



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCEM

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : **Chimie Analytique**

Par :

**M^{elles} DJELTI Ikram Nadja
TOUIL Meryem**

Sur le thème

Synthèse des composites de bentonite sodique formés à partir de précurseurs organiques

Soutenu publiquement lejuin..... à Tlemcen devant le jury composé de :

Mr DIDI Mohamed Amine	Professeur	Université de Tlemcen	Président
Mme BENHACHEM Fatima Zahra	MCA	Centre Université de Maghnia	Encadrante
Mr BELKHOUCHE Nasreddine	Professeur	Université de Tlemcen	Examinateur
Mme BENYAHIA Nacera	MCB	Centre Université de Maghnia	Examinatrice

Année Universitaire : 2021 ~ 2022

REMERCIEMENTS

Avant tout, nous remercions “ Allah “ qui nous a donné la force et l’envie pour terminer ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à notre encadreur Dr. BENHACHEM Fatima-Zahra pour sa disponibilité à tout moment, son aide, ses encouragements et sa patience. Nous ne saurions trouver les mots pour lui exprimer toute notre gratitude.

Nous tenons à remercier très sincèrement le Directeur de Laboratoire LTSP de l’université de Tlemcen Pr. DIDI Mohammed El-Amine, ainsi que le responsable de la spécialité de Chimie Analytique Dr. OUKEBDANE Khalil, pour tous les efforts qu’ils nous ont consenti tout au long de l’élaboration de ce travail, leurs encouragements, et leurs précieux conseils.

Nous adressons nos vifs remerciements à Pr. BELKHOUCHE Nasreddine et Dr. BENYAHIA Nacera qui ont accepté d’examiner et juger ce travail.

Nous remercions chaleureusement tous les membres de laboratoire surtout l’ingénieur et la technicienne de notre laboratoire.

Nous remercions également le directeur de laboratoire de catalyse et synthèse en chimie organique Pr. CHOUKCHOU-BRAHAM Noureddine, ainsi que l’ingénieure Mme. MOKRI Fatima Zahra.

Nos vifs remerciement à Dr. ZERROUKI Nawal enseignante au Centre universitaire de Relizane, et à Monsieur BAHRAOUI Youcef un responsable à l’industrie d’ENOF Maghnia.

DEDICACES

À mon défunt oncle,
DJELTI Abdelkader.

DEDICACES

J'ai l'honneur de dédier ce travail à :

Mon cher père et à ma très chère maman qui m'ont encouragé vraiment dans ma carrière universitaire.

Mes chers frères et ma très chère sœur : Loqman, Mohamed et Assia.

À ma binôme : DJELTI Ikram Nadjia

À ma grande mère " Yamina " qui reste toujours dans mon cœur.

À ma chère Tante " Naima " pour ses encouragements durant la réalisation de ce travail.

À toutes mes amies et toute ma famille.

Meryem.

Liste d'abréviations

CMS : Composite à matrice céramique.

CMM : Composite à matrice métallique.

SMC: Sheet molding compound.

RTM: Resin transfert molding.

mPA s : Milli Pascal second.

VIP : Vacuum infusion process.

C-Opal : La cristobalite.

CEC: Capacité d'échange cationique.

nm : Nanomètre.

pH : Potentiel hydrogène.

PZC: Point of zero charge.

PIE: Point isoélectrique

IR: Infrarouge.

DRX : Diffraction des rayons X.

UV : Ultraviolet.

Bt-Na : Bentonite sodique traitée au laboratoire.

Bt-Na ind : Bentonite sodique fournit par l'industrie.

Bt-brute: Bentonite brute.

Ge: Gélatine.

Am: Amidon.

gly: Glycérine.

Sa: Saccharose.

FTIR: Fourier transform infrared spectroscopy.

PAF : Perte au feu.

API :Américan petroleum institute.

Liste des Figures

Figure I. 1 : Classification des bio-composite.

Figure I. 2 : Unité structurale octaédrique et tétraédrique.

Figure I.3 : Les étapes dans la technique de pontage des argiles, $d_1 < d_3 < d_2$. (**Etape 1 :** intercalation d'oligomère cationique du métal, **Etape 2 :** la calcination).

Figure I. 4 : Bentonite Brute de Maghnia.

Figure I. 5 : Structure de la bentonite.

Figure I.6: Représentation de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés.

Figure I.7 : Surface interne et externe d'une particule argileuse (smectite).

Figure I.8 : Structure de la bentonite sodique.

Figure I.9 : La gélatine.

Figure I.10 : Structure de la gélatine.

Figure I.11: Le saccharose.

Figure I.12 : Structure de saccharose.

Figure I.13 : Structure de la glycérine.

Figure I.14: L'amidon.

Figure I.15: Structure de l'amidon.

Figure I.16 : Phénomène d'Adsorption.

Figure I.17: Structure de bleu de brophénol.

Figure I.18: Structure de couleurs vert de malachite.

Figure II. 1: Bt- Na ind.

Figure II. 2: Bt-Na.

Figure II. 3 : Structure de rouge bemacide.

Figure II. 4 : Composite préparé à base de Bt-Na/Gélatine.

Figure II. 5 : Composite préparé à base de Bt-Na/Am-gly.

Figure II. 6 : Composites préparé à base de Bt-Na/Am-Sa.

Figure II. 7 : Appareille de DRX.

Figure II.8 : Appareil d'IR.

Figure II.9 : Appareille d'UV-visible.

Figure II. 10 : DRX de la Bt-brute.

Figure II.11 : Spectre FTIR de la Bt-Brute.

Figure II. 12 : Spectre FTIR de la Bt-Na.

Figure II. 13 : Spectre FTIR de la Bt-Na ind.

Figure II. 14 : Spectre IR de Bt-Na ind 35%/Ge20%.

Figure II. 15: Spectre IR Bt-Na ind 35%/Ge10%.

Figure II. 16: Spectre IR Bt-Na 35%/Ge20%.

Figure II. 17: Spectre FTIR Bt-Na 35%/Ge10%.

Figure II. 18: Spectre FTIR Bt-Na ind10%/Am35%-Sa10%.

Figure II. 19 : Spectre FTIR de Bt-Na10%/Am35%-Sa10%.

Figure II. 20: Spectre FTIR Bt-Na ind10%/Am30%-gly10%.

Figure II. 21: Spectre FTIR Bt-Na10%/Am30%-gly10%.

Figure II. 22: Avant le gonflement.

Figure II. 23: Après le gonflement.

Figure II. 24: PZC de Bt-Na ind et Bt-Na.

Figure II. 25 : PZC de Bt-Na ind 35%/Ge 20% et Bt-Na 35%/Ge 20%.

Figure II. 26 : PZC de Bt-Na ind 35%/Ge10% et de Bt-Na35%/Ge10%.

Figure II. 27: PZC de Bt-Na ind10%/Am35%-Sa10% et Bt-Na 10%/ Am35%-Sa10%.

Figure II. 28 : PZC de Bt-Na ind10%/Amd 30%-gly10% et Bt-Na 10%/Amd30%-gly10%.

Figure II. 29: Détermination de λ max (Rouge Bemacide).

Figure II. 30 : Courbe d'étalonnage du Rouge Bemacide.

Figure II. 31 : Effet de pH.

Liste des Tableaux

Tableau II.1 : Analyses chimiques des bentonites fournies par l'industrie ENOF.

Tableau II.2 : Caractéristiques physico-mécaniques de Bt-brute.

Tableau II.3 : Caractéristiques physico-chimiques de Bt-Na ind.

Tableau II.4 : Distances interfoliaires de Bt-brute et Bt-Na.

Tableau II.5 : PZC des composites étudiés.

Tableau II.6 : Quantité adsorbée de colorant par les biosorbants.

Résumé

Les matériaux composites qui font l'objet de ce travail sont synthétisés à partir de l'intercalation des précurseurs organiques d'origine naturelle dans deux types de bentonite (bentonite sodique traitée au laboratoire et la bentonite sodique industrielle), dans le but d'améliorer les propriétés physico-chimiques. La caractérisation de ces biocomposites a été effectuée par la spectroscopie IR , diffraction des rayons X , ainsi par une étude d'indice de gonflement et de potentiel zêta .Ces composites possèdent une structure poreuse c'est pour cela ils sont appliqués pour l'étude de phénomène d'adsorption de colorant anionique sur la surface du support solide .

Mots clés : Bentonite sodique, précurseurs organiques, biocomposites, adsorption, colorant.

Abstract

The composite materials that are the subject of this work are synthesized from the intercalation of organic precursors of natural origin in two types of bentonite (sodium bentonite treated in the laboratory and industrial sodium bentonite), in order to improve the physicochemical properties. The characterization of these biocomposites was carried out by IR spectroscopy, X-ray diffraction, as well as a study of swelling index and zeta potential. These composites have a porous structure that is why they are applied to the study of phenomenon of adsorption of anionic dye on the surface of solid support.

Key words: Sodium bentonite, organic precursors, biocomposites, adsorption, dye.

ملخص

يتم تصنيع المواد المركبة موضوع هذا العمل من إقحام السلانف العضوية ذات الأصل الطبيعي في نوعين من البنتونايت (بنتونايت الصوديوم المعالج في المختبر وبنتونايت الصوديوم الصناعي) ، وذلك بهدف تحسين الخواص الفيزيائية والكيميائية. تم إجراء توصيف هذه المركبات الحيوية بواسطة مطياف الأشعة تحت الحمراء ، حيود الأشعة السينية ، وكذلك من خلال دراسة مؤشر الانتفاخ وإمكانات زيتا. هذه المركبات لها بنية مسامية وهذا هو سبب تطبيقها على دراسة ظاهرة امتصاص الصبغة الأنيونية على سطح الدعامة الصلبة.

الكلمات المفتاحية: بنتونايت الصوديوم ، السلانف العضوية ، المركبات الحيوية ، الامتزاز ، الصبغة.

Sommaire

<i>Introduction générale</i>	1
------------------------------------	---

Chapitre I : Partie Théorique

I. 1	LES COMPOSITES	3
I. 1. 1	<i>Définition de composite</i>	3
I. 1. 2	<i>La matrice</i>	3
I. 1. 3	<i>Le renfort</i>	3
I. 1. 4	<i>Classification des matériaux composites</i>	3
I. 1. 4. 1	Basé sur la matrice :	3
I. 1. 4. 2	Basé sur les renforts	4
I. 1. 4. 3	Basé sur l'échelle	5
I. 1. 5	<i>Quelques techniques de fabrication d'un composite</i>	6
I. 1. 5. 1	Hand Lay Up	6
I. 1. 5. 2	Spray Lay Up :(Application par pulvérisation)	7
I. 1. 5. 3	RTM Moulage par transfert de résine	7
I. 1. 5. 4	L'infusion sous vide	7
I. 1. 5. 5	Moulage en feuilles (SMC)	7
I. 1. 5. 6	Moulage par compression	7
I. 1. 5. 7	Pultrusion	8
I. 1. 5. 8	Technique de fabrication de biocomposite	8
I. 1. 6	<i>Application de biocomposite</i>	8
I. 2	LES ARGILES	8
I. 2. 1	<i>Généralité sur les argiles</i>	8
I. 2. 2	<i>Structure des minéraux argileux</i>	9
I. 2. 3	<i>Les argiles intercalées</i>	9
I. 2. 3. 1	Les argiles pontés ou à piliers	10
I. 2. 4	<i>Bentonite</i>	11
I. 2. 4. 1	Définition de la bentonite	11
I. 2. 4. 2	Origine de la bentonite	11
I. 2. 4. 3	Structure de la bentonite	11
I. 2. 4. 4	Propriétés physico-chimiques de la bentonite	12
I. 2. 4. 5	Utilisation de Bentonite	13
I. 2. 5	<i>Bentonite Sodique</i>	13
I. 2. 5. 1	Définition de la bentonite sodique	13
I. 2. 5. 2	Quelques propriétés de la bentonite sodique	14
I. 2. 5. 3	Utilisation de Bentonite Sodique	14
I. 3	LES PRECURSEURS ORGANIQUES	14
I. 3. 1	<i>La gélatine</i>	14
I. 3. 1. 1	Propriétés de la gélatine	15
I. 3. 1. 2	Structure de gélatine	15

I. 3. 2	<i>Saccharose</i>	16
I. 3. 2. 1	Structure de saccharose	16
I. 3. 2. 2	Propriété de Saccharose	17
I. 3. 3	<i>Glycérine</i>	17
I. 3. 3. 1	Structure de la Glycérine.....	17
I. 3. 3. 2	Propriétés de la Glycérine	18
I. 3. 3. 3	Utilisation de la Glycérine	18
I. 3. 4	<i>Amidon</i>	18
I. 3. 4. 1	Structure de l'amidon.....	19
I. 3. 4. 2	Propriétés de l'Amidon	19
I. 4	L'ADSORPTION	19
I. 4. 1	<i>Définition</i>	19
I. 4. 2	<i>Phénomène d'adsorption</i>	19
I. 4. 3	<i>Facteurs d'influence d'Adsorption</i>	20
I. 5	LES COLORANTS	20
I. 5. 1	<i>Définition</i>	20
I. 5. 2	<i>Classification des colorants</i>	21
I. 5. 2. 1	Classification tinctoriale	21
I. 6	POTENTIEL ZETA.....	22
I. 6. 1	<i>Définition</i>	22
I. 6. 2	<i>Le potentiel Zeta et le pH</i>	22
I. 6. 3	<i>La dépendance des valeurs de PZC ou PIE :</i>	22
	Références Bibliographiques	24

Chapitre II : Partie Expérimentale

II .1	INTRODUCTION.....	30
II .2	MATERIELS ET METHODES	30
II. 2. 1	<i>Matériel utilisé</i>	30
II. 2. 2	<i>Appareillages</i>	30
II. 2. 3	<i>Produits utilisés</i>	30
II .3	PREPARATION DES PRODUITS	32
II. 3. 1	<i>Préparation de la bentonite sodique</i>	32
II. 3. 2	<i>Synthèse des composites</i>	33
a.	Composites à base de Bt-Na/Gélatine	33
b.	Composites à base de Bt-Na/Am-gly	34
c.	Composites à base de Bt-Na/Am-Sa	34
II .4	TECHNIQUES D'ANALYSES	35
II. 4. 1	<i>Diffraction de rayon X (DXR)</i>	35
II. 4. 2	<i>Spectroscopie infra-rouge (IR)</i>	36
II. 4. 3	<i>Spectroscopie UV-visible</i>	37
II. 4. 4	<i>Indice de gonflement</i>	38

II.4.4.1 Mode opératoire.....	38
II. 4. 5 <i>Potentiel zêta</i>	38
II.4.5.1 Mode opératoire.....	38
II .5 RESULTATS ET DISCUSSIONS	39
II. 5. 1 <i>Introduction</i>	39
II. 5. 2 <i>Propriétés de la bentonite Brute et sodique</i>	39
II. 5. 2. 1 Composition chimique	39
II. 5. 2. 2 Caractéristiques physico-mécaniques	39
II. 5. 2. 3 Domaines d'utilisation	40
II. 5. 3 <i>Analyse DRX</i>	41
II. 5. 4 <i>Analyse IR</i>	42
II. 5. 5 <i>Gonflement</i>	50
II. 5. 6 <i>Détermination des points isoélectriques</i>	51
II. 5. 7 <i>Test de rétention de colorant rouge Bemacide</i>	54
II. 5. 7. 1 Préparation de solution mère de colorant	54
II. 5. 7. 2 Détermination de longueur d'onde maximale	54
II. 5. 7. 3 Détermination de la courbe d'étalonnage	54
II. 5. 7. 4 Effet de pH.....	55
<i>Références Bibliographiques</i>	57
<i>Conclusion générale</i>	59

Introduction générale

Introduction générale

Le respect de l'environnement et la santé des êtres humains reste une notion demandée et surveillée dans différents secteurs, donc il est important de travailler à partir des ressources naturelles et économiques surtout dans le monde industriel.

C'est pour cela les chercheurs ont pensé à élaborer des matériaux composites à partir des matières naturelles. Ces matériaux sont synthétisés à partir de combinaisons des fibres de nature différente dans une matrice pour avoir les meilleures caractéristiques possibles (les biocomposites) [1].

L'efficacité de l'argile dans le domaine de dépollution connaît aussi un grand succès en raison de leurs faibles couts, leurs petites tailles (inférieur à $2\mu\text{m}$), présence des charges électroniques sur la surface [2].

Le travail présenté dans ce manuscrit, a pour intérêt de synthétiser des biomatériaux afin d'augmenter la capacité d'adsorption de l'eau et donc augmenter la distance interfoliaires des argiles.

Ces matériaux sont applicables au phénomène d'adsorption afin d'éliminer des rejets toxiques présentent dans l'eau.

L'argile qui fait l'objet de ce travail est la bentonite qui provient de gisement de Hammam Boughrara –Maghnia, cette matière a été modifiée (purifiée, activée, sodifiée), et la deuxième espèce provient de l'industrie, puis intercalée avec des précurseurs d'origines de matières carbonées.

Notre manuscrit comporte deux grandes parties :

- Une partie théorique sur les matériaux composites, l'argile, la bentonite, les précurseurs, l'adsorption, les colorants et le potentiel zêta.
- Une partie expérimentale qui comporte deux parties : la première partie (matériel et méthodes) traite la synthèse des biomatériaux, les méthodes d'analyse (spectrométrie Infrarouge (IR), Diffraction des Rayons X (DRX), spectrométrie UV-visible.

La seconde partie (Résultats et discussions) est consacrée à la caractérisation des bio composites synthétisés, l'étude de l'indice de gonflement de ces biomatériaux, ainsi la détermination de pH du point charge nulle de la surface de ces derniers ; enfin un test d'adsorption d'un colorant anionique sur les matériaux synthétisés présents dans un

milieu acide, et une conclusion générale regroupant les résultats obtenues de cette recherche.

Références bibliographiques

- [1] Raphael .K (2013), Biocomposites : composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles, Thèse de doctorat, Université de Lorraine-France.
- [2] : Maghnia A(2020), Traitement d'une bentonite calcique par activation acide. Caractérisation et étude structurale .Application dans l'élimination de colorants industriels .Université Djillali Liabes – Sidi Bel Abbes.

Chapitre I : Partie Théorique

I. 1 Les composites

I. 1. 1 Définition de composite

Un matériau composite est défini comme l'association de deux ou plusieurs constituants de nature différente, qui permet d'obtenir un nouveau matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des constituants pris individuellement. Ce composé a des propriétés physiques et chimiques différentes. Ils diffèrent par leurs formes, leurs compositions chimiques.

Il est constitué de deux éléments :

La matrice (phase continue)

Le renfort (phase discontinue ou dispersée) : il peut se présenter sous forme de fibres ou particules [1].

I. 1. 2 La matrice

Les fibres sont liées par une matrice appropriée, cette dernière permet de séparer les fibres les unes des autres pour éviter l'abrasion et la formation d'un défaut de surface et agit comme un pont pour maintenir les fibres en place, une bonne matrice a la capacité de se déformer sous l'effet de charge appliquée, de transférer la charge sur les fibres et de répartir régulièrement la concentration [2].

I. 1. 3 Le renfort

Le renfort permet de supporter l'effort mécanique appliqué au composite grâce aux caractéristiques mécaniques élevées (la résistance mécanique, le module d'élasticité...) [3].

I. 1. 4 Classification des matériaux composites

Les composites sont classés selon le type de ces constituants :

I. 1. 4. 1 Basé sur la matrice :

- **Composite à matrice Céramique**

Un matériau renforcé de fibres céramiques est constitué de fibres céramiques incorporées dans une matrice céramique forme. Malgré qu'ils sont fragiles, les CMS résistent à cause de l'efficacité de l'interface fibre matrice qui arrête les fissures dans la matrice [4].

Tous les matériaux CMS comportent une matrice poreuse et ou microfissure, une anisotropie élevée et une ténacité élevée [5]. Par conséquent, les CMS sont créés pour pallier

l'inconvénient des céramiques monolithiques, on parle donc de composites inverses c'est-à-dire que la déformation à la rupture de la matrice est inférieure à la déformation à la rupture des fibres alors que c'est l'inverse dans la majorité des composites à matrice polymère ou métallique [6].

- **Composites à matrice polymère**

Sont composés de résines à matrice thermodurcissable ou thermoplastique, renforcées par des fibres rigides et plus résistantes que la matrice, ces composites sont plus légers, solides et rigides que les polymères non renforcés [7].

- Les fibres correspondant sont les fibres de verre, de carbone, d'aramide, ou des fibres naturelles par exemple : le chanvre ou le lin.

- Les matrices qui forment ce type de composites sont : la résine polyester, résine époxy et les thermoplastes (polylactide ...) [8].

Les matrices thermodurcissables sont plus utilisées que les matrices thermoplastiques à cause de leur résistance à des températures élevées [9].

