

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIC ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
جامعة عمّار ثليجي بالأغواط  
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT

كلية العلوم  
FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT Sciences de la Matière



## ***Mémoire de Master***

**Domaine : Sciences de la matière**

**Filière : Chimie**

**Option : Molécules et matériaux inorganiques**

**Par :**

**Mr. Doudou Hamza**

### **THEME**

---

**Synthèse et caractérisation de nano-composites de type  
PMMA /Silice.**

---

*Soutenu publiquement devant le jury composé de :*

<i>Mr .Guibadj Abdenacer</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Président</i>
<i>Mr .Taouti mohamed benabdallah</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mlle. Batana Fatima Zohra</i>	<i>M.A.A</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mr .Zoukel Abdelhalim</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Encadreur</i>

**Année Universitaire 2016/2017**



## Dédicaces

*A mes très chers parents qui m'ont guidée durant les moments les plus pénibles de cette longue chemin ma mère Faffa qui a été à mes côtés durant toute ma vie, et mon père Bayoub qui a sacrifié toute sa vie afin de me voir devenir ce qui je suis merci me parent.*

*A mes très cher sœurs et frères pour leur soutien, leur encouragement et leur amour.*

*À toute ma famille sont exception je n'oublie pas surtout mes amis fidèles qui j'ai passé des bons moments et pour tous les souvenirs que j'emporte avec eux*

*A tous les professeurs et les cadre de notre département science de la matière.*

## Remerciements

*Avant toute chose, je remercie ALLAH le tout puissant, de m'avoir donnée la force et la patience pour mener à terme ce travail.*

*J'exprime mes profondes reconnaissances et mes sincères remerciements à mon encadreur Mr. Zoukel Abdelhalimet son doctorant Djilali Boulerabaa pour pour l'orientation et l'élaboration de ce travail.*

*Mes remerciements vont aussi à monsieur Hamdi Ahmad chef de département de sciences de la matière pour son aide précieux.*

*Je suis très honorés que et Monsieur Guibadj Abdenacer et monsieur Taouti mohamed benabdallah et Mademoiselle Batana Fatima Zohra aient acceptés d'être membres de notre jury et nous tenons à leur exprimer notre reconnaissance pour l'attention qu'ils ont portés à notre travail.*

*Aux enseignants et personnels de Département de sciences de la matière de l'université de Laghouat.*

*Nous remercierons aussi nos collègues et nos amis pour les sympathiques moments qu'on a passés ensemble.*

*Enfin, nous ne saurions oublier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

# LISTE DES FIGURES

- Figure I.1 : Représentation schématique d'un matériau composite.
- Figure I.2 : Images par microscopie électronique (MEB) de Nanoparticules de silice de 300nm.
- Figure I.3 : silice pyrogénée (silice fumée) non Traitée et amorphe.
- Figure I.4 : Principales catégories de silices de synthèse.
- Figure I.5 : représentation schématique de tétraèdre de silice  $\text{SiO}_4$ .
- Figure I.6 : (a) structure silice cristalline et (b) structure silice amorphe.
- Figure I.7 : différents groupements en surface de la silice.
- Figure I.8 : Poly méthacrylate de méthyle (PMMA).
- Figure I.9: Modes les plus utilisés pour la réalisation des nanocomposites.
- Figure I.10 : Les interactions possibles entre PMMA et  $\text{SiO}_2$ .
- Figure II.1 : Montage expérimental méthode 01
- Figure II.2 : Montage expérimental méthode 02
- Figure II.3 : Montage expérimental méthode 03
- Figure II.4. : Spectres IRTF de silice fumée CAB-O-SIL®M-5.
- Figure II.5 : Spectres IRTF des Nano1, Nano2 et Nano3, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ /Acétone) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.6 : Spectres IRTF des Nano4, Nano5 et Nano6, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ /Acétone) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.7 : Spectres IRTF des Nano7, Nano8 et Nano9, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ /Acétone) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.8 : Spectres IRTF du Nano10, Nano11 et Nano12 (PMMA/ $\text{SiO}_2$ /Acétonitrile) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

- Figure II.9 : Spectres IRTF du Nano13, Nano14 et Nano15 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.10 : Spectres IRTF du Nano16, Nano17 et Nano18 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.11 : Spectres IRTF du Nano19, Nano20 et Nano21, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Chloroforme) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.12: Spectres IRTF du Nano22, Nano23 et Nano23, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Chloroforme) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.13 : Spectres IRTF du Nano24, Nano25 et Nano26, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Chloroforme) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Figure II.14 : Spectres IRTF du Nano2, Nano5 et Nano8, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Acétone) préparé par la méthode I, II et III, Avec 5% de concentration.
- Figure II.15 : Spectres IRTF du Nano11, Nano14 et Nano17, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Acétonitrile) préparé par la méthode I, II et III, Avec 5% de concentration.
- Figure II.16 : Spectres IRTF du Nano20, Nano23 et Nano26, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ chloroforme) préparé par la méthode I, II et III, Avec 5% de concentration.
- Figure II.17 : Spectres IRTF du Nano2 Nano11 et Nano20, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode I, avec la concentration (5%).
- Figure II.18 : Spectres IRTF du Nano5 Nano14 et Nano23, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode II, avec la concentration (5%).
- Figure II.19 : Spectres IRTF du Nano8 Nano17 et Nano26., (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode III, avec la concentration (5%).

# LISTE DES TABLEAUX

- Tableau I.1 : Propriétés physiques des diverses silices.
- Tableau I.2 : donnée caractéristique en RMN  $^{29}\text{Si}$  et différents types de silanols de surface et de pont siloxane
- Tableau II.1 : les Propriétés physiques des PMMA
- Tableau II.2 : Propriétés physiques de la silice fumée CAB-O-SIL®M-5.
- Tableau II.3 : Quelques Propriétés physiques d'acétone.
- Tableau II.4 : Quelques Propriétés physiques d'acétonitrile.
- Tableau II.5 : Quelques Propriétés physiques de chloroforme.
- Tableau II.6 : Attribution des pics observés par IRTF de Silice  $\text{SiO}_2$
- Tableau II.7 : Les principaux pics observés par IRTF des Nano1, Nano2 et Nano3, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ /Acétone) préparé par la méthode I
- Tableau II.8 : Les principaux pics observés par IRTF des Nano4, Nano5 et Nano6, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ /Acétone) préparé par la méthode II
- Tableau II.9 : Les principaux pics observés par IRTF des Nano7, Nano8 et Nano9, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ /Acétone) préparé par la méthode III
- Tableau II.10 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano10, Nano11 et Nano12, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ / Acétonitrile) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Tableau II.11: Les principaux pics observés par IRTF du Nano13, Nano14 et Nano15, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ / Acétonitrile) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Tableau II.12 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano16, Nano17 et Nano18, (PMMA/ $\text{SiO}_2$ / Acétonitrile) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

- Tableau II.13 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano19, Nano20 et Nano21, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Tableau II.14 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano22, Nano23 et Nano24, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Tableau II.15 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano25, Nano26 et Nano27, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).
- Tableau II.16 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano2, Nano5 et Nano8, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode I, II et III, Avec 5% de concentration.
- Tableau II.17 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano11, Nano14 et Nano17, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ acétonitrile) préparé par la méthode I, II et III. Avec 5% de concentration.
- Tableau II.18 : Les principaux pics observés par IRTF du Nano20, Nano23 et Nano26, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode I, II et III. Avec 5% de concentration.
- Tableau II.19 : Spectres IRTF du Nano2 Nano11 et Nano20, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode I, avec la concentration (5%).
- Tableau II.20 : Spectres IRTF du Nano2 Nano11 et Nano20, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode II, avec la concentration (5%).
- Tableau II.21 : Spectres IRTF du Nano2 Nano11 et Nano20, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode III, avec la concentration (5%).

# LISTE DES ABREVIATION

Ac: Acétone

AcNt: Acétonitrile

BET :théorie Brunauer Emmett et Teller

Clf: Chloroforme

IRTF : infrarouge à transformé de fourrier

MEB : Microscopie électronique à balayage

MET : microscope électronique à transmittance

MMC : métal matrix composites

PMMA : poly méthacrylate de méthyle

PVAc : poly (acétate de vinyle)

RMN : résonance magnétique nucléaire

Tan $\delta$  : Coefficient de perte effectuée par l'analyse mécanique dynamique (DMA)

TEOS : tétraéthoxysilane

# Sommaire

Remerciements.....	i
Dédicace.....	ii
Liste des figures.....	iii
Liste des tableaux.....	v
Liste des abréviations.....	vii
Sommaire.....	viii
Introduction générale.....	1

## PARTIE I

I.1. Généralités sur les nanoparticules :.....	3
I.1.1. Nanoparticules organiques :.....	3
I.1.2. Nanoparticules inorganiques :.....	4
I.2. Nanoparticules de silices :.....	4
I.2.1. Silice naturelles :.....	5
I.3. Modes de préparation des nanosilices :.....	5
I.3.1 Silices de précipitation :.....	5
I.3.2. Gels de silice :.....	5
I.3.3. Silice fumée :.....	6
I.3.4. Autres voies de synthèse :.....	6
I.4. Paramètres caractéristiques des nanosilices :.....	6
I.4.1. La structure :.....	6
I.4.2. La surface spécifique :.....	7
I.4.3. L'activité chimique de la surface :.....	7
I.5. Propriétés physiques des nanosilices :.....	7
I.5.1. Surface et chimie de surface :.....	8
I.5.2. Les groupements chimiques :.....	8
I.6. Poly méthacrylate de méthyle (PMMA) :.....	10
I.6.1. Propriétés physiques et mécaniques.....	10
I.6.2. Propriétés chimiques :.....	11
I.7. Matériaux nanocomposites:.....	11

1.7.1 Types de nanocomposites :	11
I.7.1.a) Nanocomposites à matrice métallique :	12
I.7.1.b) Nanocomposites à matrice céramique :	12
I.7.1.c) Nanocomposites à matrice organique :	12
I.7.2.b) Mélange à l'état fondu	12
I.7.2.c) Mélange en solution	13
I.8. Les nanocomposites PMMA/Silice :	13

## PARTIE II

II.1. Matériaux et techniques	16
II.1.1. La matrice PMMA	16
II.1.2. La charge Silice	17
II.1.3. Les solvants	17
II.1.3 .a) Solvant 1 (Acétone)	17
II.1.3 .b) Solvant 2 (Acétonitrile)	17
II.1.3 .c) Solvant 3 (chloroforme)	18
II.1.4. Les méthodes de synthèses	18
II.1.4 a) Méthode I	18
II.1.4 b) Méthode II	19
II.1.4 c) Méthode III	20
II.1.5. Spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier IRTF	20
II. 2. Résultats obtenus	21
II.2.1. Nanosilices brute	22
II.2.2. L'influence de la concentration	23
II.2.2.1. Nanocomposites (méthode I avec l'acétone)	23
II.2.2.2. Nanocomposites (méthode II avec l'acétone)	24
II.2.2.3. Nanocomposites (méthode III avec l'acétone)	25
II.2.2.4. Nanocomposites (méthode I avec l'Acétonitrile)	26
II.2.2.5. Nanocomposites (méthode II avec l'Acétonitrile)	27
II.2.2.6. Nanocomposites (méthode III avec l'Acétonitrile)	28
II.2.2.7. Nanocomposites (méthode I avec le chloroforme)	29
II.2.2.8. Nanocomposites (méthode II avec le chloroforme)	30
II.2.2.9. Nanocomposites (méthode III avec le chloroforme)	31
II.2.3. L'influence de la méthode de synthèse	32

II.2.3.1. Nanocomposites (5% de silice avec l'acétone) .....	.32
II.2.3.2. Nanocomposites (5% de silice avec l'Acétonitrile) .....	.33
II.2.3.3. Nanocomposites (5% de silice avec le chloroforme) .....	.34
II.2.4. L'influence du solvant.....	.35
II.2.4.1. Nanocomposites (5% de silice avec la méthode I).....	.35
II.2.4.2. Nanocomposites (5% de silice avec la méthode II).....	.36
II.2.4.3. Nanocomposites (5% de silice avec la méthode III). .....	.37
II.3. Discussion des résultats. ....	.38
II.3.1. L'étude de l'effet du taux de la silice par IFTR: .....	.38
II.3.2. L'effet de la méthode de synthèse.....	.38
II.3.3. L'effet de solvant : .....	.39
II.4. Conclusion.....	.39
Conclusion générale.....	.40
Référence bibliographie .....	.41

# Introduction générale

L'incorporation des charges inorganiques dans une matrice polymère est une pratique industrielle courante. Ces composés sont souvent indispensables afin de conférer au matériau des propriétés optiques, mécaniques ou encore thermiques améliorées. Les nanocomposites surtout Silice/PMMA (notre sujet d'étude) est largement utilisé dans l'industrie et la vie de quotidien. La charge inorganique de ce nanocomposite est la silice qui fréquemment utilisée industriellement pour obtenir un renforcement efficace de matrices polymères. Une excellente transparence optique. Le PMMA est la matrice organique utilisé dans ces nanocomposites. Le principal atout du poly (méthacrylate de méthyle) est sa transparence optique dans le visible, elle est en effet définie par une transmission de l'ordre de 90 à 92% selon l'épaisseur de l'échantillon. Le vitrage reste l'une des premières applications du PMMA en feuilles. De manière générale, les systèmes acrylates et méthacrylates présentent de nombreux avantages : de nombreuses charges inorganiques fonctionnalisées sont commercialisées et leur compatibilité avec les monomères organiques facilite l'obtention de systèmes bien dispersés. En plus, les groupements silanols de surface Si-OH permettent des interactions privilégiées avec les groupements carbonyles C=O des polymères de type poly ((méthyl) acrylates). [3]

Le travail présenté dans ce manuscrit s'articule autour de deux parties

**La première partie I :** Nous présenterons une étude bibliographique concernant les nanoparticules et ces importances dans les matériaux hybrides organique-inorganique. Nous illustrerons les différentes modes de préparation ainsi que les paramètres caractéristique de ces nano silice. Le but est de trouver de nouvelles méthodes de synthèse pour que les propriétés physico-chimiques peuvent être améliorées dans les matériaux nanocomposites PMMA /SiO<sub>2</sub>.

**La deuxième partie II :** On présente les résultats expérimentaux de la caractérisation de films minces hybrides organiques-inorganiques de type PMMA-Silice, élaborés par voie sol-gel. Cette partie synthétisera l'ensemble des principaux résultats obtenus par la méthode spectroscopique IRTF et discutera la relation entre le déplacement du pic carbonyle et les entités (charge, matrice et solvant) qui contient un nanocomposite Silice/PMMA.

# Partie I : synthèse bibliographique

## I.1. Généralités sur les nanoparticules :

Les nanoparticules sont définies comme des particules ayant un diamètre  $\leq 100$  nm, les nanoparticules sont généralement des substances solides, inorganiques ou organiques, qui sont dispersées dans une matrice polymère sous forme de poudres ou fibres, destinées à modifier d'une manière sensible les propriétés mécaniques, électriques, thermiques, optique, d'améliorer l'aspect de surface, Elles varient beaucoup selon leur composition et leurs caractéristiques physico-chimiques. [1]

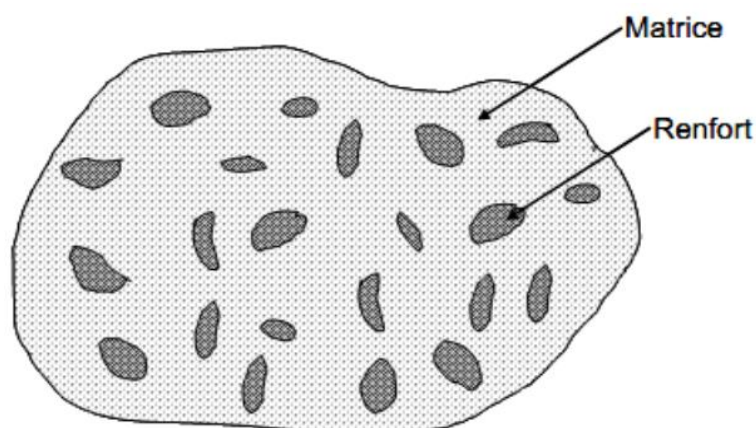


Figure (I.1) : Représentation schématique d'un matériau composite [2].

