de la liaison Si-O ce qui permet de dire que nos échantillons d'argiles appartiennent à la famille des aluminosilicates.

Les bandes à 1104 et 1296  $\text{cm}^{-1}$  correspondent respectivement à l'élongation des liaisons C-N du groupement (-N- benzénodique-N-) et C=N du groupement (-N= quinoïd =N-) [17,18]. La bande à 794  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée aux vibrations C-H aromatique hors plan 1,4-disubstitué aromatique .

1472 et 1569 sont attribués à l'élongation C=N et C=C des modes pour les quinoïdes et les benzénodiques, respectivement.

2916 correspond à la vibration des liaisons  $-\text{CH}_2$  et 2847 aux vibrations C-H

Les spectres IR prouvent que le composite s'est formé puisque les bandes caractéristiques de la poly aniline sont présentes dans le spectre de l'argile.

La dispersion de la poly aniline a diminué la conductivité électrique d'un facteur de 1000; mesurée par un multimètre.

Nous pouvons dire que le composite formé rend augmentée sa résistivité mais il améliore ses propriétés mécaniques .

### III. Résultats et discussions

---

### IV. Conclusion Générale:

L'objet de notre travail est porté sur l'étude des composite polymère/argile en utilisant un échantillon d'argiles d'Adrar et un polymère la poly aniline.

Au début, nous avons purifié l'argile dans un volume d'eau distillée, pour éliminer les sels, et on obtient à la fin une suspension quasiment homogène. Après cette étape, l'argile est traitée par une solution de Na Cl pour obtenir une argile sodique où tous les sites seront remplacés par le sodium.

La synthèse de la poly aniline est réalisée en adoptant une méthode simple, ou on ajoute l'aniline à un soluté contient  $H_3PO_4$  et une solution de thiosulfate de sodium, dans cette étape on obtient une solution de coloration vert.

La préparation du composite polymère-argile est effectuée in situ en préparant le polymère dans une suspension d'argile.

Les deux techniques d'analyse utilisées nous permis de confirmer la synthèse de notre composite. Pour l'étude qualitative des espèces chimiques présentes dans les argiles, nous avons utilisés la technique de la diffractométrie de rayons X. On remarque que notre argile pure est riche en silice  $SiO_2$ , en alumine. C'est une argile aluminosilicate. Elle contient aussi un mélange d'illite-montmorillonite et de Oxyde de fer.

En ce qui concerne le diffratogramme du composite; il y'a un décalage des pic vers la gauche ce qui indique que le polymère est incorporé entre les feuillets de l'argile. Notant aussi qu'il ya la disparition des pic du polymère qui a présenté une certaine cristallinité comme le montre son diffratogramme.

D'autre part, les résultats de IR montre l'existence des groupement OH, par la présence d'une bande large faible avec une intensité  $1625\text{ cm}^{-1}$ , Les liaisons Si-O sont caractérisées par les bandes d'absorption suivantes:  $900-1200\text{ cm}^{-1}$  ce qui permet de dire que nos échantillons d'argiles appartiennent a la famille des aluminosilicates.

Il y a aussi l'existence des bandes C-N du groupement (-N- benzénoïdique-N-) et C=N du groupement (-N= quioïd =N-), La bande à  $794\text{ cm}^{-1}$  du C-H aromatique, et des bandes de C=N et C=C des modes pour les quinoïde et les benzénoïdiques, respectivement. Et à la fin, des liaisons -CH<sub>2</sub> à  $2916$  et  $2847$  aux vibrations -C-H.

## Conclusion général

---

On conclue aussi que la dispersion de la poly aniline a diminué la conductivité électrique d'un facteur de 1000; mesurée par un multimètre. Nous pouvons dire que le composite formé rend augmente sa résistivité mais il améliore ses propriétés mécaniques .