Les composites à matrices polymère ont un avantage par rapport aux composites métalliques tel que le rapport résistance / poids élevé, la conductivité thermique faible, un amortissement, une résistance à la corrosion ... [10].

- **Composites à matrice métallique**

Ils se caractérisent par : un faible poids ; une résistance spécifique élevée ; une dilatation thermique limitée, une résistance à l'usure supérieure ; une stabilité à haute température etc. Le produit final doit avoir une distribution homogène du renfort pour améliorer les propriétés des composants [11].

Les CMM sont classés en fonction de leurs matrices ; voici quelques exemples de composites à matrices métalliques : composites à base d'aluminium, composites à base de magnésium, composites à base de titane, composites à base de cuivre, composites à base de super alliages ... [12].

I. 1. 4. 2 Basé sur les renforts

- **Les fibres**

Il existe plusieurs types de fibres tels que : les fibres courtes, longues ou continues de verre, de textile, de carbone, et de fibres naturelles ... la nature de ces fibres dépend de : leur taux ; le rapport d'aspect, la liaison chimique et le mouillage par la matrice [13].

- **Les particules**

Forment des composites particulières à partir de particules sous forme de poudre ou flocons .Le béton est un simple exemple dans ce cas [14].

- **Feuillets**

A base de feuilles qui produisent à la fin un composite de mouillage en feuilles (SMC) qui est un matériau de moulage thermodurcissable renforcé avec un renfort de verre, moulé par compression [15].

Pour obtenir un composite de moulage à haute résistance, le matériau combine de longues fibres de verre et des résines insaturées, ces composites ont un rapport résistance / poids élevé c'est pour cela ils sont applicables aux grands composants structurels [16].

1. 1. 4. 3 Basé sur l'échelle

a. Nanocomposite

Opposée au micro-composites, est un matériau multi phase par lequel l'un de ces phases a une, deux ou trois dimensions inférieurs à 100 nm, ou bien ces phases entres elles ont des distances nanométriques [17]. Leurs propriétés sont les mêmes que celui des composites traditionnels c'est à dire les propriétés des composants, la structure, la composition et les interactions interfaciales, en outre, ces dernières jouent un rôle plus important dans les nano composites à cause de la zone interfaciale qui est très grande, ils ont aussi un grand potentiel [18].

b. Biocomposite

Ce sont des matériaux proviennent d'une source naturelle et renouvelable constituer d'une ou plusieurs phases. Ces composites sont renforcés avec des fibres naturelles afin d'éviter les problèmes environnementales [19].

➤ **Classification des biocomposites**

Il existe 03 catégories des biocomposites (voir figure I.1) :

-biocomposite vert (bio composite à matrice et renfort naturelle).

-biocomposite à matrice naturelle et renfort synthétique.

-biocomposite à matrice synthétique et renfort naturelle.

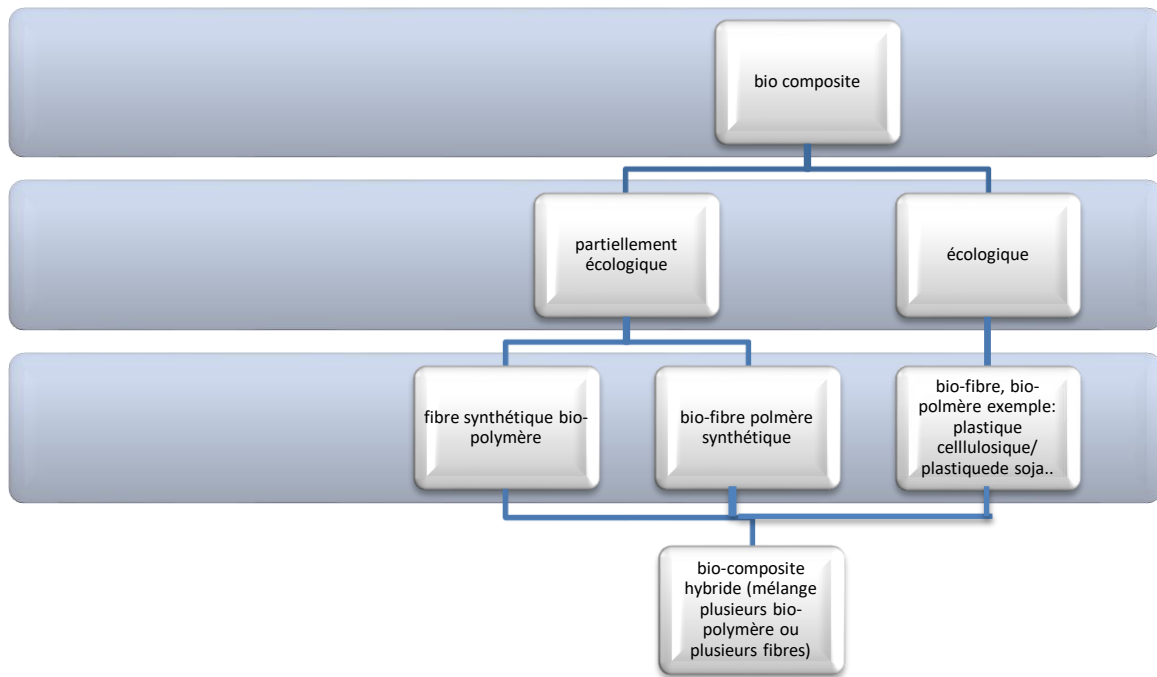


Figure I.1 : Classification des biocomposites [20].

➤ Constituants des biocomposites

Matrice naturelle (biomatrice) : il existe plusieurs type de matrice tels que les plastiques biodégradables fabriqués à partir de polysaccharides aussi des polymères naturelles et / ou synthétique qui se forme à partir des sources renouvelables, des agro polymère (polysaccharides, protéines, lipides), polyesters, polycaprolactones, polyesteramides, copolyesters aliphatiques ou aromatiques [21].

Les fibres naturelles : sont classées en trois catégories qui sont les fibres animales, végétales et minérales. Les fibres animales et végétales sont les principales fibres naturelles utilisées [22].

I. 1. 5 Quelques techniques de fabrication d'un composite

I. 1. 5. 1 *Hand Lay Up*

Est une méthode très ancienne et plus simple que les autres méthodes de fabrication d'un composite, et considérée dans les méthodes de stratification appliquées pour les grands constituants. Les renforts sont placés à l'aide de la main dans un moule ouvert après avoir transvaser la résine, puis la suspension est étalée sur le moule en pénétrant les fibres manuellement avec un rouleau, et avant le démoulage il y a le durcissement [23].

I. 1. 5. 2 Spray Lay Up :(Application par pulvérisation)

Est un processus qui permet d'utiliser un pistolet manuel afin de pulvériser la résine et les fibres coupées, cette méthode est utilisée pour la finition de gros produits. Le jet du pistolet est dirigé vers le moule et le durcissement se fait à une température ambiante. Des brosses et un rouleau sont utilisés pour mouiller la fibre, le mélange est roulé avant que l'échantillon soit complètement durci pour éviter les bulles et les vides [24].

I. 1. 5. 3 RTM Moulage par transfert de résine

Cette technique est appliquée par une injection d'une résine thermodurcissable à une viscosité faible dans un moule fermé en remplissant tous les vides de ce dernier sous une pression entre 3,5 à 7 bars, ainsi en imprégnant et mouillant toute la surface du renfort. Le RTM est adapté à la réalisation des formes tridimensionnelles complexes [25].

I. 1. 5. 4 L'infusion sous vide

Cette méthode permet d'utiliser la pression du vide pour mener la résine dans un stratifié, les résines qui sont utilisées dans ce cas ont une faible viscosité (100 à 250 mPA s) pour faciliter l'infusion. Parfois, même des résines à très faible viscosité ne seront pas infuser correctement à cause de grandes résistances à l'écoulement des renforts, afin d'aider le flux, un média de flux est utilisé dans le VIP. Le milieu d'écoulement est posé entre les couches de renforcement pour faciliter la conduite d'écoulement pour la résine d'où la viscosité de résine influe sur l'infusion [26].

I. 1. 5. 5 Moulage en feuilles (SMC) :

Fabriqué à partir d'un mélange de composé de résines polyesters renforcées de fibres de verre sous forme d'une feuille, en mouillant les fibres, et en enroulant la feuille et en laissant le matériau mûrir [27].

Moulage par injection : la technique est simple, le plastique est chauffé jusqu'à une masse visqueuse, il est forcé dans un moule fermé qui définit la forme, le matériau est refroidi jusqu'à ce qu'il devienne solide, ensuite le moule est ouvert et le produit final est extrait [28].

I. 1. 5. 6 Moulage par compression

Il est utilisé avec la matière plastique thermodurcissable qui peut être sous forme de granulés fluides ou de matière visqueuse, le matériau est placé dans un moule chaud et fermé par une

presse hydraulique, une fois le matériau durci le moule est ouvert , c'est un processus à faible cout et capable d'une production à grand volume [29].

I. 1. 5. 7 Pultrusion

Dans cette technique, les fibres préchauffées sont tirés dans l'appareil imprégné pour mouiller les fibres , puis les renforts qui sont imprégnés par fusion sont passés par une filière de refroidissement pour contrôler la forme et la finition de produit , un extracteur est utiliser pour contrôler la vitesse et générer la force de traction sur les produits , pour découper le produit final , un système de granulation est utilisé [30].

I. 1. 5. 8 Technique de fabrication de biocomposite

La plupart des composites en fibres naturelles sont fabriqués par la technique d'injection, extrusion, compression, RTM, moulage en feuille ... D'autres méthodes sont appliquées tels que la technique de chauffage et de ventilation.

Le choix de procédé dépend de la taille du produit, les composants de petite et moyenne taille sont fabriquées par injection et compression, et les composants de grande taille sont fabriquées par moulage ouvert, les composites en fibres naturelles sont produites par la technique de pultrusion [31].

I. 1. 6 Application de biocomposite

Les biocomposites ont été utilisés dans plusieurs domaine à cause de leur durabilité, l'écologie industrielle, et l'environnement, ils sont utilisés dans le secteur domestiques, les applications automobiles, les matériaux de construction, les circuits imprimés, l'industrie aérospatiale, mais l'application dans autres domaine jusqu'à maintenant a été limitée [32].

I. 2 Les argiles

I.2.1 Généralité sur les argiles

Le mot "argile" signifie une matière naturelle composé de minéraux inorganique à grains fins, qui est plastique lorsqu'on y ajoute de l'eau. Elle présente une taille < 4 micromètres [33].

Actuellement, les argiles sont des minéraux qui appartiennent à la famille des phyllosilicates c'est-à-dire que leurs cristaux d'empilement de feuillets composés de silice, d'oxygène et d'aluminium ,auxquels s'ajoutent des métaux comme :calcium, sodum et le potassium .Aussi ,elles sont des aluminosilicates qui ont une structure lamellaire ,formées à partir des

éléments de structure élémentaires ,les tétraèdres de silice (SiO_4) et les octaèdres d'aluminium ($\text{Al}(\text{OH}_6)$).

Ces deux éléments sont combinés pour former deux types de couches : tétraédriques T reliées entre elles par des oxygènes [34].

I.2.2 Structure des minéraux argileux

Formés à partir d'empilage parallèle de feuillets élémentaires avec un squelette qui est constitué des ions oxygènes et hydroxyles, les cavités de ce squelette portent des cations plus petits.

- **La couche octaédrique**

Elle est constituée de deux feuillets d'oxygène ou hydroxyles liés entre eux dans lesquelles des ions de magnésium, aluminium et de fer sont placés (voir la figure I.2).

- **La couche tétraédrique**

Dans chaque couche, il y a un atome de silice situé au centre d'un tétraèdre à équidistance avec quatre atomes d'oxygènes ou hydroxydes. La feuille de $\text{Si}(\text{OH})_4$ est formée à partir de répétition du groupes tétraèdres de silice disposés en réseau hexagonal.

Les minéraux argileux sont formés donc à partir de la différente combinaison entre les deux unités structurales (feuille octaédrique d'alumine et tétraédrique de silice ainsi par les modifications de structure de base (voir la figure I.2) [35].

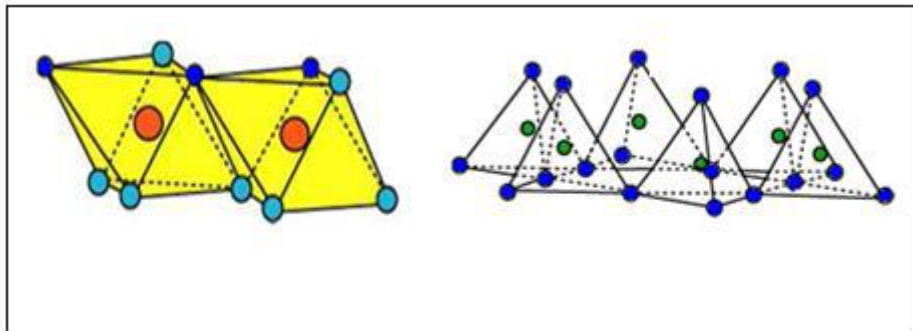


Figure I.2 : Unité structurale octaédrique et tétraédrique [35].

I. 2. 3 Les argiles intercalées

Une intercalation se définit comme une intersection d'espèces chimiques entre les feuillets d'argiles ,qui vérifie le plus souvent l'augmentation de son espace interfauilère ,qui se traduit par le déplacement des distances de plans réticulaires (d_{001}) observées par la diffraction des rayons X[36].

I. 2. 3. 1 Les argiles pontés ou à piliers

Les argiles à piliers d'oxydes métalliques peuvent être obtenues par la technique de pontage, qui consiste à échanger les cations interfoliaires du minéraux argileux avec des polycations de métal qui se fait par l'hydrolyse de l'élément métallique et à calciner à une température élevée .donc la distance basale interlamellaire de la smectite intercalés par les polycations métallique d_2 augmente par rapport la distance de minéraux argileux d_1 ,cette distance connait une diminution dans le matériau final d_3 (Les argiles à piliers d'oxydes métallique) suivie à une déhydratation et déhydroxylation (lors de calcination) .Le pontage permet d'ouvrir les espaces interfoliaires du minéraux argileux qui engandrant une augmentation du volume des pores et la surface spécifique(voir la figure I.3).

On peut classer les argiles pontées en trois catégories :

Les complexes organoargileux , complexes inorganoargileux et les organo-inorganoargileux

a) Les complexes organo-argileux

C'est le cas des bentonites intercalées (modifiées) par les ions organiques (sels organiques). Elles possèdent un caractère organophile et hydrophobe.

b) Les complexes inorgano-argileux

Ce sont des argiles à pilliers d'oxydes métallique qui possèdent des propriétés catalytiques et adsorptives extraordinaire.

c) Les complexes organo-inorganoargileux

Sont des argiles pontées mixtes (comme la montmorillotine intercalées par les polycations d'aluminium et modifiées par Co-adsorption d'un tensioactif cationique [36].

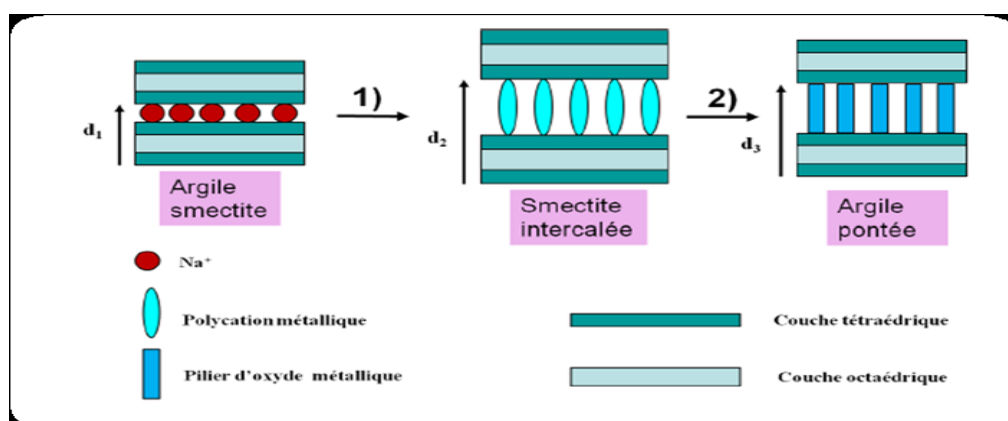


Figure I.3 : Les étapes dans la technique de pontage des argiles, $d_1 < d_3 < d_2$. (**Etape 1 :** intercalation d'oligomère cationique du métal, **Etape 2 :** la calcination)[36].

I. 2. 4 Bentonite

I. 2. 4. 1 Définition de la bentonite

La bentonite est un type de roche composée des minéraux comme la montmorillonite [37], la calcite, le quartz, la cristobalite (C-Opal), le feldspath, le gypse, la pyrite, le mica, le chlorite et l'illite [38]. On peut définir la bentonite comme un multi-composant d'argile et de phyllosilicate d'aluminium absorbé [39]. Le terme bentonite indique une roche à argile gonflante très plastique du groupe minérale de la smectite [40].



Figure I.4: Bentonite brute de Maghnia.

I. 2. 4. 2 Origine de la bentonite

La bentonite est formée de roche argileuse et porte le nom d'après le gisement qui se situe près de Fort Benton à Wyoming ; Etats-Unis. Elle contient de 75 % de montmorillonite. Cette matière a été découverte pour la première fois en 1847 dans le département de Vienne en France [41].

I. 2. 4. 3 Structure de la bentonite

La bentonite est classifiée de type 2 :1 ou TOT, elle présente deux couches tétraédriques (T) et une couche octaédrique (O). La bentonite est constituée de blocs de deux substances, à savoir les feuillets octaédriques d'aluminium et les feuillets tétraédriques de silice (voir figure I.5). Une cellule unitaire est composée d'un feuillet octaédrique d'aluminium occupé en sandwich entre deux feuillets tétraédriques de silice. Les couches de silicate ont une faible charge négative qui est neutralisée par des cations échangeables dans les couches intermédiaires. Ces cations peuvent être facilement remplacés par échange d'ions [42].

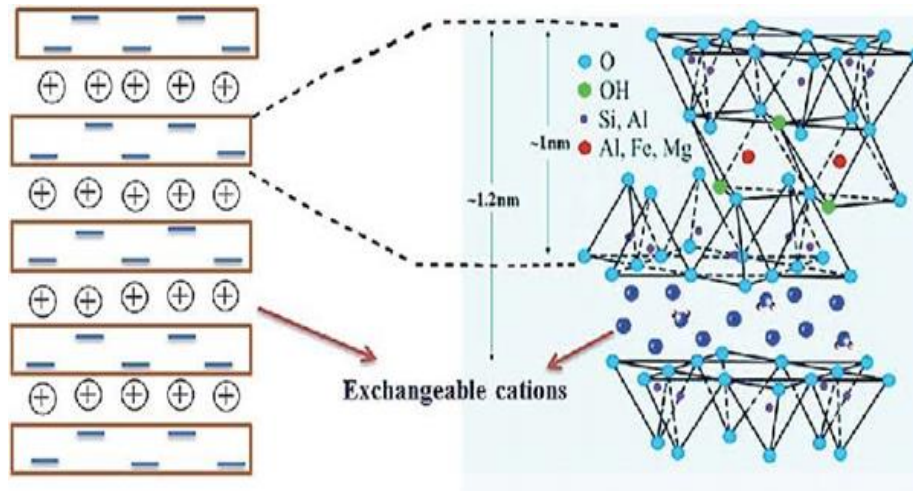


Figure I.5 : Structure de la bentonite [42].

I. 2. 4. 4 Propriétés physico-chimiques de la bentonite

La bentonite possède plusieurs propriétés tels que :

- **Gonflement de bentonite :**

Le phénomène de gonflement de bentonite est dû au caractère hydrophile de toute la surface, à cause de la présence des cations hydratés des molécules d'eau situés dans les galeries interfoliaires qui peuvent pénétrer entre les feuilles et les séparer sous une pression donnée [43].

- **Capacité d'échange cationique CEC :**

La bentonite a un caractère de se disperser dans l'eau, généralement les cations interfoliaires peuvent échanger avec des cations minéraux ou organiques se trouvent en solution avec les polysilicates, ce phénomène représente la CEC, c'est-à-dire la capacité de l'argile à échanger des cations, elle peut être exprimé en milliéquivalent/ 100 g d'argile [44].

