REBUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID – TLEMCEN

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE

Laboratoire de recherche spectrochimie et pharmacologie structurale

Présentation

En vue de l'obtention du

Diplôme de Master

Filière : Chimie

Option: Chimie physique et analytique

Présenté par :

Khettal Naziha

Contribution à la synthèse d'une membrane à base d'argile pour le traitement des effluents liquides.

Soutenu le 02/07/2017 devant les membres de jury :

Président : Pr. Larabi Lahcéne	Professeur	UAB de Tlemcen
Examinateur : Pr. Dahmani Benamar	Professeur	UAB de Tlemcen
Encadreur : Dr.Chabane Mustapha	MCB	CU Salhi Ahmed de Naama

Année universitaire 2016-2017

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A ma Mère, que dieu le garde et le Protège pour leurs soutien moral et financier, pour Leurs encouragements et les sacrifices qu'ils ont endurés.

A mon Père et que Dieu puisse les accueillir dans son vaste paradis.

A mes frères Abd al Rahim et sid ahmed.

A mes amies intime Samia, Amina, Yasmina, Mounia et mes cousines Asma, Amina, Hamida.

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

A tous mes collègues d'études.

Remerciements

Nous tenons à la fin de ce travail à remercier ***ALLAH*** *de nous avoir guidés vers le droit chemin, de nous avoir aidées tout au long de nos années d'étude.*

Ce travail a été effectué au laboratoire de recherche de spectrochimie et pharmacologie structurale, de l'"Université de Tlemcen, sous la direction du Professeur ***DAHMANI Benamar*** *À qui, J'adresse ma profonde reconnaissance pour son aide et son soutien.*

J'adresse mes remerciements au Dr ***CHABANE Mustapha*** *maitre de conférence au centre universitaire salhi Ahmed de Naama pour m'avoir encadré et qui a fourni des efforts énormes, par ses Informations ses conseils et ses encouragements pendant toute la réalisation de ce travail.*

Nous tenons également à remercier le professeur ***LARABI Lahcéne*** *pour nous avoir Fait l'honneur de présider le jury.*

J'adresse mes vifs remerciements s'adresse aussi au monsieur ***DAHMANI Benamar*** *Professeur à l'université d'Abou Bekr Belkaid de Tlemcen de m'avoir fait l'honneur de juger ce travail.*

Merci enfin à tous ceux qui, de près ou de loin, nous ont aidé et donc on Contribue au succès de ce travail.

Table des matières

LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION GENERALE : 1

CHAPITRE 1* :*ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Les membranes 3
I.1.Généralité sur les membranes: 3
I.2.Description d'une membrane 3
I.3. Les procédés de séparation par membranes et leur application : 4
I.4. Caractéristiques des membranes 5
I.4.1.Sélectivité d'une membrane 5
I.4.2.Resistance d'une membrane : 6
I.4.3.Perméabilité d'une membrane 6
I.4.4. Seuil de coupure 6
I.5. Classification des membranes 7
I.5.1. Classification d'après Leur porosité 7
I.5.1.1. Membranes poreuses : 7
I.5.1.2. Membranes denses : 7
I.5.2. Classification d'après leur morphologie 8
I.5.2.1. Membranes asymétriques (ou anisotrope) 8
I.5.2.2 Membranes à structure symétrique 8
I.6. Les différents types de membranes 9
I.6.1. membrane naturels modifiés 9
I.6.2. membranes Polymères synthétiques 9
I.6.3. membranes minérales 9
I.6.4. membranes composites 9

II. les argiles 10
II.1. généralités 10
II.2. Définition : 10
II.3. Structure : 10
I.4. Les différents types d'argile 11

III. Technique de caractérisation d'une membrane à base d'argile.....12
III.1. Analyse minéralogique (Diffraction par des rayons X).....12
III.2. Caractérisation par infrarouge à transformée de Fourier.....12
III.3. Analyse thermogravimétrique (ATG) 13

CHAPITRE 2 **:***PARTIE EXPERIMENTALE*

I. STRATEGIE A SUIVRE :.....14

II. Liste des réactifs :.....14

III. Liste de matériels et équipements 14

IV. Protocol expérimental.....15

V. Résultats et discussion.....15
V.1.Détermination du diagramme de phase polymère /solvant/non solvant :.....15
V.1.1. Détermination des points troubles.....15
V.1.2. Représentation des points critique dans Le Diagrammes ternaires.....16
V.2. Approche théorique et expérimentale dans la détermination des enthalpies libres des mélanges 17
V.3. Caractérisation des membranes : 18
V.3. 1. Analyse par Spectroscopie infrarouge : 18
V.3.2. Analyses par diffractométrie RX 23
V.3.3. Analyses thermique par gravimétrique : 27

Conclusion et perspective

Référence bibliographique

Liste des abréviations

PVDF	Le fluorure de polyvinylidène
PVP	Le poly vinylpyrrolidone
MWCO	Molecular weight Cut off
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
DMF	Le diméthylformamide
OI	Osmose inverse
UF	Ultrafiltration
MF	Micro filtration
ΔG	L'enthalpie libre
ATG	Analyse thermogravimétrique
FTIR	Infra-Rouge à Transformée de Fourier
DRX	Diffraction des rayons X

Liste des figures

Fig 1.1: Membrane sélective

Fig 1.2: Membrane en fonction de leur diamètre de pore

Fig.I.3: Représentation schématique des différents types de membranes en fonction de leur structure

Fig 1.4 : Structure d'une argile.

Fig.2.1 : Photos d'une membrane synthétisée

Fig.2.2. diagramme de phase PVDF+PVP argile/ DMF / l'eau représente le point critique des 5 membranes à la température T=50°c

Fig 2.3 : Enthalpie libre de formation des membranes

Fig 2.4: Spectre Infrarouge de membranes M1 sans argile

Fig.2.5 : Spectre Infrarouge de membrane M2 avec 10% d'argile

Fig 2.6 : Spectre Infrarouge de membranes M3 avec argile 15% 'argile

Fig.2.7 : Spectre Infrarouge de membranes M4 avec 30% d'argile

Fig 2.8 : Diffractogramme RX de membrane M1sans argile

Fig 2.9 : Diffractogramme RX de membrane M2 avec 10% d'argile

Fig.2.10 : Spectre DRX de l'argile brute

Fig 2.11: Diffractogramme RX de membrane M3 avec 15% d'argile

Fig 2.12: Diffractogramme RX de membrane M4 avec 30% d'argile

Fig 2.13 : courbe thermogramme de l'échantillon M3 (15% d'argile)

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Principales caractéristiques des différents procédés de séparation membranaire

Tableau 1.2 : Classification IUPAC des pores suivant leur taille

Tableau 1.3 : Classification des principaux groupes de minéraux argileux et de leurs espèces

Tableau 2.1 les fractions volumétriques des différents échantillons

Tableau 2.2 : Principale pic Diffractogramme RX de M1

Tableau 2.3 : principale pic Diffractogramme RX de membrane M

Tableau 2.4 : principale pic Diffractogramme RX de membrane M3

Tableau 2.5 : principale pic Diffractogramme RX de membraneM4

Introduction générale

Introduction Générale :

Les méthodes de séparation par membranes sont très utilisées dans les différents domaines tels que l'industrie agroalimentaire, l'industrie pharmaceutique et la déminéralisation des eaux de mers et des eaux saumâtres. L'objectif principal de ces procédés est la clarification, la purification, et la séparation des molécules et des sels inorganiques en vue d'une éventuelle valorisation des molécules séparés ou des eaux déminéralisées dans les différentes activités lié à la vie quotidienne des citoyens **[6].**

Cependant, l'efficacité de séparation des différents composés se trouvant dans les effluents liquides est étroitement liée aux propriétés physico chimiques de membranes utilisées lors de la séparation.

Au cours des dernières années, beaucoup de recherches ont été consacrées à l'élaboration de nouveaux types des membranes inorganiques c'est-à-dire de nature polymère vu la facilité de synthèse et le prix relativement bas. Cependant, ces membranes ont une durée de vie limitée.

De récents travaux de recherches depuis 1990 ont montré la possibilité d'utiliser les mélanges argiles/polymère afin de synthétiser des membranes mixtes performantes à de faibles coûts. Liés à la protection de l'environnement.

L'application des membranes mixtes à base d'argile connaît une large utilisation dans le domaine de l'industrie, et cela pour la séparation des différentes substances se trouvant dans les différents effluents liquides. Dans ce contexte, la synthèse de nouvelle génération de membranes à base d'argile est considérée comme l'une des priorités en vue d'améliorer l'efficacité de séparation.

La plupart des membranes disponibles dans le commerce sont obtenues par inversion de phase. C'est un technique très polyvalente permettant d'obtenir toutes sortes de morphologies **[13].**

L'objectif de ce mémoire est préparation une série mélangée d'argile/polymère telle que la montmorillonite, PVDF, PVP et cela pour éventuelle utilisation pour la synthèse des membranes mixtes, nous avons préparé nos membranes suivantes la méthode d'inversion de phase, appeler aussi précipitation par immersion et c'est la raison pour laquelle une étude détaillée sur la thermodynamique.

Les membranes synthétisées seront caractérisés par IR, DRX, ATG, en vue de mettre en évidence les différents travaux de synthèse on était réalisés au niveau du laboratoire de recherche en spectrochimie et pharmacologie structurale.

Notre mémoire sera répartie en deux grands chapitres :

- Dans le premier chapitre, nous allons présenter une revue bibliographique sur les techniques membranaires et Caractéristiques des membranes. Et un aperçue sur les argiles naturelles, et les différents types d'argile.
- Le second chapitre de notre travail est consacré à la partie expérimentale où on a préparé des membranes pures et des membranes composites à base d'argile et détermination des diagrammes ternaires par des mesures de point de trouble et caractérisation par les différentes méthodes spectroscopiques.
  - Résultats et discussions
- Conclusion et perspectives.

Chapitre 1

Etude bibliographique

I. Les membranes

I.1.Généralité sur les membranes:

Bien que connue de puis fort longtemps, la technique de séparation membranaire a suivi un développement industrielle récent et très rapide .depuis les année 1970 en retrouve ces techniques principalement dans l'industries laitier, des poissons des ovo-produits des jus et concentrés de fruits et de légumes, du traitement de l'eau, de l'acériculture ainsi que dans les secteurs pharmaceutique, chimique, biotechnologique et l'environnement. Elles sont en particulier aussi utilisées pour la potabilisation des eaux l'affinage des eaux de procédés les traitements des eaux usées et la valorisation de sous produits**.** Les membranes sont maintenant en concurrence avec des techniques conventionnelles.

Les membranes ne sont pas seulement des interphases, mais aussi des barrières sélectives entre les deux phases qui doivent être physiquement séparées **[1] [2].**

De nos jours, l'optimisation des méthodes de synthèse et l'utilisation de matières moins couteuses ont encouragé l'utilisation de membranes à base d'argile naturelle.