Les nanoparticules se distinguent des autres adjuvants par un taux d'incorporation beaucoup plus élevé et par un mode d'action plutôt physico-mécanique que chimique au sein de la matrice. Ces nanoparticules existent sous deux formes [3].

### I.1.1. Nanoparticules organiques :

De nombreux polymères organiques courants peuvent être produits dans des dimensions nanométriques. Le chlorure de polyvinyle ou le latex ainsi produits, par exemple, peuvent être, dans certaines conditions, solubilisés ou modifiés chimiquement. Plusieurs de ces polymères organiques sont à même d'être préparés sous forme de nanofils, donnant lieu à leur utilisation dans l'élaboration de systèmes d'ultrafiltration en phase liquide ou gazeuse, ou comme senseurs notamment. Certaines nanofibres organiques biodégradables pourraient être utilisées en médecine pour la réingénierie tissulaire, la régénération osseuse ou encore pour contrôler le relargage de médicaments [4].

### **I.1.2. Nanoparticules inorganiques :**

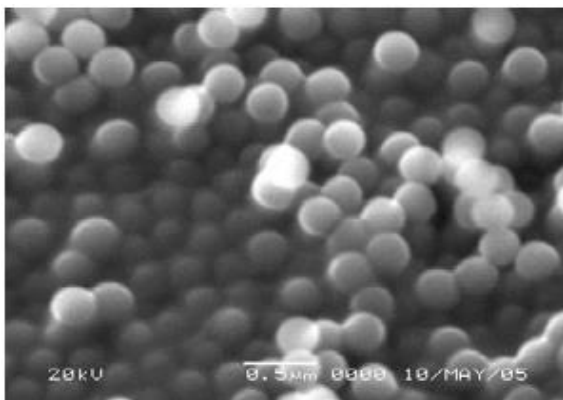
Les particules de taille nanométrique qui ont été faites à partir de différentes particules inorganiques donnent des propriétés améliorées aux matériaux composites. Différentes particules ont été employées pour préparer les nanocomposites de type polymère/ particules inorganiques, telles que :

- Les nanoparticules des métaux (Al, Fe, Au, Ag, etc.).
- Les nanoparticules des oxydes (ZnO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaCO<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, etc...).
- Les nanoparticules non métalliques.

Le choix des nanoparticules dépend des propriétés thermiques, mécaniques, électriques et de l'application désiré des nanocomposites [5].

### **I.2. Nanoparticules de silices :**

Les nanosilices sont sûrement les premières nanocharges à avoir été produites industriellement. En effet, dès 1944, qui entre comme une renforce (charge) dans la composition des nombreux nouveaux matériaux. La silice ou dioxyde de silicium, de formule générale (SiO<sub>2</sub>), est composée de l'enchaînement de tétraèdres SiO<sub>4</sub> liés entre eux. Elle peut être d'origine naturelle ou synthétique, amorphe ou cristalline.



**Figure (I.2) : Images par microscopie électronique (MEB) de Nanoparticules de silice de 300 nm [6].**



**Figure (I.3) : Poudre de silice pyrogène amorphe (silice fumée) non traitée.**

### **I.2.1. Silice naturelles :**

La silice se trouve sous forme naturelle dans des minéraux tels que le quartz, ou dans les végétaux. A l'état naturel, la silice se présente principalement sous forme cristalline. Plusieurs phases peuvent exister, en fonction de la température, de la pression et du degré d'hydratation. Ainsi, à pression atmosphérique, la silice cristalline anhydre se présente sous quatre phases différentes en fonction de la température. Le quartz est la forme la plus stable en dessous de 1143K, la tridymite entre 1143K et 1743K, la cristobalite entre 1743K et 1973K. Au dessus de 1973K la cristobalite se transforme en verre de silice amorphe [7].

### **I.2.2. Silice Synthétiques :**

Les silices synthétiques sont majoritairement produites sous forme amorphe (opale, verre de silice anhydre, silice colloïdale hydratée). Les silices synthétiques conduisent à des surfaces spécifiques plus importantes en raison de leur géométrie (arrangement aléatoire des Tétraèdres  $\text{SiO}_4$ ) et de leur porosité. Ceci leur confère des propriétés de surface intéressantes notamment, en termes de réactivité ou d'interactions physico-chimiques [8].

## **I.3. Modes de préparation des nanosilices :**

Les silices de synthèses sont obtenues principalement par trois modes :

### **I.3.1 Silices de précipitation :**

En général, les silices de précipitation sont peu coûteuses et ont une taille de particules supérieure à 10  $\mu\text{m}$ . Les silices de précipitation sont obtenues par voie humide, c'est-à-dire que les silicates sont traités avec des acides minéraux, comme l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique, pour produire après précipitation de fines particules de silice hydratées [7].

### **I.3.2. Gels de silice :**

Le procédé sol-gel est celui qui est le mieux décrit dans la littérature. Un de ses avantages est qu'il conduit à un produit pur et homogène à faibles températures. Le procédé sol-gel fait intervenir deux réactions courantes de la chimie, l'hydrolyse et la condensation pour former un réseau siloxane [1].

### I.3.3. Silice fumée :

La silice pyrogène est une poudre amorphe très fine, blanche, inodore, insipide. Les silices de pyrohydrolyse, ou bien les silices fumées (fumed silica) sont préparées par hydrolyse des composés de silicium (ex.  $\text{SiH}_4$ ,  $\text{HSiCl}_3$  ou  $\text{SiCl}_4$ ) dans un état de vapeur à haute température, dans une flamme d'oxygène et hydrogène entre 1200-1500°C [7,9].

### I.3.4. Autres voies de synthèse :

La figure (I.4) présente les différentes catégories de silice de synthèse classées suivant leur mode de préparation.

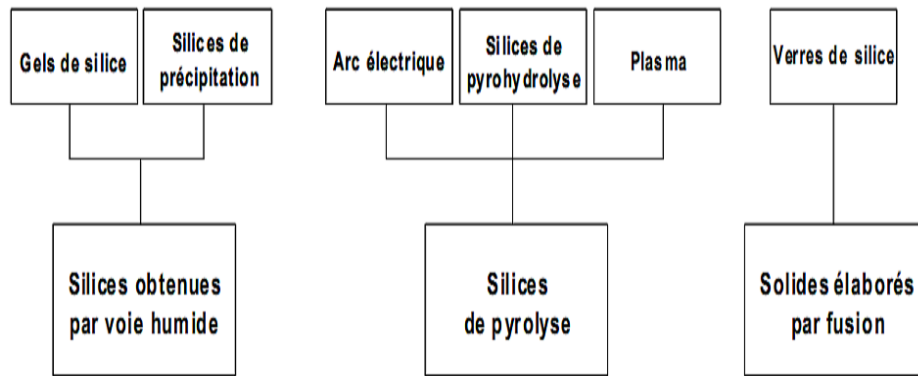


Figure (I.4) : Principales catégories de silices de synthèse. [3]

## I.4. Paramètres caractéristiques des nanosilices :

### I.4.1. La structure :

La silice peut se trouver sous trois formes allotropiques (même composition chimique, mais arrangements atomiques différents) : cristalline (ordre cristallographique à longue distance), vitreuse (ordre à courte distance) et amorphe (absence d'ordre).

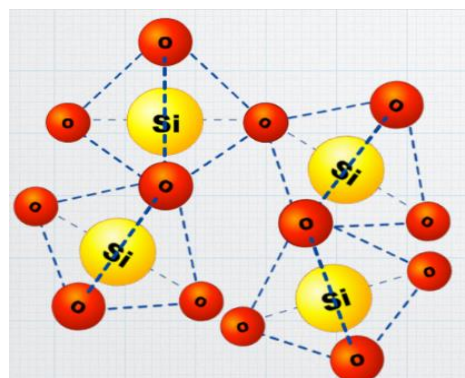


Figure (I.5) : représentation schématique de tétraèdre de silice  $\text{SiO}_4$

L'unité structurale de base de la silice est un atome de silicium entouré de quatre atomes d'oxygène constituant les sommets d'un tétraèdre.

La silice est constituée d'un arrangement de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  reliés entre eux par l'intermédiaire des sommets oxygènes. Ces tétraèdres sont caractérisés par la distance atomique Si-O (de 1,6 à 1,63 Å), et par la valeur de l'angle  $\theta$  entre les liaisons O-Si-O ( $\theta$  varie de  $110^\circ$  à  $180^\circ$ , avec une valeur moyenne de  $144^\circ$  pour la silice amorphe). [10]

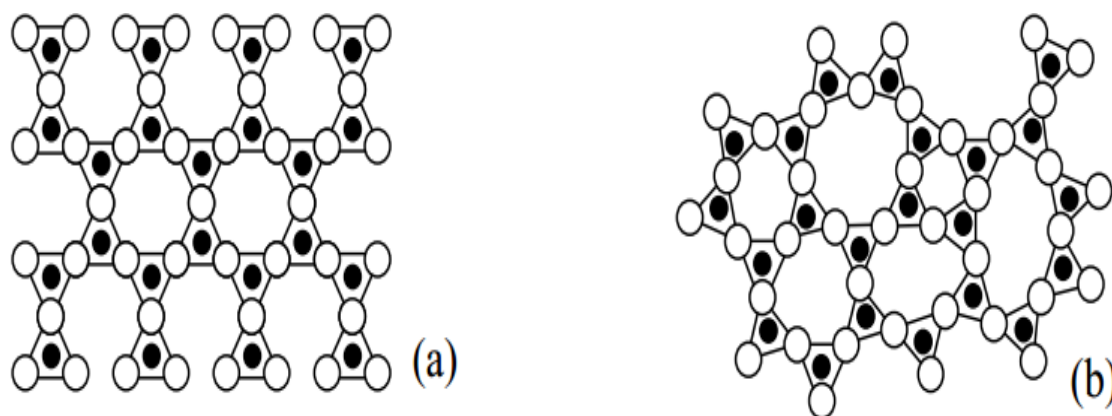


Figure (I.6) : (a) structure de silice cristalline, (b) structure de silice amorphe [10].

#### I.4.2. La surface spécifique :

La micro-silice ayant une plus petite surface spécifique que les nanosilices, la silice de synthèse présente des surfaces spécifiques importantes, de leur géométrie et de leur porosité. Elles sont alors beaucoup plus réactives, à l'opposé des silice naturelle qui sont limitées par la surface externe des cristaux.

#### I.4.3. L'activité chimique de la surface :

La silice est un composé très peu réactif. Il n'est pas soluble dans les solvants organiques. Il est très faiblement attaqué par les solutions alcalines (sauf sous forme de silice fondue). Sa solubilité dans l'eau est faible dans les conditions ambiantes mais augmente sensiblement en fonction de la température et de la pression. Les silices amorphes microporeuses sont plus facilement solubles que les formes cristallines. Les silanols sont responsables de la réactivité de la silice et de ses interactions. Les silanols isolés et géminés sont les plus réactifs. La réactivité de la silice dépend donc de la concentration et de la distribution des silanols.

## I.5. Propriétés physiques des nanosilices :

La silice est un matériau transparent dans tout le domaine visible ce qui lui donne des applications intéressantes en optique. Les propriétés physiques des silices dépendent essentiellement de leur procédé d'élaboration. Les principales caractéristiques déterminantes sont : la surface spécifique, la porosité et la taille des particules primaires et des agrégats.

Le tableau I.1 rassemble les principales caractéristiques physiques des silices en fonction de leur mode de préparation.[8]

**Tableau (I.1): Propriétés physiques des diverses silices.**

caractéristiques	Silice obtenues par voie thermique		Silice obtenues par voie humide		
	Silice fumée	Silice de l'arc	Silice de précipitation	Xérogels	Aérogels
Surface spécifique BET (m <sup>2</sup> /g)	50-600	25-300	30-800	100-250	250-400
Dimension des particules primaire (nm)	5-50	5-500	5-100	3-20	3-20
Dimension d'agrégat-agglomérat (μm)	*	2-15	1-40	1-20	1-15
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	2.2	2.2	1.9-2.1	2.0	2.0
Volume (ml/100g)	1000-2000	500-1000	200-2000	100-200	800-2000

### I.5.1. Surface et chimie de surface :

Quelles que soient les méthodes d'élaborations les silices présentent à leur surface plusieurs espèces chimiques qui jouent un rôle important dans les interactions de la silice avec d'autres composés [11].

## I.5.2. Les groupements chimiques :

Un des paramètres essentiels dans le renforcement des polymères par des particules de la silice est la connaissance de la nature des fonctions chimiques présentes sur leur surface et leur concentration. La surface de la silice se caractérise par deux groupements, les siloxanes (Si-O-Si) et les silanols (Si-OH) [12].

**Tableau (I.2) : Données caractéristiques en RMN<sup>29</sup>Si et différents types de silanols de surface et de pont siloxane [12]**

Silanol	Géminé	Isolé	Vicinal	Siloxane
RMN <sup>29</sup> Si	Q <sup>2</sup> ≈ - 90 ppm	Q <sup>3</sup> ≈ - 100 ppm	Q <sup>3</sup> ≈ - 100 ppm	Q <sup>4</sup> ≈ - 110 ppm
IR	$\nu_{OH} \approx 3\ 747\ \text{cm}^{-1}$ (sans liaison H)	$\nu_{OH} \approx 3\ 747\ \text{cm}^{-1}$	$\nu_{OH} \approx 3\ 660\ \text{cm}^{-1}$ $\nu_{OH} \approx 3\ 720\ \text{cm}^{-1}$	$\delta_{Si-O} \approx 470\ \text{cm}^{-1}$ $\nu_{Si-O} \approx 810\ \text{cm}^{-1}$
proche IR	$\nu_{OH} \approx 3\ 740\ \text{cm}^{-1}$ (une liaison H) $\nu_{OH} \approx 7330\ \text{cm}^{-1}$	$\nu_{OH} \approx 7330\ \text{cm}^{-1}$	terminaux $\nu_{OH} \approx 7246\ \text{cm}^{-1}$ $2\nu_{OH} \approx 7290\ \text{cm}^{-1}$	$\nu_{Si-O} \approx 1110\ \text{cm}^{-1}$ $\nu_{Si-O} \approx 1050-1085\ \text{cm}^{-1}$

- Les groupements silanols isolés ou libres, pour lesquels l'atome de silicium forme trois liaisons covalentes avec des atomes d'oxygènes de cœur et une quatrième avec un hydroxyle de surface.
- Les groupements silanols vicinaux ou pontants, où deux fonctions hydroxyles liées à des atomes de silicium différents sont suffisamment proches pour interagir par liaisons hydrogène.
- Les groupements silanols géminés, où deux fonctions hydroxyles sont liées à un même atome de silicium. Ils sont alors trop proches pour établir entre eux une liaison hydrogène [13].

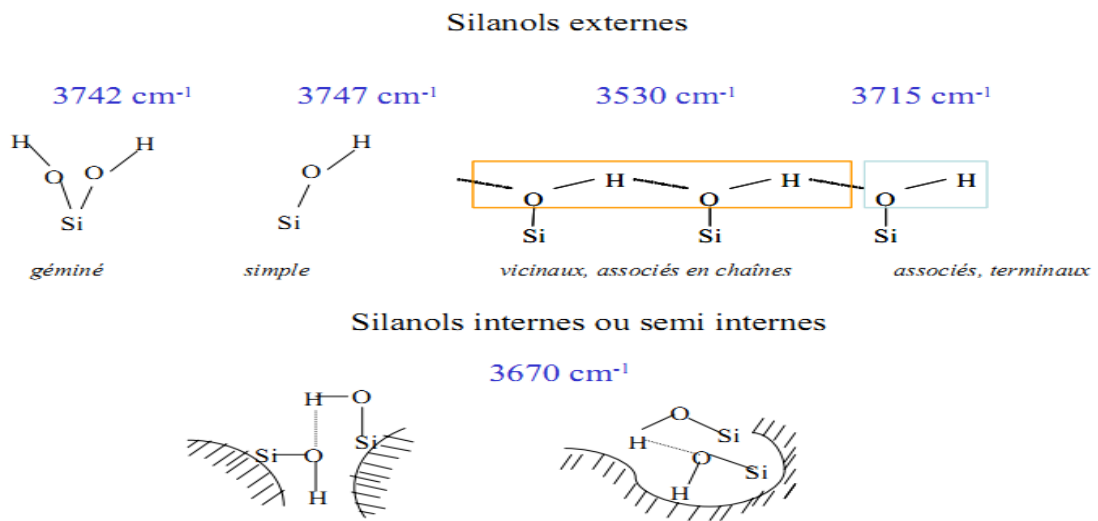


Figure (I.7) : Différents groupements en surface de la silice [13].