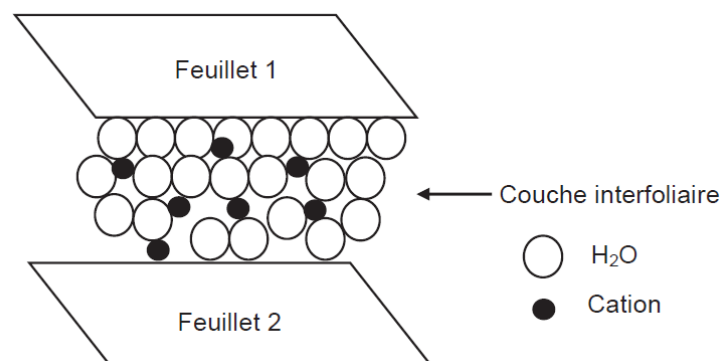


Figure I.6 : Représentation de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés [36].

- **La surface spécifique**

Est un paramètre très important vu l'utilisation de la bentonite comme adsorbant à cause de sa grande surface spécifique, et comprend une somme de deux surface : surface interne qui correspond à l'espace interfoliaire et l'autre externe, située entre les particules, elle est exprimée en m^2 /gramme d'argile [45].

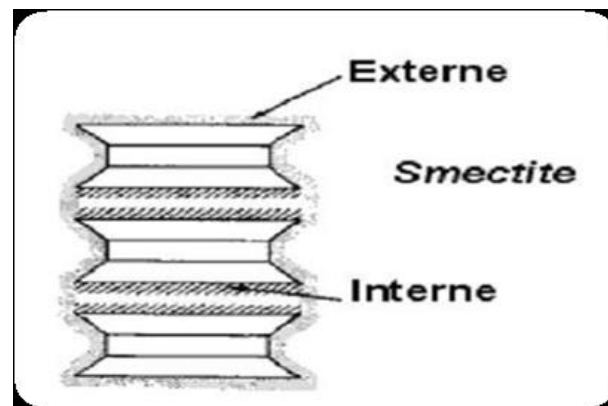


Figure I.7 : Surface interne et externe d'une particule argileuse (smectite) [36].

1. 2. 4. 5 Utilisation de Bentonite

On utilise la bentonite dans plusieurs domaines telle que l'utilisation industrielle comme la céramique, la technologie alimentaire, la construction, la pharmacologie, l'imperméabilisation, la fabrication de papier, la clarification des huiles et des boissons, et d'autre utilisation traditionnelle comme les boues de forage, le collage dans les fonderies et la pelletisation des minerais de fer [46].

I. 2. 5 Bentonite Sodique

1. 2. 5. 1 Définition de la bentonite sodique

Les bentonites sodiques naturelles sont en proportion rares, et l'exploration de nouveaux sites géologiques est toujours captivante compte tenu de la forte instance de ce produit [47]. La bentonite sodique est une argile colloïdale inerte d'origine volcanique et se forme principalement de montmorillonite minérale, qui est une forme hydraté de silicate d'aluminium, Cette bentonite est chargée par les ions Na^+ [48].

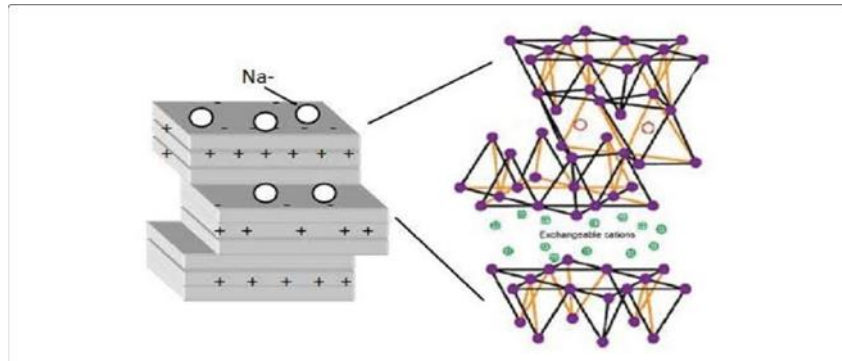


Figure I.8: Structure de la bentonite sodique [49].

1. 2. 5. 2 Quelques propriétés de la bentonite sodique

- La bentonite sodique possède un CEC plus de 50% [50].
- La bentonite sodique peut absorber jusqu'à 10 fois son propre poids en eau et peut gonfler jusqu'à 18 fois son volume sec [51].
- Elle est capable d'absorber beaucoup d'eau et certains cations, et paraitre d'améliorer la nature physique des aliments granulés [48].

1. 2. 5. 3 Utilisation de Bentonite Sodique

La bentonite sodique est utilisée dans les domaines suivants : les ciments, les bétons portland, les céramiques, les émulsions, les savons, les produits pharmaceutiques, les peintures, et les liqueurs, et pour sceller les barrages [52].

I. 3 Les précurseurs organiques

En chimie, un précurseur est un composé membre à une réaction qui fabrique un ou plusieurs autres composés.

I. 3. 1 La gélatine

La gélatine est un produit principal aux hydrocolloïdes donnée par l'hydrolyse des protéines de collagène et hydrophile, qui est un hydrocolloïde hydrosoluble, thermoréversible et multifonctionnel [53].



Figure I.9 : La gélatine.

1. 3. 1. 1 Propriétés de la gélatine

Autre que ses propriétés d'hydratation de base, les gonflements et la solubilité, la gélatine possède des propriétés plus importantes, qui peuvent être fractionnées en deux groupes : les propriétés liées à leur attitude gélifiante, c'est-à-dire la création de gel, la capacité de texturation et de liaison à l'eau, et le deuxième groupe, les propriétés liées à leur création de surface, qui comprennent la formation et stabilisation de l'émulsion et de la mousse, d'adhérence et la cohésion, la fonction colloïdale protectrice et la capacité filmogène, ces propriétés sont influencés par la composition en acides aminés, le rapport des chaînes trouvées dans la gélatine (α / β) et la distribution du poids moléculaire [54].

1. 3. 1. 2 Structure de gélatine

La gélatine est très analogue aux hauts polymères synthétiques. La gélatine peut former une grande variété de structures allant de la structure globulaire la plus simple qui est typique de l'amorphe polymère, aux structures fibrillaires bien développées avec divers intermédiaires.

La gélatine a des caractéristiques, notamment :

- La présence de groupes fonctionnels acides et basiques dans la configuration des molécules.
- Sa capacité à fabriquer une structure hélicoïdale à trois brins non notés dans d'autres polymères synthétiques.
- Le taux dépend de nombreux de facteurs tels que la présence d'iminoacides.
- Le poids moléculaire de la gélatine.
- La présence de liaisons croisées covalentes.
- La concentration de la gélatine dans la solution.
- Son interaction avec l'eau qui est différente pour noter avec des polymères hydrophiles synthétiques.

- Aussi, la composition en acides aminés de la gélatine résidée très proches du collagène avec petits changement dû au processus de fabrication [55].

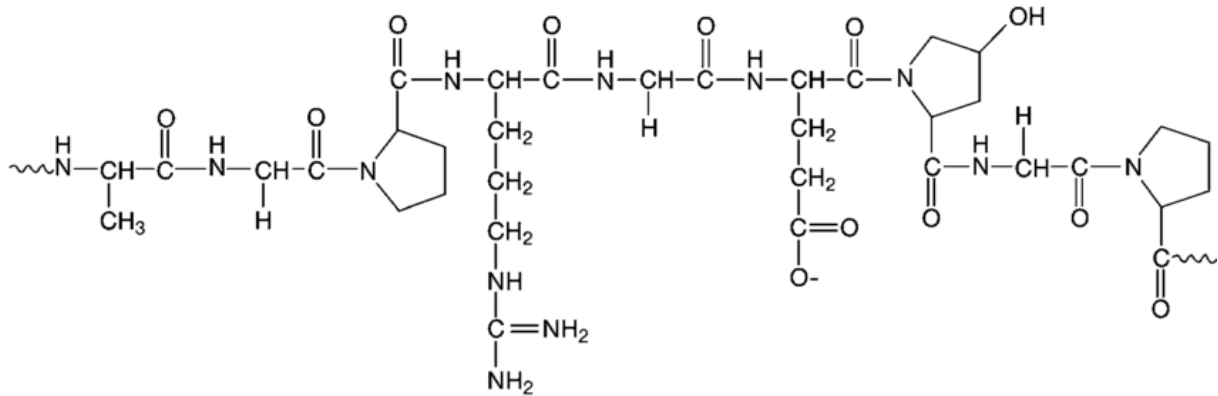


Figure I.10: Structure de la gélatine [56].

I. 3. 2 Saccharose

Le saccharose est un disaccharide qui est de loin le plus disponible de tous les carbohydrates. Il est constitué à partir de betterave à sucre ou de canne à sucre à l'échelle industrielle, et sa chimie a attiré un grand en-intérêt. Il pourrait être exploité comme matière première organique, puisque il est bon marché, pur et chimiquement réactif [57].

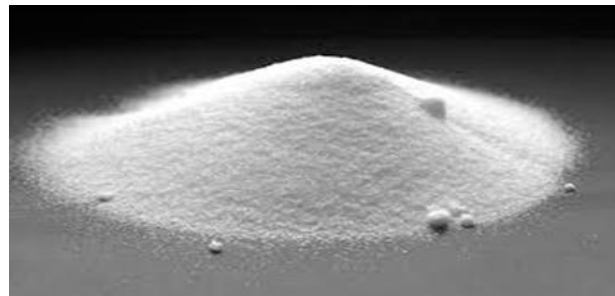


Figure I.11 : Le saccharose.

I. 3. 2. 1 Structure de saccharose

Le saccharose est une structure cristalline monoclinique et assez soluble dans l'eau, elle est absolument basée sur le réseau intramoléculaire de liaison hydrogène qui relie les groupes hydroxyles des fragments glucose et fructose [58]. Ce type de liaison de deux liaisons monosaccharides est nommé liaison glycosidique. Il peut être groupé comme sucre non réducteur.

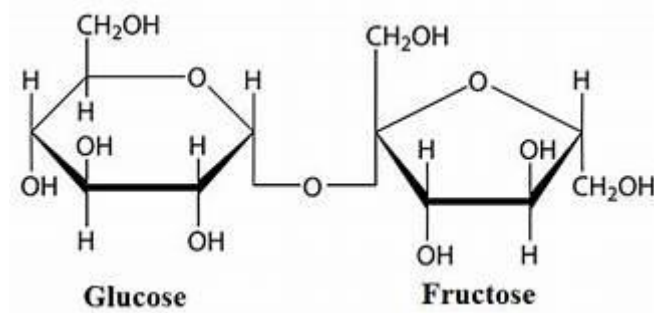


Figure I.12 : Structure de saccharose [59].

I. 3. 2. 2 Propriété de Saccharose [60]

a. Propriétés physiques

Le saccharose a une structure cristalline monoclinique.

Lorsqu'il est soumis à des températures hautes (plus de 186° C), ce complexe se décompose en donnant du caramel.

Sa solubilité dans l'eau à une température de 20° C est de 203.9 g/100 mL.

b. Propriétés chimiques

Le saccharose peut supporter une réaction de combustion pour donner du dioxyde de carbone et d'eau.

Il réagit avec de l'acide chlorique, pour produire de l'acide chlorhydrique, du dioxyde de carbone et de d'eau.

Lors de l'hydrolyse, la liaison glycosidique reliant les deux glucides dans une molécule C₁₂H₂₂O₁₁ est cassée, donnant du glucose et de fructose.

Le saccharose est déshydraté à l'aide de H₂SO₄ (qui réagit comme un catalyseur) pour donner naissance à un solide noir riche en carbone.

I. 3. 3 Glycérine

La glycérine est une molécule très présente, particulièrement dans les graisses, et plus spécialement dans les glycérides et les phospholipides.

I. 3. 3. 1 Structure de la Glycérine

La glycérine est un alcool polyhydrique présenté dans la figure ci-dessous. Sa formule chimique est C₃H₈O₃. Elle est également appelée dans la littérature glycérol qui est un triol simple (possède trois groupements hydroxyle) [61].

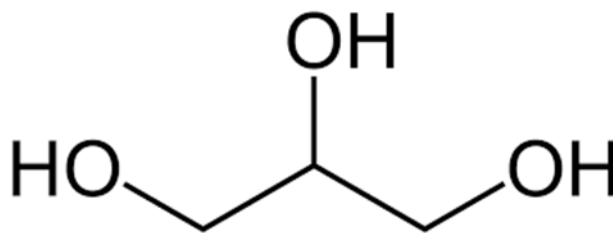


Figure I.13 : Structure de la glycérine [61].

I. 3. 3. 2 Propriétés de la Glycérine

La glycérine possède des propriétés comme : un liquide incolore, ou jaune pâle, inodore, sirupeux, au goût doux et chaud. Elle est insoluble dans le chloroforme, l'éther et l'huile grasses. La glycérine est miscible avec l'eau et l'alcool [61].

I. 3. 3. 3 Utilisation de la Glycérine

La glycérine est actionnée comme un dénaturant, un ingrédient de parfums, un agent revitalisant pour les cheveux, un humectant, un agent de soins bucco-dentaires, un médicament de soins de santé bucco- dentaire, un protecteur cutané, un agent revitalisant-humectant pour la peau et un agent pour abaisser la viscosité [61].

I. 3. 4 Amidon

Présente sous forme de grains de différentes formes et tailles avec des couches amorphes et semi-cristallines. Il est composé d'amylose et d'amylopectine. Ce composé présente une composition chimique qui est variable [62].



Figure I.14 : L'amidon.

I. 3. 4. 1 Structure de l'amidon

La structure granulaire est garantie par des liaisons glycosidiques qui constituent les homopolymères à la base de la composition des granules, aussi que par interaction de Van der Waals et des ponts hydrogènes qui stabilisent l'organisation des polymères d'hydrates de carbone en double hélices en structure cristallines, et la succession des phases amorphes et cristallines constituent le granule d'amidon [63].

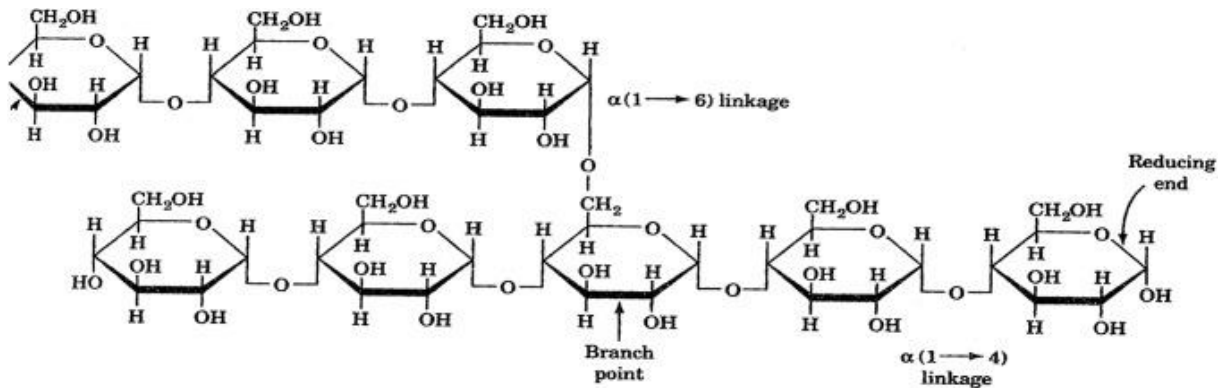


Figure I.15 : Structure de l'amidon [64].

I. 3. 4. 2 Propriétés de l'Amidon [65]

-Gélatinisation : l'amidon est insoluble dans l'eau froide cependant, lorsqu'il est chauffé dans l'eau à plus de 52° C, il subit un processus connu sous de gélatinisation.

-La gélatinisation provoque la rupture des liaisons moléculaires de l'amidon où une plus grande partie de l'eau est absorbée.

L'envahissement de l'eau gonfle le granule d'amidon, en augmentant ainsi le caractère aléatoire du granule d'amidon.

I. 4 L'adsorption

I. 4. 1 Définition

L'adsorption est un phénomène de surface qui permet la séparation de molécule de liquide ou gaz sur un support solide poreux, elle fait intervenir des interactions chimiques et physiques. La rétention se fait sur la surface interne de l'adsorbant [66].

I. 4. 2 Phénomène d'adsorption

On dit, Il y a un phénomène d'adsorption lorsque la densité de présence d'une substance à la surface d'un solide est considérable dans la masse de fluide qui le possède.

Les phénomènes d'adsorption sont habituellement classés en 2 interactions physiques ou chimiques [67] :

Adsorption physique : elle est nommée aussi physisorption. Les interactions substrat-adsorbant est une faible force de Van der Waals, aucune modification de structure entre les orbitales de l'adsorbant et du substrat.

Adsorption chimique : elle est appelée chimisorption. La liaison est très proche d'une liaison chimique est constituée entre l'adsorbant et le substrat par un réarrangement d'électron. Cette liaison est soit une liaison covalente (partage d'électrons), soit ionique (transfert électronique).

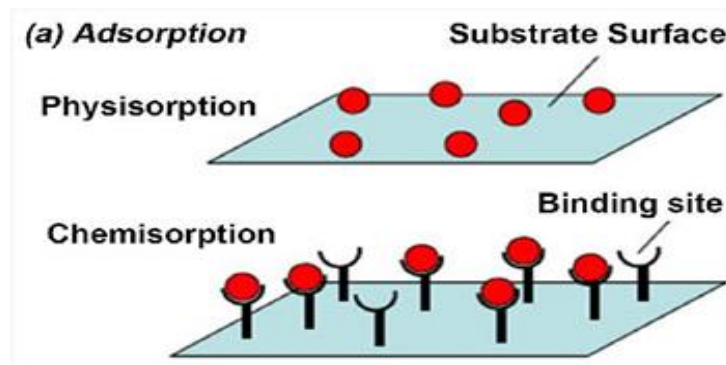


Figure I.16 : Phénomène d'adsorption [68].

I. 4. 3 Facteurs d'influence d'Adsorption

L'adsorption dépend de plusieurs facteurs, dont les plus importants [69,70]:

- La nature de surface solide.
- Les polarités de l'adsorbant aussi la polarité de milieu liquide et de molécules adsorbants.
- Les forces d'interactions adsorbant/ adsorbant qui prend un rôle dans le contrôle de l'ensemble du processus d'adsorption des solutions.
- La cinétique d'adsorption, le temps de contact, la température et le pH.

I. 5 Les Colorants

I. 5. 1 Définition

Un colorant est une matière colorée capable de se fixer sur un support. La coloration des différentes substances est liée à leurs constitutions chimiques [71].

Les colorants ont une capacité à absorber les rayons lumineux dans le spectre visible (380 jusqu'à 750 nm). La lumière blanche est transformée en lumière colorée, cette transformation résulte d'adsorption de l'énergie par certains atomes (chromophore), la molécule colorante est appelée chromogène. Plus le groupe chromophore est capable à donner un électron, plus la

couleur sera intense .Il existe d'autres groupes d'atomes du chromogène qui peuvent changer la couleur : ce sont les auxochromes. Les colorants diffèrent par les combinaisons d'orbitales moléculaires [72].

I. 5. 2 Classification des colorants

Les colorants sont classifiés selon leurs constitutions chimiques et la nature des chromophores.

I. 5. 2. 1 Classification tinctoriale

Ce type de classification nous donne des informations sur le domaine d'application des colorants. Il s'intéresse à la solubilité des colorants dans le bain de bain de teinture et l'affinité pour les fibres textiles.

a. Les couleurs anioniques ou acides

Ils sont insolubles dans l'eau à cause de leurs groupement carboxylates ou sulfonâtes. Ils sont appliqués sur les fibres animales et quelques fibres acryliques modifiées .Aussi, ils présentent des interactions avec la fibre qui sont principalement basées sur des liaisons ioniques entre les anions sulfonâtes et les groupes d'ammonium de fibre [73].

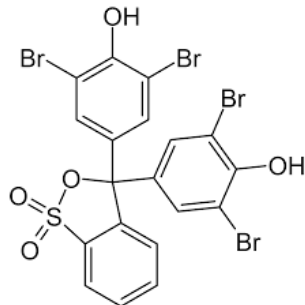


Figure I.17 : Structure de bleu de brophénoI [73].

b. Les couleurs cationiques ou basiques

Sont des sels d'amines organiques, très solubles dans l'eau. Les liaisons se font entre les sites cationiques des colorants et les sites anioniques des fibres, ces colorants présentent un avantage avec l'apparition des fibres acryliques [74].

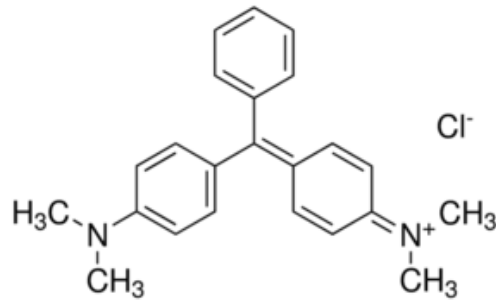


Figure I.18 : Structure de couleur vert de malachite [74].