I.2.Description d'une membrane

Une membrane est une barrière sélective à un flux contenant des matières en suspension, colloïdale ou dissoute qui est capable de contrôler les concentrations de composants, de conserver certaines espèces et de permettre l'écoulement d'autres **[3].** Le transfert membranaire s'effectue sous l'action d'une force motrice **[4].**

Les composants du flux d'alimentation qui passent à travers la membrane sont connus sous le nom de "perméat" et le "retentât" c'est Le liquide retenu, constitue le flux contenant les composants qui ne peuvent pas traverser la membrane **[5]** .

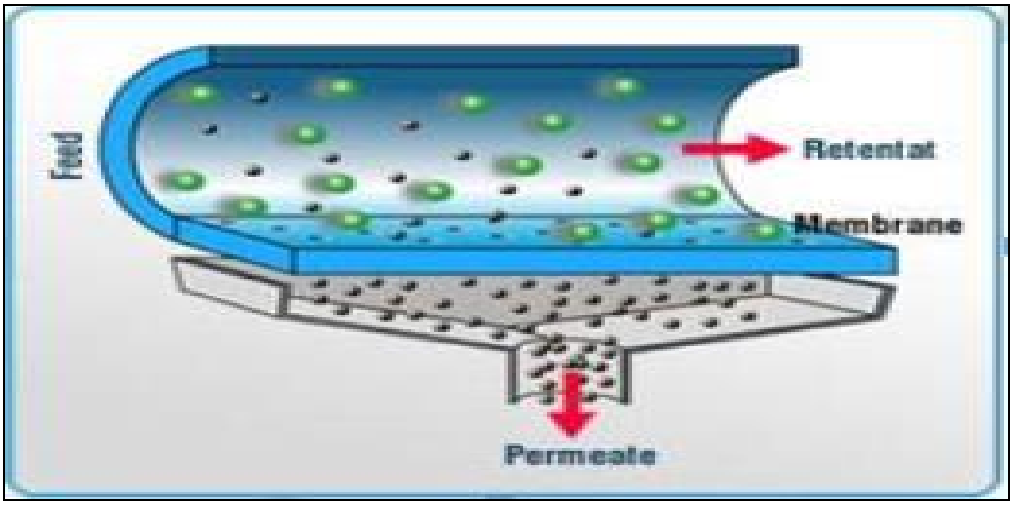


Fig 1.1: Membrane sélective **[6]**

Les procédés de séparation par membrane est utilisés pour purifier ou clarifier en éliminant les particules indésirables d'un fluide (couleur, suspension, bactéries...) concentrer, fractionner ou séparer plusieurs constituants **[7]**

I.3. Les procédés de séparation par membranes et leur application :

De nous jours Les procédés de séparation par membrane doivent être considérés comme des technologies avancées et avantageuses à l'usage.

Le développement des méthodes de séparation membranaire pour le traitement des effluents industriels est en pleine expansion depuis dix ans **[8].**

Les processus membranaires peuvent être classés suivant la nature des membranes utilisées, selon les types de solutés qu'ils sont capables de séparer ou encore, et suivante leur force motrice. Nous avons choisi de présenter les principaux procédés existants **[9]**.

Tableau 1.1. Principales caractéristiques des différents procédés de séparation membranaire **[6]**

	Procédés			
	Microfiltration	**Ultrafiltration**	**Nanofilration**	**Osmose inverse**
Caractéristique de La membrane	Poreuse Convection 100à 1000 nm	Poreuse Convection 1 à 100 nm	Poreuse Solubilisation /diffusion + convection 1 à10 nm	Dense Solubilisation /diffusion
Perméation de	Solvants et espèce Dissoutes	Solvant, sels et petites molécules	Solvants, ions monovalents et petites molécules	solvants
Rétention de	Particules, colloides	Macromolécules, colloides	Petites molécules (M>300g/mole) ions	Sels
Applications	Epuration bactérienne du lait fractionnement des globules gras du lait fractionnement de protéines traitements d'émulsions huile/eau	Concentration de protéines clarification et stabilisation de mouts, jus traitements des effluents (saumure)	Séparation et concentration d'antibiotique Fractionnement d'acide aminés adoucissement l'eau potable concentration et déminéralisation du lactosérum	Concentration de Lactosérum de Sang de blanc D'œuf de sève D'érable Dessalement des eaux

I.4. Caractéristiques des membranes

I.4.1.Sélectivité d'une membrane

La sélectivité est une caractéristique liée à la nature même de la membrane, physique et chimique qui détermine quels composés de la solution la Traversent **[10],** il s'exprime par un taux de rétention TR ou par un facteur de sélectivité **[11].**

$$TR = 1 - \frac{C_p}{C_0} \qquad (1)$$

Avec Co et C_p correspondent à la concentration de l'espèce à retenir dans la solution et la concentration de la même espèce dans le perméat, respectivement.

Y a deux valeurs particulières du TR, les valeurs sont exprimées en pourcentages:

• TR =0%signifie que le soluté n'est pas du tout retenu par la membrane.

• TR=100% c'est-à-dire le soluté est entièrement retenu par la membrane.

La sélectivité est une caractéristique difficile à quantifier et pourtant essentielle **[10]**

I.4.2.Resistance d'une membrane :

La résistance hydraulique (Rm) d'une membrane est définie comme étant sa résistance à l'écoulement du fluide à filtrer à travers cette membrane. La résistance d'une membrane est l'inverse de sa perméabilité[**12]**

$$R_m = \frac{1}{A} = \frac{S\Delta P}{Q_P} \qquad \textbf{(2)}$$

I.4.3.Perméabilité d'une membrane

La perméabilité (A) d'une membrane est une caractéristique essentielle de la membrane qui dépend de sa structure. De façon pratique, la perméabilité est définie comme étant le rapport entre le flux de perméation (Jp) et la pression transmembranaire effective (ΔPm) **[12]**

$$A = \frac{J_p}{\Delta P_m} \qquad \textbf{(3)}$$

Le flux de perméabilité est le rapport entre le débit volumétrique du perméat (Qp) sur la surface effective de la membrane (S) **[5]**

$$J_p = \frac{Q_P}{S} \qquad \textbf{(4)}$$

I.4.4. Seuil de coupure

Le seuil de coupure des membranes (MWCO : Molecular weight Cut off) est la masse molaire de la plus petite molécule arrêtée par la membrane dans des conditions opératoires données. Il s'exprime en Daltons (1Da = 1 g/mol). Plus le seuil de coupure est faible, plus la membrane peut retenir des petites molécules ou des substances colloïdales **[5] [10].**

La taille des pores varie de quelques microns en microfiltration à environ un nanomètre en nanofiltration. La porosité d'une membrane n'est jamais parfaitement uniforme. En deçà du nanomètre, le mécanisme de transfert de solvant est plutôt de type solution/diffusion que convection **[10]**

I.5. Classification des membranes

Les membranes peuvent être classées selon différents points de vue **[13]**

I.5.1. Classification d'après Leur porosité

La porosité d'une membrane est définie comme le rapport du volume des espaces vides sur le volume total de la matrice.

I.5.1.1. Membranes poreuses :

Le diamètre moyen des pores peut varier du nanomètre jusqu'à quelques dizaines de micromètres, Selon le type de membranes.

Les membranes poreuses se composent de pores dont la dimension est supérieure aux dimensions moléculaires **[14].**

L'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) distingue trois catégories de pores selon leur taille et recommande d'adopter la terminologie suivante (tableau I-2) **[15]**

Tableau 1.2 : Classification IUPAC des pores suivants leur taille **[16]**

Dénomination	**Micropore**	**Mésopore**	**Macropore**
Taille de pore	< 2 nm	2 – 50 nm	>50 nm

Leur domaine d'application des membranes microporeuse et mésoporeuse est la microfiltration **[17].**

I.5.1.2. Membranes denses :

Le terme dense signifie une absence de porosité de dimension microscopique, Ces membranes ne présentent aucune porosité **[14]** Cette membrane consiste en un film dense à travers lequel le perméat est transporté par diffusion sous l'effet d'une gradient de potentiel électrique, de concentration ou d'une force de pression, si la solubilité (concentration dans la membrane) diffère, les membranes dense peut séparer des composés de taille voisine **[6]**

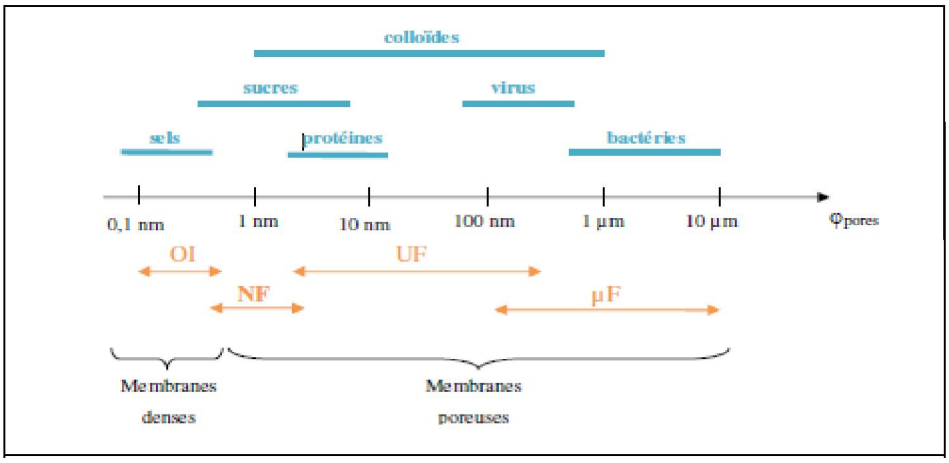


Fig 1.2 : Membrane en fonction de leur diamètre de pore **[18].**

I.5.2. Classification d'après leur morphologie

Les membranes peuvent être classées en fonction de leur structure (figure 1.3)

I.5.2.1. Membranes asymétriques (ou anisotrope)

Ces Membranes composées d'une couche fine (peau) qui assure la sélectivité et d'un support (plus épais) qui assure la résistance mécanique (membranes composites, membranes hétérogènes) **[19]**

I.5.2.2 Membranes à structure symétrique

Ces membranes denses ou poreuses ont la même structure sur toute leur épaisseur (structure isotrope) **[20]**

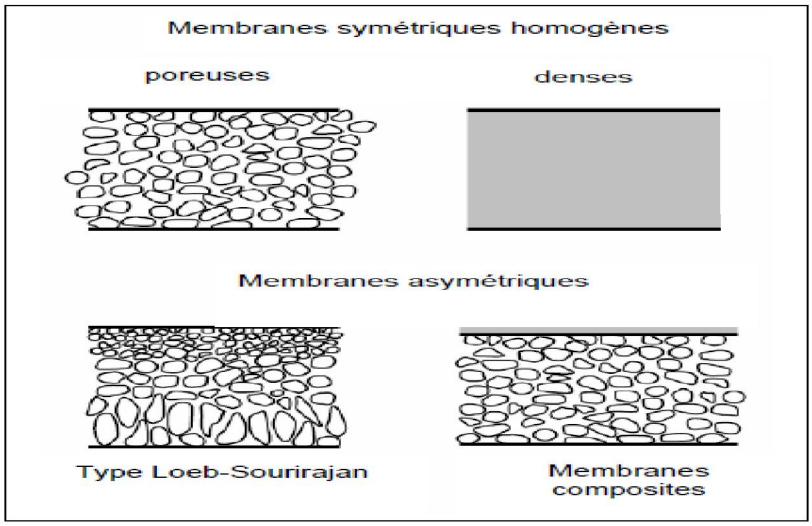


Fig 1.3: Représentation schématique des différents types de membranes en fonction de leur structure **[21]**

I.6. Les différents types de membranes

Les membranes sont des matériaux denses ou poreux composés de matières organiques ou minérales ou homogènes, hybrides ou plus généralement composites.