## I.6. Poly méthacrylate de méthyle (PMMA) :

Le PMMA (poly méthacrylate de méthyle) est un matériau organique de type polymère. Le PMMA est un exemple tout à fait unique de thermoplastiques, l'un des polymères les plus anciens entre les grands plastiques courants et les plastiques techniques. Ses principales propriétés sont la transparence et la résistance aux UV.

### I.6.1. Propriétés physiques et mécaniques :

Le PMMA est surtout connu pour ses propriétés optiques exceptionnelles. Ce polymère amorphe est d'une transparence remarquable (92% de transmission lumineuse), dans la visible 380 à 780 nm, et est un polymère amorphe dont la température de transition vitreuse est de 110 jusqu'à 135° C, c'est dire qu'à température ambiante, il est dur, rigide, cassant avec faible allongement.

## I.6.2. Propriétés chimiques :

Le PMMA est insipide et sans odeur et peut, dans certains cas, être reconnu de qualité alimentaire. Jusqu'à 60°C, le PMMA résiste assez bien aux acides organiques et minéraux dilués ainsi qu'aux solutions alcalines diluées mais il est attaqué par les produits courants : (Acétone - chloroforme – Acétonitrile - cyclohexane - alcool éthylique - eau oxygénée - nitrobenzène-ammoniaque (liquide) - essence de térébenthine - benzène – phénol.....).



Figure (I.8) : Poly méthacrylate de méthyle (PMMA).

## I.7. Matériaux nanocomposites:

Un nanocomposite est un matériau solide multiphasé dont une des phases a au moins une dimension inférieure à 100 nanomètres [14]. Un nanocomposite est généralement la combinaison d'une matrice massive avec une phase de renfort nanométrique donnent des propriétés différentes (structurales, chimiques, optiques, diélectriques, etc...).

Les propriétés mécaniques des nanocomposites sont différentes de celles des matériaux composites traditionnels à cause d'un rapport surface/volume élevé du renfort, et de son facteur de forme important. L'interface matrice-renfort présente une grande surface qui est typiquement un ordre de grandeur plus grand que celle dans le cas d'un matériau composite traditionnel. Cette interface implique qu'une faible quantité de renfort nanométrique peut avoir un effet observable sur les propriétés macroscopiques du composite.

Le renfort se présente généralement sous forme de particules, tissus ou structures et assure la tenue mécanique, la matrice est généralement un polymère qui lie les points de renfort et participe au transfert des contraintes subit par le matériau final. [15].

### 1.7.1 Types de nanocomposites :

Les nanocomposites se sont classés selon la nature de leur matrice :

### **I.7.1.a) Nanocomposites à matrice métallique :**

Dans certains procédés de fabrication où s'inspirent de la métallurgie des poudres, les particules de seconde phase peuvent être des oxydes, borures, carbures, nitrures. Les composites à matrice métallique encore appelés MMCs (métal matrix composites) sont développés grâce à la facilité et à la maîtrise des procédés de fabrication ainsi qu'à leur faible coût. Ils peuvent être utilisés jusqu'à 600°C. [16]

### **I.7.1.b) Nanocomposites à matrice céramique :**

Ils sont utilisés pour des applications à plus haute température jusqu'à 1000°C, comme les oxydes, les carbures ou les nitrures. L'utilisation des céramiques est limitée notamment par leur ténacité à rupture, leur résistance à la fatigue et aux chocs thermiques. Pour résoudre ces problèmes, l'incorporation d'une seconde phase ductile dans la matrice céramique est une solution. [16]

### **I.7.1.c) Nanocomposites à matrice organique :**

Les matrices thermoplastiques englobes (poly méthacrylate de méthyle PMMA, Polyamide PA, Polyéthylène PE, Polypropylène PP, Polystyrène PS, Polycarbonate PC, etc...) ils sont sûrement les plus développés du fait de l'importance commerciale de ces derniers et de la maîtrise (coût et savoir-faire), de nombreux processus de fabrication ne peuvent être utilisés que dans un domaine de températures ne dépassant pas 200 à 300°C. [16]

## **I.7.2. Méthode de préparation de nanocomposites**

Il existe plusieurs méthodes de préparation de nanocomposite, les trois principales sont :

### **I.7.2.a) Polymérisation in-situ :**

Les phases organiques et inorganiques sont mélangées sous forme de monomère polymérisable. La synthèse des deux phases se fait alors simultanément et provoquent une réaction de polymérisation in situ. La réaction de polymérisation peut aussi être déclenchée par chauffage ou par rayonnement. [15]

### **I.7.2.b) Mélange à l'état fondu**

Le procédé d'obtention par mélange à l'état fondu, Le principe repose sur le mélange de la matrice polymère à l'état fondu avec les nanocharges modifiées ou non. Dans ces conditions, la mobilité des chaînes de polymère est suffisante, si l'interaction entre la matrice polymère et les nanocharges est bonne pour former un nanocomposites intercalé ou exfolié. Cette méthode est

préférée dans le milieu industriel, et le grand intérêt de cette méthode est de s'affranchir de l'utilisation d'un solvant. [3]

### I.7.2.c) Mélange en solution

Le principe d'élaboration repose sur la possibilité de disperser la nanoparticule dans un solvant dans lequel le polymère est soluble, le solvant est ensuite évaporé lentement afin d'éviter la formation de bulles d'air, on obtient le nanocomposite. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet d'abaisser la viscosité et la température de mise en œuvre. En revanche, l'étape d'extraction du solvant est cruciale car il faut empêcher les nanocharges de s'agréger à nouveau. [8]

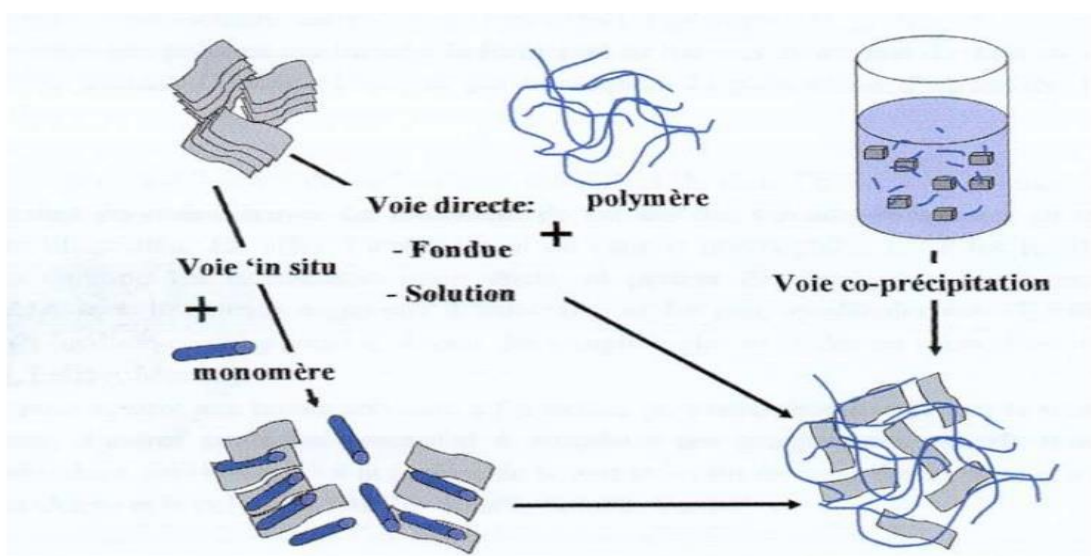


Figure (I.9) : Modes les plus utilisés pour la réalisation des nanocomposites.

## I.8. Les nanocomposites PMMA/Silice :

Le développement des nanocomposites à matrice polymère peut être considéré comme un avancement technologique significatif dans l'industrie de plastiques au cours de ces dernières années.

Les nanocomposites sont des matériaux dont les quelles des nanocharges telles que les feuillets d'argile ou les particules sphériques organiques ou minérales sont dispersées au sein d'une matrice organique, thermoplastique, thermodurcissable ou élastomères. [17, 18]

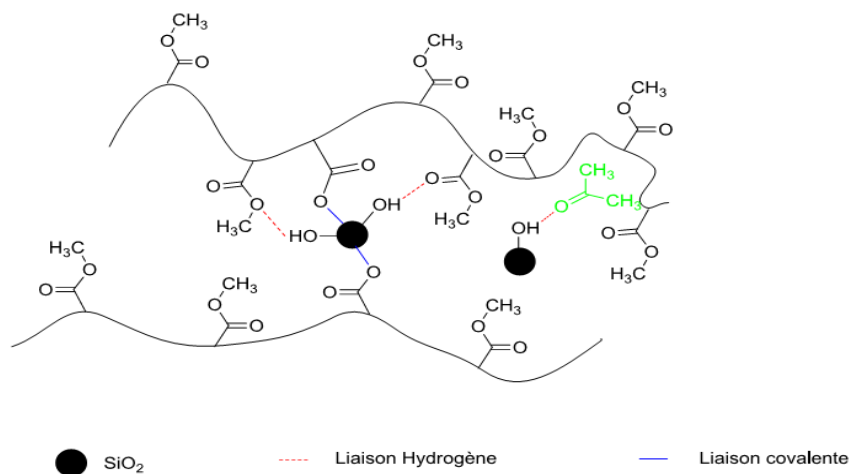
Pope et coll. ont synthétisé des matériaux hybrides PMMA-SiO<sub>2</sub> constitués d'une matrice d'accueil qui est un gel de silice poreux élaboré par voie sol-gel (volume poreux  $\approx 30\%$  et  $\langle \phi \rangle = 10$  nm) ; ce dernier présente le double avantage d'être transparent et stable après imprégnation

dans une solution de méthacrylate de méthyle (MMA) qui est ensuite polymérisé au sein de la matrice minérale [19]. Klein et coll. [20], [21] ont également élaborés de nombreux matériaux hybrides transparents de ce type dans le cadre d'applications optiques. Ces nanocomposites PMMA-SiO<sub>2</sub> présentent des propriétés mécaniques supérieures au PMMA massif : l'imprégnation de PMMA augmente le module d'élasticité et induit une dureté trois à cinq fois supérieure.

Landry et coll. [22], [23] ont choisi de polymériser in situ un alcoxyde de silicium (le TEOS) au sein de différents polymères commerciaux vitreux (poly (méthacrylate de méthyle) - PMMA, poly (acétate de vinyle) - PVAc...) en introduisant directement l'alcoxyde de silicium et l'eau acidifiée dans la solution de polymère. Ainsi un renfort vitreux est aisément introduit

Au sein d'une matrice organique ; la silice transmet au polymère des caractéristiques plus élevées en termes de dureté, résistance à la compression, résistance chimique face aux solvants.

La quantité de PMMA adsorbée sur la silice augmente lorsque les domaines de silice sont petits c'est-à-dire lorsque la surface de la silice augmente. L'augmentation de la transition vitreuse, la présence d'un plateau caoutchouteuse au-dessus de la température de transition vitreuse ainsi que l'élargissement du pic de tanδ observés pour les systèmes PMMA-TEOS et PVAc-TEOS en catalyse acide, déposés à 30°C suggèrent un mélange intime entre les chaînes de polymère et le réseau de silice. [24]



**Figure (I.10): Les interactions possibles entre PMMA et SiO<sub>2</sub>.**

# Matériel et méthodes

## II.1. Matériaux et techniques

Ce chapitre a pour objectif de présenter :

- Les procédures de synthèse : nos échantillons nanocomposites PMMA/SiO<sub>2</sub> ont été synthétisés avec trois différents concentrations de nanosilices (1%, 5% et 10%), trois différents solvants (Acétone, Acétonitrile et Chloroforme) en utilisant trois différents méthodes de synthèse (I, II et III).
- Les procédures de caractérisation : nos échantillons nanocomposites PMMA/SiO<sub>2</sub> ont été caractérisés par la méthode spectroscopique IRTF (Infrarouge à Transformer de Fourier) pour déterminer les différentes interactions qui se produisent entre la charge (silice) et la matrice (PMMA).

### II.1.1. La matrice PMMA

Le polymère utilisé dans notre étude est le PMMA (poly méthacrylate de méthyle).

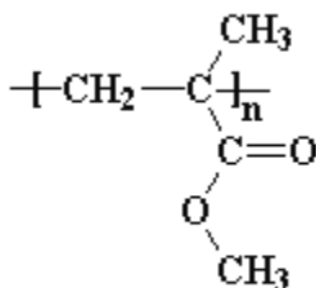


Tableau II.1 : Les Propriétés physiques de PMMA

Propriétés	PMMA
Décente	1.08 (g/cm <sup>3</sup> )
Adsorption d'eau	0.3%
Masse molaire Mn	100 000g .mol <sup>-1</sup>
Transition vitreuse	95° C

## II.1.2. La charge Silice

La silice utilisée dans le cadre de cette étude est une silice non traitée de type pyrogène amorphe (silice fumée). Elle est commercialisée par la société CABOT, CAB-O-SIL, grade M5. Ces principales propriétés sont représentées dans le tableau II.2.

**Tableau (II.2) : Propriétés physiques de la silice fumée CAB-O-SIL®M-5.**

Propriétés	Valeurs
Surface spécifique BET (m <sup>2</sup> /g)	200
Densité (g/cm <sup>3</sup> ) à 20°C	2.2
Taille d'agrégat Unité (µm)	0.2 - 0.3

## II.1.3. Les solvants

### II.1.3 .a) Solvant 1 (Acétone)

L'acétone est de formule chimique CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>, est un liquide transparent, inflammable, d'odeur caractéristique (plutôt fruitée). La température de fusion de l'acétone est de -94,6 °C et celle d'ébullition est de 56,05 °C, sa densité est de 0,78 g/cm<sup>3</sup>. L'acétone est un solvant très utilisé dans l'industrie et en laboratoire car il a l'avantage de solubiliser de manière particulièrement rapide de nombreuses espèces organiques et parce qu'il est miscible avec l'eau. C'est également un composé à la base de la fabrication de plastiques, de médicaments...).

**Tableau (II.3) : Quelques Propriétés physiques de l'acétone.**

Propriétés	Valeurs
Masse molaire	58,07 g/mol
Densité	0,78 g/cm <sup>3</sup>
T° ébullition	56,05 °C

### II.1.3 .b) Solvant 2 (Acétonitrile)

L'acétonitrile, ou cyanure de méthyle, est un composé chimique de formule  $\text{CH}_3\text{CN}$ . Ce liquide est incolore et d'odeur sucrée. Sa température de fusion est de  $-46\text{ }^\circ\text{C}$  et celle d'ébullition de  $82\text{ }^\circ\text{C}$ . Il a une densité de 0,8 est le nitrile organique le plus simple, et très souvent utilisé en tant que solvant.

**Tableau (II.4) : Quelques Propriétés physique d'Acétonitrile.**

Propriétés	valeurs
Masse molaire	41,0519 g/mol
Densité	0,8 g/cm <sup>3</sup>
T° ébullition	82 °C

### II.1.3 .c) Solvant 3 (chloroforme)

Le chloroforme ou trichlorométhane est un composé chimique organochloré de formule brute  $\text{CHCl}_3$ . Le chloroforme est un liquide hautement volatil. Toutefois les vapeurs de chloroforme ne forment pas de mélanges explosifs avec l'air. Le chloroforme est un excellent solvant pour de nombreux matériaux organiques tels que les graisses, huiles, résines, cires, etc.