I. 6 Potentiel Zeta

I. 6. 1 Définition

Les nanoparticules dans un milieu liquide sont entourées d'une double couche électrique composée d'une couche interne et une couche externe. La couche interne ou les ions sont fortement liés à la surface d'une particule ainsi la couche externe, les ions sont moins liés à la surface [75].

Le potentiel zêta détermine la charge électrique à la surface de cisaillement qui entoure les particules colloïdales [76].

Le facteur qui peut influencer sur le potentiel zêta est le pH du milieu, il y a d'autres facteurs comme la température, la force ionique et la concentration des additifs [77].

Les particules avec un potentiel zêta positif s'attacheront à une surface chargée négativement et vice versa. Aussi, l'amplitude du potentiel zêta donne des informations sur la stabilité du colloïde, plus la magnitude du potentiel est élevée, plus la répulsion électrostatique augmente et la stabilité accrue [78].

I. 6. 2 Le potentiel Zeta et le pH

Le pH est un facteur très important pour déterminer le potentiel zêta alors que l'ajout d'une quantité de la base à cette suspension attire la charge négative contrairement à l'acide lorsqu'une quantité est ajoutée, la charge sera neutralisée ainsi lorsqu'une suspension d'acide est ajoutée, il y aura une accumulation de la charge positive.

La courbe de potentiel zeta en fonction de pH sera donc positive à pH faible, et plus faible ou négative a pH élevé , il peut avoir donc un point ou la courbe passe par le potentiel zêta zéro : c'est le point isoélectrique ,c'est le point ou le système colloïdal est moins stable[79].

I. 6. 3 La dépendance des valeurs de PZC ou PIE :

Ces valeurs dépendant de plusieurs facteurs :

-L'acidité est reliée aux plusieurs caractéristiques : la charge formelle Q_s , l'électronégativité et le rayon ionique r_s . Quant à l'électronégativité, dans la même série d'oxydes métallique, plus le cation se trouve en haut dans le tableau périodique, plus l'acidité augmente et l'inverse plus il se trouve à gauche plus il est basique.

-La morphologie des particules et la structure cristalline : Le caractère acido-basique des surfaces varie selon la nature et la quantité des groupes hydroxylés qui se trouvent sur les faces cristallines des particules.

-Les paramètres thermodynamiques tels que la température.

Donc :

Les valeurs de PZC déterminés expérimentalement dépendent des conditions de préparation des échantillons, des caractéristiques cristallographiques de solide et de la pureté aussi que des impuretés qui se trouvent à la surface du solide qui peuvent créer des écarts de PZC [80].

Références bibliographiques

- [1] : Laouchedi .D(2014), Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de résine époxy et charges minérales, Université M'hamed Bougara –Boumerdes.
- [2]: Deo Chitta Ranjan (2010), Preparation and Characterzation of polymer matrix composite using natural fiber lantana-Camara, These de doctorat, National Institute of Technology Rourkela –India.
- [3] : Gay Daniel (2005) ,5 ème édition, Hermès-Lavoisier.
- [4]: c, zhang (2014), 1 Elsevier.
- [5]: krenkel. W, Reichert F (2018), 2 eme edition, Elsevier.
- [6]: Naslain R.R, Pomeroy M.R (2016), Elsevier.
- [7]: Park, S. J., & Seo, M. K. (2011). Types of composites. In Interface science and technology (Vol. 18, pp. 501-629). Elsevier.
- [8]:Walter E.C, Pritzkow, Diemter k ,Frank W (2022),Elsevier.
- [9]:Dang Z.M ,Yuan.J.K,,Zha.J.W.,Zhou.T ,LiS.T.,Hu .G.H (2012), Fundamentals ,Processus and applications of high –permittivity polymer-matrix composites , progress in materials Science ,57(4) , 660-723.
- [10]: Mahesh V.P ,Sooraj P, Anurag G, Amit A (2021),Elsevier.
- [11]: Isaac D. Esther ,Nadarajan M , Esther T.A (2021), 1 ère edition ,Elsevier.
- [12]: M.Haghshenas, (2016), 1 ére edition.
- [13]: Michel B (2018), 3 ème edition, Elsevier.
- [14]: Nagavally RR (2017) ,Composite Materials –History , types , Fabrication , techniques advantages , and applications , International Journal of mechanical and production Engineering , 5(9),82-7.
- [15]: Jones, Rm, (2018) ,2 ème édition, Presse du CRC.
- [16]: Narayan D.A , Ganapathi .B ,,Pradyumna.B ,Haboussi,M(2019,) Investigation of thermo-elastic buckling of variable stiffness laminated composite shells using finite element approach based on higher-order theory ,211 ,24-40.
- [17] : Neitzel I , Mochalin V, Gogotsi.Y (2012) ,2eme edition,Elsevier.
- [18] : Hari.J,Pukanszky .B(2011) ,Elsevier.
- [19] : Abdulkhani A, Echrech.Z ,Allahdadi.M (2020) , Elsevier.
- [20] Mohanty.A.K ,.Misra.M ,Drzal.L.T(2005),CRC Press.

- [21]: Spanic.N ,Jambrekovic.V ,Antonovic .A .Staba.S ,2012, Bio matrices and bio composites ,Wood is good –With knowledge and technology to a competitive forestry and wood technology sector.
- [22]: Khatib .J.M., Machaka, M. M., & Elkordi. A. M. (2022). Natural fibers. Handbook of Sustainable Concrete and Industrial Waste Management, 85-107.
- [23]:C.Leonelli, M.Romagnoli (2015), Elsevier.
- [24]: Balasubramanian, K. , Sultan, M. T. & Rajeswari. N. (2018). ,Manufacturing techniques of composites for aerospace applications. InSustainable Composites for Aerospace Applications (pp. 55-67). woodhead publishing.
- [25]: Erden, S., and Ho, K. (2017), Fiber reinforced composites. In *Fiber Technology for Fiber –Reinforced Composites* (pp. 51-79). Woodhead Publishing.
- [26]: Spasojevic, P. M. (2019). Thermal and rheological properties of unsaturated polyester resins-based composites. In *Unsaturated polyester resins* (pp. 367-406). Elsevier.
- [27] :V.Doninick ,V.Rosato Matthieu ,V.Rosato Donald (2007), Reinforced plastique ,Plastic Produit Material and Process selection handbook,p455-496.
- [28]: S .Ebnesajjad (2003), Willem Andrew.
- [29]: A .A.Elshabini ,F .B.PJ Wang (2017), Electronic Packaging :semiconductor packages ,Reference module in materials science and materials engineering.
- [30]: Gopanna, A., Rajan, K. P., Thomas, S. P., & Chavali, M. (2019). Polyethylene and polypropylene matrix composites for biomedical applications. In *Materials for Biomedical Engineering* (pp. 175-216). Elsevier.
- [31]: Fruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibres: 2000–2010. *Prog Poly Sci*, 37, 1552-1596.
- [32]: Bharath, K. N., & Basavarajappa, S. (2016). Applications of biocomposite materials based on natural fibers from renewable resources: a review. *Science and Engineering of Composite Materials*, 23(2), 123-133.
- [33]: Mukherjee, S. (2013). Clays and their Constituents–Definitions and a Brief Overview. *The Science of Clays*, 3-22.
- [34] : F.Bultel (2001) ,Prise en compte du gonflement des terrains pour le dimensionnement de revêtements des tunnels , Thèse de doctorat , Ecole nationale des ponts et chaussées-France.
- [35] :Millot .G (1954) ,1 ere édition ,Masson.
- [36] : Belbachir .I (2018), Modification de la bentonite de Maghnia et applications dans l’adsorption de colorants textiles et de métaux lourds, Université de Tlemcen.

- [37]: Gea, S., Firmansyah, M., Hidayat, T., & Hutapea, Y. A. (2018). The preparation and characterization of bentonite nanoparticle from Bener Meriah, Indonesia. In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 1116, No. 4, p. 042011). IOP Publishing.
- [38]: Ohrdorf, K. H., & Flachberger, H. (2015). Processing of calcium montmorillonites for use in polymers. In *Polymer nanoclay composites* (pp. 1-25). William Andrew Publishing.
- [39] : Mi, J., Gregorich, E. G., Xu, S., McLaughlin, N. B., & Liu, J. (2020). Effect of bentonite as a soil amendment on field water-holding capacity, and millet photosynthesis and grain quality. *Scientific Reports*, 10(1), 1-11.
- [40] : Barbieri, D. M., Lou, B., Dyke, R. J., Chen, H., Zhao, P., Memon, S. A., & Hoff, I. (2022). Calcium bentonite and sodium bentonite as stabilizers for roads unbound. *Cleaner Engineering and Technology*, 6, 100372.
- [41] : C .Jouenne (1964), Septima.
- [42]: Hebbar, R. S., Isloor, A. M., & Ismail, A. F. (2014). Preparation and evaluation of heavy metal rejection properties of polyetherimide/porous activated bentonite clay nanocomposite membrane. *RSC Advances*, 4(88), 47240-47248.
- [43]: Deng, Y., White, G. N., & Dixon, J. B. (2002). Effect of structural stress on the intercalation rate of kaolinite. *Journal of Colloid and Interface Science*, 250(2), 379-393.
- [44] : Ennajih, H. (2014). Synthèse de nouveaux surfactants pour la modification des argiles, étude et caractérisation des nanocomposites et biocomposites produits.
- [45]: Demirbas, A. (2009). Agricultural based activated carbons for the removal of dyes from aqueous solutions: a review. *Journal of hazardous materials*, 167(1-3), 1-9.
- [46]: Khan, K., Khan, S. A., Saleem, M. U., & Ashraf, M. (2017). Improvement of locally available raw bentonite for use as drilling mud. *The Open Construction & Building Technology Journal*, 11(1).
- [47] : Musso, T. B., Pettinari, G., Pozo, M., Jalil, M. R., & Gil-García, R. G. (2022). A new deposit of Na-bentonite from the Upper Cretaceous Anacleto Formation (Neuquén Basin, Argentina): Characterization and properties. *Applied Clay Science*, 220, 106461.
- [48] : Martin, L. C., Clifford, A. J., & Tillman, A. D. (1969). Studies on sodium bentonite in ruminant diets containing urea. *Journal of animal science*, 29(5), 777-782.
- [49]: El-Mahalaway, A. M., El-Azab, N. E. E., Abdrabbo, M., Said, O. M., & Sabry, D. (2018). Sorption characteristics of iron, fluoride and phosphate from wastewater of phosphate fertilizer plant using natural sodium bentonite. *Journal of Membrane Science and Technology*, 8(2).

- [50]: GUYONNET, D., FLEHOC, C., & CHEVRIER, B. (2006). IDENTIFICATION DE L'ORIGINE DE LA BENTONITE DES GCB : L'OUTIL ISOOPTIQUE. BRGM, Orléans, France.
- [51]: Dehn, J., & McNutt, S. R. (2015). Volcanic materials in commerce and industry. In *The encyclopedia of volcanoes* (pp. 1285-1294). Academic Press.
- [52]: Alkrad, J. A., Shmeis, R. A., Alshwabkeh, I., Abazid, H., & Mohammad, M. A. (2017). Investigation of the potential application of sodium bentonite as an excipient in formulation of sustained release tablets. *asian journal of pharmaceutical sciences*, 12(3), 259-265.
- [53]: Said, M. I. (2020). Role and function of gelatin in the development of the food and non-food industry: A review. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 492, No. 1, p. 012086). IOP Publishing.
- [54]: Abdelmalek, B. E., Gómez-Estaca, J., Sila, A., Martínez-Alvarez, O., Gómez-Guillén, M. C., Chaabouni-Ellouz, S., ... & Bougatef, A. (2016). Characteristics and functional properties of gelatin extracted from squid (*Loligo vulgaris*) skin. *LWT-Food Science and Technology*, 65, 924-931.
- [55]: Ul Rehman, W., Majeed, A., Mehra, R., Bhushan, S., Rani, P., Saini, K. C., & Bast, F. (2016). Gelatin: A comprehensive report covering its indispensable aspects. Nova Science Publishers, Inc...
- [56]: Kommareddy, S., Shenoy, D. B., & Amiji, M. M. (2007). Gelatin nanoparticles and their biofunctionalization. *Nanotechnologies for the life sciences*: Online.
- [57]: Yahia, E. M., & Carrillo-Lopez, A. (Eds.). (2018). Woodhead publishing.
- [58]: Queneau, Y., Jarosz, S., Lewandowski, B., & Fitremann, J. (2007). Source chemistry and application of saccharides. *Advances in carbohydrate chemistry and biochemistry*, 61, 217-292.
- [59]: Amchra, F. Z., Al Faiz, C., Chaouqi, S., Khiraoui, A., Benhmimou, A., & Guedira, T. (2018). Effect of Stevia rebaudiana, sucrose and aspartame on human health: A comprehensive review. *Journal of Medicinal Plant Studies*, 6, 102-108.
- [60]: Reiser, P., Birch, G. G., & Mathlouthi, M. (1995). Springer New York, NY.
- [61]: Becker, L. C., Bergfeld, W. F., Belsito, D. V., Hill, R. A., Klaassen, C. D., Liebler, D. C., ... & Heldreth, B. (2019). Safety assessment of glycerin as used in cosmetics. *International journal of toxicology*, 38(3_suppl), 6S-22S.
- [62]: Cornejo-Ramírez, Y. I., Martínez-Cruz, O., Del Toro-Sánchez, C. L., Wong-Corral, F. J., Borboa-Flores, J., & Cinco-Moroyoqui, F. J. (2018). The structural characteristics of starches and their functional properties. *CyTA-Journal of Food*, 16(1), 1003-1017.

- [63]: Malumba Kamba, P., Janas, S., Deroanne, C., Masimango, T., & Béra, F. (2011). Structure de l'amidon de maïs et principaux phénomènes impliqués dans sa modification thermique. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 15(2), 315-326.
- [64]: Bashir, K., & Aggarwal, M. (2019). Physicochemical, structural and functional properties of native and irradiated starch: a review. *Journal of food science and technology*, 56(2), 513-523.
- [65]: Bashir, K., & Aggarwal, M. (2019). Physicochemical, structural and functional properties of native and irradiated starch: a review. *Journal of food science and technology*, 56(2), 513-523.
- [66]: Sun, L. M., & Meunier, F. Adsorption: aspects théoriques Techniques de l'ingénieur, (2007). *J*, 2, 730.
- [67]: Alaqarbeh, M. (2021). Adsorption Phenomena: Definition, Mechanisms, and Adsorption Types: Short Review. *RHAZES: Green and Applied Chemistry*, 13, 43-51.
- [68]: Kennedy, K. K., Maseka, K. J., & Mbulo, M. (2018). Selected adsorbents for removal of contaminants from wastewater: towards engineering clay minerals. *Open Journal of Applied Sciences*, 8(8), 355-369.
- [69]: Tamamushi, B. I. (1983). Factors influencing the adsorption from solutions. In *Adsorption from Solution* (pp. 79-86). Academic Press.
- [70]: Iftekhar, S., Ramasamy, D. L., Srivastava, V., Asif, M. B., & Sillanpää, M. (2018). Understanding the factors affecting the adsorption of Lanthanum using different adsorbents: a critical review. *Chemosphere*, 204, 413-430.
- [71]: J.Majault (1961), Presses Universitaires de France.
- [72]: M.Capon, V.Courilleu, C.VALETTE (1999), Nantes, Culture et technique
- [73]: Y.Bentahar, (2016), Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines: application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse, thèse de doctora, université Abdelmalek Eqsaaadi-Tétouan Maroc.
- [74]: Crepy, M. N. (2004). Dermatoses professionnelles aux colorants. *Documents pour le médecin du travail*, (100), 565-576.
- [75]: Bhushan, B. (Ed.). (2012).Netherlands: Springer.
- [76]: Rajagopalan, R., & Hiemenz, P. C. (1997). Principles of colloid and surface chemistry. *Marcel Dekker, New-York*, 8247, 8.
- [77]: Lu, G. W., & Gao, P. (2010). Emulsions and microemulsions for topical and transdermal drug delivery. In *Handbook of non-invasive drug delivery systems* (pp. 59-94). William Andrew Publishing.

[78]: Selvamani, V. (2019). Stability studies on nanomaterials used in drugs. In *Characterization and biology of nanomaterials for drug delivery* (pp. 425-444). Elsevier.

[79]: Khoshnevisan, K., & Barkhi, M. (2015). Information about zeta potential. *Institute of Agricultural Biotechnology, Nano Department: Karaj, Tehran, Iran*, 1-6.

[80] : Duc Myriam (2012), “Contribution à l’étude des mécanismes de sorption aux interfaces solide- liquide : Application aux cas des apatites et des oxy-hydroxydes, thèse de doctorat, Ecole centrale des arts et manufacteurs -école centrale paris.

Chapitre II : Partie Expérimentale

II.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter les matériels utilisés ainsi que les méthodes expérimentales pour préparer des biocomposites formés à partir des précurseurs organiques (Saccharose, Gélatine, Amidon et Glycérine) suivi par des caractérisations à l'aide de la spectroscopie infrarouge (IR), diffraction des rayons X (DRX), la détermination de potentiel zêta et l'indice de gonflement, et un test de rétention d'un colorant.

II.2 Matériels et méthodes**II.2.1 Matériel utilisé**

Verrerie de laboratoire : Bêchers (25 mL, 100 mL, 500 mL), fioles jaugées (250mL, 500mL, 1L), ballons rodés 125 mL, pipette graduées, éprouvettes graduées, tubes à essais, boîtes de pétris, cristallisoirs, réfrigérants ...

Broyeur.

L'étuve.

Thermomètre.

pH mètre (**ADWA**).

Balance analytique modèle (**OHAUS Carat Series**).

Agitateur magnétique modèle (**VELP SCIENTIFICA**).

Agitateur multi- poste : modèle (**KIKA**).

Pissette.

Spatule.

Barreaux magnétiques.

II.2.2 Appareillages

Centrifugeuse : (**SLW Centrige Ultra-8TL**).

Spectromètre infrarouge (IR) : (**Cary 600 Series FTIR Spectrometer**).

Diffractomètre des rayons X (DRX) : (**BRUKER D8 ADVANCE**)

Spectrométrie UV-Visible : (**HACH LANGE DR 5000**).

II.2.3 Produits utilisés**➤ Produits chimiques**

Acide chlorhydrique (HCl) : (**Sigma-Aldrich**), 36,5% à 38%, de densité 1,2g /mL et de concentrations (0,5 mol/L) (0,1 mol/L).

L'eau oxygénée (H₂O₂) à 30%.

Chlorure de sodium (NaCl) : (**PROLABO**) de masse molaire = 58,44 g/mol et de concentration 0,5 mol/L et 0,01 mol/L.

Hydroxyde de sodium (NaOH) : (**SIGMA-ALDRICH**), d = 2,13g/mL et de concentration 0,1mol/L.

➤ **Adsorbants**

- Bentonite sodique fournie par l'industrie de Maghnia :



Figure II.1 : Bt- Na ind.

- Bentonite sodique traitée au laboratoire :



Figure II.2 : Bt-Na.

➤ **Adsorbat**

- **Colorant rouge bemacide** (fourni par la SOITEX – Tlemcen).

Le colorant rouge Bemacide est un colorant organique industriel destiné à la teinture des textiles chimique de nature polyamide. Il a un bon pouvoir de migration, soluble dans l'eau et une fixation rapide lorsque la vapeur est saturée [1].

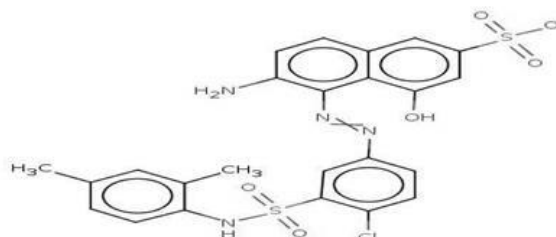


Figure II.3: Structure de rouge bemacide.

II.3 Préparation des produits

II.3.1 Préparation de la bentonite sodique

La bentonite utilisée est extraite de gisement de Hammam Bouhrara-Maghnia.

Après un traitement préliminaire qui consiste à débarrasser toutes les phases cristallines existant dans la bentonite naturelle (quartz, calcite, feldspath, cristobalite...).

Préparation de produit brute passe par :

- Broyage des morceaux de la bentonite dans le broyeur.
- Tamisage de la poudre de taille inférieure à 2 micromètres.

- **Purification de la bentonite**

La bentonite brute contient des impuretés, il est préférable de les éliminer, pour cela on a procédé à des lavages successifs avec de l'eau distillée, puis on a laissé le mélange se sédimenter pour enlever les grosses particules, les impuretés..., on a séparé la partie surnageant par centrifugation, sécher cette dernière dans l'étuve à 60°C, puis la broyer afin de l'obtention d'une poudre.