Les matériaux qui constituent les membranes sont très nombreux. Ils peuvent être classés en 3 types **[22].**

I.6.1. membrane naturels modifiés

Dits de première génération, ils sont généralement des dérivés de la cellulose (acétate de cellulose, acétobutyrate de cellulose, cellulose régénérée…). Ce sont des matériaux possédant de bonnes propriétés de perméabilité, Ils ont comme inconvénients majeurs leur faible résistance thermique (température maximale d'utilisation voisine de 50°C), chimique (plage de pH limitée, faible tenue aux agents oxydants) et biologique (contamination par des micro-organismes). **[23]**

I.6.2. membranes Polymères synthétiques

Dits de deuxième génération, ils sont fabriqués à partir de polymères de synthèse (polyamide, Polybenzimidazole, polysulfone, polyfurane, acétate de polyvinyle, chlorure de polyvinyle).

Ces membranes organiques résistent mieux aux températures élevées (70-80°C) et ont une plus grande plage d'utilisation de pH (2 à 12) mais elles résistent mal aux désinfectants chlorés **[23]**

I.6.3. membranes minérales

Dites de troisième génération, elles sont à base de polyélectrolytes complexes, de silice, de carbone, d'oxyde de graphite, de métaux frittés. Ces matériaux possèdent une grande résistance physicochimique, mécanique et thermique. Leur durée de vie excède de trois fois celle des membranes organiques mais leur coût est sensiblement plus élevé. **[23]**

I.6.4. membranes composites

Les membranes mixtes dites composite qui sont apparues il y a une dizaine d'années, sont composées d'un support dépose une membrane elles sont caractérisées par une structure asymétrique dont la couche active est beaucoup plus fine que celle des membranes classiques non composites et par une superposition de plusieurs couches différenciées soit par leur nature chimique, soit par leur état physique. Elles peuvent être organiques, organo-minérales ou minérales**. [24]**

II. les argiles

II.1. généralités

L'argile sont des minéraux naturels, présente depuis la formation de la Terre, est utilisée par l'homme depuis des millénaires **[25].**Contrairement à ce que l'on peut penser il n'existe pas une mais des argiles. **[26]** L'utilisation des argiles, et des matériaux à base d'argiles, s'est développée dans de nombreux secteurs d'activité **[25].**

On les retrouve partout, dans la construction, l'alimentation animale et humaine, le plastique, la pétrochimie, dans le milieu de la santé,... Ces roches ont prouvé leurs capacités à maintes reprises. Oubliées en médecine, céramiques, moules pour la métallurgie, fabrication des ciments, extraction, textile, agriculture, papeterie, leurs applications nombreuses en thérapeutique méritent un retour sur le devant de la scène **[26].**

II.2. Définition :

Les argiles sont des composés minéraux fins, Le mot argile provient du latin Argilla. Ce même mot est dérivé du grec argillos, dont la racine, argos, signifie " d'une blancheur éclatante ". **[27],** Du XIIe au XVIe siècle, argile se disait "Ardille", puis ce mot est devenu "arzille", puis "arsille" pour finir en "argile". **[28].** les céramistes regroupent les matériaux selon leur comportement au chauffage **[29].** Ces minéraux sont des silicates d'alumines, formés d'un empilement de feuillets, d'où leur appellation de phyllite ou d'agrégats fibreux dont la dimension moyenne est de 2μm **[30].**

II.3. Structure :

La structure des argiles est en feuillet et chaque feuillet est constitué par une couche et chaque couche est formée par l'empilement de plans d'anions et de cation associer, des études montrent que ces couches ne sont que des chaines tétraédrique et octaédrique **[31],** par ailleurs les études en montre qu' il existe aussi un espace entre les feuilles s'appelle un espace interfollière ou un espace interllamelaire.

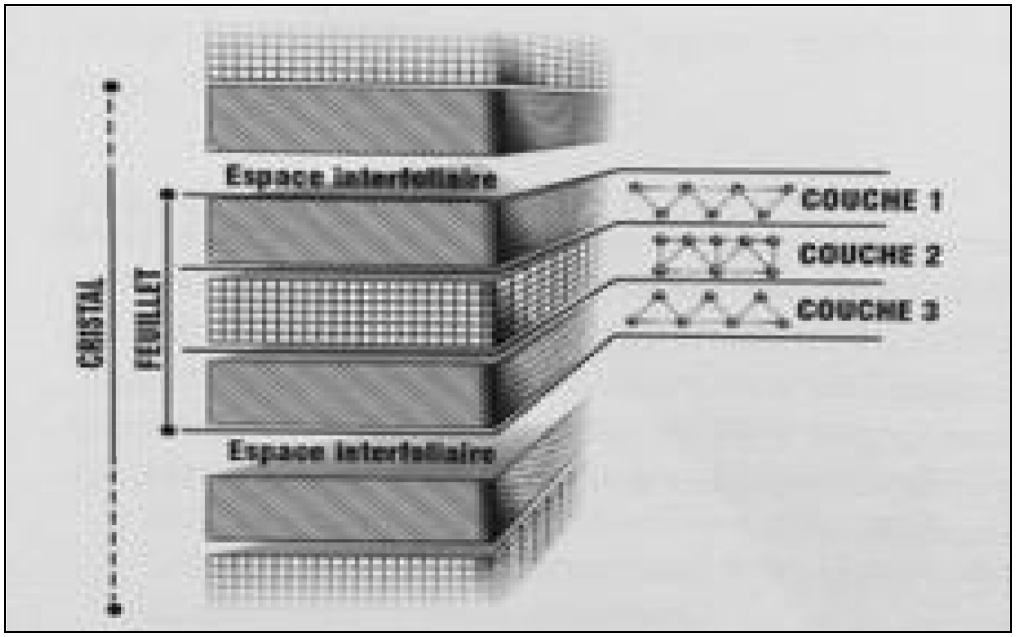


Fig I.4 : Structure d'une argile. **[32]**

I.4. Les différents types d'argile

La classification des minéraux argileux a fait l'objet de plusieurs théorie en se basent sur des hypothèses tel que la porosité, le gonflement, l'activité….etc. les grandes classes sont définis par leurs épaisseur de feuilles **[25]** on distingue trois principaux types de minéraux:

- Groupe de minéraux à 7Å
- Groupe de minéraux à 10 Å
- Groupe de minéraux à 14 Å

Et aussi Selon le nombre de couches octaédrique (O) et tétraédrique (T) **[33].**

Tableau 1.3 : Classification des principaux groupes de minéraux argileux et de leurs espèces **[34]**.

Groupe de minéraux argileux	**Espèce Minérale**	**Structure T=couche de tétraèdres O=couche d'octaèdre**	
Kaolinites	Kaolinite Halloysite Beidellite Nontronite	Minéraux à 2 couche T-O T-O	
Smectites	Montmorillonite Saponite Beidellite Nontronite	Minéraux à T-O-T	3 couche T-O-T
Illites Vermiculites Micas	Illite Vermiculites Muscovite Biotite	H_2o, cation	
Chlorites	Chlorite	Minéraux à 4 couches T-O-T-O T-O-T-O	

III. Technique de caractérisation d'une membrane à base d'argile

Différentes techniques d'analyse ont été utilisées pour caractériser la structure des membrane telle que la Diffractogramme RX (DRX) , infrarouge à transformée de Fouriern (FTIR), et la thermogravimétrique (ATG)

III.1. Analyse minéralogique (Diffraction par des rayons X)

La DRX constitue une des techniques les plus répandues pour l'identification des minéraux. Tout corps cristallisé peut être analysé par DRX; un faisceau de rayons X est diffracté sur un réseau de plans cristallins selon la loi de Bragg : $\mathbf{n\,\lambda} = 2.d.\sin\theta$ **[35]**

III.2. Caractérisation par infrarouge à transformée de Fourier

Les spectres FTIR ont été réalisés à l'aide d'un spectrophotomètre dans un domaine de nombre d'onde allant de 400 à 4000 cm^{-1}.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier basée sur l'étude des mode d'oscillation des arrangements d'atome qui entrent en vibration dans les fréquences bien définies lors de l'émission de rayons infrarouges **[35]**

III.3. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) basée sur la mesure des variations de masse d'un échantillon lorsque celui-ci subit une transformation pendant un traitement ou régime thermique **[36].**

Chapitre 2

Partie expérimentale

I. Stratégie à suivre :

Au cours de la partie expérimentale, nous allons suivre une certaine méthodologie qui est la suivante :

En premier lieu, nous allons synthétiser les membranes seulement avec les polymères PVDF et PVP, puis nous allons ajouter à ces solutions différentes quantités d'argile broyée avec tamisage à 100 μm puis séché.

La méthode de synthèse des membranes est basé sur l'inversion de phase appeler aussi précipitation par immersion ; Dans cette technique, une solution polymérique initialement homogène devient thermodynamiquement instable et se sépare en deux phases : une phase riche et une autre pauvre en polymère .La phase riche forme la matrice de la membrane alors que la phase pauvre en polymère constitue les pores **[23].**

Cette méthode elle permit d'élaborer les membranes qui occupe toute la gamme de filtration, la seule exigence est que le polymère doit être soluble dans le solvant donc le choix du bon solvant est très important.

II. Liste des réactifs :

L'argile utilisée comme matière première est la Montmorillonite du forage de Maghnia, et les réactifs Chimiques utilisés sont

- le polymère Poly(vinylidene fluorine) (PVDF) fourni par la société SIGMA ALDRICH séché dans l'étuve pendant 24 heures pour éliminé l'humidité .
- le diméthylformamide (DMF) utilisé comme solvant.
- le poly (vinylpyrrolidone) (PVP) de sigma aldrich à été utilisée comme additif.

III. Liste de matériels et équipements

- **Balance :** toutes les pesées ont été réalisées sur une balance analytique de marque (OHAUS)
- **Agitateur :** deux agitateurs ont été utilisés, de marque Lab Tech
- **Etuve :** Le séchage de la montmorillonite a été effectué dans une étuve de marque (BINDER)
- **Mortier** : pour un broyage manuel d'argile.

- **Tamis : A**près le broyage, la montmorillonite a été tamisée par un tamis de 100 µm
- **bain marie** : utilisé pour l'immersion des solutions polymère.
- **Les verreries** :(Béchers, Ballon, pipettes éprouvettes , Erlens, ...ect)

IV. Protocol expérimental

Nos membranes sont préparées par l'étalement de la solution visqueuse qu'on a obtenue par dissoudre les polymères dans le solvant, à l'aide d'un appareil de dépôt de couche mince sur une plaque de verre (support), à une température ambiante.