**Tableau (II.5) : Quelques Propriétés physique de chloroforme.**

Propriétés	Valeurs
Masse molaire	119,3 g/mol
Densité	1,4892 g/cm <sup>3</sup>
T° ébullition	62°C

### II.1.4. Les méthodes de synthèses

On a utilisé trois différents méthodes pour synthétisés les films nanocomposite (PMMA/SiO<sub>2</sub>). Ces méthodes sont décrites ci-dessous :

### II.1.4 a) Méthode I

Dans cette méthode, on dissout le polymère (PMMA) et les nanocharges ( $\text{SiO}_2$ ) simultanément dans le même solvant. En effet, 0.208 g du PMMA et une quantité de silice sont se dissoutes simultanément dans l'acétone (30 ml) sous agitation magnétique à température fixe ( $T= 40^\circ\text{C}$ ). En pourcentage massique  $\text{PMMA}/\text{SiO}_2 = 99/1, 95/5$  et  $90/10$ . Un film mince est synthétisé puis séché à température  $T= 40^\circ\text{C}$  pendant 4h.

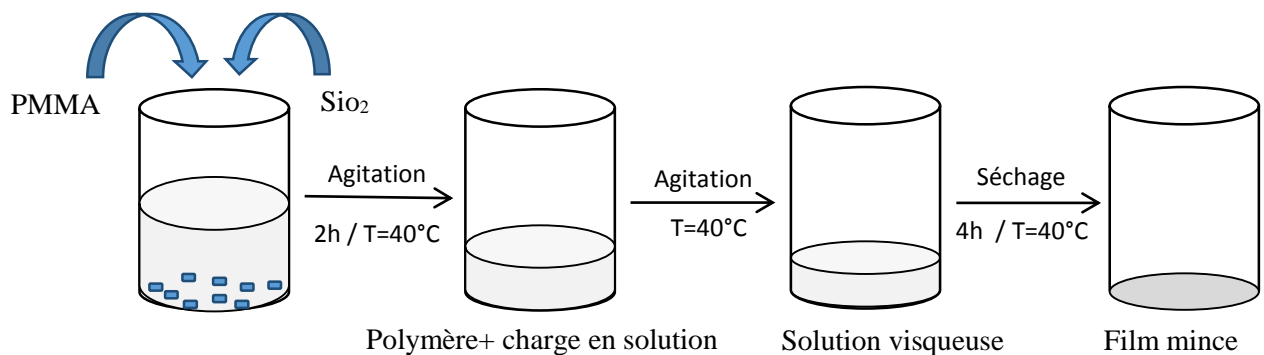


Figure (II.1): Montage expérimental de la méthode I

### II.1.4 b) Méthode II

Dans cette méthode, On dissout le polymère (PMMA) dans le solvant, puis les nanocharges ( $\text{SiO}_2$ ) sont ajoutées à la solution du polymère. En effet, 0.208 g du PMMA est dissous dans l'acétone (30 ml), la silice à l'état fondu est mélangé à cette solution de polymère sous agitation magnétique à température  $T = 40^\circ\text{C}$ . En pourcentage massique  $\text{PMMA}/\text{SiO}_2 = 99/1, 95/5$  et  $90/10$ . Un film mince est synthétisé puis séché à la même température de préparation pendant 4h.

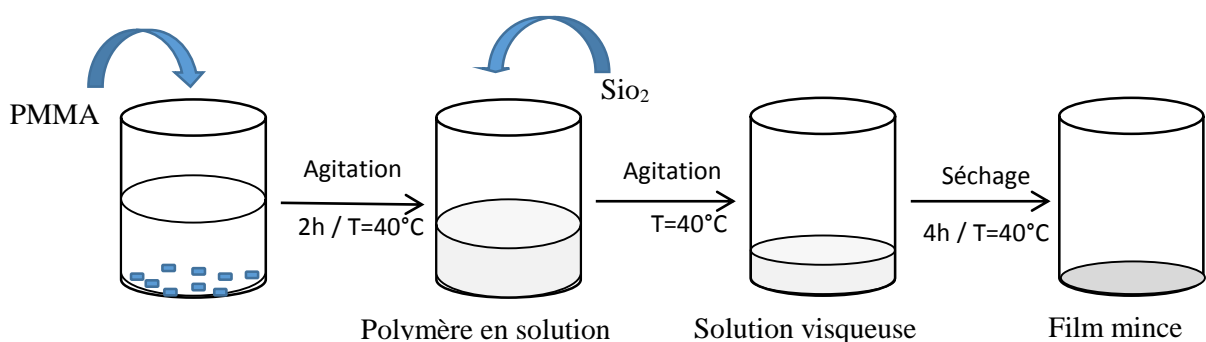


Figure II.2: Montage expérimental de la méthode II

### II.1.4 c) Méthode III

Le polymère (PMMA) est dissous dans le solvant, les nanocharges ( $\text{SiO}_2$ ) sont dispersées dans le même solvant, puis elles sont ajoutées à la solution du polymère. 0.208 g du PMMA En effet, le PMMA est dissous dans l'acétone (25 ml), la silice est dispersée dans l'acétone (5 ml), puis cette silice en solution est ajoutée à la solution du polymère sous agitation magnétique à température  $T = 40^\circ\text{C}$ . En pourcentage massique  $\text{PMMA}/\text{SiO}_2 = 99/1, 95/5$  et  $90/10$ . Le film mince synthétisé et séché à la même température de préparation pendant 4h.

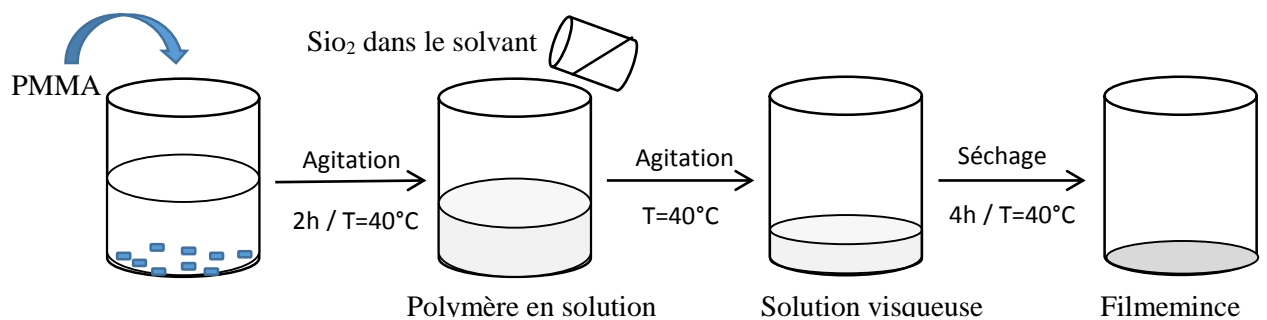


Figure II.3: Montage expérimental de la méthode III

Pour les trois méthodes I, II et III on a utilisé le pourcentage massique  $\text{PMMA}/\text{SiO}_2 = 99/1, 95/5$  et  $90/10$  ainsi que les trois solvants : Acétone; Acétonitrile et Chloroforme.

### II.1.5. Spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier IRTF

La spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier (IRTF), on a utilisé l'appareille ( FT/IR-4200 JASCO ), est une méthode d'analyse qui permet de donner des informations sur la structure des macromolécules, l'identification des groupements contenus dans les molécules ainsi que la transformation qui se manifeste au niveau de la structure des chaînes. Le principe d'analyse est comme suit: lorsqu'une radiation infrarouge IR traverse un film de polymère, le spectre de la radiation émergente révèle des bandes d'absorptions dues à des vibrations et à des rotation particulière des groupements atomiques qui caractérisent la structure de l'échantillon.

# Résultats obtenus

## II. 2. Résultats obtenus

Les résultats qui ont été obtenus par l'analyse spectroscopique infrarouge IRTF de notre composite PMMA/SiO<sub>2</sub> se sont montrés et discutés ci-dessous. Ce nanocomposite a été préparé comme décrite auparavant (plus de détail voir partie II.1.4) :

- En solution par trois différentes méthodes I, II et III.
- En fonction de trois différentes concentrations 1%, 5% et 10%.
- En fonction de trois différents solvants, acétone, Acétonitrile et chloroforme.

### II.2.1. Nanosilices brute

La figure II.4 montre le spectre IRTF des différents groupements de la silice fumée CAB-O-SIL®M-5.

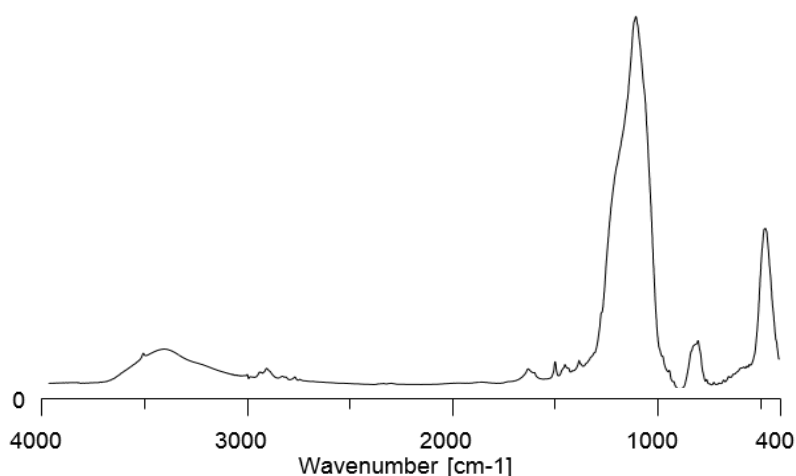


Figure II.4 : Spectres IRTF de silice fumée CAB-O-SIL®M-5.

Les pics caractéristiques des différents groupements de la silice sont déterminés et rapportés dans le tableau II.6.

Tableau II.6 : Attribution des pics observés par IRTF de la silice

SPEC IR cm <sup>-1</sup>	-O-H	Si-O-Si	Si-OH
SiO <sub>2</sub>	3432	1103	797

- Une bande d'absorption située au voisinage de 3432 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- Une bande d'absorption au voisinage de 1103 cm<sup>-1</sup> correspondante à la liaison siloxane Si-O-S.
- Une bande d'absorption située au voisinage 797 cm<sup>-1</sup> correspondante au groupement Si-OH des silanols géminés.

## II.2.2. L'influence de la concentration

### II.2.2.1. Nanocomposites (méthode I avec l'acétone)

La Figure II.5 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode I dans l'acétone et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).

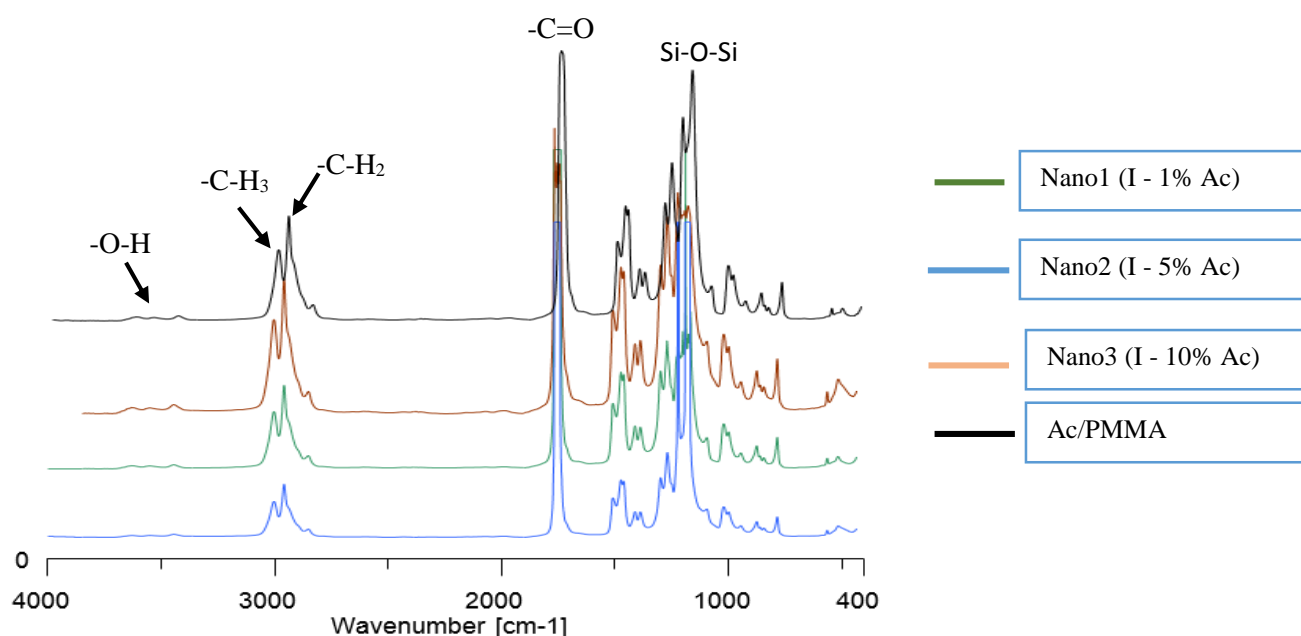


Figure II.5 : Spectres IRTF des Nano1, Nano2 et Nano3, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode I avec l'acétone) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.7.

Tableau II.7: Les principaux pics observés par IRTF des Nano1, Nano2 et Nano3, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode I.

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/Ac	/	2995	2950	1731	1149	/
Nano1	(I - 1% Ac )	3439	2995	2950	1713	1272	1141
Nano2	(I - 5% Ac )	3439	2995	2950	1717	1271	1149
Nano3	(I - 10%Ac)	3439	2995	2950	1719	1271	1148

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/Ac à 1731cm<sup>-1</sup>, Nano1 à 1713cm<sup>-1</sup>, Nano2 à 1717cm<sup>-1</sup>et Nano3 à 1719cm<sup>-1</sup>.

- L'apparition de deux pics voisins à  $2995\text{ cm}^{-1}$  et  $2950\text{ cm}^{-1}$  correspondants respectivement aux  $\text{CH}_3$  et  $\text{CH}_2$ .

### II.2.2.2. Nanocomposites (méthode II avec l'acétone)

La Figure II.6 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode II dans l'acétone et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).

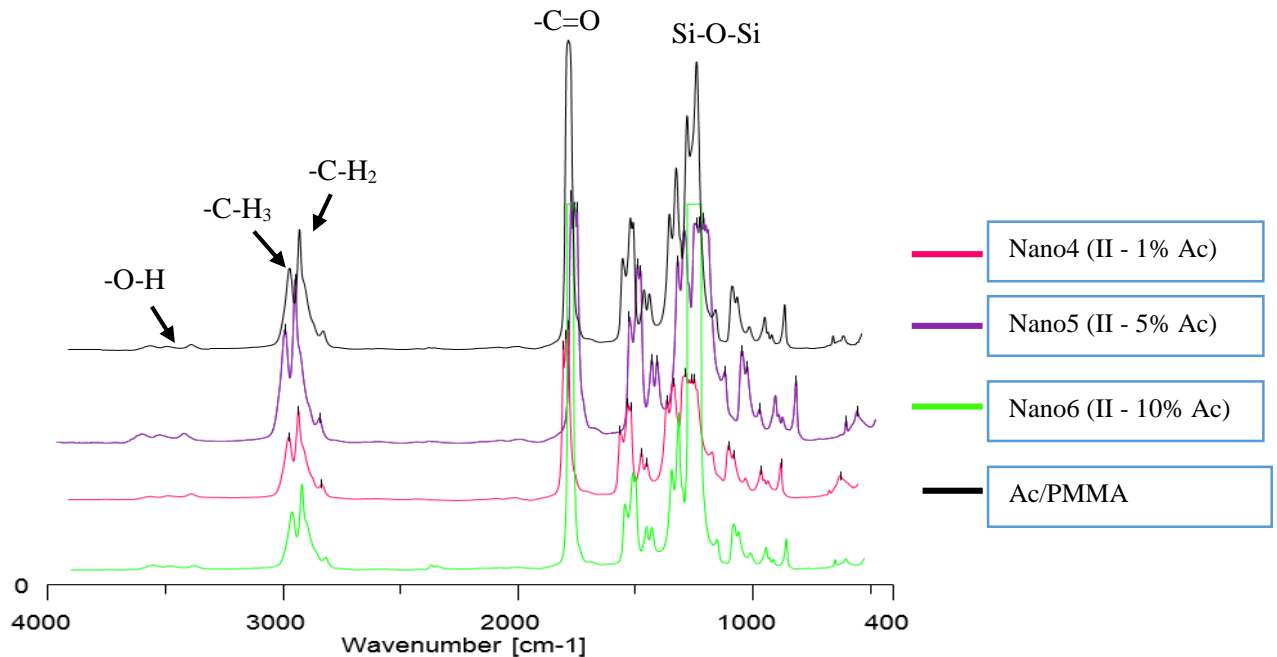


Figure II .6: Spectres IRTF du Nano4, Nano5 et Nano6, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode II avec l'acétone) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.8.