- **Activation de la bentonite**

L'activation de la bentonite se fait par un lavage avec de l'acide chlorhydrique (0,5M) pendant 4h sous agitation afin d'augmenter la porosité, la surface spécifique, et l'acidité de surface. Ce traitement permet aussi d'enlever les cations trouvés dans la couche octaédrique (fer, magnésium, aluminium).

Le mélange est séparé par centrifugation, puis lavé avec de l'eau distillée, centrifugé puis séché dans l'étuve à 60°C. Broyer l'argile obtenu manuellement à l'aide d'un mortier.

- **Destruction de la matière organique**

La destruction de la matière organique se fait par un lavage avec l'eau oxygénée, après on lance le chauffage et l'agitation à 70°C, après ce temps on a fait la centrifugation, puis des lavages avec de l'eau, centrifuger la partie surnageant, sécher l'argile dans l'étuve, broyé afin d'obtenir d'une poudre.

- **Sodification de la bentonite**

Cette étape consiste à remplacer tous les cations échangeables par des cations de sodium et pour cela on a mis l'argile dans une solution de NaCl sous agitation pendant 4h et porté sous chauffage à 70°C, l'opération a été répétée 3 fois pour la saturation de l'argile avec les cations Na⁺, l'argile sodique a été lavé plusieurs fois avec de l'eau distillée, centrifuger par la suite la partie surnageant puis sécher l'argile sodique dans l'étuve à 100°C, broyer l'argile sodique en fine poudre.

II. 3. 2 Synthèse des composites

a. Composites à base de Bt-Na/Gélatine

On a travaillé avec deux types de matrices : bentonite sodique traitée au laboratoire et la bentonite sodique qui provienne de l'industrie.

Deux proportions ont été synthétisées : «35 % de bentonite sodique avec 20% de gélatine et 35% de bentonite avec 10% de gélatine », dissoutes dans de l'eau distillée pour gonfler la bentonite et dissoudre le précurseur. Le mélange est porté sous reflux à 80°C pendant 6h, ce dernier est mis dans l'étuve à 60°C afin de vaporiser l'eau.

Après on a broyé ces composites manuellement et les purifier avec de l'eau distillée pendant 2h afin d'éliminer tous les excès.



Figure II.4: Composite préparé à base de Bt-Na /Gélatine.

b. Composites à base de Bt-Na/Am-gly

Deux types de composites ont été élaborés : composite à base de la bentonite sodique traité au laboratoire et composite à base de bentonite sodique industrielle. Pour cela 30% d'amidon avec 10% de glycérine ont été mélangés avec de l'eau distillée puis 10% de la bentonite sodique est ajoutée.

On a pris les mêmes quantités pour le composite de bentonite sodique industrielle (30% amidon, 10% glycérine ; 10% Bt-Na ind) mélangées avec de l'eau distillée. Le mélange obtenu est porté sous reflux à 80°C pendant 6h. Après ce temps, les mélanges obtenus sont mis dans l'étuve à 60°C.

Les matériaux obtenus ont été broyés manuellement et purifiés avec une quantité d'eau pendant 2h.



Figure II.5 : Composite préparé à base de Bt-Na /Am-gly.

c. Composites à base de Bt-Na/ Am-Sa

On a solubilisé 10% de saccharose dans une quantité d'eau puis on a ajouté 35% d'amidon et 10% de Bentonite. Ces mélanges sont portés sous reflux à 80 °c et sous agitation pendant 4 h. Les mélanges sont placés dans l'étuve à 60°C pour vaporiser l'eau, après le séchage, les composites sont broyés manuellement à l'aide d'un mortier jusqu'à l'obtention d'une poudre, ainsi on a purifié les composites par un lavage avec de l'eau distillée, sous agitation pendant 2h.



Figure II.6 : Composites préparés à base de Bt-Na /Am-Sa.

II.4 Techniques d'analyses

II.4.1 Diffraction de rayon X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode d'analyse utilisée pour définir la nature des matériaux comme cristalline ou amorphes [2]. De la même façon, on utilise la DRX pour caractériser les changements possibles dans la structure cristalline de la matrice après l'ajout de nanoparticule [3]. On générale, la DRX est connue pour les analyses qualitatives et quantitatives [4]. C'est une méthode non destructive et rapide [3,5]. Les matériaux cristallins est observée sous forme de pics nets dans la DRX et bien définis à l'aide de l'équation de Bragg. L'équation de Bragg relie la longueur d'onde des rayons X, l'espacement interplanaire dans le cristal et l'angle d'incidence [6].

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$

Avec :

n : entier.

λ : Longueur d'onde de rayon X.

d_{hkl} : espacement interplanaire générant la diffraction.

θ : angle de diffraction [7].



Figure II.7 : Appareille de DRX.

II. 4. 2 Spectroscopie infra-rouge (IR)

La spectroscopie infrarouge est une méthode utile pour explorer la structure, le comportement et l'environnement des molécules [8]. La spectroscopie IR possède deux catégories principales utilisées dans les analyses. La spectroscopie IR est une technique d'analyse qualitative et quantitative, qui est rapide et non destructive [9]. Elle est basée sur le type d'interaction avec les molécules :

- Spectroscopie proche IR : utilisée dans l'étude harmonique et une vibration combinée avec une énergie haute de 14000 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} .
- Spectroscopie moyenne IR : utilisée dans l'étude des vibrations fondamentales et de la rotation-vibration de petites molécules avec une énergie moyenne de 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1} [10].
- Spectroscopie lointain : à côté de la micro-onde et radar avec une énergie 400 cm^{-1} à 10 cm^{-1} [11].



Figure II.8 : Appareil d'IR.

II. 4. 3 Spectroscopie UV-visible

Pour caractériser les molécules dans la spectroscopie UV-visible, on utilise la spectroscopie d'adsorption dans les gammes de longueur d'onde ultraviolette 180-380 nm et visible 380-750 nm [12]. Elle est basée sur la mesure du rapport de la lumière transmise par rapport à la lumière incidente dans la gamme de longueur d'onde soit l'UV au visible [13]. Il est bon pour l'étude de la cinétique et l'équilibre de l'équation [14].

En spectroscopie, la loi de Beer Lambert est reliée à l'adsorption de l'énergie rayonnante dans un milieu absorbant. L'équation de Beer Lambert peut exprimer comme :

$$A = \epsilon lc$$

Avec :

A : l'absorbance.

ϵ : le coefficient d'extraction.

l : la longueur du chemin de la lumière en (cm).

c : la concentration d'une solution donnée [15].



Figure II.9 : Appareille d'UV-visible.

II. 4. 4 Indice de gonflement

II.4.4.1 Mode opératoire

Pour faire la caractérisation du gonflement, on a réalisé des mesures de gonflement libre de Bt-Na ; Bt-Na ind et les composites préparés, pour cela on a pesé 2g de solide.

Il est important d'attendre qu'une fraction soit complètement déposée au fond du tube avant d'en ajouter une autre (attendre environs 45mn avant d'ajouter une fraction nouvelle), puis verser ces fractions dans des tubes gradués contenant 100 mL d'eau distillée. Après 24 heures, on a mesuré le volume de sédiment gonflé dans l'eau [16].

II. 4. 5 Potentiel zêta

II.4.5.1 Mode opératoire

Pour déterminer le potentiel de la charge nulle, on a procédé par ce protocole expérimental :

- 25 mg de chaque matériau est ajouté au volume de 20 mL de NaCl ($C=0,01$ M) à différents pH (de 2 à 10).
- Le pH est ajusté en ajoutant de l'acide chlorhydrique ($C=0,1$ M) et l'hydroxyde de sodium ($C=0,1$ M).
- Les solutions sont agitées pendant 24h avec une vitesse =3000tr /min
- Après, on mesure le (pH_f) des solutions.
- On trace la courbe $\text{pH}_f - \text{pH}_i = f(\text{pH}_i)$.
- L'intersection de la courbe avec l'axe qui passe par le zéro donne le point isoélectrique.

II.5 Résultats et discussions

II.5.1 Introduction

Cette dernière partie concerne l'étude des propriétés physico chimiques de Bt-brute et Bt-Na, ainsi que la caractérisation des composites synthétisés à partir de Bt-Na, Bt-Na ind et des précurseurs, l'étude de gonflement et un test sur l'utilisation de ces derniers pour la rétention d'un colorant anionique.

II.5.2 Propriétés de la bentonite brute et sodique

II.5.2.1 Composition chimique

Tableau I.1 : Analyses chimiques des bentonites fournies par l'industrie ENOF.

Oxydes	Bt-brute (%)	Bt-Na ind (%)
SiO ₂	55-65%	55-65%
Al ₂ O ₃	12-19%	12-18%
TiO ₂	0,19%	0,20%
Na ₂ O	1-3%	1-3%
Fe ₂ O ₃	2.88%	1-3,4%
MgO	2-3%	2-3,4%
CaO	1-5%	1-2%
K ₂ O	0,76 %	0,5-1.18 %
PAF	7,40%	8,20%

Les analyses chimiques des bentonites montrent que les alcalino-terreux après l'activation atteint le même niveau qu'avant .contrairement dans le cas de calcium, il y a aussi une diminution de la teneur en fer après l'activation. L'élimination des impuretés siliceuses et alumineuses augmente les teneurs en Si et Al.

Alors les bentonites de Roussel ont tendance à perdre entre 20 à 30% de leur potassium, la perte est proportionnelle au taux de sable, leurs gain en eau de cristallisation est appréciable. Ces remarques suggèrent la perte de feldspaths [17].

II.5.2.2 Caractéristiques physico-mécaniques

➤ **Bt Brute**

Tableau II.2 : Caractéristiques physico-mécaniques de Bt-brute.

200 mesh screens rejects	8% max
Humidité	10% max

➤ **Bt-Na ind****Tableau II.3** : Caractéristiques physico-chimiques de Bt-Na ind.

Viscosité (lecteur 600 tr /min)	30 Min
Yield point /plastic(Ratio)	06 Max
Perte au filtrat	20 cm ³
Résidu au tamis 75 microns	2, 5% Max
Humidité	13% Max

-L'humidité est élevée dans la Bt-Na ind par rapport la Bt-brute.

-200 mesh screens rejects signifie le résidu au tamis 75 microns.

-le mesh est l'unité de mesure américaine :est une mesure inverse de la taille de maille.

-Yield point c'est un paramètre rhéologique ,il se calcule par la formule

$$\text{Ratio} = \frac{(L300 * 2 - L600)}{L600 - L300}$$

L600 et L 300 est la viscosité à 600tr/min et 300 tr/min

-La perte au filtrat est un paramètre pour la détermination de l'imperméabilité, elle est réalisé par une filtre presse de CO2.

Se sont des paramètres exigés par la norme américaine API 13A

II. 5. 2. 3 Domaines d'utilisations

D'après l'industrie ENOF- unité de Maghnia :

➤ **Bt-brute**

-Aliment de bétail.

-Cosmétique.

-Peinture industrielle.

-Pesticides &Insecticides.

-Butime.

-Protection cathodique.

➤ **Bt-Na ind**

-Additive viscosifiant à la boue de forage

-Bentonite d'injection.

-Génie civil (Barrage, Tunnel).

-Céramique.

II. 5. 3 Analyse DRX

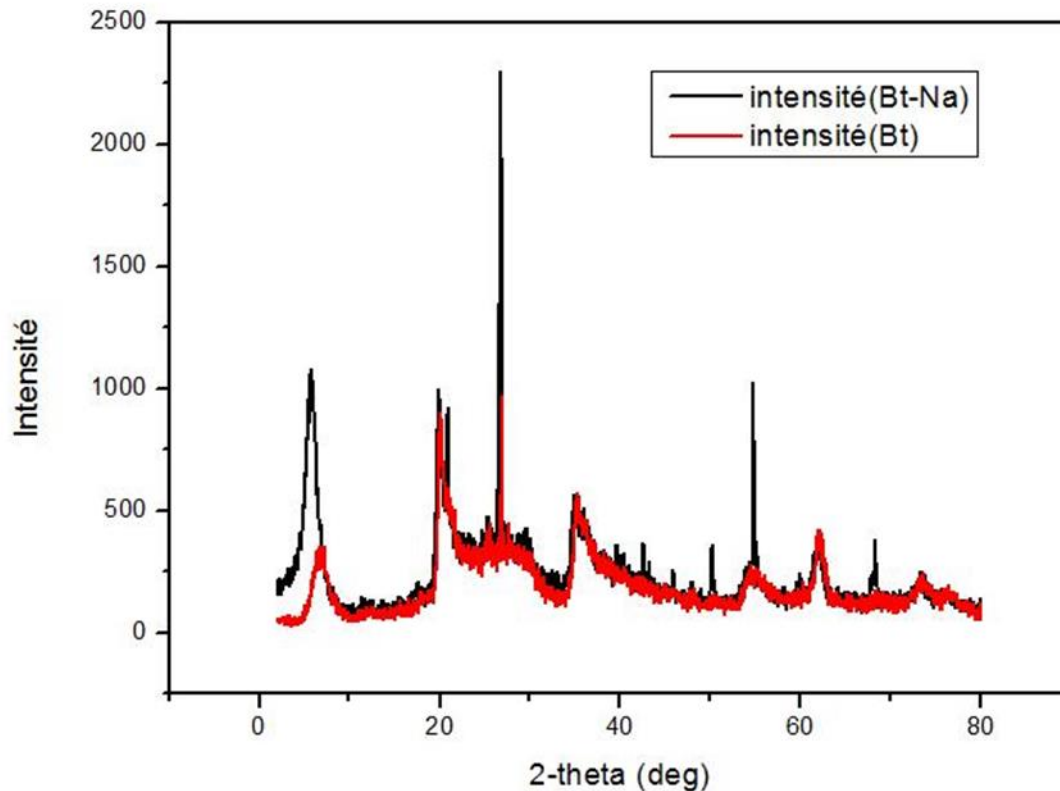


Figure II.10 : DRX de la Bt-brute.

- **Interprétation**

La diffraction des rayons X adaptée spécialement à l'étude des raies correspondantes à la flexion des plans 001, ces derniers représentent l'espaces interfeuillettes des argiles et donc elles étudient la morphologie de ces argiles. Cet espace déduit des distances réticulaires (d_{001}) [18].

D'après la figure II.10, la bentonite présente des phases cristallins (Quartz, calcite..), et des minéraux argileux comme la montmorillonite qui était identifiée comme le principal minéral présent dans l'échantillon alors le DRX nous a permis de caractériser ces phases minéralogiques et de préciser la nature des minéraux argileux. Donc l'examen de spectre de Bt-brute présente une distance interfoliaire ($d_{001}=15,71 \text{ \AA}$).

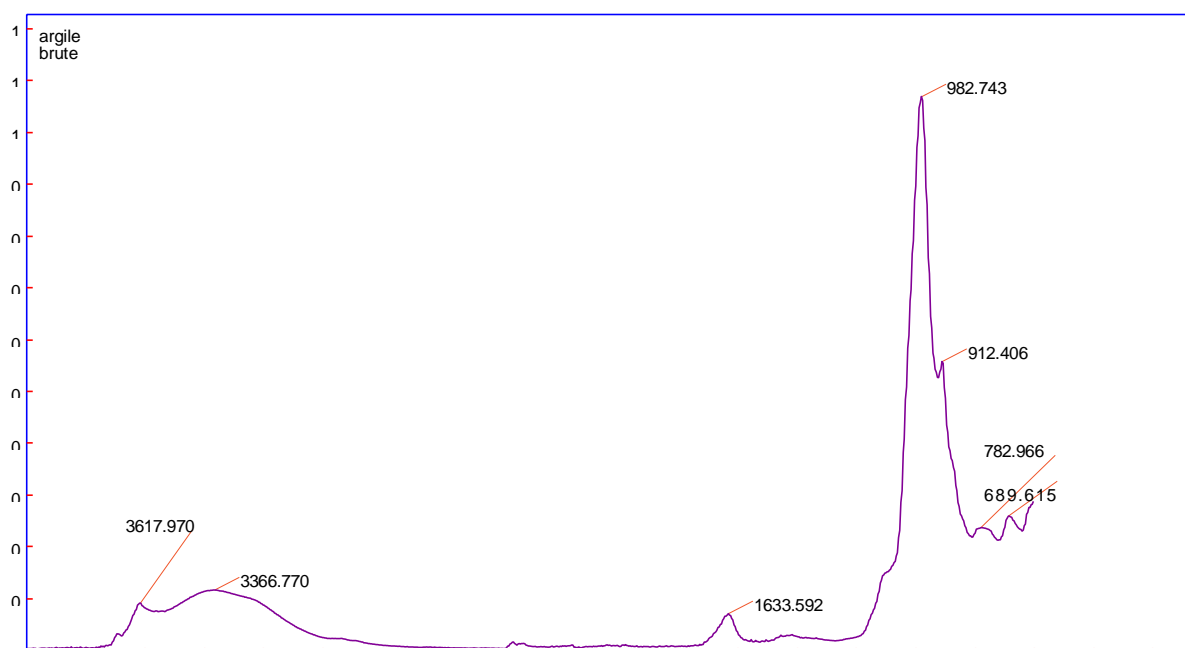
La distance interfoliaire obtenue dans la Bt-Na est de ($d_{001}=13,16$) cela est due à la décomposition partielle de l'espace interfoliaire en raison du traitement chimique de la bentonite (remplacement des cations échangeables par Na^+ [18]).

Tableau II.4 : Distance interfoliaires de Bt-brute et Bt-Na.

Matériau	2 θ (°)	d001 (Å)
Bt-brute	5,62	15 ,71
Bt-Na	6,71	13,16

II. 5. 4 Analyse IR

➤ Bt-brute

**Figure II.11 :** Spectre FTIR de la Bt-Brute.

• Interprétation

Bandes caractéristiques de la phase argileuse

On observe deux bandes situées à $3366,770\text{ cm}^{-1}$ et $3617,970\text{ cm}^{-1}$ qui correspondent à la vibration d'élongation des groupements OH de la couche octaédrique. Le premier (à $3617,970\text{ cm}^{-1}$) correspond à Al-Mg-OH et /ou Al_2OH et le second ($3366,770\text{ cm}^{-1}$) correspond à la déformation des molécules d'eau.

À $1633,592\text{ cm}^{-1}$ il existe une autre bande attribuée à la déformation des molécules d'eau qui sont situés entre les feuillets.

Il existe une bande intense entre 900 cm^{-1} et 1200 cm^{-1} centrée vers $982,743\text{ cm}^{-1}$ correspond à la vibration de valence de la liaison Si-O, aussi les vibrations de déformation des liaisons Si-

O-M se situe à $689,615\text{ cm}^{-1}$, avec une bande de faible intensité à $782,966\text{ cm}^{-1}$ indique la présence du Quartz.

Pour l'aluminium il se manifeste en dehors de $3617,970\text{ cm}^{-1}$ par des pics de déformation des liaisons Al₂-OH, Al-Fe-OH et Al-Mg-OH à $912,406\text{ cm}^{-1}$ [19].

➤ **Bt-Na et Bt-Na ind**

➤ **Bt-Na**

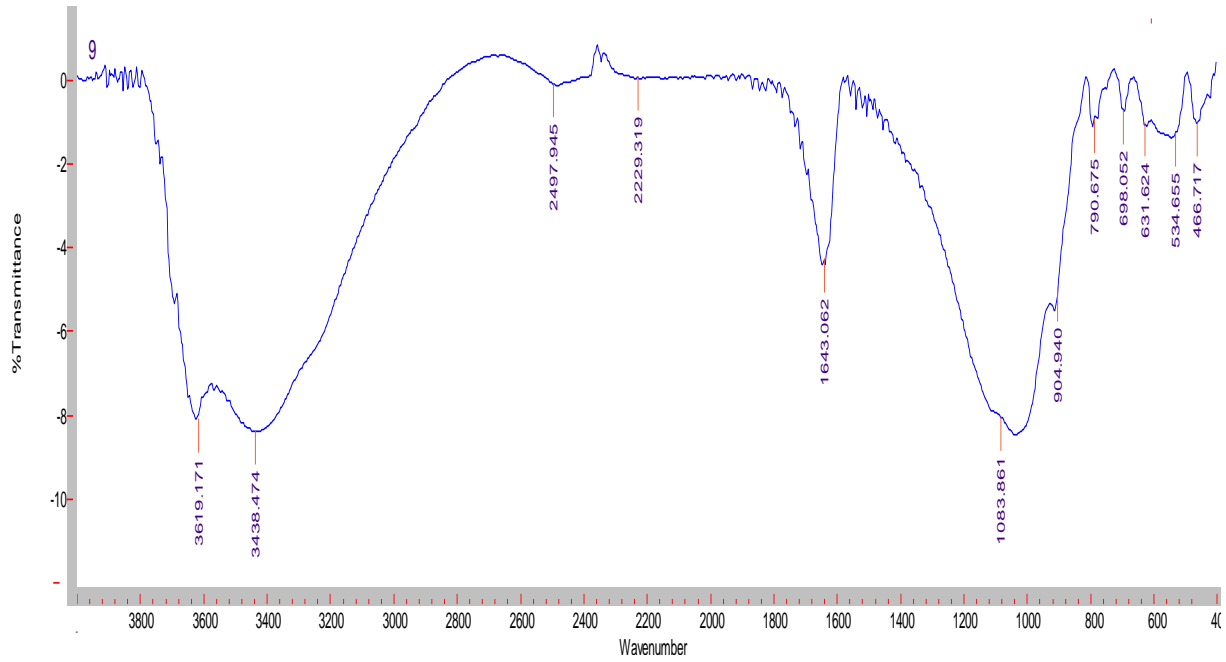


Figure II. 12 : Spectre FTIR de la Bt-Na.