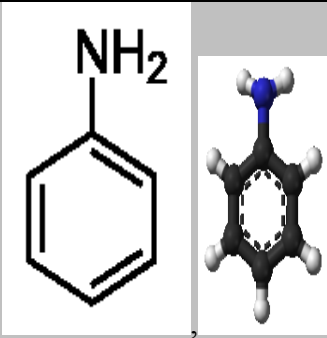
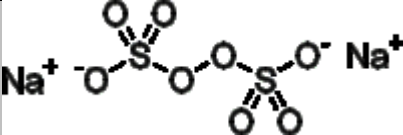
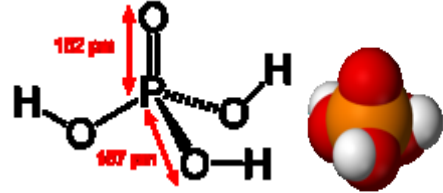
En fin, l'ensemble de ces résultats obtenus ne constitue qu'une première étape dans la recherche de composite argile-polymères. Des essais complémentaires seront nécessaires pour confirmer les performances mises en évidence par exemple : l'analyse par MEB et de déterminer la surface spécifique de l'argile et du composite.

## V. Références bibliographiques

---

- [1]: Caillère, Hénin and Rautureau, *Minéralogie des argiles*, Tome 1: Structure et propriétés physico-chimiques, 2ème éd., Masson, 1982.
- [2]: Caillère, Hénin and Rautureau, *Minéralogie des argiles*, Tome 2: Classification et nomenclature, 2ème éd., Masson, 1982.
- [3]: Wyart, *Silicates*, Encyclopaedia Universalis, 1990. 18.
- [4]: T Van, Elaboration de mousse nanocomposites polystyrène/ silicates lamellaire en milieu supercritique, thèse de doctorat, INSA de Lyon, (2007), p 2.
- [5]: F Junges, S Mariana, C Bárbara, C Adriana, *Chem. Soc.*, (2009), 20, p 472-477.
- [6]: J Ma, Z Qi, Y Hu, *J. Appl. Polym. Sci.* (2001), 82, p 3611–3617.
- [7]: P Reichert, H Nitz, S Klinke, R Brandsch, R Thomann, R Ihaupt, *Macromol. Mater. Eng.* (2000), 275, p 8–17.
- [8]: TD Fornes, PJ Yoon, H Keskkula, DR Paul, *Polymer*, (2001), 42, p 9929–9940.
- [9]: M Elbaz., Les nano composites à matrice organique, Master nanotechnologie, Lyon, (2004).
- [10]: S Bizat., Nanomatériaux hybrides organique/inorganique par copolymérisation polysilsesquioxanes polyédrique (POSSTM) avec des monomères méthacrylates, thèse de doctorat, INSA de Lyon, (2004), p 25.
- [11]: T Van, Elaboration de mousse nano composites polystyrène/ silicates lamellaire en milieu supercritique, thèse de doctorat, INSA de Lyon, (2007), p 2.
- [12]: F Junges, S Mariana, C Bárbara, C Adriana, *Chem. Soc.*, (2009), 20, p 472-477.
- [13]: P.C Lebaron, Z Wang, T.J Pinnavaia, *Appl. Clay Sci.*, (1999), 15, p 11-29.
- [14]: L Shichang , Z Wei , L Song , S Wenfang , *European Polymère Journal*, (2008), 44, p1613.
- [15]: N. ouis, synthèse de polystyrène et de polytetrahydrofurane catalysée par le kaolin de Tamazert, 2002.
- [16]: Lakhdar, M. " Méthodologie d'étude et techniques d'identification des paramètres de comportement des sols fins soumes à des cycles de sécheresse prolongée (Application aux argiles expansives de M'sila) ".
- [17]: M.Trchová, I.Sedenkova, E.Tobolkva, J.Stejskl, *De Polym.Degrad.Stabil*, 86(2004)179.
- [18]: Mohy de S de A. H. Elsayed, M Eldin, A. M. Elsyed, A. H Abo Elazm, younes de M. de E. et H.A. Motaweh, *Int.J.Electrochem.Sci.*, 6(2011)206.