Tableau II.8: Les principaux pics observés par IRTF du Nano4, Nano5 et Nano6, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

	Spectres $\text{cm}^{-1}$	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/Ac	/	2995	2950	1731	1149	/
<b>Nano4</b>	(II- 1% Ac )	3439	2995	2950	1719	1271	1147
<b>Nano5</b>	(II- 5% Ac)	3439	2995	2950	1725	1271	1156
<b>Nano6</b>	(II- 10% Ac)	3439	2995	2950	1726	1272	1154

- La présence une bande d'absorption située à  $3439\text{ cm}^{-1}$  attribuée au groupement -OH.

- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/Ac à  $1731\text{cm}^{-1}$ , Nano4 à  $17119\text{cm}^{-1}$ , Nano5 à  $1725\text{cm}^{-1}$  et Nano6 à  $1726\text{cm}^{-1}$ .
- L'apparition de deux pics voisins à  $2995\text{cm}^{-1}$  et  $2950\text{cm}^{-1}$  correspondants respectivement aux  $\text{CH}_3$  et  $\text{CH}_2$ .

### II.2.2.3. Nanocomposites (méthode III avec l'acétone)

La Figure II.7 présente les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode III dans l'acétone et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).

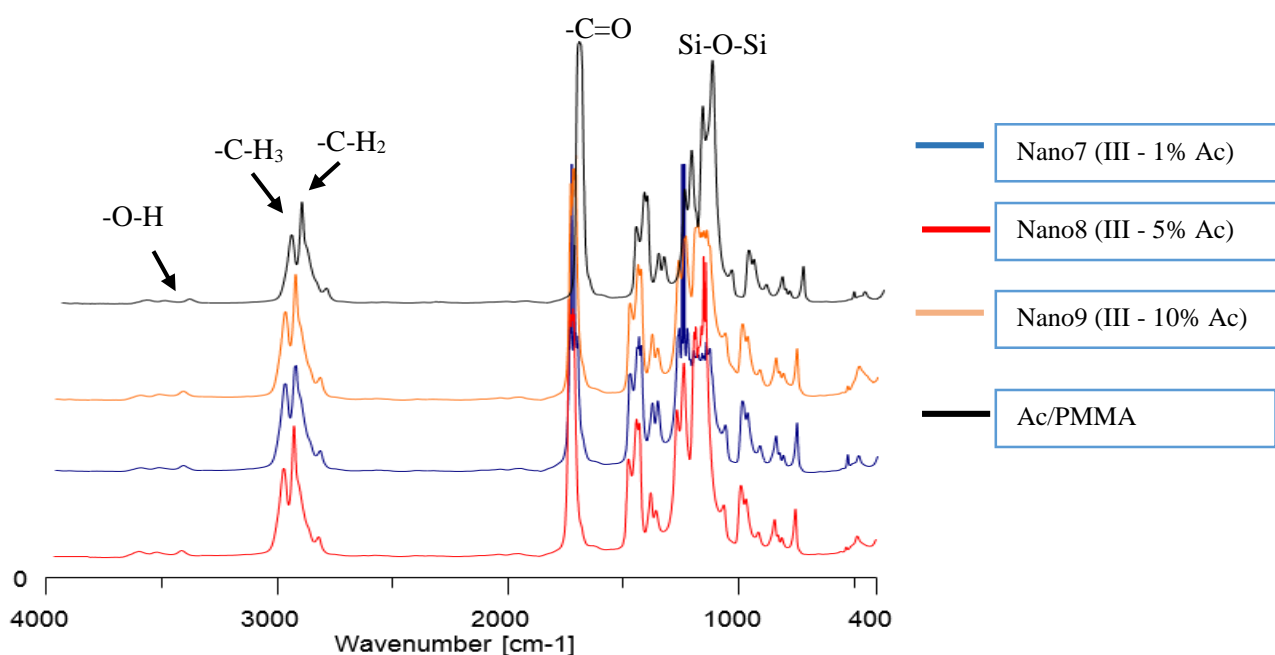


Figure II.7 : Spectres IRTF du Nano7, Nano8 et Nano9 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode III avec l'acétone) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.9.

Tableau II .9: Les principaux pics observés par IRTF du Nano7, Nano8 et Nano9, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

	Spectres $\text{cm}^{-1}$	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/Ac	/	2995	2950	1731	1149	/
<b>Nano7</b>	(III- 1% Ac )	3439	2994	2950	1722	1271	1152
<b>Nano8</b>	(III- 5% Ac )	3439	2994	2950	1725	1270	1143
<b>Nano9</b>	(III- 10% Ac)	3439	2994	2950	1725	1270	1149

- La présence d'une bande d'absorption située à  $3439\text{ cm}^{-1}$  attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/Ac à  $1731\text{ cm}^{-1}$ , Nano7 à  $1722\text{ cm}^{-1}$ , Nano8 à  $1725\text{ cm}^{-1}$  et Nano9 à  $1725\text{ cm}^{-1}$ .
- L'apparition de deux pics voisins à  $2995\text{ cm}^{-1}$  et  $2950\text{ cm}^{-1}$  correspondants respectivement aux  $\text{CH}_3$  et  $\text{CH}_2$ .

#### II.2.2.4. Nanocomposites (méthode I avec l'Acétonitrile)

La Figure II.8 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode I dans l'acétonitrile et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).

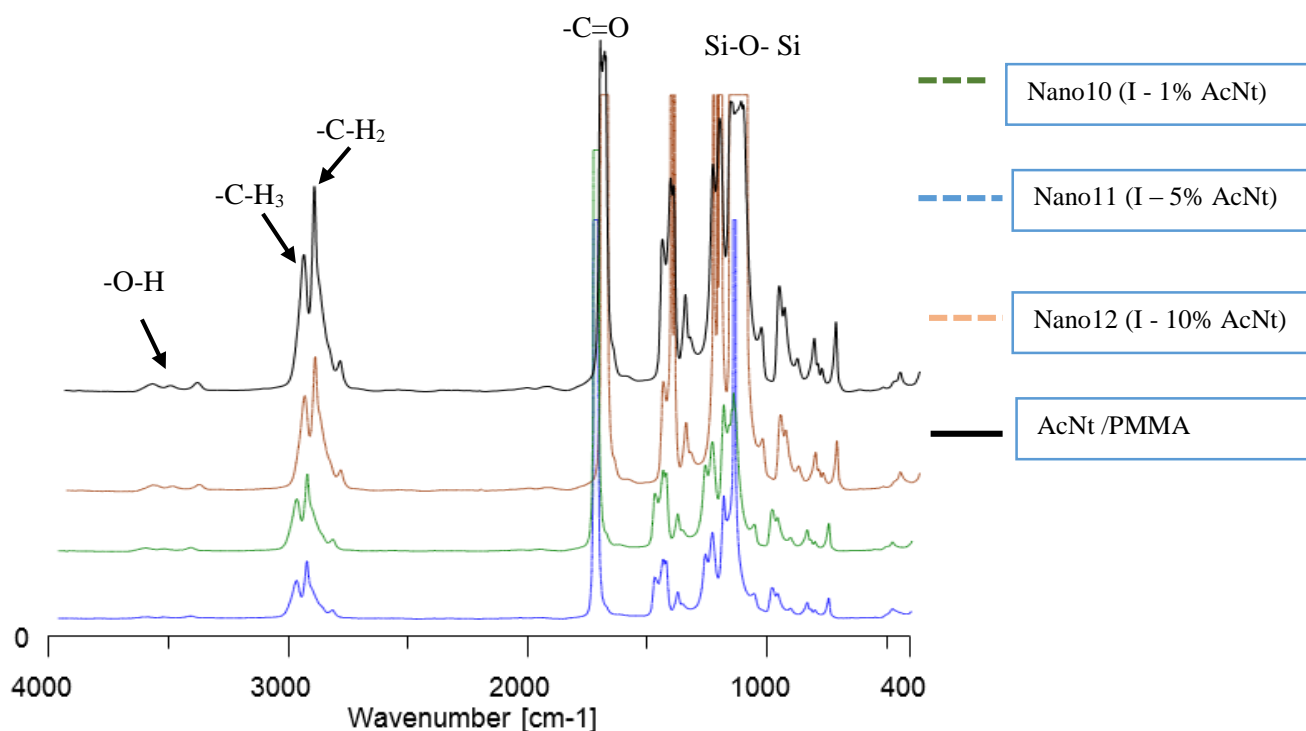


Figure II .8 : Spectres IRTF du Nano10, Nano11 et Nano12 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode I avec l'Acétonitrile) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.10.

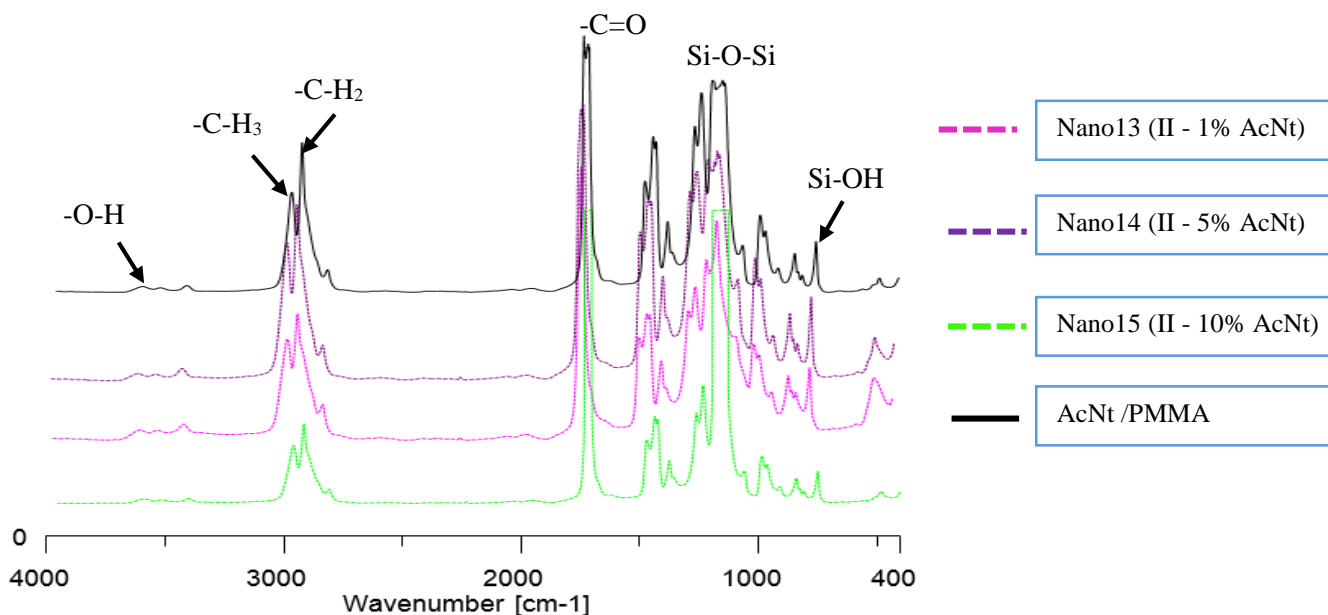
Tableau II .10: Les principaux pics observés par IRTF du Nano10, Nano11et Nano12, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

	Spectres $\text{cm}^{-1}$	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/AcNt	/	2994	2950	1742	1150	/
<b>Nano10</b>	(I- 1% AcNt )	3440	2994	2950	1719	1270	1151
<b>Nano11</b>	(I- 5% AcNt )	3440	2994	2950	1723	1269	1149
<b>Nano12</b>	(I- 10% AcNt)	3440	2994	2950	1723	1269	1127

- Le spectre de la Figure II.8 montre une bande d'absorption située à  $3439\text{ cm}^{-1}$  attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/AcNt à  $1742\text{ cm}^{-1}$ , Nano10 à  $1719\text{ cm}^{-1}$ , Nano11 à  $1723\text{ cm}^{-1}$  et Nano12 à  $1723\text{ cm}^{-1}$ .
- L'apparition de deux pics voisins à  $2995\text{ cm}^{-1}$  et  $2950\text{ cm}^{-1}$  correspondants respectivement aux  $\text{CH}_3$  et  $\text{CH}_2$ .

#### II.2.2.5. Nanocomposites (méthode II avec l'Acétonitrile)

La Figure II.9 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode II dans l'acétonitrile et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).



**Figure II.9 :** Spectres IRTF du Nano13, Nano14 et Nano15 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode II avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode II avec l'acétone) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.8.

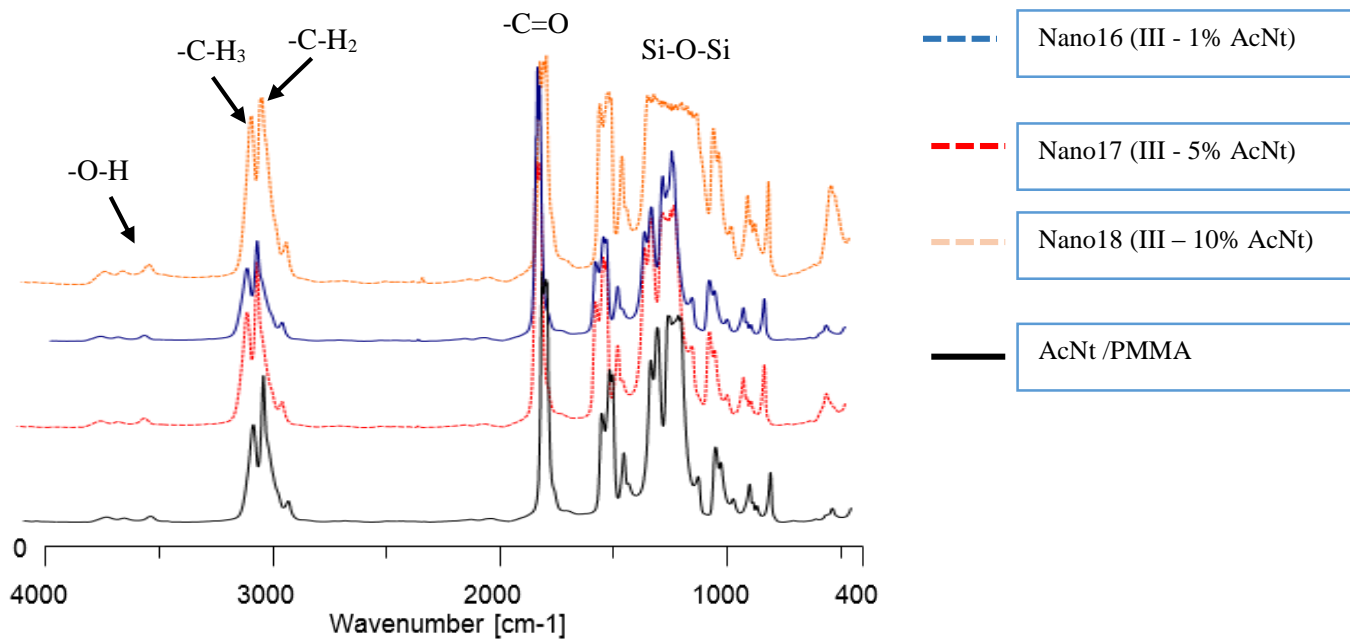
**Tableau II .11: Les principaux pics observés par IRTF du Nano13, Nano14 et Nano15, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Acétonitrile) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/ AcNt	/	2994	2950	1742	1150	/
<b>Nano13</b>	(II- 1% AcNt )	3439	2994	2950	1715	1269	1148
<b>Nano14</b>	(II- 5% AcNt )	3439	2994	2950	1724	1269	1152
<b>Nano15</b>	(II-10% AcNt)	3439	2994	2950	1730	1269	1132

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/ AcNt à 1742cm<sup>-1</sup>, Nano13 à 1715cm<sup>-1</sup>, Nano14 à 1724cm<sup>-1</sup> et Nano15 à 1730cm<sup>-1</sup>.
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

#### II.2.2.6. Nanocomposites (méthode III avec l'Acétonitrile)

La Figure II.10 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode III dans l'acétonitrile et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10).