La membrane se forme en immergeant le film polymère dans un bain de coagulation contenant le non-solvant (Eau déminéralisée).

V. Résultats et discussion



Fig.2.1 : Photos d'une membrane synthétisée

V.1.Détermination du diagramme de phase polymère /solvant/non solvant :

Les diagrammes de phases ternaires peuvent être déterminés par des mesures des points troubles

V.1.1. Détermination des points troubles

Les points troubles ont étaient déterminé par une méthode titrimétrque par ajout de l'eau dans une solution homogène de DMF contenant le PVDF et PVP.

V.1.2. Représentation des points critique dans Le Diagrammes ternaires

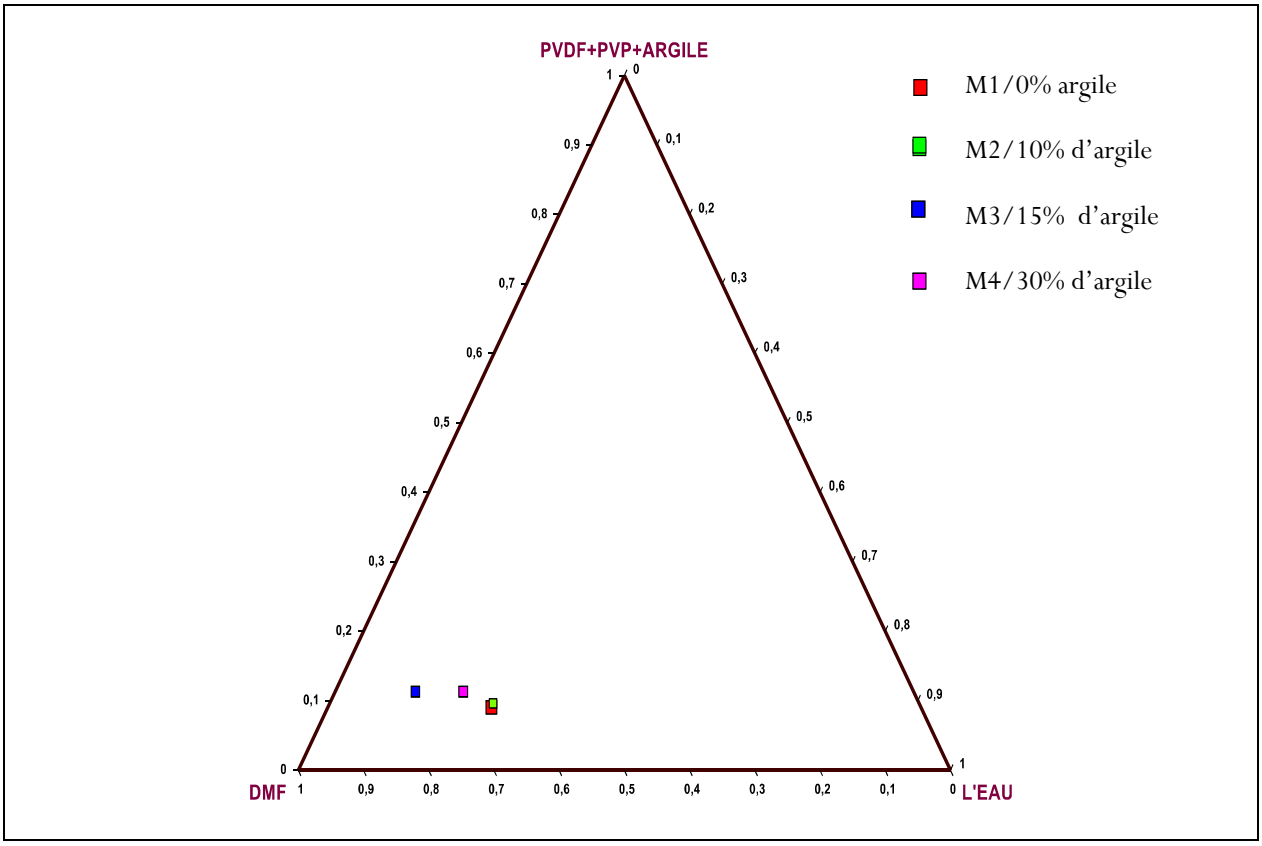


Fig.2.2. diagramme de phase PVDF+PVP argile/ DMF / l'eau représente le point critique des 5 membranes à la température T=50°C

Les diagrammes de solubilités isothermes des différent mélanges montrent des différences dans la représentation des points troubles selon les différentes pourcentages de polymére PVDF-PVP et argiles, ce qui prouve les différences dans la limite de miscibilité des mélanges pour chaque cas étudié.

Il serait intéressant de faire une étude thermodynamique visant à calculer ΔG_m pour connaitre le degré de réactivité entre ces différentes substances.

V.2. Approche théorique et expérimentale dans la détermination des enthalpies libres des mélanges

Vu à l'importance des valeurs enthalpies libres dans la réactivité des différents substances contenu dans les mélanges solutés ; solvant et non solvant, nous allons calculés pour chaque cas ces valeurs en se basant sur l'équation du chapitre:

$$\frac{\Delta Gm}{RT} = n_1 \ln\Phi_1 + n_2 \ln\Phi_2 + n_3 \ln\Phi_3 + g_{12} n_1 \Phi_2 + g_{13} n_1 \Phi_3 + g_{23} n_2 \Phi_3$$

Les étapes de déterminations des différents inconnus contenus dans cette équation sont les suivantes :

- Les fractions volumétriques ϕ sont calculer pour chaque cas en tenons compte des fractions massiques équivalentes pour chaque diagramme de phases.
- ✓ Les paramètres d'interactions entre solvant- non solvant (g_{12}), non solvant-polymère (g_{13}) et solvant-polymère(g_{23}) seront déterminés à partir de la bibliographie :

Tableau 2.1 les fractions volumétriques des différents échantillons

Echantillons	Fractions volumétrique			Coefficients d'interactions			ΔG_m(J/) (10^3)
	Φ_1	Φ_2	Φ_3	g_{12}	g_{13}	g_{23}	
M1	0.25	0.698	0.051	0.41	0.51	-0.9745	-1.191
M2	0.25	0.696	0.0516	0.41	0.517	-0.9742	-1.11
M3	0.124	0.81	0.060	0.405	0.52	-0.97	-1.143
M4	0.199	0.74	0.0558	0.407	0.51	-0.9721	-1.47

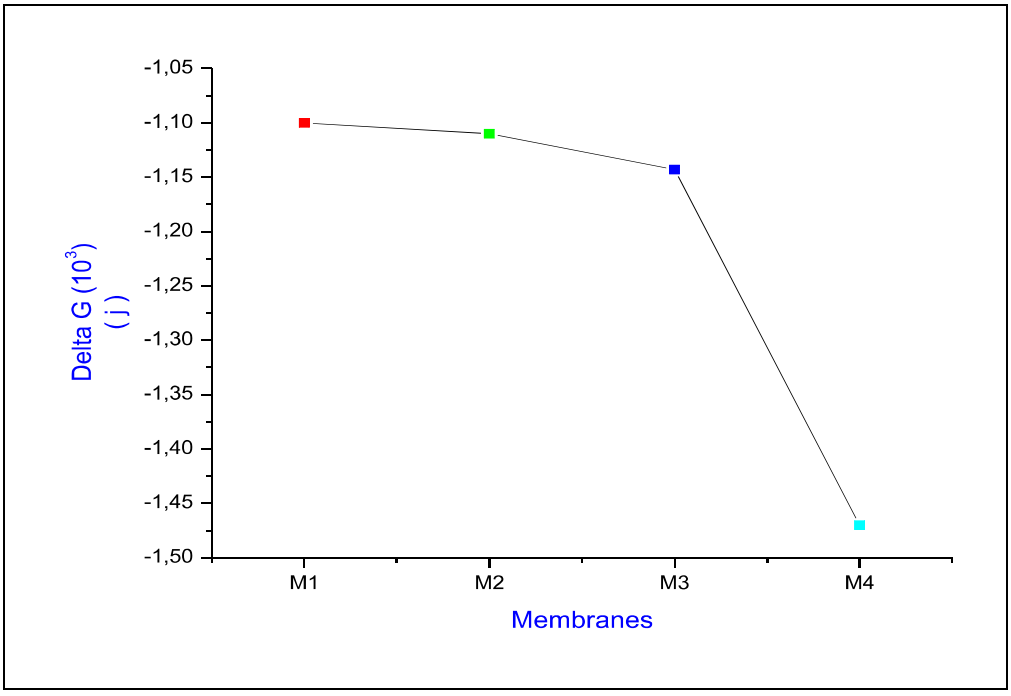


Fig 2.3 : Enthalpie libre de formation des membranes

Le calcul de ΔG_m du mélange nous permet de déterminer le degrés de réactivité entre les différents constituants des membranes en présence et en absence de l'argile..

Selon la figure, il a était constaté que $\Delta G_m < 0$, ce qui prouve qu'il ya une réactivité entre les différents constituants du mélange.

Nous avons constaté que de plus en plus la valeur de ΔG_m diminue avec l'augmentation de la quantité d'argile dans les membranes ce qui prouve l'importance de l'utilisation de la montmorillonite dans la conception des membranes.

V.3. Caractérisation des membranes :

V.3. 1. Analyse par Spectroscopie infrarouge :

Les analyses se sont fait au niveau de laboratoire de recherche en spectrochimie et pharmacologie structurale.