➤ **Bt-Na ind**

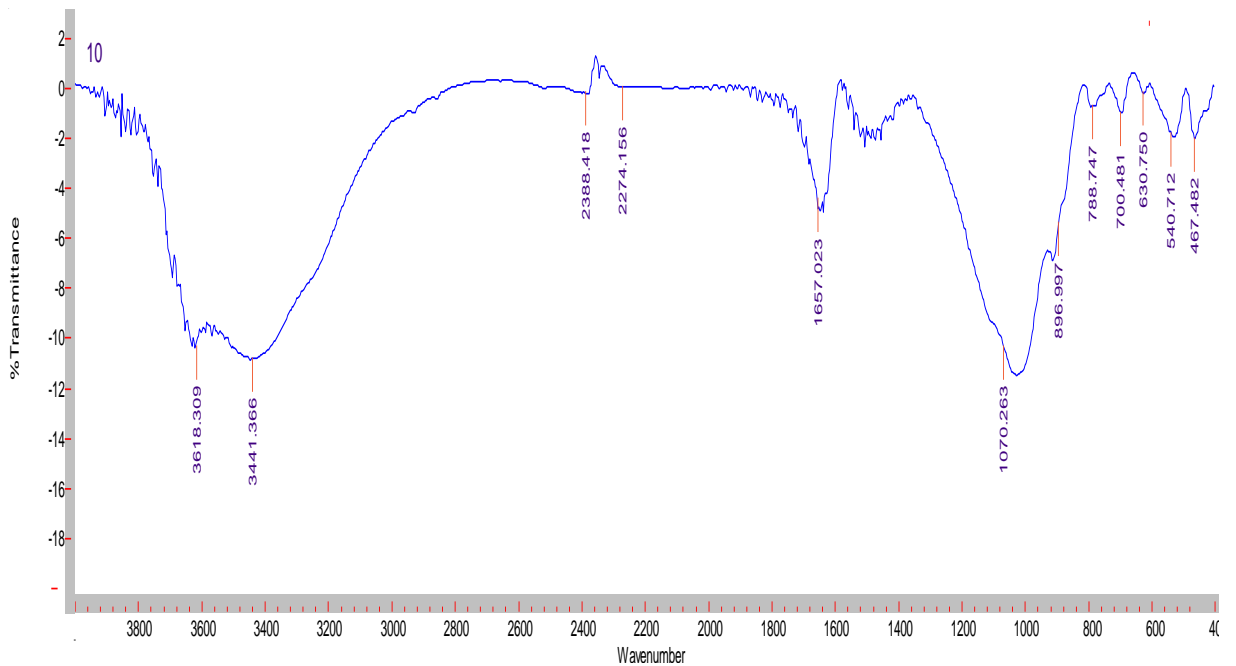


Figure II.13 : Spectre FTIR de la Bt-Na ind.

- **Interprétation**

Les liaisons rencontrées dans la structure de bentonite sont : Si-O ; Si-O-M ; et M-OH avec M = Al, Fe, Mg aussi les groupements OH.

Alors pour la liaison Si-O : il existe une bande plus intense située à $1083,861 \text{ cm}^{-1}$ dans le spectre de la bentonite sodique traité au laboratoire figure II.12 et $1070,263 \text{ cm}^{-1}$ dans le spectre de la bentonite sodique industrielle .

Pour la liaison Si-O-M : Les bandes de vibration de ces liaisons se trouvent à $466,717 \text{ cm}^{-1}$ et $534,655 \text{ cm}^{-1}$ dans le Bt-Na (voir figure II. 12) et à $467,482 \text{ cm}^{-1}$ et $540,712 \text{ cm}^{-1}$ pour la Bt-Na ind .

La bande moyenne de vibration de liaison H-O-H : à $1643,06 \text{ cm}^{-1}$ et $1657,023 \text{ cm}^{-1}$ due à la déformation de la molécule d'eau.

Pour les hydroxydes, la bande située à $3438,474$ et $3619,171 \text{ cm}^{-1}$ (voir figure II.12), à $3441,368 \text{ cm}^{-1}$ et $3618,309 \text{ cm}^{-1}$ (voir figure II.13) et qui apparait sous forme d'épaule correspond aux vibrations d'élongation des hydroxydes de la couche octaédrique aussi il existe une bande fine et faible à $904,940 \text{ cm}^{-1}$ et $896,997 \text{ cm}^{-1}$ qui est attribuée à la liaison Al-OH.

La bande du quartz est masquée par la bande de Si-O (vers 1000 cm^{-1}) donc il y a la disparition des bandes de calcite dans le cas de bentonite sodique, alors il existe un changement dans l'intervalle 500 cm^{-1} - 1000 cm^{-1} , il résulte de l'augmentation de la teneur en silice (Si-O). Ce changement peut être attribué à la dissolution partielle des cations qui se trouvent en position octaédrique et la formation de silice amorphe [20].

Le traitement de la bentonite avec du NaCl conduit à une modification de l'intensité des bandes caractéristiques des groupements OH et une petite déviation de la position des bandes à cause de l'élimination des cations de la couche octaédrique, qui subit la perte de l'eau et les groupes hydroxyles relient entre eux.

On observe que les bandes caractéristiques dans le spectre de Bt-Na-ind présentent une grande intensité par rapport à la Bt-Na dans : 1083 cm^{-1} ; 1070 cm^{-1} ; 3438 ; 3441 cm^{-1} et 3618 cm^{-1} ; 3619 cm^{-1} .

➤ **Bt-Na ind 35%/Ge20%**

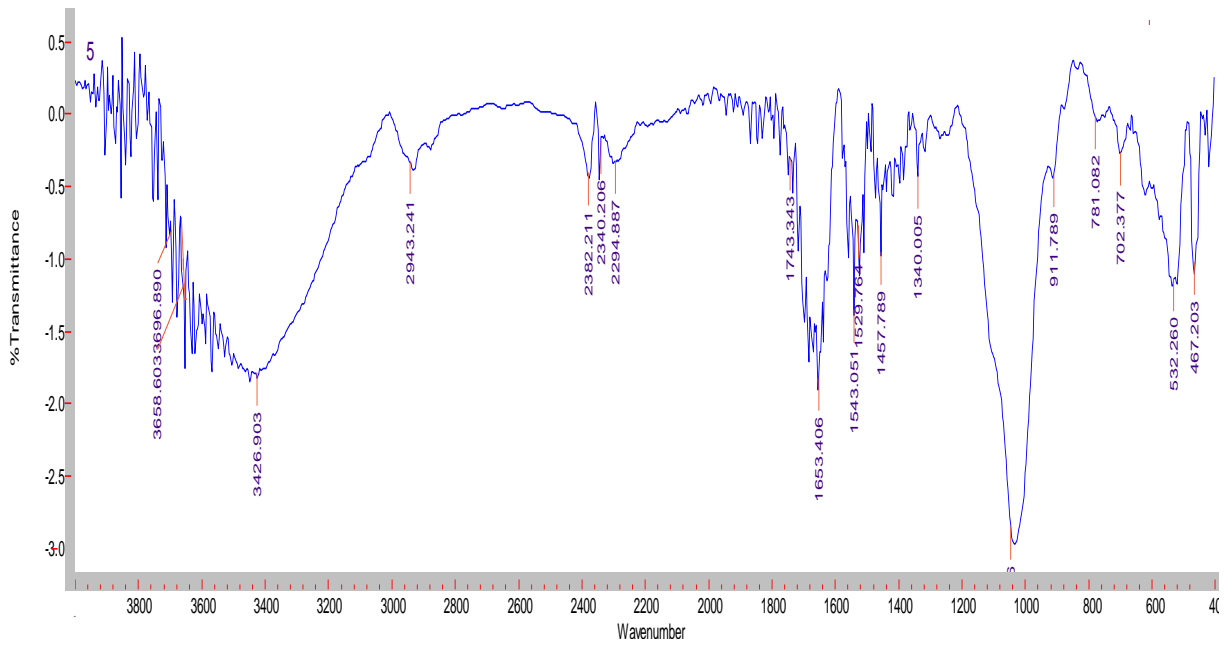


Figure II.14 : Spectre FTIR de Bt-Na ind 35%/Ge20%.

➤ **Bt-Na ind 35%/Ge10%**

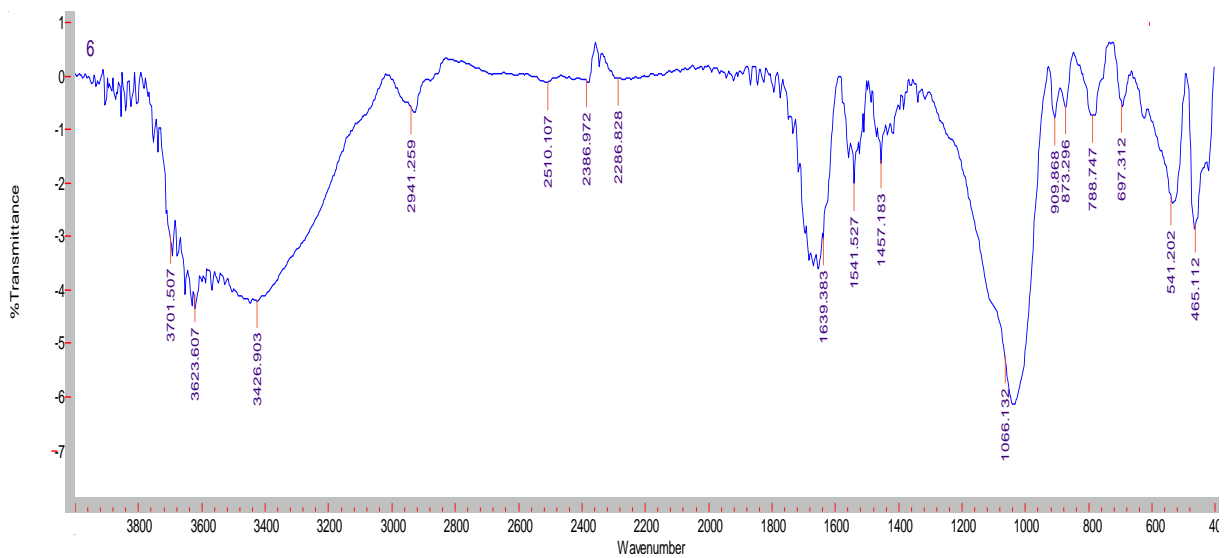


Figure II.15 : Spectre FTIR de Bt-Na ind 35%/Ge10%.

➤ **Bt-Na 35%/Ge20%**

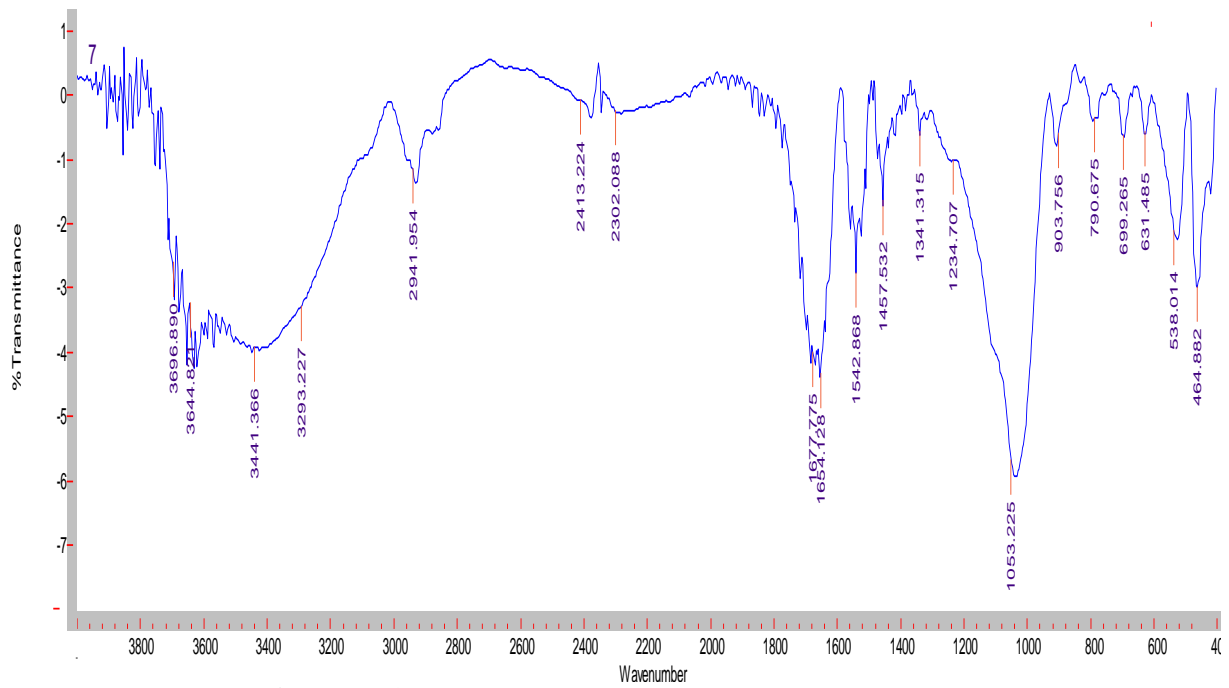


Figure II.16 : Spectre FTIR de Bt-Na 35%/Ge20%.

➤ **Bt-Na 35%/Ge10%**

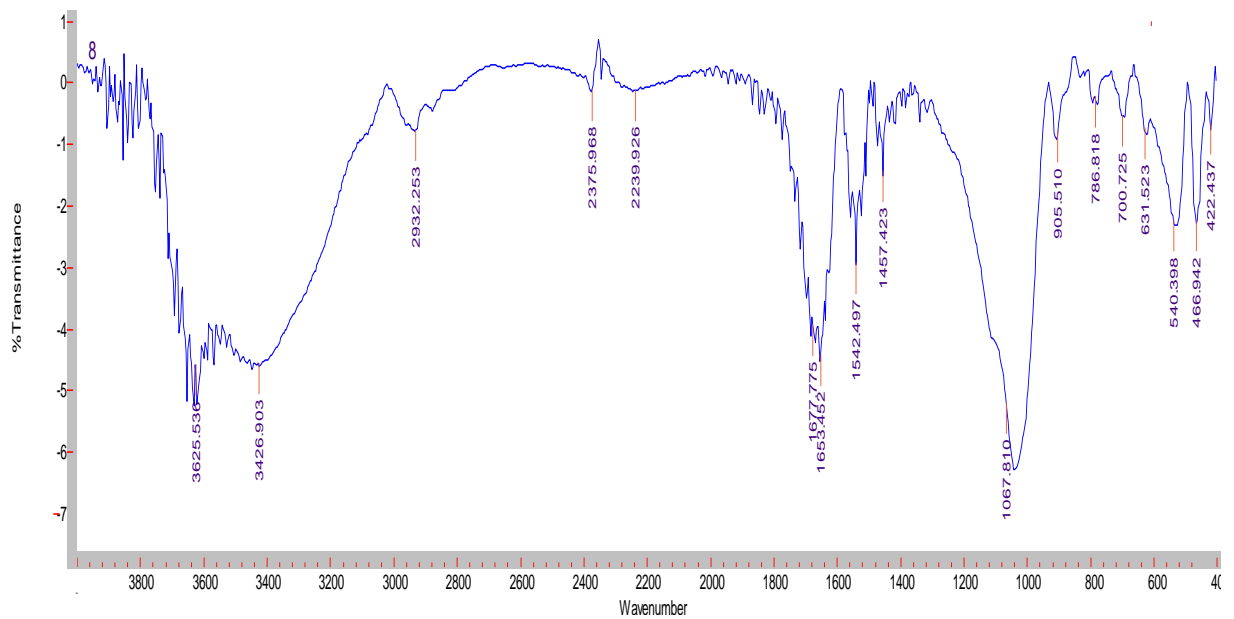


Figure II.17: Spectre FTIR de Bt-Na 35%/Ge10%.

• **Interprétation**

-Les spectres FTIR représentent des bandes larges vers $3426,903\text{ cm}^{-1}$ et $3441,366\text{ cm}^{-1}$ caractérisant des vibrations d'étirement de liaison N-H.

-Il y a aussi des bandes de faible intensité représentant les vibrations de flexion des liaisons C-H à : $2943,241\text{ cm}^{-1}$; $2941,259\text{ cm}^{-1}$; $2941,954\text{ cm}^{-1}$; $2932,253\text{ cm}^{-1}$ et $1457,789\text{ cm}^{-1}$; $1457,183\text{ cm}^{-1}$; $1457,532\text{ cm}^{-1}$; $1457,423\text{ cm}^{-1}$.

-Des pics caractéristiques de moyenne intensité de vibrations d'étirement du groupe carbonyle de l'amide I à : $1653,406\text{ cm}^{-1}$; $1639,293\text{ cm}^{-1}$; $1654,128\text{ cm}^{-1}$; $1653,452\text{ cm}^{-1}$.

-Aussi, des pics moyens de vibration de flexion de liaison N-H de l'amide II à $1543,051\text{ cm}^{-1}$; $1541,527\text{ cm}^{-1}$; $1542,888\text{ cm}^{-1}$; $1542,497\text{ cm}^{-1}$.

-Des vibrations d'étirement de liaison C-N présentent des pics de faible intensité à $1340,005\text{ cm}^{-1}$; $1341,315\text{ cm}^{-1}$; $1234,707\text{ cm}^{-1}$.

-Pour la bentonite sodique il existe des bandes de vibration d'étirement de flexion de OH à $3658,603\text{ cm}^{-1}$; $3623,607\text{ cm}^{-1}$; $3644,821\text{ cm}^{-1}$; $3625,536\text{ cm}^{-1}$ et $911,789\text{ cm}^{-1}$; $909,86\text{ cm}^{-1}$; $903,756\text{ cm}^{-1}$; $905,510\text{ cm}^{-1}$.

-De fortes bandes à $1048,306\text{ cm}^{-1}$; $1066,132\text{ cm}^{-1}$; $1053,225\text{ cm}^{-1}$; $1067,810\text{ cm}^{-1}$, attribuées aux vibrations d'étirement Si-O.

- Des bandes de faible intensité correspondent à des vibrations de déformation de : Si-O-Al ; Si-O-Mg et Si-O-Si à $697,312\text{ cm}^{-1}$; $631,485\text{ cm}^{-1}$; $631,523\text{ cm}^{-1}$; $532,260\text{ cm}^{-1}$; $541,202\text{ cm}^{-1}$; $538,014\text{ cm}^{-1}$; $540,398\text{ cm}^{-1}$; $467,203\text{ cm}^{-1}$; $465,112\text{ cm}^{-1}$; $464,888\text{ cm}^{-1}$; $466,942\text{ cm}^{-1}$ [21].