**Figure II.10 : Spectres IRTF du Nano16, Nano17 et Nano18, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode III avec l'Acétonitrile) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.12.

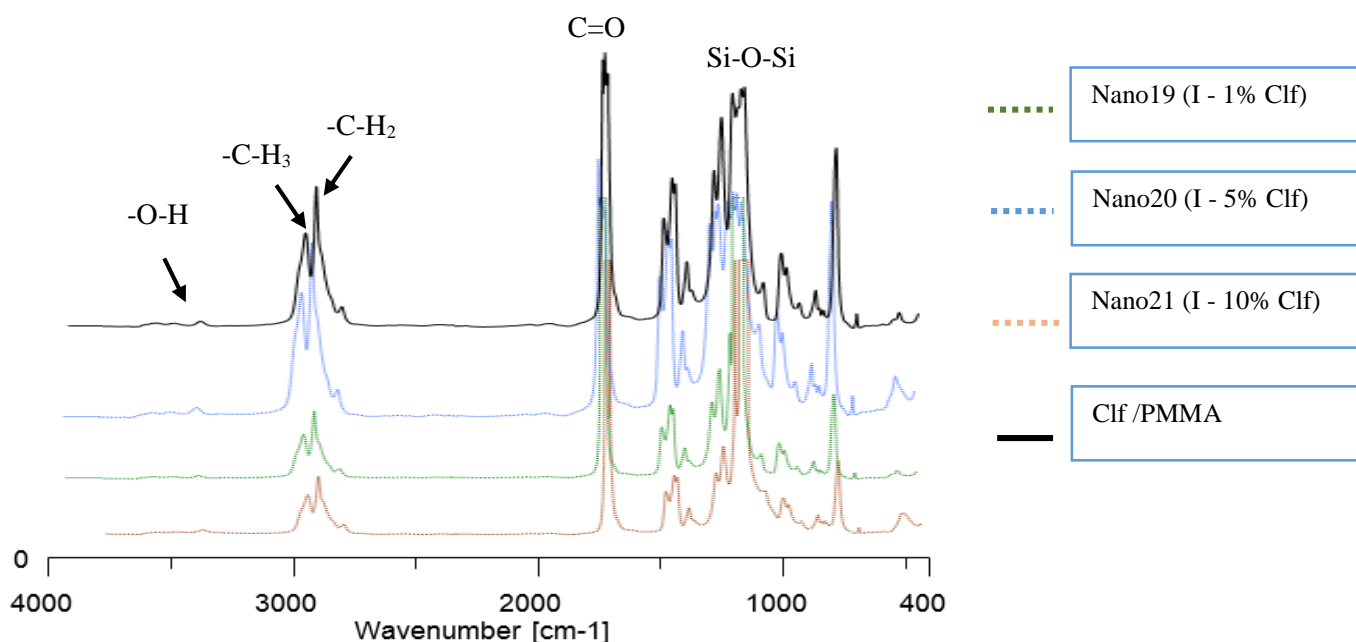
**Tableau II .12: Les principaux pics observés par IRTF du Nano16, Nano17 et Nano18, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/ AcNt	/	2994	2950	1742	1150	/
<b>Nano16</b>	(III- 1% AcNt )	3439	2994	2950	1720	1270	1156
<b>Nano17</b>	(III- 5% AcNt)	3439	2994	2950	1724	1269	1143
<b>Nano18</b>	(III- 10% AcNt)	3439	2994	2950	1724	1273	1164

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/ AcNt à 1742cm<sup>-1</sup> , Nano16 à 1720cm<sup>-1</sup> , Nano17 à 1724cm<sup>-1</sup> et Nano18 à 1724cm<sup>-1</sup> .
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

#### II.2.2.7. Nanocomposites (méthode I avec le chloroforme)

La Figure II.11 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode I dans le chloroforme et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).



**Figure II .11 : Spectres IRTF du Nano19, Nano20 et Nano21, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Chloroforme) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode I avec le chloroforme) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.13.

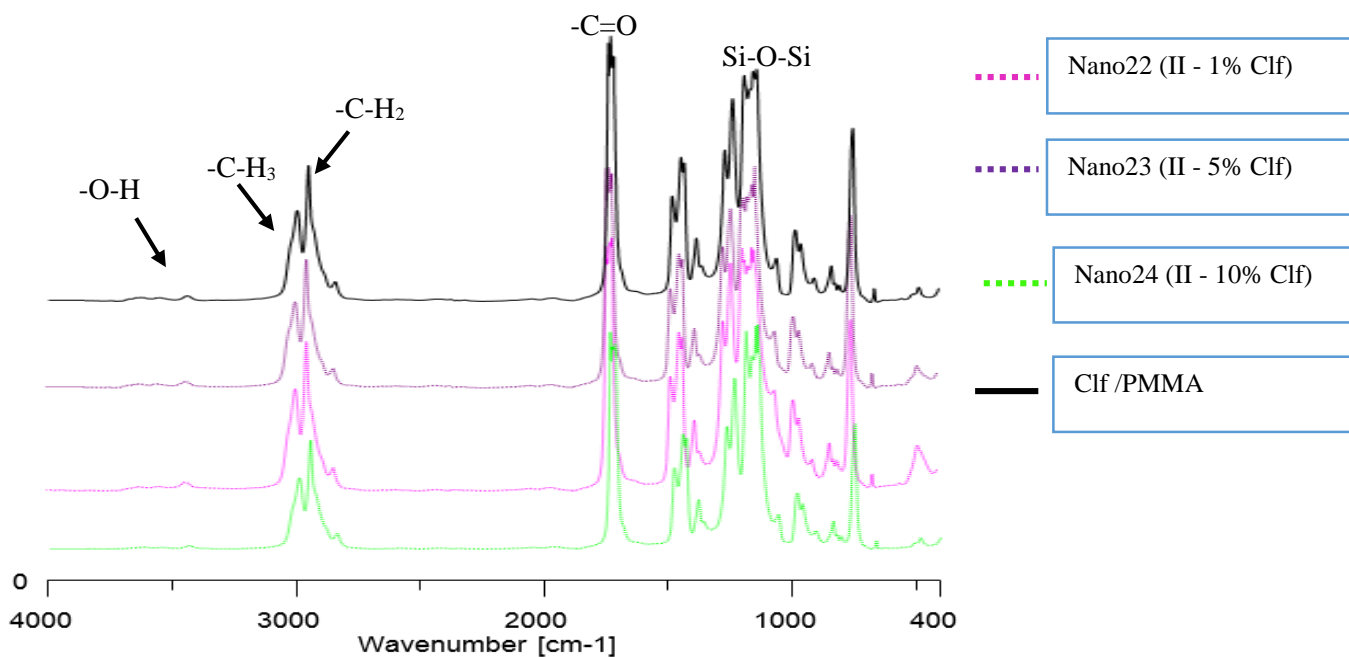
**Tableau II .13: Les principaux pics observés par IRTF du Nano19, Nano20 et Nano21, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode I, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

	SPEC TR cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/ Clf	/	2995	2950	1732	1271	/
<b>Nano19</b>	(I- 1% Clf )	3439	2995	2950	1718	1271	1138
<b>Nano20</b>	(I- 1% Clf )	/	2995	2950	1719	1272	1139
<b>Nano21</b>	(I- 1% Clf )	/	2995	2950	1719	1271	1135

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/ Clf à 1732cm<sup>-1</sup> , Nano19 à 1718cm<sup>-1</sup> , Nano20 à 1719cm<sup>-1</sup> et Nano21 à 1719cm<sup>-1</sup> .
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

#### II.2.2.8. Nanocomposites (méthode II avec le chloroforme)

La Figure II.12 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode II dans le chloroforme et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).



**Figure II.12 : Spectres IRTF du Nano22, Nano23 et Nano24, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Chloroforme) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode II avec le chloroforme) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.14.

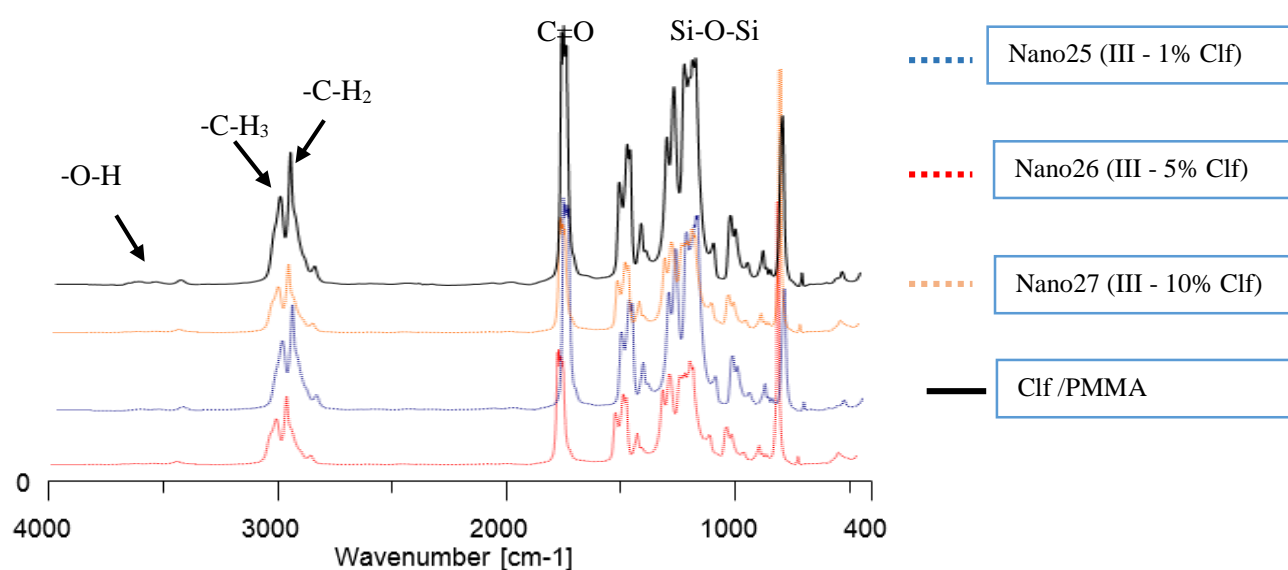
**Tableau II .14: Les principaux pics observés par IRTF du Nano22, Nano23 et Nano24, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode II, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/ Clf	3439	2995	2950	1732	1271	/
<b>Nano22</b>	(II- 1% Clf )	3439	2995	2950	1720	1271	1145
<b>Nano23</b>	(II- 5% Clf )	3439	2995	2950	1720	1272	1142
<b>Nano24</b>	(II- 10% Clf )	3439	2995	2950	1720	1271	1147

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/ Clf à 1732cm<sup>-1</sup>, Nano22 à 17120cm<sup>-1</sup>, Nano23 à 1720cm<sup>-1</sup> et Nano24 à 17120cm<sup>-1</sup>.
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

#### II.2.2.9. Nanocomposites (méthode III avec le chloroforme)

La Figure II.13 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode III dans le chloroforme et contenant un taux de silice variable (1% ,5% et 10%).



**Figure II .13: Spectres IRTF du Nano25, Nano26 et Nano27, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Chloroforme) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (méthode III avec le chloroforme) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.15.

**Tableau II .15:** Les principaux pics observés par IRTF du Nano25, Nano26 et Nano27, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode III, avec les trois concentrations (1% ,5% et 10%).

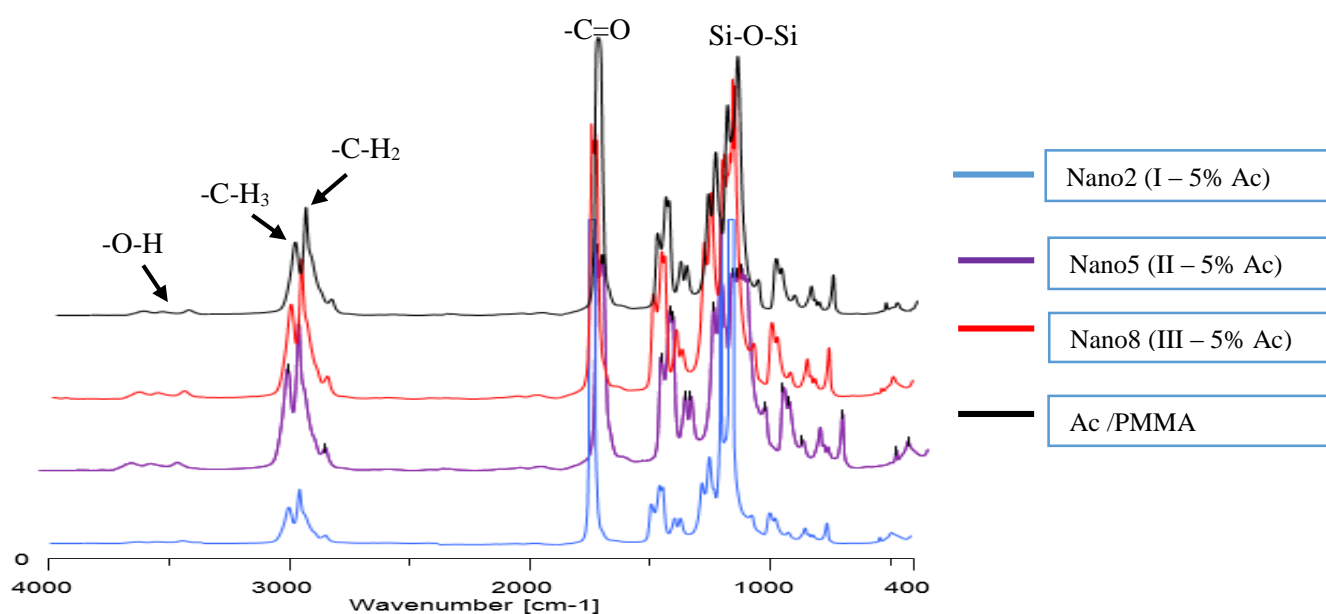
	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/ Clf	/	2995	2950	1732	1271	/
<b>Nano25</b>	(III- 1% Clf )	/	2995	2950	1720	1271	1143
<b>Nano26</b>	(III- 5% Clf )	/	2995	2950	1720	1272	1151
<b>Nano27</b>	(III- 10% Clf )	/	2995	2950	1720	1271	1136

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/ Clf à 1732cm<sup>-1</sup> , Nano25 à 1720cm<sup>-1</sup> , Nano26 à 1720cm<sup>-1</sup> et Nano27 à 17120cm<sup>-1</sup> .
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

### II.2.3. L'influence de la méthode de synthèse

#### II.2.3.1. Nanocomposites (5% de silice avec l'acétone)

La Figure II.14 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode I, II et III, dans l'acétone et contenant un taux de silice de, (5%).



**Figure III .14:** Spectres IRTF du Nano2, Nano5 et Nano8, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Acétone) préparé par la méthode I, II et III, Avec 5% de concentration.