Les spectres ont été réalisés à l'aide d'un spectrophotomètre dans un domaine de nombre d'onde allant de 400 à 4000 cm^{-1}. Cette technique nous à permet essentiellement de déterminer la nature chimique des groupes fonctionnels

Les spectres des membranes M1, M2, M3, M4 sont montré dans les figures suivantes :

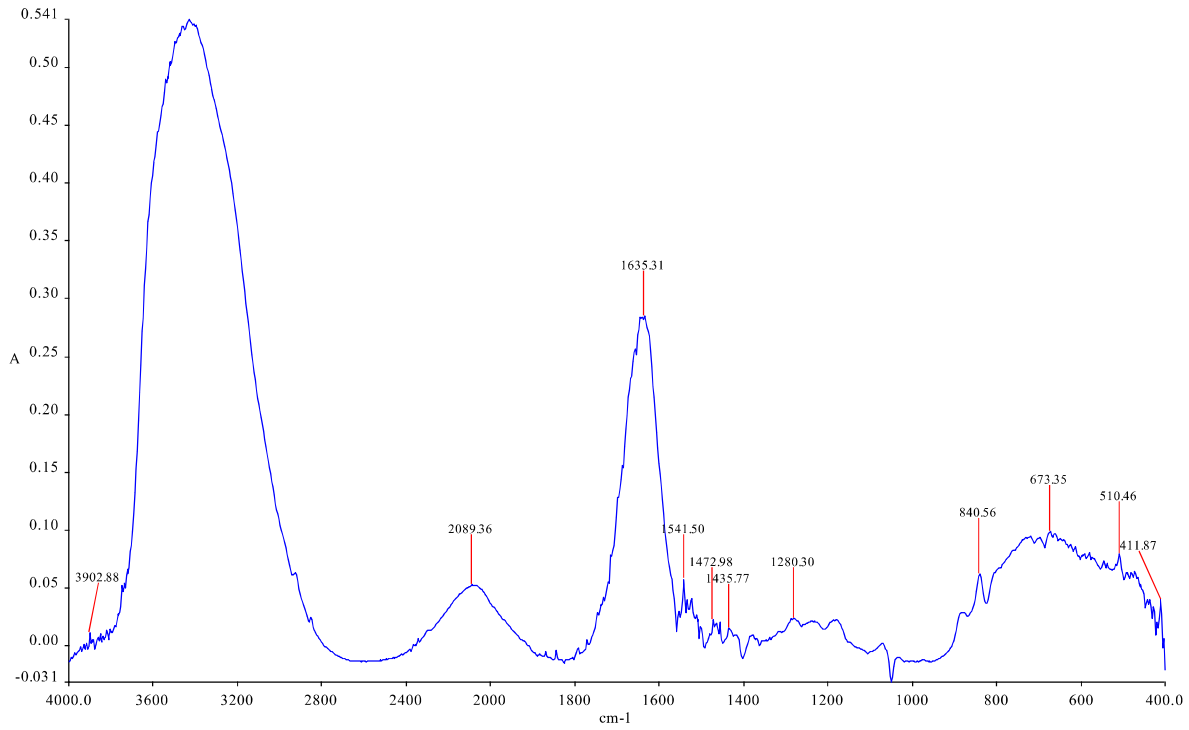


Fig 2.4: Spectre Infrarouge de membranes M1 sans argile

Les résultats obtenus de l'analyse spectroscopique par infrarouge à transformé de fourrier montre que la membrane M1 formé principalement d'un mélange de PVDF et PVP, montre la présence d'un pic situé à 3400 cm^{-1} prouvant l'existence d'une liaison C-F appartenant au groupe C-F du monomére -CH_2-CF_2- du polymère PVDF.

- Une bande à 1635 cm^{-1} caractérise la bande de valence C=O de la matière organique de polymère PVP.
- le spectre montre aussi trois bandes à 1541cm^{-1}, 1472cm^{-1}, 1435cm^{-1}, sont attribuées aux modes de vibrations des élongations du groupe CH_2 de la matière organique PVP, Une bande situé à 1280 cm-1 caractérise la bande de valence C-N de la matière organique PVP.
- Une bande à 840 cm-1 caractérise la bande de valence C-H de la matière organique de polymère PVDF.
- Trois bandes situées à 673 cm-1, 510 cm-1, 411 cm - 1, sont attribuées aux modes de vibrations de déformations angulaires CF2 de la matière organique PVDF.

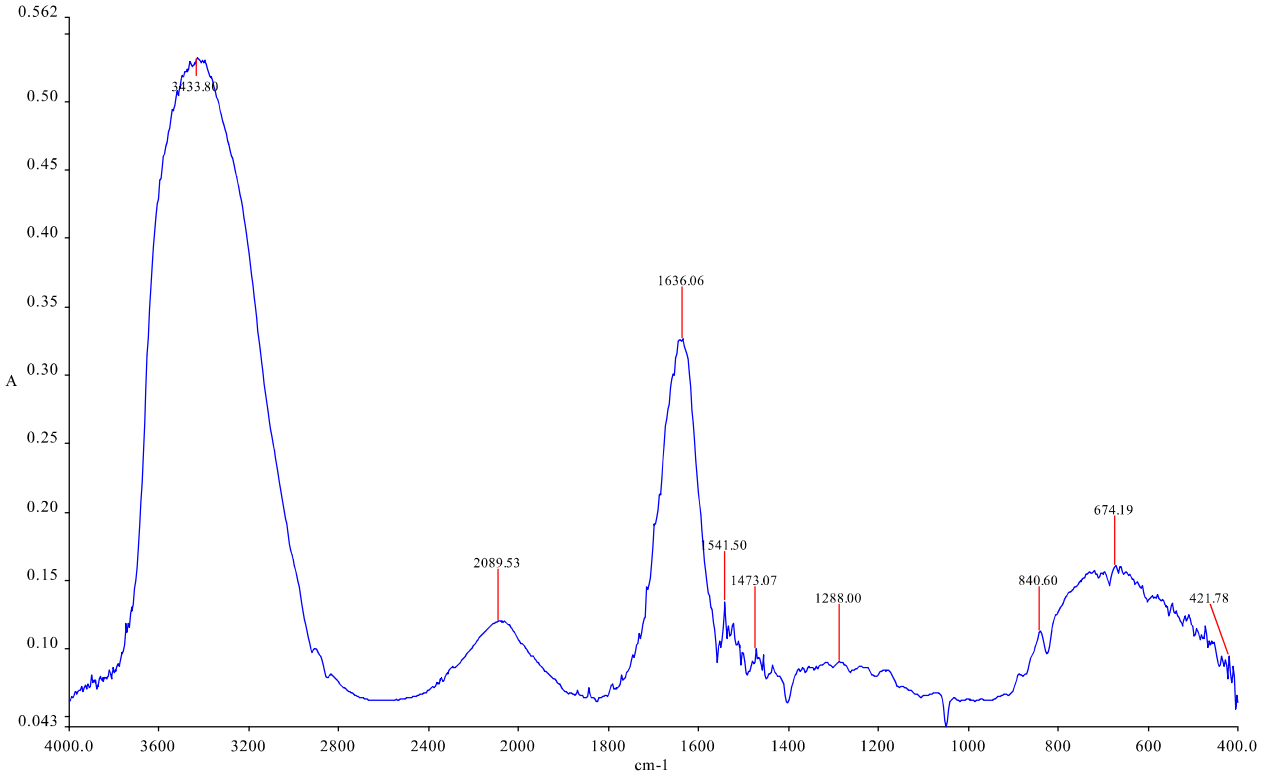


Fig.2.5 : Spectre Infrarouge de membrane M2 avec 10% d'argile

L'analyse spectrale indique que le membrane M2 est composée de matière argileux ,ceci est justifié le spectre révèle principalement la présence d'un pic située à 421 cm^{-1} subit une déformation de Si-O-Si à la position octaédrique.

Il ya aussi **u**ne bande large de 3400cm^{-1}, représente une liaison des halogènes et dans notre composé on a le F donc la bande large est de C-F

Une bande à 2089 cm^{-1}représente la bande de vibration de valence C-H de la matière organique à faible pourcentage et qui disparait (PVP).

-Deux bandes à 1636 cm^{-1}, 1541cm-1 sont attribuées aux vibrations de C=O de la matière organique du polymère PVP à faible pourcentage et de carbonate.

-Une bande à 1473 cm^{-1} est attribuée à vibration d'élongation de CH2 de la matière organique PVP.

-Une bande à 1288 cm^{-1} est caractérisée par la bande de valence C-N de la matière organique PVP.

-Une bande à 840 cm^{-1} est caractérisée par la bande de valence C-H de la matière organique de polymère PVDF.

-une bande à 674cm^{-1} est attribuée à la vibration de déformation angulaires CF2 de la matière organique PVDF.

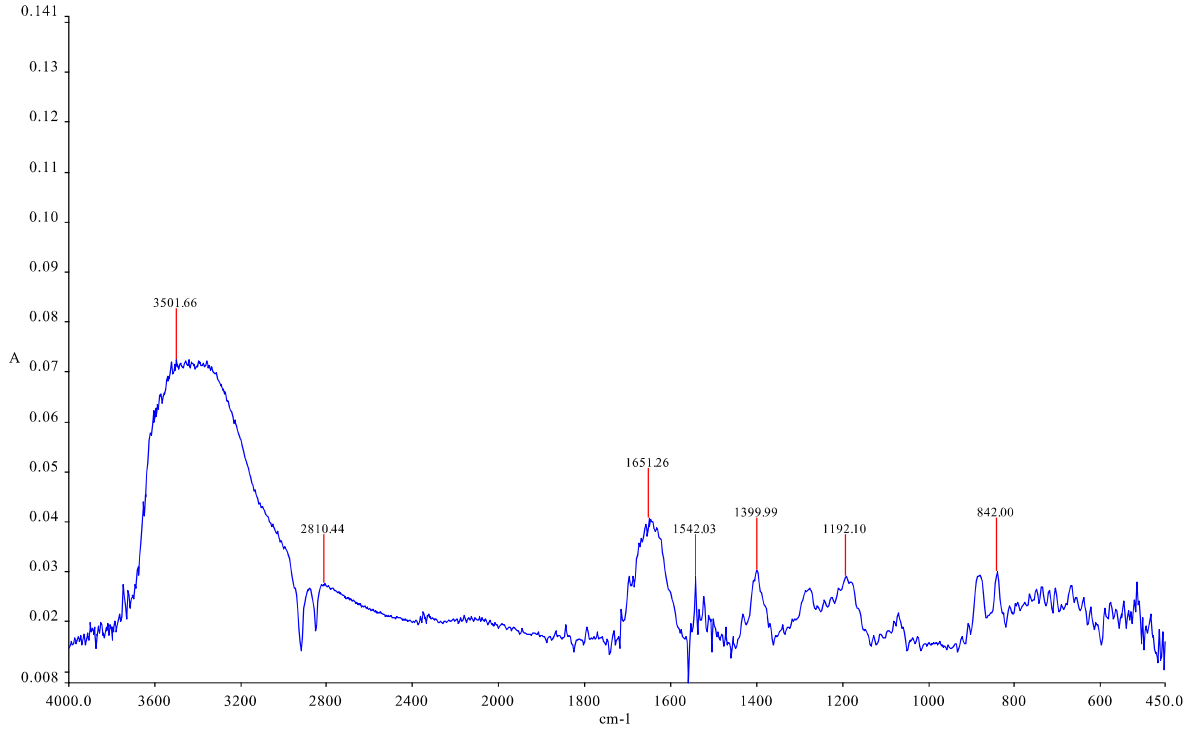


Fig 2.6 : Spectre Infrarouge de membranes M3 avec 15% d'argile

Une bande large de 3501 Cm^{-1} représente la bande de vibration d'élongation d'OH de l'eau.

- Une bande à 2810 cm^{-1} représente la bande de vibration de valence C-H de la matière organique à faible pourcentage et qui disparait (PVP).

-Deux bandes à 1651 cm-1, 1542cm-1 sont attribuées aux vibrations C=O de la matière organique du polymère PVP à faible pourcentage et de carbonate .

-Une bande à 1472 cm^{-1} est attribuée à vibration d'élongation CH2 de la matière organique PVP.

-Une bande à 1192 cm^{-1} , la forte absorption est attribuée pour l'allongement de Si-O et Al-O.

-Une bande à 842 cm-1 est caractérisée par la bande de valence C-H de la matière organique de polymère PVDF.