# Annexe

Aniline	
NaCl	Na Cl
Sodumpersulfate (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	
Phosphoriqueacide 85% (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )	
L'eau(H <sub>2</sub> O)	H <sub>2</sub> O

# Annexe

## Distance basale d'argile polymère

**X'Pert Graphics & Identify (User-1/Iodates) - [Edit Peak List [Timaoui argile polymère]]**

File Edit Analyse Insert Graph Customise Window Help

General		Peaks					Comment
Position (*2Theta)	d K-Alpha1 (Å)	Rel. Intensity (%)	Intensity (counts)	Background (counts)	Tip Width (*2Theta)	Significance	
37.85200	2.37487	1.08	18.84	14.00	0.24000	0.61	
39.51114	2.27888	6.23	108.45	13.49	0.10000	1.43	
40.37044	2.23233	4.59	79.84	13.22	0.12000	2.07	
42.52894	2.12389	6.58	114.56	12.55	0.10000	1.75	
45.56141	1.98933	1.39	24.16	11.76	0.24000	0.81	
45.86339	1.97693	4.06	70.78	11.55	0.10000	1.21	
48.17382	1.88738	0.33	5.83	9.97	0.20000	0.75	
50.21422	1.81536	13.45	234.15	8.57	0.10000	2.22	
50.36917	1.81014	6.11	106.47	8.46	0.08000	0.71	
53.77346	1.70330	0.84	14.64	9.76	0.04000	0.69	
54.93952	1.66987	4.07	70.82	9.68	0.06000	0.95	
55.99615	1.64084	0.81	14.06	9.60	0.24000	0.61	
57.27431	1.60722	0.34	5.93	9.51	0.80000	0.71	
60.00147	1.54053	10.16	176.98	9.32	0.12000	3.92	
61.66892	1.50281	0.74	12.86	9.20	0.32000	0.66	
64.09387	1.45168	1.68	29.19	9.03	0.08000	0.90	
65.40555	1.42570	0.22	3.90	8.94	0.24000	0.83	
65.84577	1.41723	0.72	12.57	8.91	0.12000	0.66	
67.82303	1.38065	6.49	112.94	9.92	0.14000	2.84	
68.18259	1.37424	6.80	118.39	10.41	0.08000	1.08	
68.40305	1.37035	8.02	139.67	10.70	0.12000	2.64	

OK Save As... Insert Print  
Cancel Parameters... Delete Help

\*2Theta: d (Å): counts: Anchor: Timaoui argile polymère (Scan: measured)

Démarrer X'Pert-Dat... X'Pert Dat... X'Pert ... Documen... X'Pert Org... PCPDFWIN 4:08 PM

## Distance basale d'argile brute

**X'Pert Graphics & Identify (User-1/Iodates) - [Edit Peak List [Timaoui ech argile brute]]**

File Edit Analyse Insert Graph Customise Window Help

General		Peaks					Comment
Position (*2Theta)	d K-Alpha1 (Å)	Rel. Intensity (%)	Intensity (counts)	Background (counts)	Tip Width (*2Theta)	Significance	
35.04124	2.55865	8.14	168.71	40.90	0.30000	2.32	
36.64429	2.45032	8.49	176.10	40.30	0.21000	5.38	
37.81561	2.37707	2.55	52.84	39.87	0.60000	1.74	
39.54921	2.27677	6.87	142.40	39.54	0.12000	2.09	
40.34766	2.23354	4.79	99.32	39.75	0.15000	2.12	
42.54375	2.12319	7.04	145.90	40.37	0.18000	3.75	
45.86782	1.97675	4.95	102.55	33.12	0.15000	1.45	
48.06907	1.89125	0.43	8.90	24.52	0.24000	0.65	
50.20318	1.81574	11.77	244.05	22.43	0.09000	1.49	
50.36968	1.81012	6.90	143.07	22.27	0.06000	1.78	
53.96813	1.69761	1.13	23.48	29.82	0.60000	1.29	
54.96026	1.66929	3.65	75.60	34.04	0.24000	1.32	
55.45099	1.65568	2.86	59.32	36.12	0.18000	0.61	
56.07795	1.63864	1.54	31.96	38.78	0.30000	0.79	
60.01901	1.54012	9.76	202.30	30.22	0.09000	1.13	
61.68071	1.50255	4.09	84.72	27.29	0.24000	0.90	
64.09990	1.45156	2.40	49.76	24.08	0.12000	0.77	
65.81711	1.41778	0.59	12.15	25.22	0.18000	0.61	
67.80847	1.38091	6.97	144.48	29.35	0.09000	1.03	
68.21263	1.37371	7.01	145.34	30.79	0.06000	2.92	
68.40632	1.37029	6.19	128.37	31.49	0.09000	0.76	