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (5% de silice avec l'acétone) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.16.

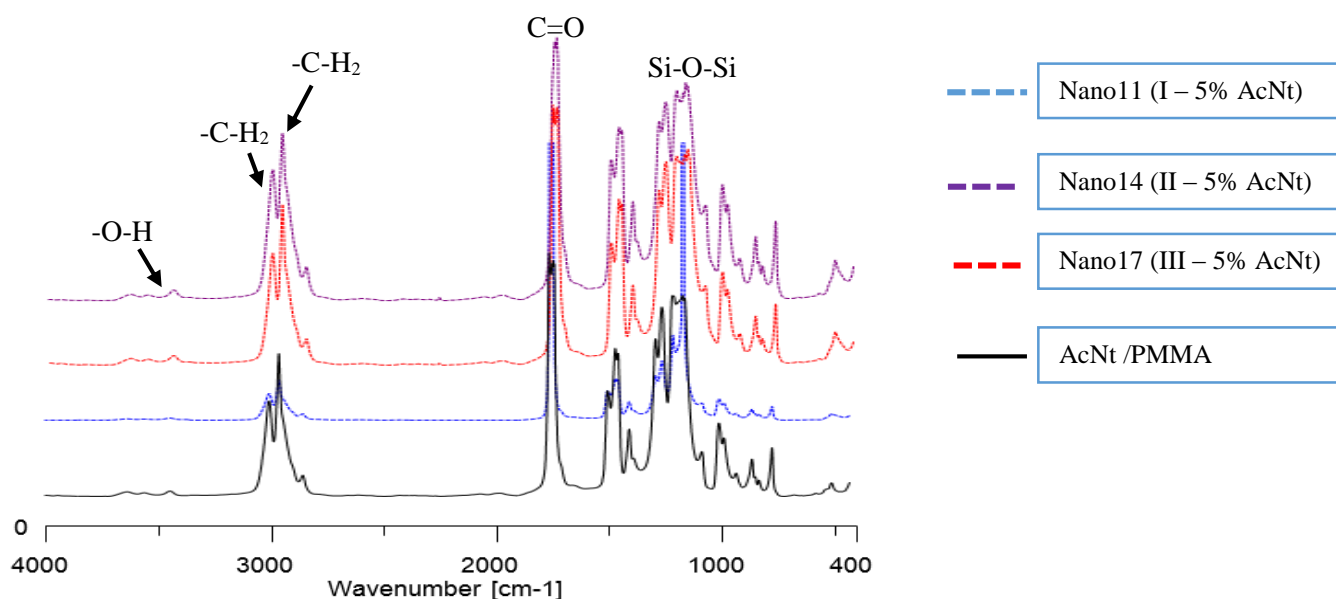
**Tableau II .16: Les principaux pics observés par IRTF du Nano2, Nano5 et Nano8, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétone) préparé par la méthode I, II et III, Avec 5% de concentration.**

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMMA/Ac	/	2995	2950	1731	1149	/
<b>Nano2</b>	(I- 5% Ac )	3439	2995	2950	1717	1271	1149
<b>Nano5</b>	(II - 5% Ac)	3439	2995	2950	1725	1271	1156
<b>Nano8</b>	(III - 5% Ac )	3439	2994	2950	1725	1270	1143

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/Ac à 1731cm<sup>-1</sup>, Nano28 à 1717cm<sup>-1</sup> , Nano29 à 1725cm<sup>-1</sup> et Nano30 à 1725cm<sup>-1</sup>.
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

### II.2.3.2. Nanocomposites (5% de silice avec l'Acétonitrile)

La Figure II.15 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode I, II et III, dans l'acétonitrile et contenant un taux de silice de (5%).



**Figure II .15: Spectres IRTF du Nano11, Nano14 et Nano17 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/ Acétonitrile) préparé par la méthode I, II et III, avec 5% de concentration.**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (5% de silice avec l'Acétonitrile) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.17.

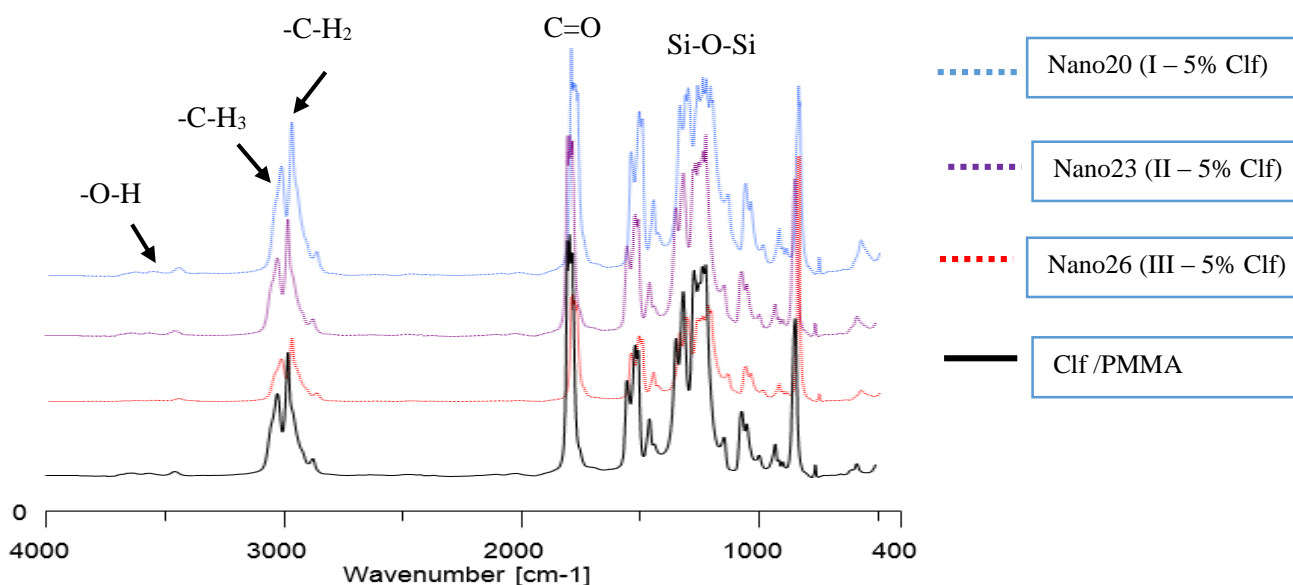
**Tableau II .17: Les principaux pics observés par IRTF du Nano11, Nano14 et Nano17 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Acétonitrile) préparé par la méthode I, II et III avec 5% de concentration.**

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	PMAM/AcNt	/	2994	2950	1742	1150	/
<b>Nano11</b>	(I- 5% AcNt )	3440	2994	2950	1723	1269	1149
<b>Nano14</b>	(II- 5% AcNt )	3439	2994	2950	1724	1269	1152
<b>Nano17</b>	(III- 5% AcNt )	3439	2994	2950	1724	1269	1143

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/AcNt à 1742cm<sup>-1</sup>, Nano31 à 1723cm<sup>-1</sup>, Nano32 à 1724cm<sup>-1</sup> et Nano33 à 1724cm<sup>-1</sup>.
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

### II.2.3.3. Nanocomposites (5% de silice avec le chloroforme)

La Figure II.16 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode I, II et III, dans le chloroforme et contenant un taux de silice de 5%.



**Figure II.16 : Spectres IRTF du Nano20, Nano23 et Nano26 (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode I, II et III, avec 5% de concentration.**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (5% de silice avec l'Acétonitrile) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.18

**Tableau II .18: Les principaux pics observés par IRTF du Nano20, Nano23 et Nano26, (PMMA/SiO<sub>2</sub>/Chloroforme) préparé par la méthode I, II et III. Avec 5% de concentration.**

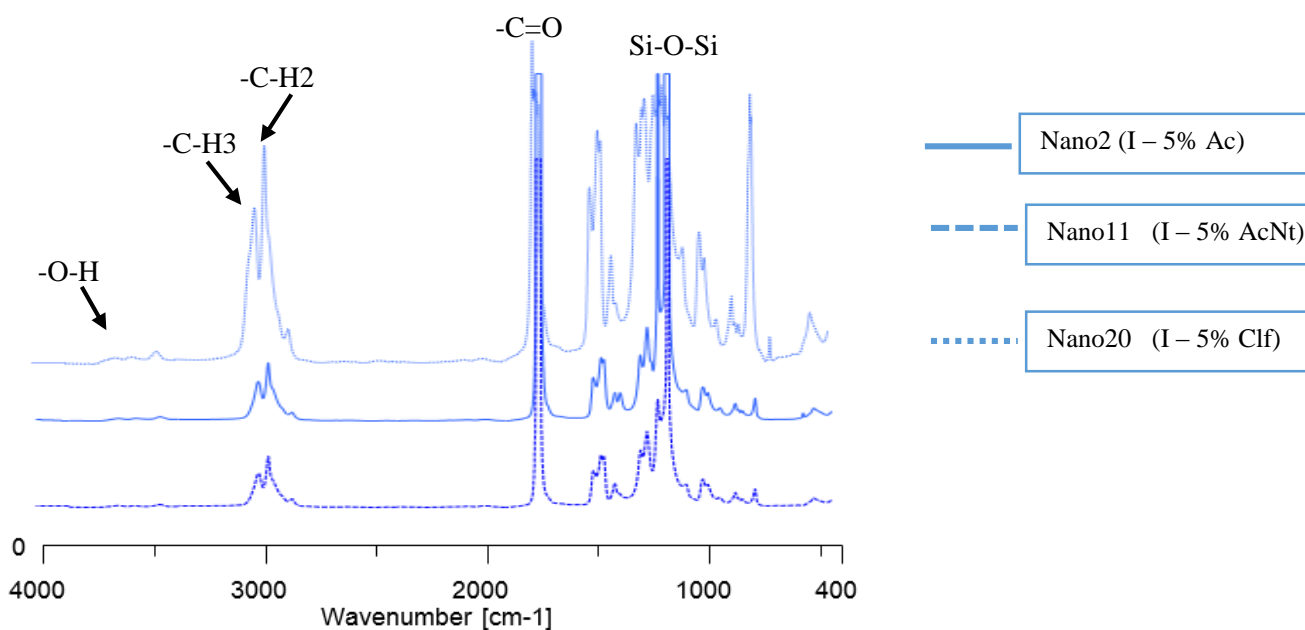
	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	pmma 3/ Clf	/	2995	2950	1732	1271	/
<b>Nano20</b>	(I- 5% Clf)	/	2995	2950	1719	1272	1139
<b>Nano23</b>	(II- 5% Clf )	/	2995	2950	1720	1272	1142
<b>Nano26</b>	(III- 5% Clf )	/	2995	2950	1720	1272	1151

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour PMMA/Clf à 1732cm<sup>-1</sup>, Nano34 à 1719cm<sup>-1</sup>, Nano35 à 1720cm<sup>-1</sup> et Nano36 à 1720cm<sup>-1</sup>
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

## II.2.4. L'influence du solvant

### II.24.1. Nanocomposites (5% de silice avec la méthode I)

La Figure II.17 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode I dans différents solvants l'acétone, acétonitrile et chloroforme et contenant un taux de silice de (5%).



**Figure II .17: Spectres IRTF du Nano2 Nano11 et Nano20, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode I, avec la concentration (5%).**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (5% de silice avec la méthode I) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.19.

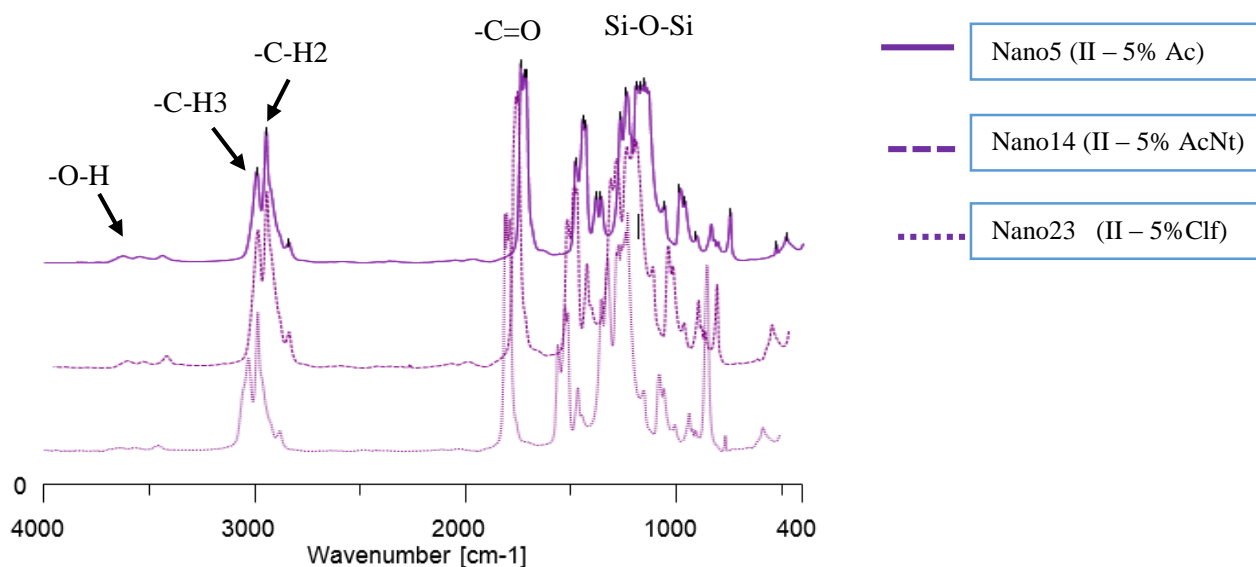
**Tableau II .19:** Les principaux pics observés par IRTF du Nano2, Nano11 et Nano20, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode I, Avec la concentration (5%).

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	Ac	/	2995	2950	1731	1149	/
<b>Nano2</b>	(I- 5% Ac )	3439	2995	2950	1717	1271	1149
	AcNt	/	2994	2950	1742	1150	/
<b>Nano11</b>	(I- 5% AcNt )	3440	2994	2950	1723	1269	1149
	Clf	/	2995	2950	1732	1271	/
<b>Nano20</b>	(I- 5% Clf)	/	2995	2950	1719	1272	1139

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour , Nano37 à 1717cm<sup>-1</sup>, Nano38 à 1723cm<sup>-1</sup> et Nano39 à 1719cm<sup>-1</sup> .
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

#### II.2.4.2. Nanocomposites (5% de silice avec la méthode II)

La Figure II.18 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode II dans différents solvants l'acétone, acétonitrile et chloroforme et contenant un taux de silice de (5%).



**Figure II.18 :** Spectres IRTF du Nano5, Nano14, Nano23, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme, préparé par la méthode II, avec la concentration (5%).

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (5% de silice avec la méthode II) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.20.