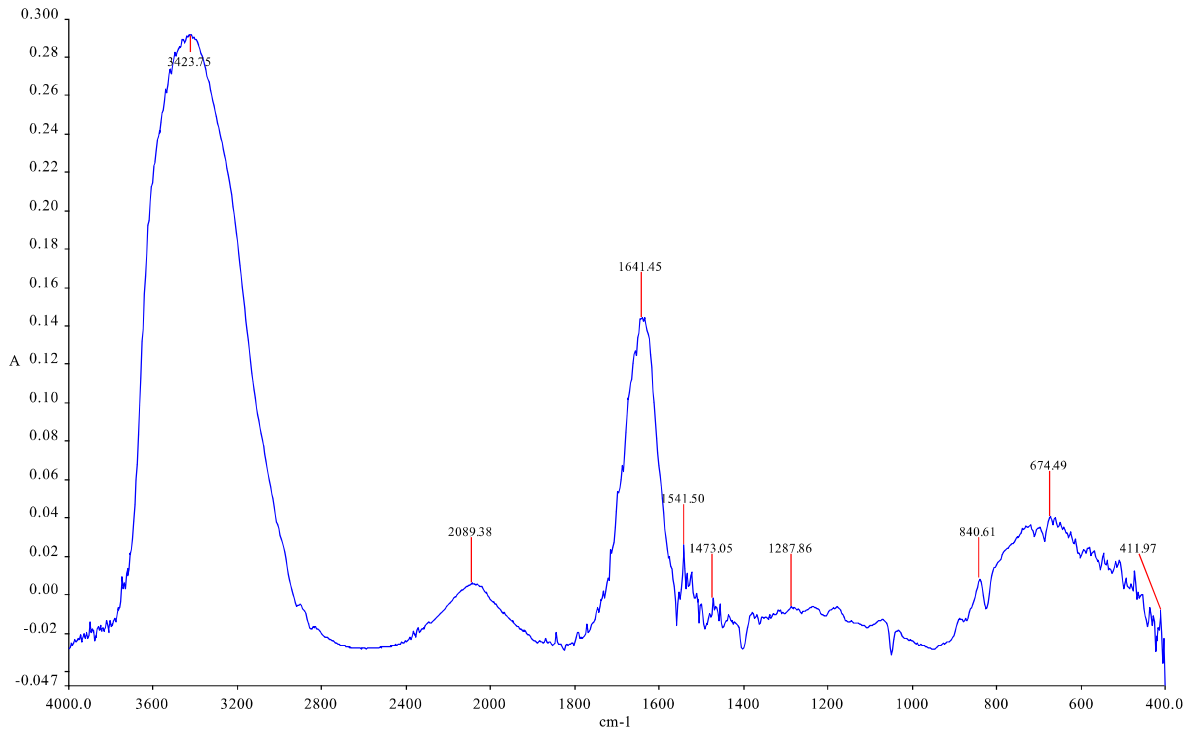


Fig.2.7 : Spectre Infrarouge de membranes M4 avec 30% d'argile

La membrane M4 est contient une quantité doublé d'argile et ce spectre montre la présence d'une bande situé dans l'interval [1650-1751 cm^{-1}] plus intense correspond a H-O-H de la Montmorillonite le spectre représente une bande d'adsorption 3903cm^{-1} du au mode de vibration d'allongement de groupement O-H de la bentonite.

- ✓ une bande à 3434cm^{-1} correspond à la vibration de déformation de la molécule d'eau.
- ✓ Une bande à 2089cm^{-1} représente une bande de vibration de valence C-H de la matière organique à faible pourcentage et qui disparait (PVP).
- ✓ Deux bandes à 1635 cm^{-1}, 1541cm-1 sont attribuées aux vibrations de C=O de la matière organique du polymère PVP à faible pourcentage et de carbonate.
- ✓ -Une bande à 1473 cm^{-1} est attribuée à la vibration d'élongation de CH2 de la matière organique PVP.

V.3.2. Analyses par diffractométrie RX

Les analyses se sont fait au niveau de département de chimie faculté des sciences Les spectres de diffraction des rayons X de membrane pure et membranes à base d'argile ont été réalisés à l'aide d'un appareille du marque (Miniflex 600) sont donnés par les figures suivant :

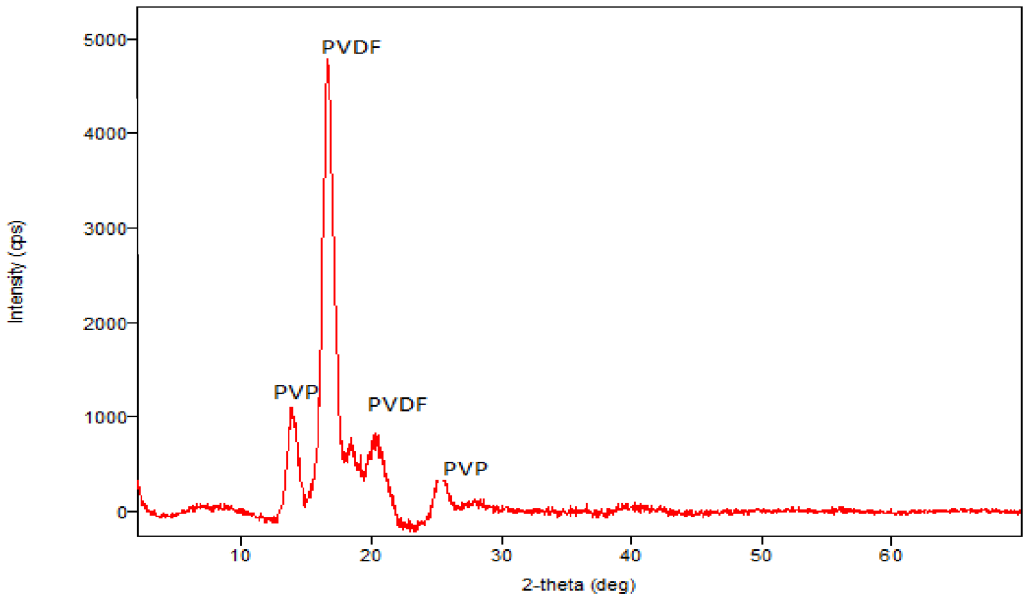


Fig 2.8 : Diffractogramme RX de membrane M1sans argile

Tableau 2.2. Principale pic Diffractogramme RX de M1

No	2-théthа(deg)	d(A°)	Height(cps)
1	13.87(6)	6.38(3)	618(48)
2	16.658(16)	5.318(5)	3040(107)
3	20.44(5)	4.342(11)	312(34)
4	25.17(16)	3.54(2)	181(26)

Par comparaison avec les spectres de bases de l'échantillon PVDF, PVP, et la montmorillonite testé au laboratoire et tiré de la bibliographie **[57][58]** ,nous avons tirer les remarques suivante :

✓ Pour le spectre de M1 qui représenté dans la figure au dessus, il a était confirmé que cette échantillon est formé d'un mélange de PVDF et PVP par la présence de pic situé indiquant la position d'un atome appartenant à PVP **[58]**, corresponde à 2Θ=25.17 (deg) et les pic situé à 2Θ = 18(deg) et 2Θ = 20.44 (deg) appartenant à PVDF **[59][57]** .

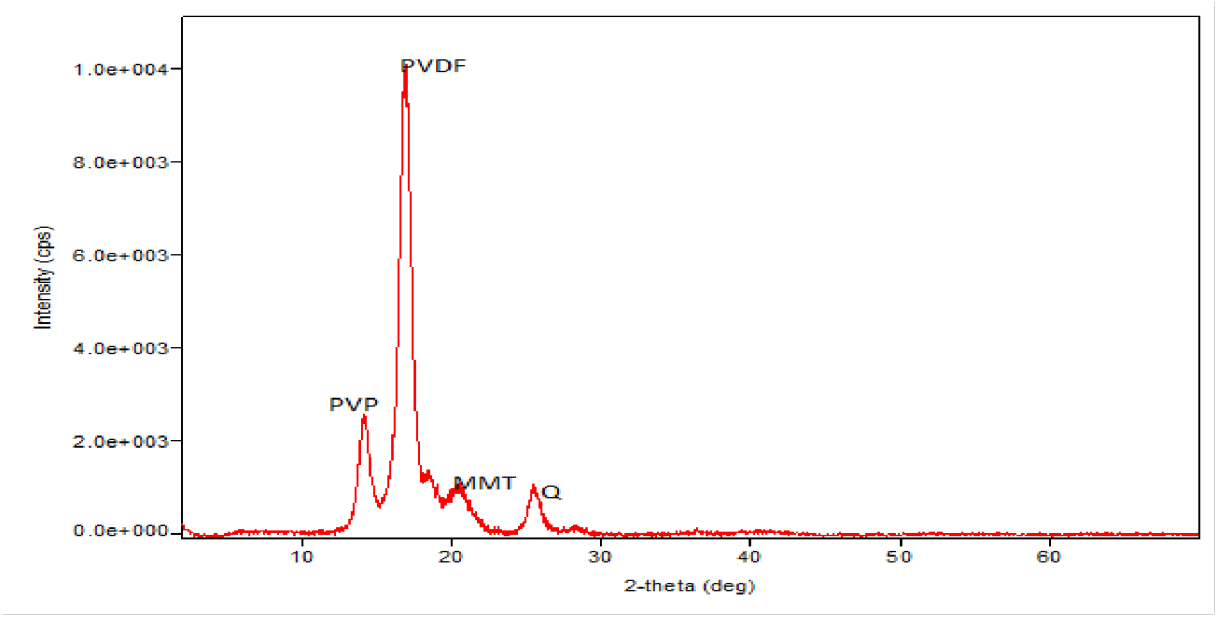


Fig 2.9 : Diffractogramme RX de membrane M2 à 10% d'argile

Tableau 2.3 : principale pic Diffractogramme RX de membrane M2

No	2-thétha(deg)	d(A°)	Height(cps)
1	14.101(13)	6.27(6)	1566(77)
2	16.942(7)	5.229(2)	6417(155)
3	20.67(5)	4.293(10)	518(44)
4	25.59(3)	3.478(4)	593(47)
5	40.6(3)	2.220(15)	32(11)

✓ Pour l'échantillon M2 contenant 10% d'argile avec le mélange PVDF et PVP, nous avons constatés l'apparition d'une nouvelle bande situé à 2Θ =20(deg) indiquant la présence d'une bande spécifique appartenant à la montmorillonite prouvé par les spectres DRX de la montmorillonite et les spectres recueilli de la bibliographie **[57][58]**