OK Save As... Insert Print  
Cancel Parameters... Delete Help

\*2Theta: d (Å): counts: Anchor: Timaoui ech argile brute (Scan: measured)

Démarrer X'Pert-Dat... X'Pert Dat... X'Pert ... X'Pert Org... Documen... 12:14 PM

# Annexe

## Distance basale echpolyanilin

X'Pert Graphics & Identify (User-1/Iodates) - [Edit Peak List [Timaoui ech polyAni]]

File Edit Analyse Insert Graph Customise Window Help

Position (*2Theta)	d K-Alpha1 (Å)	Rel. Intensity (%)	Intensity (counts)	Background (counts)	Tip Width (*2Theta)	Significance	Comment
31.89349	2.80363	100.00	875.88	87.74	0.21000	12.36	
34.05987	2.63010	62.42	546.75	76.63	0.18000	7.14	
36.10544	2.48564	1.61	14.08	70.72	0.72000	0.74	
37.87562	2.37344	29.55	258.79	68.03	0.18000	4.39	
40.40391	2.23056	4.00	35.06	64.20	0.18000	1.03	
41.12416	2.19314	2.65	23.19	63.10	0.30000	0.78	
42.51578	2.12452	4.65	40.75	60.99	0.30000	2.21	
43.04839	2.09946	4.92	43.12	60.18	0.18000	0.76	
43.95749	2.05813	3.60	31.50	58.81	0.18000	0.62	
46.26538	1.96069	21.57	188.89	56.24	0.21000	4.02	
48.32573	1.88180	9.11	79.77	54.33	0.15000	0.84	
52.54608	1.74016	19.22	168.37	49.22	0.15000	1.73	
54.08302	1.69428	3.59	31.47	46.82	0.30000	1.56	
56.81546	1.61911	6.55	57.36	42.54	0.15000	0.74	
58.22486	1.58323	18.35	160.76	40.34	0.12000	1.19	
59.09569	1.56196	15.79	138.26	38.97	0.15000	1.62	
60.48173	1.52944	4.48	39.23	36.81	0.36000	2.54	
62.78508	1.47875	1.91	16.76	35.31	0.30000	1.01	
64.08930	1.45177	7.70	67.43	34.83	0.42000	4.19	
66.56589	1.40364	7.03	61.54	33.91	0.15000	0.86	
68.26014	1.37287	3.49	30.59	33.28	0.30000	1.67	
*							

OK Save As... Insert Print  
Cancel Parameters... Delete Help

\*2Theta: d (Å): counts: Anchor: Timaoui ech polyAni (Scan: measured)

Démarrer X'Pert-Dat... X'Pert Dat... X'Pert ... X'Pert Org... Documen... 12:17 PM

## Distance basale d'argile pur

X'Pert Graphics & Identify (User-1/Iodates) - [Edit Peak List [Timaoui ech argile pur]]