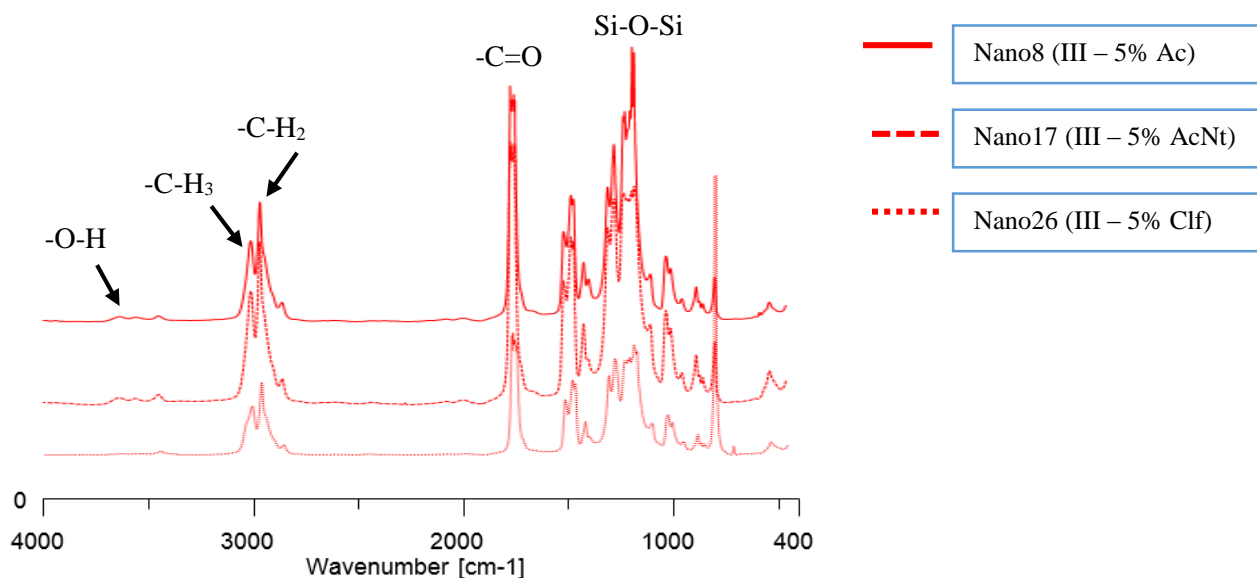
**Tableau III .20: Les principaux pics observés par IRTF du Nano5, Nano14 et Nano23, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode II, avec la concentration (5%).**

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	Ac	/	2995	2950	1731	1149	/
<b>Nano5</b>	(II- 5% Ac )	3439	2994	2950	1724	1269	1152
	AcNt	/	2994	2950	1742	1150	/
<b>Nano14</b>	(II- 5% AcNt)	3439	2995	2950	1725	1271	1156
	Clf	/	2995	2950	1732	1271	/
<b>Nano23</b>	(II- 5% Clf )	/	2995	2950	1720	1272	1142

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour , Nano40à 1724cm<sup>-1</sup>, Nano41 à 1725cm<sup>-1</sup> et Nano42 à 1720cm<sup>-1</sup>.
- L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

#### II.2.4.3. Nanocomposites (5% de silice avec la méthode III)

La Figure II.19 illustre les spectres IFTR des nanocomposites synthétisés par la méthode III dans différent solvant l'acétone, acétonitrile et chloroforme et contenant un taux de silice de (5%) et le tableau II.121 présente les principaux pics.



**Figure II.19 : Spectres IRTF du Nano8, Nano17 et Nano26, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile, et chloroforme, préparé par la méthode III Avec la concentration (5%).**

Les pics caractéristiques des différents groupements de nanocomposites (5% de silice avec la méthode II) sont déterminés et rapportés dans le tableau .II.21.

**Tableau III .21: Les principaux pics observés par IRTF du Nano8, Nano17et Nano26, (PMMA/SiO<sub>2</sub>) solvant acétone, Acétonitrile et chloroforme préparé par la méthode III, avec la concentration (5%).**

	Spectres cm <sup>-1</sup>	-O-H	-C-H <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub>	-C=O	-C-O	Si-O-Si
	Ac	/	2995	2950	1731	1149	/
<b>Nano8</b>	(III- 5% Ac )	3439	2994	2950	1725	1270	1143
	AcNt	/	2994	2950	1742	1150	/
<b>Nano17</b>	(III- 5% Ac )	3439	2994	2950	1724	1269	1143
	Clf	/	2995	2950	1732	1271	/
<b>Nano26</b>	(III- 5% Clf )	/	2995	2950	1720	1272	1151

- La présence d'une bande d'absorption située à 3439 cm<sup>-1</sup> attribuée au groupement -OH.
- La présence d'une bande correspondante au groupement Carbonyle C=O pour , Nano43 à 1725cm<sup>-1</sup>, Nano44 à 1724cm<sup>-1</sup>et Nano45 à 1720cm<sup>-1</sup>.L'apparition de deux pics voisins à 2995 cm<sup>-1</sup> et 2950 cm<sup>-1</sup> correspondants respectivement aux CH<sub>3</sub> et CH<sub>2</sub>.

## II.3. Discussion des résultats

### II.3.1. L'étude de l'effet du taux de la silice par IFTR:

- Pour les différentes nanocomposites en fonction du taux de silice les spectres IRTF ) de pics attribuée au groupement (C=O), présentent un déplacement maximale de 23cm<sup>-1</sup> pour Nano10(I-1%AcNt) et un minimale déplacement de 9cm<sup>-1</sup> pour Nano7 (III - 1% Ac), cette translation du pic(C=O) montre que le PMMA et la silice réagissent par la création des interactions qui sont de type de liaison hydrogène entre (-O-H) de la silice et le groupement carbonyle (C=O) de PMMA.
- Les nanocomposites du taux 1% de la silice dans les trois méthodes et les trois solvants présentent les plus importants déplacements du pic de (C=O).

### **II.3.2. L'effet de la méthode de synthèse**

- Les spectres d'IRTF de tous les différentes nanocomposites et en fonction de la méthode de synthèse montrent que la translation maximale de pic attribué au groupement (C=O) est à  $23\text{ cm}^{-1}$  pour l'échantillon Nano10 (I, 1%, AcNt) et une minimale translation est à  $13\text{ cm}^{-1}$  pour l'échantillon (nano20 I-5%, Clf) et (nano21 I, 10%, Clf). Cette translation est due aux interactions de types pont d'hydrogène entre PMMA et la silice. La liaison effectuée est entre le groupement carbonyle (C=O) de PMMA et le groupement (-O-H) de la silice.
- Les nanocomposites synthétisés par la méthode I présentent les plus importants déplacements de pic (C=O).

### **II.3.3. L'effet de solvant :**

- Les spectres d'IRTF de tous les différentes nanocomposites et en fonction du solvant montrent que la translation maximale de pic attribué au groupement (C=O) présentent est à  $27\text{ cm}^{-1}$  pour l'échantillon Nano13 (II, 1%, AcNt) et un minimale déplacement est à  $5\text{ cm}^{-1}$  pour l'échantillon Nano6 (II, 10%, Ac). Cette translation est due aux interactions des liaisons H.
- Les nanocomposites synthétisés dans le solvant acétonitrile présente les plus importants déplacements de pic C=O). Cela prouve une meilleure interaction entre la silice et le PMMA.

## **II.4. Conclusion**

On se basant sur les résultats de caractérisation des films nanocomposites de (PMMA /SiO<sub>2</sub>) qui sont préparés en fonction des différents concentrations (1%, 5%, 10%) et par différentes méthodes (I, II, III) ainsi que dans différents solvants (acétone, Acétonitrile, chloroforme), on peut conclure que les interactions fortes entre la matrice (PMMA) et la charge (silice) se produisent dans les conditions expérimentales suivantes : 1) un taux de concentration de 1%. 2) la méthode de synthèse I. 3) le solvant est l'Acétonitrile.

## II.5. Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail était la synthèse et la caractérisation des nanocomposites PMMA/Silice, en variant le taux de charge (1% , 5% et 10%) ainsi que le solvant (Acétone, Acétonitrile et Chloroforme) et la méthode de préparation (I, II et III). Ce nanocomposite est préparé en utilisant la voie de synthèse dite « en solution ». La caractérisation des différents échantillons élaborés a été faite par la méthode spectroscopique IRTF (Infrarouge à transformé de fourrier). Ce travail expérimental permet d'étudier l'influence du taux de charge, du solvant et du changement de la méthode de préparation sur l'interaction charge (Silice) / matrice (PMMA). Les résultats obtenus sont cités ci- dessous :

- Les nanocomposites qui contiennent 1% de la silice (que ce soit la méthode de préparation ou le solvant utilisé) présentent les plus importants déplacements du pic carbonyle (C=O). Cela nous montre qu'un taux de charge de 1% permet d'avoir une meilleure interaction entre la charge (Silice) et la matrice (PMMA).
- Les nanocomposites synthétisés par la méthode I (que ce soit le solvant utilisé ou la concentration de la silice) présentent les plus importants déplacements du pic carbonyle (C=O). Cela nous montre que la méthode I permet d'avoir une meilleure interaction entre la charge (Silice) et la matrice (PMMA). Une exception a été observée pour la nanocomposite (II. 1%. AcNt).
- Les nanocomposites synthétisés en utilisant le solvant acétonitrile (que ce soit la méthode de préparation utilisé ou la concentration de la silice) présentent les plus importants déplacements du pic carbonyle (C=O). Cela nous montre que le solvant acétonitrile permet d'avoir une meilleure interaction entre la charge (Silice) et la matrice (PMMA).

## Reference bibliographies

- [1] C.A. Naudin, C.C. Clozza. "Les charges". Techniques de l'ingénieur, Paris, Vol. A 3 220, 1996,11 p.
- [2] M. AMBID."Evaluation de nanocomposites polypropylène/silicate pour l'isolation Électrique : Etude des phénomènes de polarisation, de conduction et des propriétés optiques". [En ligne]. Thèse de doctorat. Toulouse: Université de Toulouse III, 2007, 178 P.
- [3] L. SOFIANE. "Effets des taux de l'agent traitant et de l'agent compatibilisant sur les Propriétés des nanocomposites Polypropylène /Silice". [Enligne].MAGISTER . UNIVERSITE SETIF. 2014,121 P.
- [4] M.GÜNTHER, F.HORST, Principes fondamentaux de l'Aerosil, Tech. Bull.Pigments, 1992, Vol.11, p.79.
- [5] R.V. Kurahatti, A.O. Surendranathan, S. A. Kori et al. "Defence applications of polymer Nanocomposites". Def. Sci. J, Vol. 60, n°5, 2010, pp 551-563.
- [6] R.A. Vaia and E.P. Giannelis. La tticemodel of polymer meltintercalation In o rg anica lly-mo dified layered silicates. Macromolecules, 3 0(25):79 90 –7 99 9, 1997. ISSN 00 24 -92 97.
- [7] J. N. Paquien."Étude des propriétés rhéologiques et de l'état de dispersion de suspensions PDMS/Silice". [Enligne]. Thèse doctorat. Lyon: INSA de Lyon, 2003, 279 p.
- [8] S. Senani. "Interaction organosilane/silice de précipitation. Du milieu hydro-alcoolique Au milieu aqueux ". [Enligne]. Thèse de doctorat. Paris : Université de paris VI. 2004, 209 p.
- [9] S. R. Raghavan, S. A. Khana. "Shear-induced microstructural changes in flocculated Suspensions of fumed silica". J. Rheol. Vol.39, n°6, 1995, pp 1311-1325.
- [10] R.L. Mozzi, B.E Warren, the stricter of vitreous silica, J. Appl. Cryst, Vol. 2, p .164, 1996.
- [11] F. Bénard. "Etude de l'influence des charges de silice sur le vieillissement des

Résines époxyde sous irradiation". [Enligne]. Thèse de doctorat. Université du Maine. France, 2004,233p.

[12] S. Marceau. "Architecture multi échelle et propriétés mécaniques de nanocomposites". [Enligne]. Thèse doctorat. Université de Savoie. France, 2003, 204 P.

[13] F. Peditto. "Photopolymerized micro- and nano-Composites: Interface chemistry and its Role on interfacial adhesion". [Enligne]. Thèse doctorat. Lyon: INSA de Lyon, 2004, 161 p.

[14] B. K. Coltrain, C. J. T. Landry, J. M. O'Reilly, A. M. Chamberlain, G. A. Rakes, J. S. Sedita, L. W. Kelts, M. R. Landry, V. K. Long, Chem. Mater. 5 (1993) 1445.

[15] N. ANDRES PEREZ. "Etude calorimétrique et diélectrique de nanocomposites silicones". [Enligne]. Thèse de doctorat. Grenoble: INPG. France, 2008, 199 P.

[16] A. Illaïk. "Synthèse et caractérisation de nanocomposites polymères/hydroxydes doubles Lamellaires (HDL)". [En ligne]. Thèse de doctorat. Université Blaise Pascal. France, 2008, 167 p.

[17] M. Y. A. Fuad<sup>1</sup>, H. Hanim, R. Zarina et al. "Polypropylene/calcium carbonate Nanocomposites-effects of processing techniques and maleated polypropylene compatibiliser". Exp. Polym. Lett, Vol. 4, n°10, 2010, pp 611-620.

[18] M. Parvinezadeh, S. Moradian, A. Rashidi et al. "Surface characterization of polyethylene Terephthalate / silica nanocomposites". Appl. Surf. Sci, Vol. 256, 2010, pp 2792-2802.

[19] E. J. A. Pope, M. Asami, J. D. Mackenzie, J. Mater. Res. 4 (1989) 1018.

[20] A. Abramoff, L. C. Klein, SPIE 1328 (1990) 241.

[21] B. Abramoff, L. C. Klein, in L. L. Hench, J. K. West (Eds.): Chemical processing of Advanced materials, John Wiley and Sons, Inc., New-York 1992, p. 815.

[22] C. J. T. Landry, B. K. Coltrain, Polymer 33 (1992) 1486.

[23] C. J. T. Landry, K. C. Bradley, J. A. Wesson, J. L. Lippert, Polymer 33 (1992) 1496.

[24] F.MAMMERI. "Relation entre la structure et les propriétés mécaniques de films minces Hybrides organiques-inorganiques préparés par voie sol-gel". [Enligne]. Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2003, 131 P.

المركبات ذات الجسيم النانوي من النوع ( PMMA /SiO<sub>2</sub> ) هي مركبات واسعة الاستعمال في العديد من المجالات ، وهي تعتبر مواد مبتكرة و مواد تجارية مهمة نظرا الي خصائصها الكيميائية و الفيزيائية المهمة . في عملنا هد قمنا با اعداد مواد مختلفة من المركبات ذات الجسيم النانوي من النوع ( PMMA /SiO<sub>2</sub> ) بدلالة تراكيز مختلفة ( 1% , 5% et 10% ) و ثلاثة طرق مختلفة ( I , II et III ) و ثلاثة مذيبات مختلفة ( استون و استون نتريل و كلورو فورم ) بعد تحليل مركباتنا استنتجنا ان افضل تفاعل بين الجسيم النانوي ( SiO<sub>2</sub> ) و الشبكة العضوية الام ( PMMA ) تكون عند استعمال التركيز ( 1% ) و الطريقة ( I ) و المذيب استون نتريل

**الكلمات المميزة :** المركبات ذات الجسيم النانوي , بولي ميثاكريلات مثيل ( PMMA ) , سليس ( SiO<sub>2</sub> ) , استون , استون نتريل , كلورو فورم.

## Résumé

Les nanocomposites de type (PMMA/SiO<sub>2</sub>) sont des nouveaux matériaux très largement utilisés dans de nombreux domaines d'applications. Ils sont considérés comme des novateurs et des matériaux commercialement importantes en raison à leurs diverses propriétés. Dans notre travail, on a élaboré différents films nanocomposites (PMMA/SiO<sub>2</sub>) en fonction de taux de change (1%, 5% et 10%), trois méthodes (I, II et III) et trois différents solvants (Acétone, Acétonurie et Chloroforme). D'après la caractérisation de nos films, on peut dire que la meilleure interaction entre la charge (Silice) et la matrice (PMMA) se produit si en utilisant la concentration 1%, la méthode I et l'acétonitrile comme solvant.

**Mots clés :** Nanocomposites, Poly méthacrylate de méthyle (PMMA), silice (SiO<sub>2</sub>), Acétone, Acétonitrile, Chloroforme.

## Abstract

The nanocomposites (PMMA/SiO<sub>2</sub>) are a new materials very largely used in many scopes of application. They are regarded as an important innovators and commercial materials because of their various properties. In our work, different nanocomposite films (PMMA/SiO<sub>2</sub>) are synthesis according to three different concentrations of silica (1%, 5% and 10%), three methods (I, II and III) and three different solvents (Acetone, Acétonitrile and Chloroform). Based on the results of characterization of our films, the best interaction between the charge (Silica) and matrix (PMMA) is founded by using the 1%, concentration, the method I and the acetonitrile as solvent.

**Keywords:** Nanocomposites, (Poly méthyle méthacrylate PMMA), silica (SiO<sub>2</sub>), Acétone, Acétonitrile, Chloroform.