✓ Et à 2Θ =25 (deg) on observe un nouveau pic appartenant à la Quartz

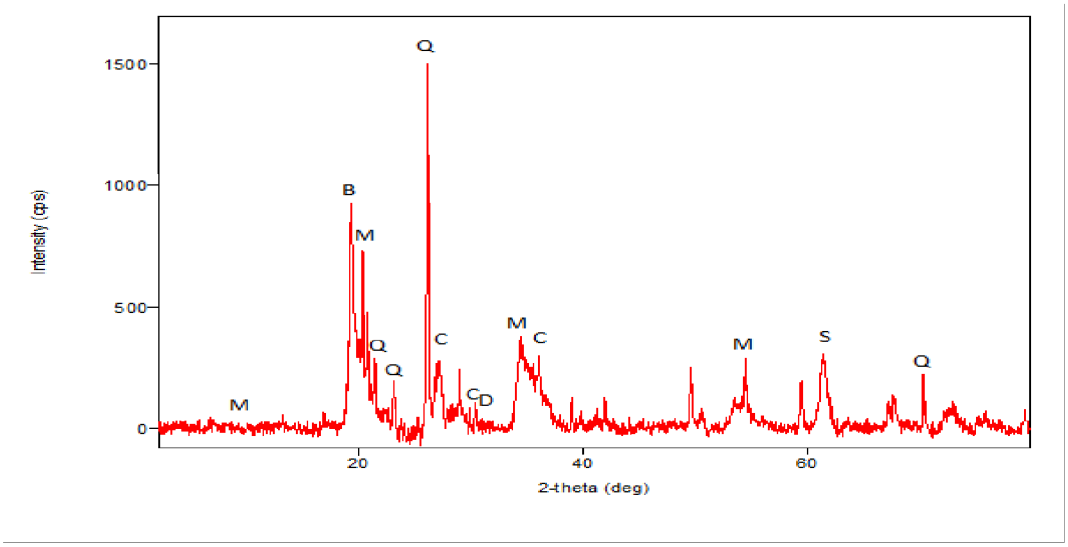


Fig.2.10 : Spectre DRX de l'argile brute

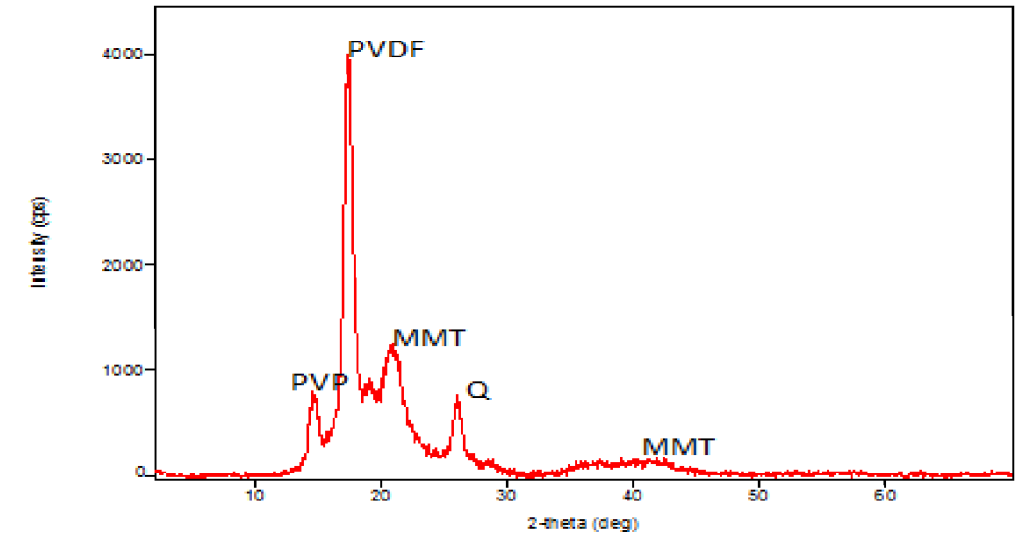


Fig 2.11: Diffractogramme RX de membrane M3 avec 15% d'argile

Tableau 2.4 : principale pic Diffractogramme RX de membrane M3

No	**2-thétha(deg)**	**d(A°)**	**Height(cps)**
1	14.69(4)	6.026(16)	311(34)
2	17.442(11)	5.080(3)	2416(95)
3	21.05(5)	4.217(9)	608(48)
4	36.02(4)	2.48(2)	36(12)
5	40.7(5)	2.21(2)	66(16)

✓ Pour cette membrane M3 représenté dans la figure au dessus, les deux bandes attribuées à 2 Θ= 20 (deg) et 2 Θ=27 (deg) augmentent d'intensité par rapport à l'échantillon M2 avec l'apparition d'une faible bande attribuée à la présence de la montmorillonite à 2 Θ= 40(deg)

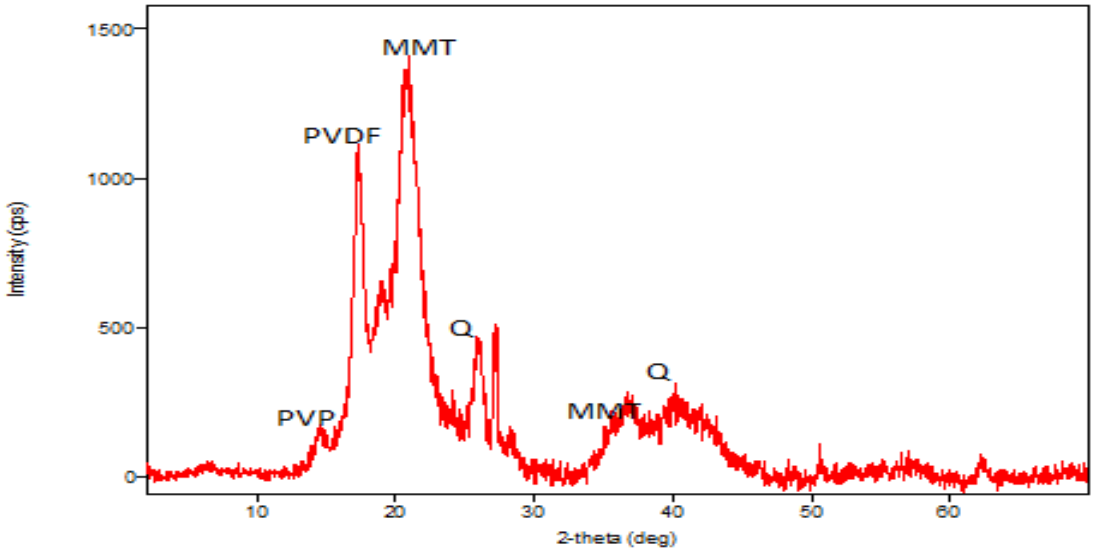


Fig 2.12: Diffractogramme RX de membrane M4 avec 30% d'argile

Tableau 2.5: principale pic Diffractogramme RX de membraneM4

No	2-théta(deg)	d(A°)	Height(cps)
1	14.17(11)	6.25	39(12)
2	17.170(17)	5.160	630(49)
3	20.72(3)	4.283	887(58)
4	26.87(8)	3.316	146(23)
5	36.55(13)	2.457	138(23)
6	40.56(15)	2.223	145(23)

✓ Concernant ce spectre, l'intensité des bandes situé à 2 Θ=20.72 , 26.87 , 36.55 (deg) augmente par rapport à M2 et M3,ce qui est logique pour le pourcentage d'argile de l'ordre de 30%.

✓ On remarque que l'intensité des pics des polymères PVDF et PVP situé à 2 Θ=14.17, 17.170 (deg) est diminue lorsque on augments la quantité d'argile

V.3.3. Analyses thermique par gravimétrique :

Les analyses thermique par gravimétrique se sont fait au niveau de laboratoire Macromolécules

L'appareille utilisé est du marque SDT Q600.

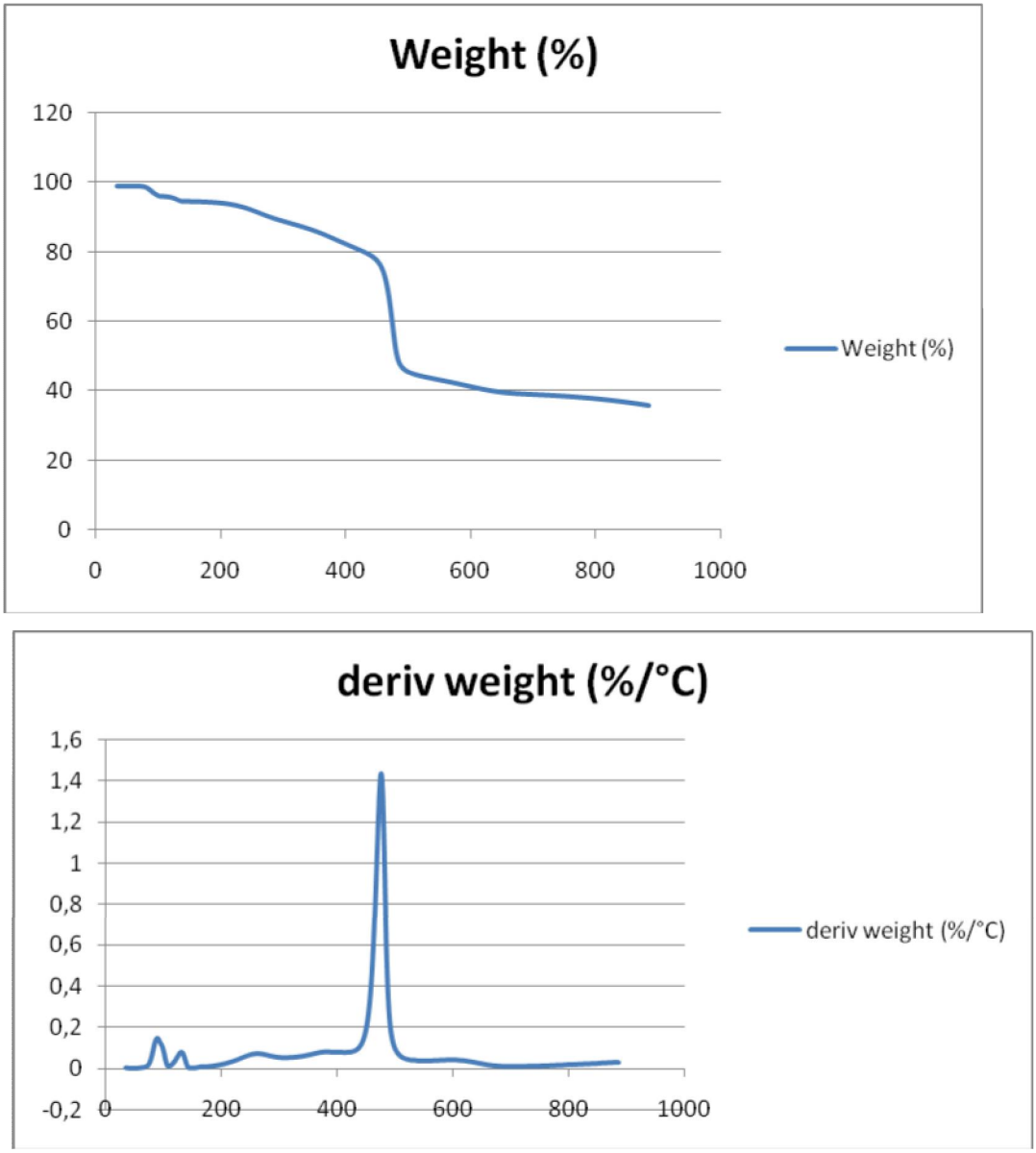


Fig 2.13 : courbe thermogramme de l'échantillon M3 (15% d'argile)

Pour le spectre ATG de l'échantillon M3 représentant, il a était constaté que la courbe de la mesure de la perte de masse diminue de 78% à 42 % avec l'augmentation de la température ceci est justifier comme suit :

- A la température 100°C, la faible diminution dans la courbe est attribué à la disparition des molécules d'eau qui se retrouve incorporé ou adsorbé dans les structures cristallines de la membrane
- Entre 200 à 300°C, la faible diminution est attribuée à la disparition des liaisons hydroxyles
- A450°C, nous avons constaté durant cette température il ya une perte de masse considérable 36% correspondant à la présence de la matière organique due composés PVDF et PVP présent dans la structure de la membrane M3
- Au delà de 450°C, nous avons remarqué que l'allure de la courbe reste pratiquement constante, ce qui est du à la présence la matière minérale de l'argile (les oxydes de siliciums et d'aluminium).