➤ **Bt-Na ind10%/Am35%-Sa10%**

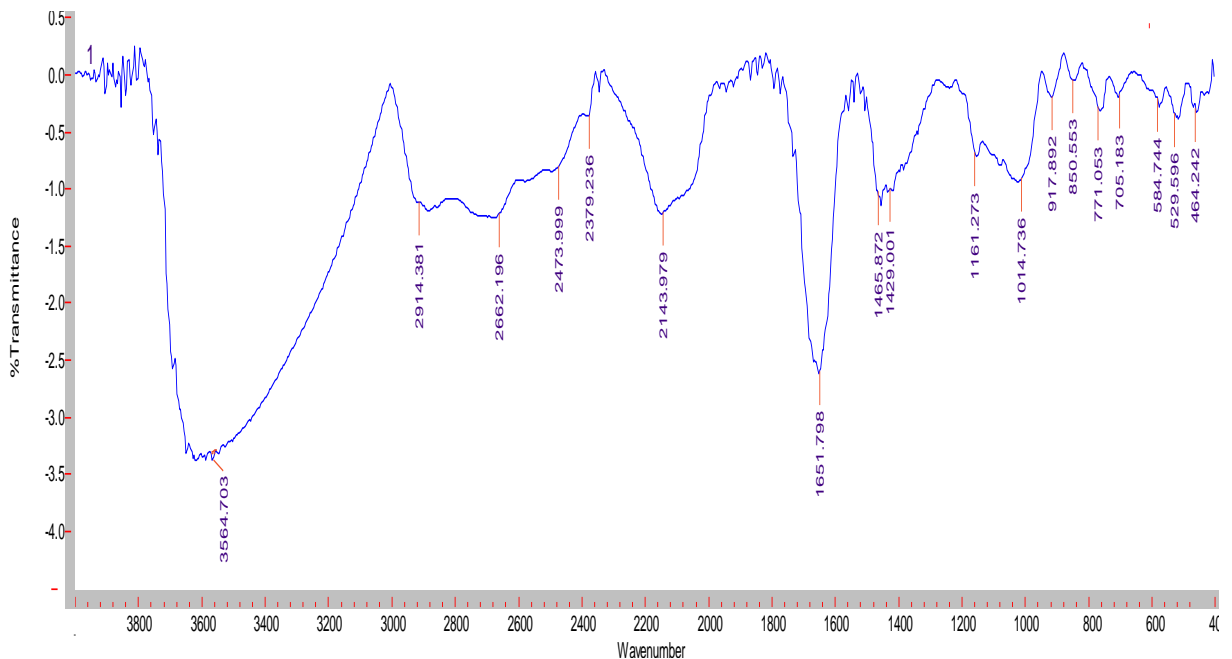


Figure II.18 : Spectre FTIR de Bt-Na ind 10%/Am35%-Sa10%.

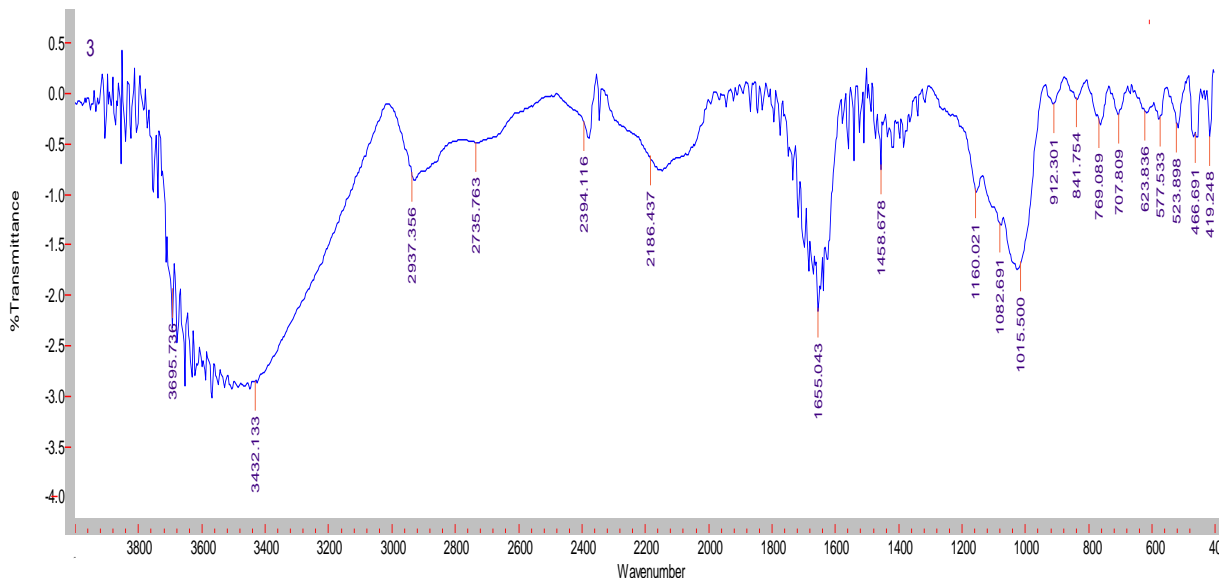
➤ **Bt-Na 10%/Am35%-Sa10%**

Figure II.19 : Spectre FTIR de Bt-Na10%/Am35%-Sa10%.

- **Interprétation**

-Vibration d'étirement des groupes OH centrée à $3564,703\text{cm}^{-1}$ et $3432,133\text{cm}^{-1}$ de saccharose et des groument OH des sites octaédriques de Bt-Na et même d'amidon.

-Une bande de faible intensité correspond à la vibration d'étirement de C-H de saccharose à $2914,381\text{cm}^{-1}$ et $2937,356\text{cm}^{-1}$.

-Vibration d'élongation des liaisons C-O de saccharose à $1161,273\text{cm}^{-1}$ et $1160,021\text{cm}^{-1}$ (bonde de faible intensité) [22].

-Les bandes de moyenne intensité à $1651,798\text{cm}^{-1}$ et $1655,043\text{cm}^{-1}$ sont attribuées à une liaison intermoléculaire du groupe carboxyle et la liaison O-H de H-O-H.

-Pour l'amidon les bondes de C-O et C-H sont respectivement à 1160cm^{-1} et 2900cm^{-1} [23].

-Une bande de faible intensité à $1465,872\text{cm}^{-1}$; $1458,678\text{cm}^{-1}$ qui représente la déformation de CH_2 et CH.

-Des bondes de faibles intensités caractérisent la vibration des liaisons C-O-H d'amidon à $850,553\text{cm}^{-1}$; $841,754\text{cm}^{-1}$; $771,053\text{cm}^{-1}$; $769,089\text{cm}^{-1}$; $623,836\text{cm}^{-1}$.

-Vibration des liaisons Si-O centrée à $1014,736\text{cm}^{-1}$ (figure II.18) et $1015,500\text{cm}^{-1}$ dans la figure II.19.

-Pour Si-O-M il existe une bonde à $464,242\text{cm}^{-1}$; $466,691\text{cm}^{-1}$; $419,248\text{cm}^{-1}$; $584,744\text{cm}^{-1}$; $529,596\text{cm}^{-1}$; $577,533\text{cm}^{-1}$; $523,898\text{cm}^{-1}$.

➤ **Bt-Na ind10%/Am30%-gly10%**

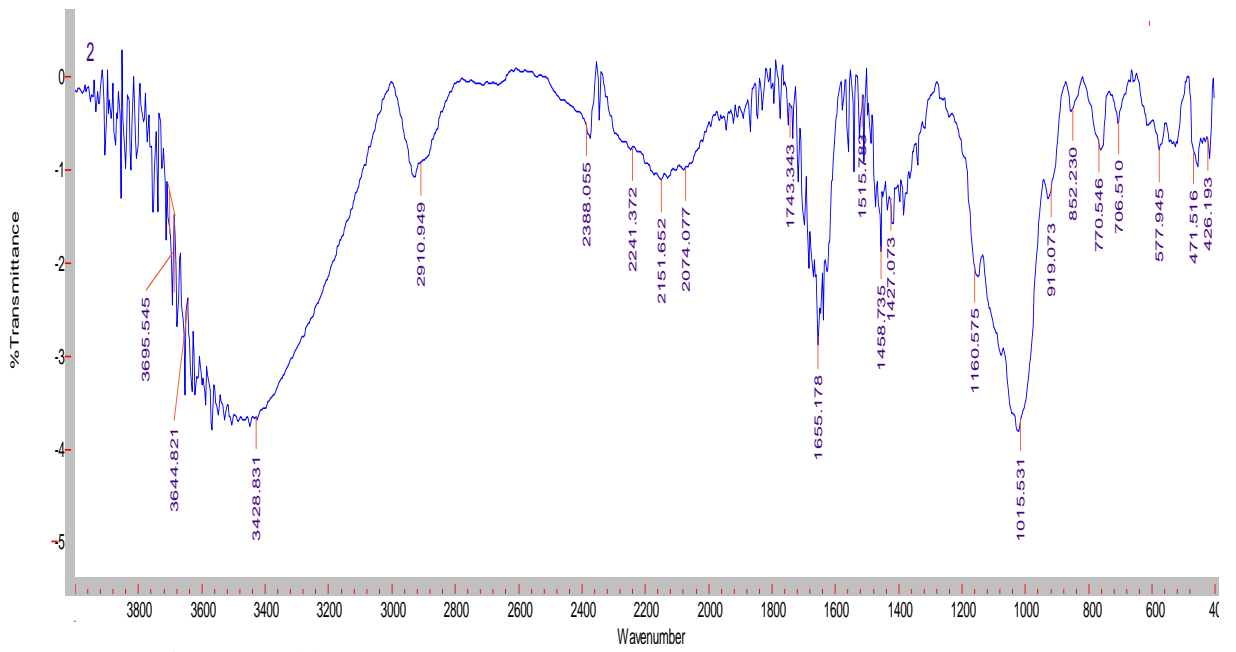


Figure II. 20: Spectre FTIR de Bt-Na ind10%/Am30%-gly10%.

➤ **Bt-Na10%/Am30%-gly10%**

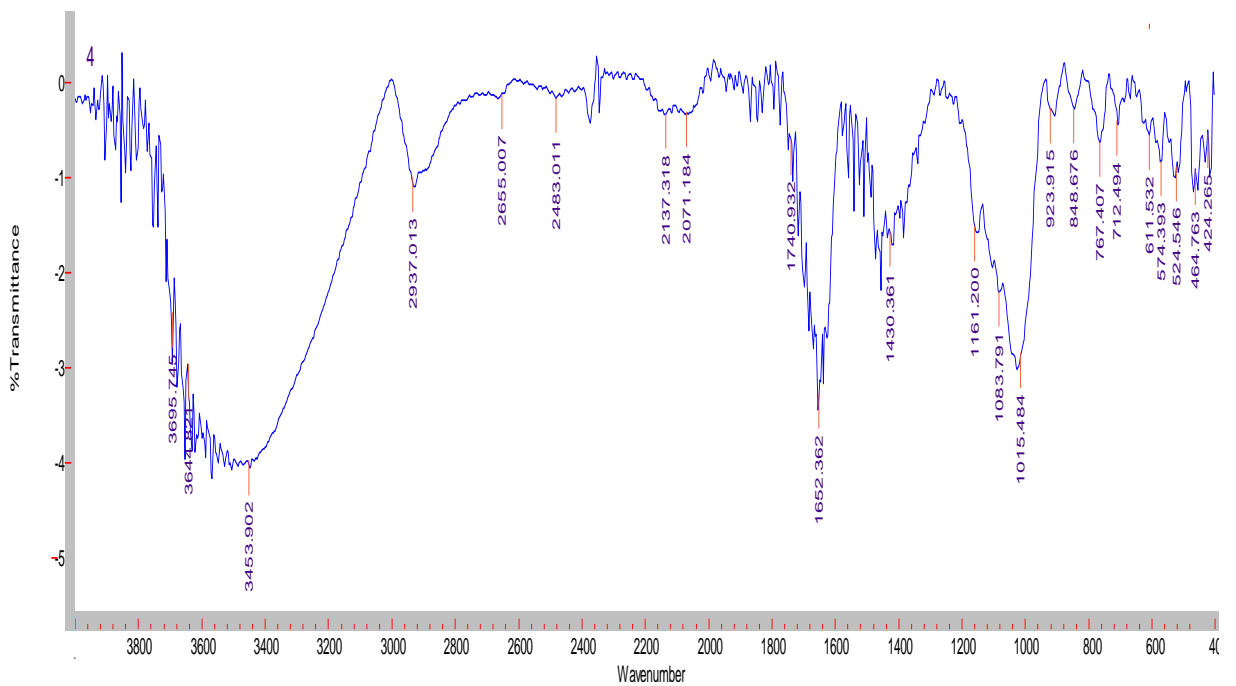


Figure II.21: Spectre FTIR de Bt-Na10%/Am30%-gly10%.

- **Interprétation**

Pour la glycérine, la vibration d'étirement de OH est caractérisée à $3428,831\text{cm}^{-1}$ et $3453,902\text{cm}^{-1}$.

Les bandes $2910,949\text{cm}^{-1}$ et $2937,013\text{cm}^{-1}$ représentent la vibration d'étirement de la liaison CH.

La flexion de groupe COH est caractérisée par la bande $2910,949\text{cm}^{-1}$; $2937,013\text{cm}^{-1}$.

La vibration d'étirement de CO de l'alcool primaire est présentée à $1660,575\text{cm}^{-1}$; $1661,200\text{cm}^{-1}$ [24].

Pour l'amidon les bandes 1160cm^{-1} et 2900cm^{-1} , sont attribuées aux liaisons C-O et C-H respectivement.

Les bandes $1427,073\text{cm}^{-1}$; $1430,361\text{cm}^{-1}$ sont de faibles intensité de vibration de la déformation des liaisons CH_2 et CH.

Les bandes $852,230\text{cm}^{-1}$; $848,670\text{cm}^{-1}$; $770,545\text{cm}^{-1}$; $767,407\text{cm}^{-1}$; $611,532\text{cm}^{-1}$: attribuées à la liaison C-O-H d'amidon.

Les bandes $1015,0331\text{cm}^{-1}$; $1015,434\text{cm}^{-1}$ sont attribuées à la vibration des liaisons Si-O.

La liaison Si-O-M est caractérisée par les bandes suivantes : $577,945\text{cm}^{-1}$; $574,393\text{cm}^{-1}$; $527,546\text{cm}^{-1}$; $471,519\text{cm}^{-1}$; $426,193\text{cm}^{-1}$; $464,763\text{cm}^{-1}$; $424,265\text{cm}^{-1}$.

II. 5. 5 Gonflement

Après 24 heures, dans le cas de la bentonite sodique industrielle (Bt-Na ind) le volume de gonflement est de 14 mL et de 12 mL pour la bentonite sodique traitée au laboratoire (Bt-Na) (voir figure II.23).

Dans le composite Bt-Na ind 10%/Am30%-gly10% le volume de gonflement est $v=15\text{mL}$ ainsi dans le composite Bt-Na 10%/Am30%-gly10% $v=14,5\text{mL}$. Pour le composite Bt-Na10%/Am35%-Sa10% on trouve $v=13\text{mL}$ et Bt-Na ind 10%/Am35%-Sa10% $v=15\text{mL}$. Dans le composite Bt-Na ind35%/Ge10%, le volume de gonflement est de 23 ml par contre dans le Bt-Na 35%/Ge10% $v=15\text{mL}$. Le composite Bt-Na ind35%/Ge20% gonfle avec un volume de $v=25\text{mL}$ par contre dans Bt-Na 35%/Ge20% $v=20\text{mL}$. Nous avons conclu que Bt-Na ind possède des propriétés de gonflement supérieure au Bt-Na traitée. On trouve dans la littérature des valeurs entre 9 et 26 de gonflement de Bt-Na.

Donc la pénétration de l'eau dans l'espace interfoliaire augmente le volume et donc une pression de gonflement apparait, on peut trouver d'une à quatre couche de quantité d'eau entre les feuilles. Dans le cas de Bt-Na il existe aussi un gonflement osmotique qui résulte de formation d'une couche diffuse, alors l'épaisseur de cette couche dépend de l'ion considéré et

les caractéristiques de solutions. Le gonflement osmotique a lieu à cause de la différence de concentration entre la solution interne qui correspond à l'ion Na^+ dans l'espace interfoliaire et la solution externe, cette différence sera compensée par une quantité d'eau entrant dans l'espace interfoliaire [16].

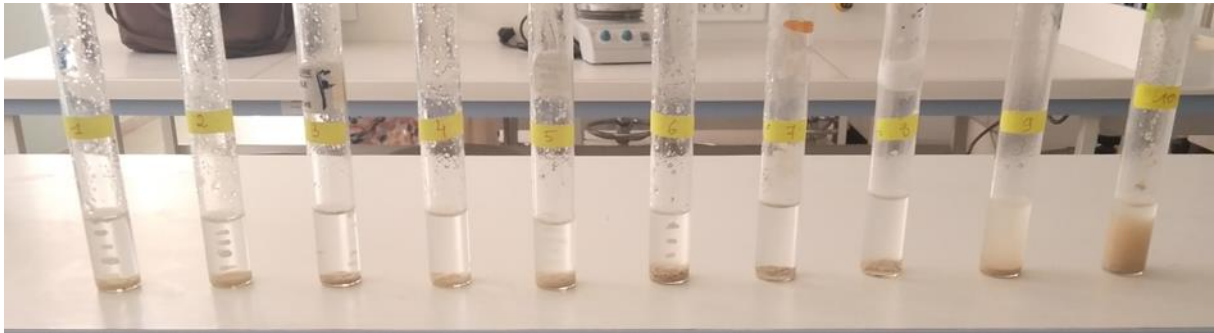


Figure II.22: Avant le gonflement.

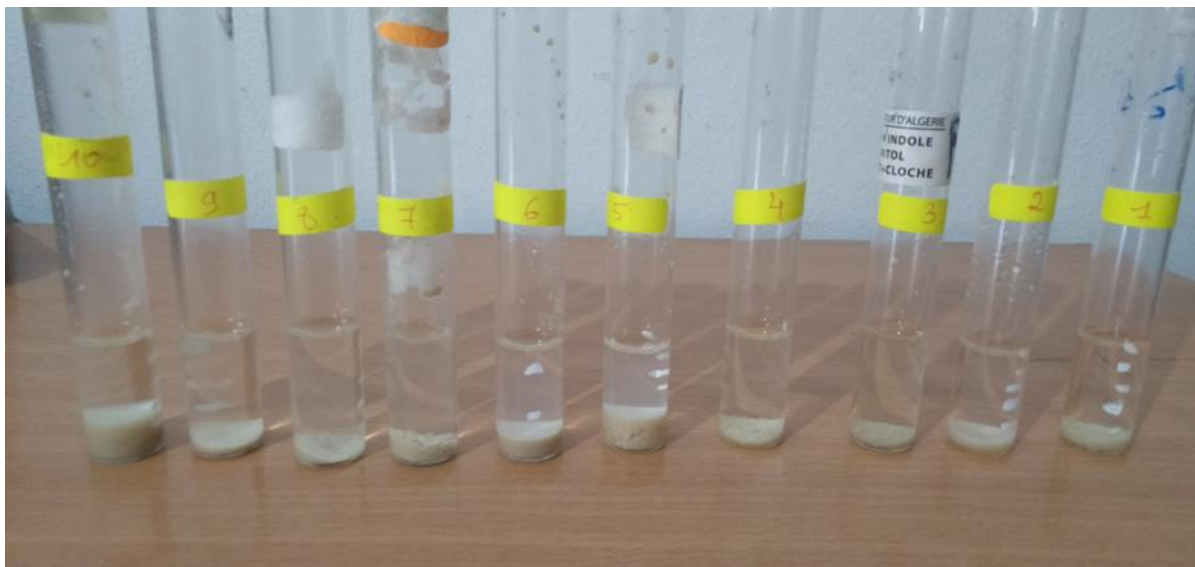


Figure II.23: Après le gonflement.

II. 5. 6 Détermination des points isoélectriques

Les résultats obtenus sont représentés dans les figures suivantes :

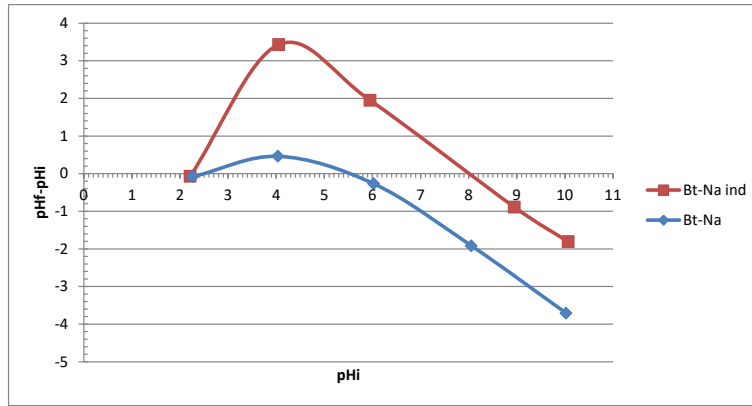


Figure II.24 : PZC de Bt-Na ind et de Bt-Na.

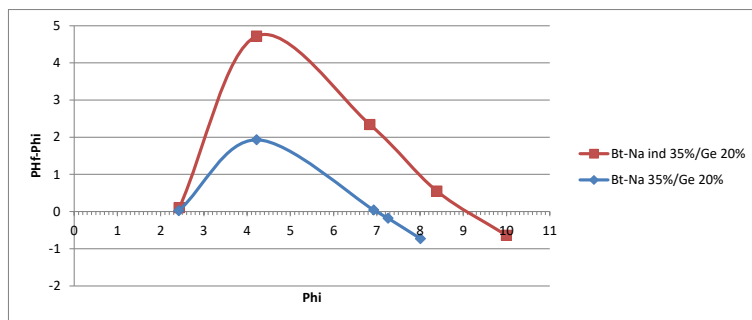


Figure II.25 : PZC de Bt-Na ind35%/Ge20% et de Bt-Na35%/Ge20%.