File Edit Analyse Insert Graph Customise Window Help

Position (*2Theta)	d K-Alpha1 (Å)	Rel. Intensity (%)	Intensity (counts)	Background (counts)	Tip Width (*2Theta)	Significance	Comment
38.62289	2.32922	0.37	8.14	9.01	0.40000	0.94	
39.61455	2.27317	7.95	175.63	8.96	0.06000	0.87	
40.43688	2.22882	3.91	86.44	8.92	0.08000	1.06	
42.59538	2.12074	6.73	148.79	8.81	0.12000	2.53	
45.57675	1.98870	1.90	42.02	8.66	0.16000	0.84	
45.94985	1.97342	3.77	83.36	8.65	0.10000	1.65	
50.27355	1.81336	13.04	288.27	7.42	0.10000	4.08	
50.42452	1.80828	7.83	172.99	7.27	0.06000	0.76	
52.95549	1.72767	0.20	4.47	6.94	0.64000	0.79	
55.02418	1.66750	4.08	90.13	8.46	0.12000	2.52	
55.48439	1.65476	2.07	45.67	8.79	0.08000	0.66	
55.94760	1.64215	0.80	17.66	9.13	0.10000	0.68	
56.71974	1.62161	0.45	9.93	9.70	0.40000	1.55	
60.10364	1.53815	10.27	226.85	8.19	0.10000	2.30	
60.26983	1.53431	4.16	91.87	8.19	0.10000	1.34	
61.84540	1.49895	0.77	16.99	8.14	0.32000	0.80	
64.16669	1.45021	1.63	36.02	8.08	0.12000	0.71	
65.96269	1.41500	0.37	8.23	8.03	0.24000	0.86	
67.03426	1.39496	0.15	3.37	8.06	0.12000	0.83	
67.87958	1.37964	4.88	107.91	9.57	0.14000	3.60	
68.28126	1.37250	8.12	179.40	10.30	0.08000	1.65	
68.47697	1.36905	6.88	152.02	10.66	0.06000	2.26	

OK Save As... Insert Print  
Cancel Parameters... Delete Help

\*2Theta: 59.19570 d (Å): 1.5596 counts: 2343.46 Anchor: Timaoui ech argile pur (Scan: measured)

Démarrer X'Pert-Dat... X'Pert Dat... X'Pert ... Documen... X'Pert Org... PCPDFWIN 4:10 PM

## ملخص:

في هذا العمل قمنا بصناعة مركب البولي إيمار / طين باستعمال عينة من طين ادرار و بولي إيمار البولي أنيلين كما تمت دراسة خصائصه الكيميائية و الفيزيائية بواسطة حيود الأشعة السينية RX و مطيافية الأشعة تحت الحمراء IR بعد تنقية الطين قمنا بمعالجته بواسطة محلول Na Cl من أجل الحصول على طين مالح اين استبدلت كل المراكز بالملح.

تحضير البولي أنيلين ثم باستعمال طريقة سهلة، أما تحضير مركب البولي إيمار/طين فقد قمنا بتحضير البولي إيمار في حضور الطين .

الطريقتين المستخدمتين للتحليل يسمحون بتأكيد طريقة تحضير المركب.

## الكلمات المفتاحية :

مركبات النانو ، البولي أنيلين، الطين.

## Résumé

La préparation de composite polymère/argile en utilisant un échantillon d'argiles d'Adrar et un polymère la poly aniline, a été réalisée et les propriétés physico-chimiques ont été étudié par la diffraction RX et par spectroscopie IR. L'échantillon d'argile est purifié. Après cette étape il est traité par une solution de Na Cl pour obtenir une argile sodique où tous les sites seront remplacés par le sodium.

La synthèse de la poly aniline est réalisée en adoptant une méthode simple. La préparation du composite polymère-argile est effectuée in situ en préparant le polymère dans une suspension d'argile. Les deux techniques d'analyse nous ont permis de confirmer la synthèse de notre composite.

**Mots-clés : Nano composite ; Polymère poly aniline ; Argile.**

## Abstract

The preparation of polymer/clay composite using a sample from adrar clay and polyaniline polymer was done and the physicochemical properties were studied using Rx diffraction and IR spectroscopy .

The sample of clay was purified,after purification the sample was treated by NaCl solution in order to obtain a sodic clay in which all sites were replaced by the sodium .

The synthesis of polyaniline was realized adoption a simple method , The preparation of polymer-clay composite was de termined in situ using The polymer in suspension of clay.

The two techniques of analysis permits us to confirm the sag thesis of ours ample.

**Key-words : Nano composite ; Polymer ; Clay**