Conclusion et perspective

Ce travail de recherche nous a permis de mieux comprendre la synthèse des membranes mixte par la méthode d'inversion de phase.

L'utilisation de la montmorillonite nommé maghnite de la région de maghnia comme additive représente un intérêt majeur dans l'amélioration de la formation des membranes mixte à base de PVDF et PVP, ceci a était prouvé par l'étude thermodynamique des digrammes de solubilités et des calculs valeurs des enthalpies libres ΔG .

Les analyses spectroscopiques par les différents techniques FTIR et DRX montrent une net différence entre les différents spectres des différents échantillons en présences et absence d'argile avec l'apparition de nouvelles bandes ,ceci est justifié en comparaison avec les spectres IR et DRX de la montmorillonite et des échantillons PVDF et PVP avec l'apparition dans les membranes mixtes à base des bandes IR à 1192 cm^{-1} indiquant la présence des liaisons Si-O et Al-O, dont la source est l'échantillon de la montmorillonite, il a était constaté aussi que le degrés de liberté dans les matrices polymériques des mouvement de vibration des liaisons spécifique de la montmorillonite sont influencé par les effets de réactivité et création de d'autres liaisons avec les polymères PVDF et PVP. Ceci est prouvé aussi par les résultats obtenus par DRX car nous avons constaté l'apparition d'une bande situé à 2Θ=25 (deg) pour l'échantillon M2 (10%) ce qui pic augmente d'intensité avec l'augmentation de la quantité d'argile de 15 à 30%

L'analyse thermique gravimétriques montre la présence de la matiére organique formé principalement des polymères PVDF et PVP car nous avons constaté une une perte de masse entre 480 à 500°C.

Il est possible de considérer ces résultats comme un point de départ pour d'autre travaux de recherches qui feront l'objet de synthèse de nouvelle membranes ; visant à améliorer l'efficacité de séparation des différents solutés se trouvant dans les effluents liquides et d'augmenter la résistance des membranes vis-à-vis les différentes variations des facteurs physicochimiques et hydrodynamique.

L'amélioration de la composition des membranes est une priorité importante pour les pays en voie de développement et cela dans le but de garantir une autonomie dans ce domaine technologique très important en relations avec les industries chimiques, pharmaceutiques et agroalimentaires

Référence bibliographique

[1] Mulder. M. (1991). Basic Principles of Membrane Technology. Kluwer Academic, Dordrecht.
[2]Cheryan, M.(1998). Ultrafiltration and Microfiltration Handbook. Technomic Publishing, Lancaster.
[3] Mulder. M. (1996). Basic Principles of Membrane Technologiy [S.I.] Springer.
[4] Chabane. M. (2015). Etude de la résistance au colmatage et de la rétention des composes toxiques par membranes. Thèse de doctorat. Université Aboubekr belkaid .Tlemcen .
[5] Aoufi. B. (2016). Extraction par nanofiltration du cuivre (II) et fer (III) et leurs mélanges. Mémoire. Universite Aboubekr belkaid .Tlemcen.
[6] Alfa. A, Ph.D. (2008). Procédés de séparation membranaire et leur application dans l'industrie alimentaire. revue de littérature. Saint-Norbert d'Arthabaska, ACER.
[7] Zaamouche. R. Modélisation basée sur le concept hydrodynamique de la couche formée sur la surface d'une membrane d'ultrafiltration. these. faculte des sciences et de la technologie université de batna.
[8] Cartwright P.S. (1992) .Industrial waste water treatment with membranes: a united states perspectives, Wat. Sci. Tech., 10, 373-390
[9] Valérie. j. v. (1999). demineralisation par electrodialyse en presence d'un complexant application au lactoserum. Thèse. Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle. Toulouse.
[10] Pontié M, coll. (2001). Les techniques séparatives à membranes – Théorie, applications et perspectives, Paris : Union Internationale pour les applications de l'électricité, 212p
[11] Harrlekas. F. (2008). Couplage des procédés membranaires aux techniques physico- chimique ou biologiques pour le traitement des rejets liquides de l'industrie de textile .thèse de Doctorat en cotutelle. Université Cadi Ayyad de Marrakech et de l'institut national polytechnique de Lorraine. France
[12] Mulder. M. (1951). Basic Principles of Membrane Technology. Center for Membrane Science and Technology. University ofTwente. The Netherlands.
[13] Khemakhem. S. (2005). elaboration de membranes de microfiltration et d'ultrafiltration en ceramique a base d'argile tunisienne. Thèse de Doctorat. Universite de sfax pour le sud et Universite de montpellier II. Tunisie.
[14] Boukhiar .S. (2016). Caractérisation des membranes d'ultrafiltration.Application au dessalement et à la concentration de jus de fruit. Projet de Fin d'Etudes. Université Hassiba Ben Bouali .Chlef.
[15] Djafer. L. (2011). Etude d'un système autonome pour le traitement des eaux usées par les techniques membranaires. Membrane à effet photocatalytique à base de TiO2. Thèse de
Doctorat. Université Hassiba Benbouali, Chlef.

[16] AUDINOS. (2000). membranes semi- perméables- membranes de microfiltration tangentiellesK365.traité constantes physicochimique.

[17] Escoda. A. (2011). Etude du transfert de solutes neutres et charg_es _a travers des membranes de nanoltration et caracterisation des proprietes dielectriques des nanopores . Chimie organique.Universit_e de Franche-Comt. Français.

[18] Daufin. G, Aimar. P. (2004). Séparations par membrane dans l'industrie alimentaire. technique de l'ingénieure F3250.

[19] Tamas. A. P. (2004). Etude comparée du colmatage en nanofiltration et en ultrafiltration d'eau de surface .Mémoire pour l'obtention du grade de maître ès sciences, Faculté Des Sciences et de Génie, Université Laval, QUÉBEC.

[20] Baker, R.W. (2004). Membrane technology and applications. 2ème édition, Ed. John Wiley and sons, Chichester.

[21] Parmentier. M, Fanni. J , Linder. M. (2003). Technologies membranaires en lipotechnie. In Lipides et corps gras alimentaires. Ed. J. Graille, Editions Tec & Doc, Pari, pp 107-146.

[22] Barbar. R. (2006). Contribution à la mise au point de nouveaux matériaux membranaires pour la filtration de milieux complexes : Etude physico-chimique de membranes d'acétate de cellulose et de méthylcellulose partiellement alkylée obtenues par immersion-précipitation. These de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine.

[23] BARBAR. R. (2006). Contribution à la mise au point de nouveaux matériaux membranaires pour la filtration de milieux complexes : Etude physico-chimique de membranes d'acétate de cellulose et de méthylcellulose partiellement alkylée obtenues par immersion-précipitation. These de doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine.

[24] Berland. J.M. (2002). Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau. Document technique fndae.

[25] Hernot. F. (2016). L'argile, son utilisation a l'officine. Thèse de doctorat. Université Angers.

[26] Millot. G. (1963). Géologie des argiles, édition Masson. Chapitre 10 et 14. Paris.

[27] Chavanne. P. (2011). 200 remèdes à l'argile .page 11, ISBN :978-2-7540-3136-3

[28] Mill. G. (1964). Géologie des argiles. Édition Masson, Paris

[29] Cailler. S, Henin. S. (1963). Minéralogie des argiles, 1er édition Masson. Paris.

[30] Jouenne. C. A. (1975). traite de céramiques et matériaux minéraux. 7 éditions Dunod. Paris.

[31] Adrianne. P. (2003). L'argile, médecine ancestrale de la tradition aux preuves scientifiques. Éditions Amirys SPRL. page 50, ISBN : 2-930353-15-5

[32] Bouazza. F. (2012). Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées. Mémoire. Universite Abou Bekr Belkaid. Tlemcen

[33] Pédro G. (1994). Les minéraux argileux, Constituants et propriétés du sol. Edition Masson. .

[34] J.E. Dohany. (2000). Fluorine-containing polymers, poly(vinylidene fluoride). KirkOthmer Encyclopedia of Chemical Technology. John Wiley & Sons Inc.

[35**]** K. Khider née Moulti. (2005). Elaboration de supports membranaires à base d'argile Algérienne et étude comparative de membranes minérales en ultrafiltration.Thèse de doctorat, Université M'Hamed Bougara, BOUMERDES.

[36] Fran_cois Grosjean, Jean Kittel, Fran_coisRopital, Eric Serris, V_eronique Peres,« Couplage analyse thermogravim_etrique et _emission acoustique pour l'_etude de la corrosion haute temperature»,Spectra Analyse, Paris : PCI, 2011, pp.35-44

ملخص

لقد عالجنا في هذه المذكرة تركيب الأغشية المختلطة القائمة على الطين لمنطقة مغنية غرب الجزائر بطريقة انقلاب المراحل .

فقد قمنا بتحضير كميات مختلفة من الطين مع خليط من البوليمار pvdf و pvp بوجود المذيب الذي هو DMF و الغير المذيب الذي هو الماء .ثم قمنا بحسابات من اجل تحديد الطاقات الحرة للخليط من اجل معرفة درجة التفاعل الذي حصل بين المكونات السابقة الذكر بعد ذالك قمنا باختبارات بعدة طرق مثل ,DRX ,FTIR ,ATG

الكمات المفتاحية :أغشية، تركيب ،الطين ،DRX ,FTIR ,ATG

Résumé

Ce mémoire s'intéresse à la synthèse des membranes mixtes à base de montmorillonite maghnite de la région de maghnia (ouest d'Algérie) et de polymères PVDF et PVP¨ par la méthode d'inversion de phases.
La réactivité entre les différents constituants des membranes formés par une étude thermodynamique des digrammes de miscibilités et des variations des enthalpies libres.
Les méthodes de spectroscopiques utilisés pour la caractérisation des membranes utilisés sont la DRX, FTIR, ATG

Mots clés : Membrane, synthèse, Argile, DRX, ATG, FTIR .maghnite

Abstract

This paper deals with the synthesis of mixed membranes based on clay montmorillonite maghnite of maghnia region (West of Algeria) and polymers PVDF and PVP .by the method of phase inversion.
The reactivity between this compounds will be checked using thermodynamiqc studies of the ternary solubility diagrams and the calculation of free enthalpy
For the spectroscopic studies ,we have used several methods such as *DRX, FTIR, ATG*

Key words: Membrane, synthesis, Clay, DRX, ATG, FTIR, maghnite