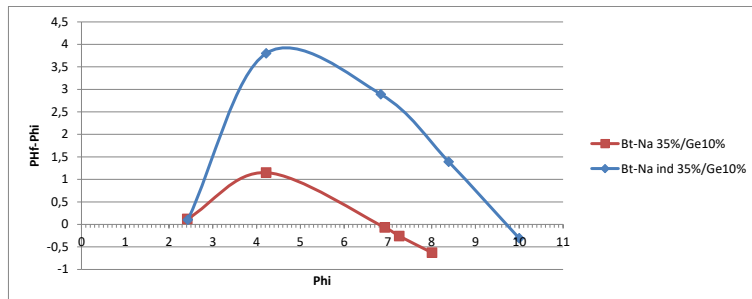


Figure II.26 : PZC de Bt-Na ind35%/Ge10% et de Bt-Na35%/Ge10%.

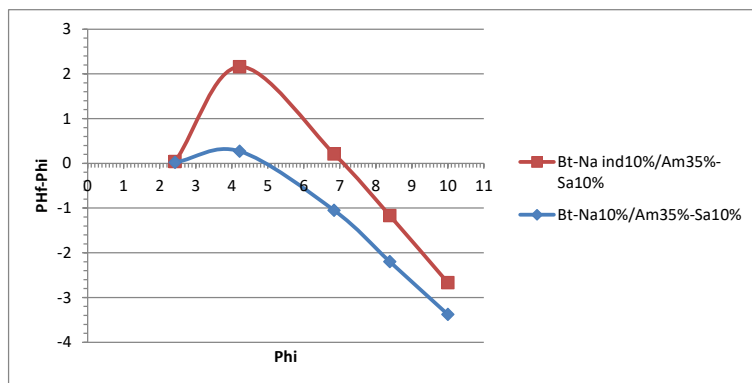


Figure II.27 : PZC Bt-Na ind10%/Am35%-Sa10% et de Bt-Na 10%/Am35%-Sa10%.

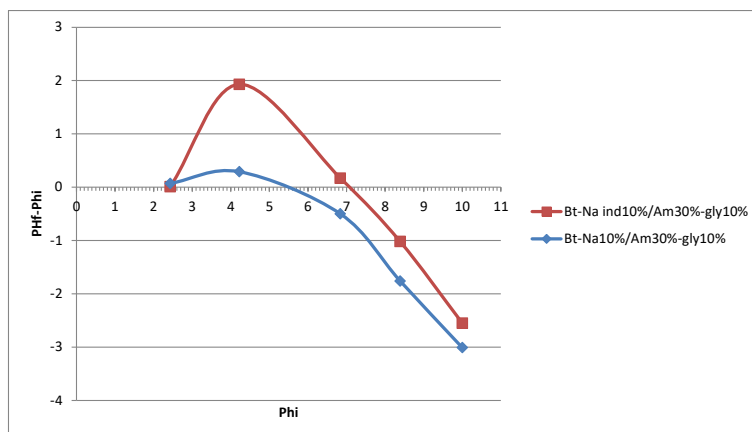


Figure II.28: PZC Bt-Na ind 10%/Am30%-gly10% et de Bt-Na 10%/Am30%-gly10%.

D'après les figures précédentes, nous remarquons que la charge nulle des biocomposites prend les valeurs suivantes :

Tableau II.5 : PZC des composites étudiés.

Biosorbant	PZC
Bt-Na	5,50
Bt-Na ind	8,00
Bt-Na 35%/Ge20%	7,00
Bt-Na ind 35%/Ge20%	9,05
Bt-Na 35%/Ge10%	6,70
Bt-Na ind 35%/Ge10%	9,70
Bt-Na10%/Am35%-Sa10%	5,00
Bt-Na ind10%/Am35%-Sa10%	7,10
Bt-Na10%/Am30%-gly10%	5,70
Bt-Na ind10%/Am30%-gly10%	7,05

Si $\text{pH} < \text{PZC}$ (on parle du milieu acide) : les groupes fonctionnels de la surface de composite seront protonés par H^+ , donc la surface de composite prend une charge positive.

Si $\text{pH} = \text{PZC}$: c'est le point zéro charge (PZC), donc la surface de composite est neutre.

Si $\text{pH} > \text{PZC}$: les groupements fonctionnels de la surface de composite seront déprotonés par OH^- , donc la surface de composite a une charge négative [25].

II. 5. 7 Test de rétention de colorant rouge Bemacide

II. 5. 7. 1 Préparation de solution mère de colorant

Afin de préparer cette solution de $C = 1000 \text{ mg/L}$, on a fait dissoudre 1g de colorant de rouge Bemacide dans 1L d'eau distillée. Le mélange a été homogénéisé par agitation.

A partir de la solution mère, des solutions filles ont été préparées pour déterminer la longueur d'onde maximale.

II. 5. 7. 2 Détermination de longueur d'onde maximale

Le spectre d'adsorption UV-visible du rouge Bemacide a été obtenu par un balayage spectral entre 400 et 800 nm, pour une concentration de 50 mg/L.

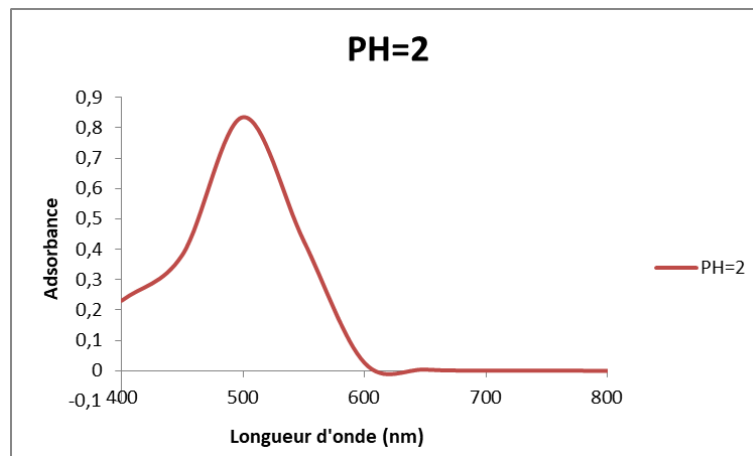


Figure II.29: Détermination de λ_{max} (Rouge Bemacide).

D'après les résultats de la figure, la longueur d'onde maximale est 503 nm.

II. 5. 7. 3 Détermination de la courbe d'étalonnage

On a préparé plusieurs solutions à partir de la solution mère selon l'équation de dilution suivante : $C_1V_1=C_2V_2$.

C_1 : concentration de la solution mère en mg/L.

V_1 : le volume de solution mère prélevé en mL.

C_2 : concentration de la solution fille en mg/L.

V_2 : volume de solution fille en mL.

On trace la courbe d'étalonnage qui respecte la loi de Beer Lambert :

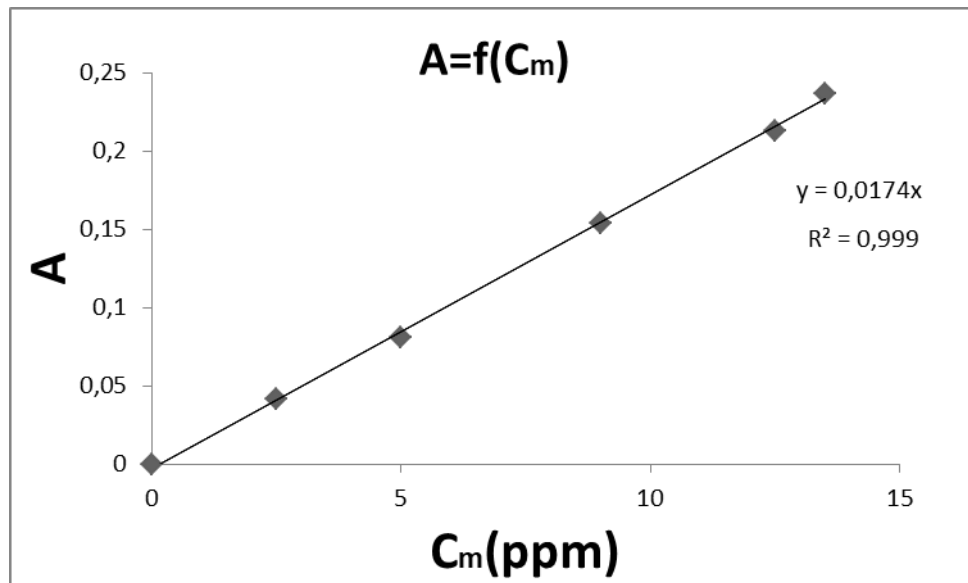


Figure II.30 : Courbe d'étalonnage du Rouge Bemacide.

La courbe précédente est une droite qui donne l'absorbance en fonction de la concentration $A=0.0174C$ avec un $\epsilon=0.0174$, et une corrélation $R^2=0.999$.

II. 5. 7. 4 Effet de pH

Pour étudier l'efficacité d'adsorption de colorants par les biosorbants, nous avons introduit dans 5 Béchers contenant 25 mL de solution colorée de $C=50$ mg/L, le pH=2 de cette solution a été ajusté à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique HCl (0,1 mol/L), on ajoute 25 mg du biosorbant, puis on met ces mélanges sous agitation pendant 2h pour assurer la mise en contact de ces biosorbants avec la solution.

L'adsorbant a été séparé de la solution par centrifugation. L'analyse de la concentration de colorant à l'instant t est effectuée par la spectroscopie d'adsorption UV-visible.

La quantité d'adsorption du colorant est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$q(t) = \frac{(C_0 - C_t)V}{W}$$

Où

C_0 : La concentration initiale du colorant en solution en mg/L.

C_t : La concentration de colorant en phase liquide à un moment t en mg/L.

V : Volume de la solution en L.

W : La masse d'adsorbant en g.

$q(t)$: La quantité adsorbée à l'instant t en mg/g.

Ce tableau montre les valeurs de la quantité d'adsorption de colorant par les biosorbants :

Tableau II.6: Quantité adsorbée de colorant par les biosorbants.

Les biosorbants	q(t)
Bt-Na ind	22 ,441
Bt-Na ind 35%/Ge20%	19,709
Bt-Na ind 35%/Ge10%	14,593
Bt-Na ind 10%/Am35%-Sa10%	18 ,255
Bt-Na ind 10%/Am30%-gly10%	15 ,232

La figure suivante montre la rétention de colorant (rouge bemacide) par la Bt-Na et les composites dans un milieu acide :

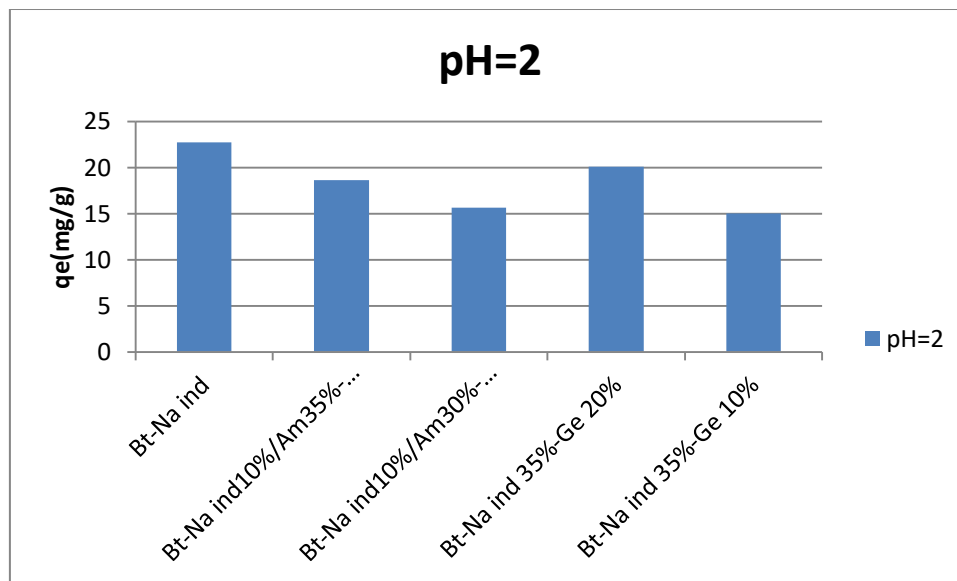


Figure II.31 : Effet de pH

L'adsorption du rouge Bemacide est favorable dans le milieu acide (pH=2) ,elle est dû à l'influence de l'ajout des cations H^+ sur la micelle de la bentonite qui fixe le colorant anionique ; à pH fortement acide ,il existe une attraction électrostatique sensiblement élevée entre la surface de bentonite fortement chargé positivement et la forme anionique (acide) du colorant chargé négativement [26].

Références bibliographiques

- [1] : Harrat.H,Hafid.S (2017),Valorisation d'un déchet alimentaire comme biosorbant ,Cas de péricarpe de glands de chêne vert (Quercus ilex) ,Mémoire de Master en Génie des procédés.Université M'hamed Bougara Boumerdes.
- [2] : Vishwakarma, V., & Uthaman, S. (2020). Environmental impact of sustainable green concrete. *In Smart Nanoconcretes and Cement-Based Materials* (pp.241-255). Elsevier.
- [3]: El Bourakadi, K., & Bouhfid, R. (2021). Characterization techniques for hybrid nanocomposites based on cellulose nanocrystals/ nanofibrils and nanoparticles. *In Cellulose Nanocrystal/ Nanoparticles Hybrid Nanocomposites* (pp.27-64). Woodhead Publishing.
- [4]: Gonon, M. (2021). Case studies in the X-ray diffraction of ceramics.
- [5]: Ghalkhani, M., Khosrowshahi, E. M., & Sohoul, E. (2021). Carbon nano-onions: Synthesis, characterization, and application. *In Handbook of Carbon-Based Nanomaterials* (pp. 159-207). Elsevier.
- [6]:Yadav, M. D. (2021). Advanced nanocomposite ion exchange materials for water purification. *In Handbook of Nanomaterials for Wastewater Treatment* (pp. 513-534). Elsevier.
- [7]: Bunaciu, A. A., UdriSTioiu, E. G., & Abloul-Enein, H.Y. (2015). X-ray diffraction: instrumentation and applications. *Critical reviews in analytical chemistry*, 45(4), 289-299.
- [8]:Cotruvo, J. A. (2021). *Rare-earth Element Biochemistry: Characterization and Applications of Lanthanide-binding Biomolecules*. Academic Press.
- [9]:Panikuttira, B., & O'Donnell, C. P. (2018). Process analytical technology for the fruit juice industry. *In Fruity juices* (pp. 835-847). Academic Press.
- [10]: Odularu, A. T. (2020). Worthwhile Relevance of Infrared S[^]pectroscopy in Characterization of Samples and Concept of Infrared Spectroscopy-Based Synchrotron Radiation. *Journal of Spectroscopy*, 2020.
- [11]:Junaedi, E. C., Lestari, K., & Muchataridi, M. (2021). Infrared spectroscopy technique for quantification of compounds in plant-based medicine and supplement. *Journal of Advanced Pharmaceutical Technology & Research*,12(1), 1.
- [12]: Mishra, J., Sharma, R. K., & Misra, K. (2018). Characterization techniques for herbal products. *In Management of High Altitude Pathophysiology* (pp. 171-202). Academic Press.
- [13]: Chen, E. Y., Liu, W. F., Megido, L., Diez, P., Fuentes, M., Fager, C., ... & Mathur, S. (2018). Understanding and utilizing the biomolecule/ nanosystems interface. *In Nanotechnologies in Preventive and Regenerative Medicine* (pp. 207-297). Elsevier.

- [14]: Salman, S. R. (2016). *Electronic spectroscopy, study of chemical reactions*. Elsevier.
- [15]: Velasquez Montoya, J. S. (2021). *Infrared spectrophotometry using thermal cameras for microfluidic systems*.
- [16]: Nevila .Jozja (2003), *Etude de matériaux argileux Albanais .caractérisation « multi-échelle » d'une bentonite magnésienne .impact de l'interaction avec le nitrate de plomb sur la perméabilité* ,Thèse de doctorat, Université d'Orléans.
- [17] : Belbachir .I (2018), *Modification de la bentonite de Maghnia et applications dans l'adsorption de colorants textiles et de métaux lourds*, Université de Tlemcen.
- [18] : Bouras Omar (2003), *Propriétés adsorbantes d'argiles pontées organophiles : synthèse et caractérisation* .thèse de doctorat, Université limoges.
- [19] : A .Bouchetta (2017), *Absorption de composés organiques par la houille et la bentonite*, thèse de doctorat en Chimie physique appliquée –Sidi Bel Abbés.
- [20] : N.Idir (2006), *traitement et caractérisation des argiles :Application à la rétention du cadmium present dans les effluents aqueux (mémoire de Magister)*
- [21] : Ul Rehman, W., Majeed, A., Mehra, R., Bhushan, S., Rani, P., Saini, K. C., & Bast, F. (2016). *Gelatin: A comprehensive report covering its indispensable aspects*. Nova Science Publishers, Inc..
- [22] : Smith, B.C (2017), *An IR spectral interpretation potpourri : carbohydrates and alkynes*
- [23] : Hebeish, A., Aly, A. A., El-Shafei, A., & Zaghoul, S. (2009). *Synthesis and characterization of cationized starches for application in flocculation, finishing and sizing*. *J. Chem*, 52, 73-89.
- [24] : Caringella, R., Bhavsar, P., Dalla Fontana, G., Patrucco, A., Tonin, C., Pozzo, P. D., & Zoccola, M. (2022). *Fabrication and properties of keratoses/ sericin blend films*. *Polymer Bulletin*, 79(4), 2189-2204.
- [25] :Koffi Léon Konan (2006),*Interactions entre des matériaux argileux et un milieu basique riche en calcium* , thèse de doctorat , université de Limoges.
- [26] : Drafa .G (2014),*Synthèse et caractérisation de montmorillotine modifiée :Application à l'adsorption des colorants cationiques* .Mémoire de Magister :Génie chimie, Université Ferhat Abas-Sétif.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail a pour but de synthétiser des matériaux composites de bentonite sodique à partir de l'intercalation des précurseurs organiques.

- La bentonite sodique a été préparée suivant plusieurs étapes :
- La purification afin d'éliminer les particules de diamètre plus important que les argiles.
- L'activation chimique par l'acide chlorhydrique permettant de remplacer les cations.
- La réduction de la matière organique avec un lavage avec de l'eau oxygénée.
- Et finalement l'échange cationique entre les cations présente dans l'argiles (Mg^{+2} , Ca^{+2} , K^+ ...) et Na^+ en solution.
- Les matériaux préparés ont été caractérisés par les techniques d'analyses suivantes : DRX, IR ainsi par a détermination de l'indice de gonflement et de potentiel zêta.
- L'activation de bentonite est vérifiés par un changement de distance interfoliaire elle passe de 15,71 Å à 13,16 Å , cette diminution est due aux remplacement des cations Mg^{+2} , Ca^{+2} , K^+ , par Na^+ qui a un rayon atomique plus petit.
- Le volume et la géométrie de la molécule influent sur la distance des feuillets. plus le diamètre est grand plus l'intercalation est importante et la diffusion des produits dans les couches est profonde.
- Le spectre FTIR bentonite présente deux bondes d'adsorption caractérisant les liaisons O-H à 3400-3700 et 1600-1700 cm^{-1} , qui attribués aux vibrations de valence de liaisons O-H de l'eau et aux vibrations de déformation de l'eau situés entre les feuillets .
une bonde à 3600 cm^{-1} correspond à la vibration de liaison O-H de la couche octaédrique, les pics à 2900 cm^{-1} correspondent aux vibration de déformation de l'eau aussi il existe une bonde intense entre 900 cm^{-1} et 1200 cm^{-1} , elle caractérise les vibrations de valence de Si-O.
- Pour la bentonite sodique et les composites on observe une différence entre leurs spectre et ceux de la bentonite sodique .Ceci permet de conclure que le précurseur est bien présent dans la bentonite sodique .Mais le précurseur peut soit etre intercalé par échange avec Na^+ , soit adsorbé à la surface soit les deux à la fois
- Le processus de gonflement provient de deux causes : l'hydratation provoque l'augmentation des espaces interfoliaires c'est-à-dire l'augmentation de leurs dimensions (gonflement cristallin) ; l'augmentation de la porosité interparticulaire et interfoliaires, ceci est provoqué par la répulsions entre les particules (gonflement osmotique).

- Le pH influe sur la charge et la forme moléculaire de la surface de ces biosorbants.
- L'étude d'adsorption du colorant bémacide sur la bentonite et les composites a montré que le colorant est favorablement adsorbé, ceci dépend fortement de pH et de la structure poreuse des matériaux, à pH acide la surface de biosorbant porte la charge positive .Ainsi, il existe une attraction électrostatique élevée entre les charges positive de surface de ces matériaux et les charges négatives du colorant.