



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi –Tébessa
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences de la matière
Incubateur des Affaires Universitaire

Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Options : Chimie Organique

Chimie des produits naturels

Intitulé :

Utilisation d'un biostimulant pour la synthèse du polystyrène et perspectives de transformation

Présenté par :

M^{lle}. ZAOUICHE Fatma Ezzahra

Mr. MESSAI Ilyes

Devant le jury :

HANINI Karima	MCA	Univ. Echahid Cheikh Larbi Tebessi -Tébessa
MESSAI Laid	MCB	Univ. Echahid Cheikh Larbi Tebessi -Tébessa
BOUDIBA Louiza	Pr.	Univ. Echahid Cheikh Larbi Tebessi -Tébessa
BOUDIBA Sameh	MCA	Univ. Echahid Cheikh Larbi Tebessi -Tébessa
RAÏS Khaled	MCB	Univ. Echahid Cheikh Larbi Tebessi -Tébessa

Présidente
Examineur
Encadreur
Co-Encadreur
Co-Encadreur

Année universitaire 2022/2023

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



بفضل هيكله المثير للاهتمام، يتمتع الطين بإمكانية استخدامه في مجموعة واسعة من التطبيقات، مثل صناعة الأدوية، في صناعة الأغذية، لمعالجة المياه، حيث يمكن استخدامه كبادئ التفاعل. قيمت هذه الدراسة دور الطين من منطقة تبسة الجزائرية كبادئ تفاعل في بلمرة الستيرين. باستخدام قدرة بنية الطين، تم إجراء إستبدال البروتونات لتعديل هذه المادة. تم إستخدام أحماض الهيدروكلوريك (HCl) والكبريتيك (H_2SO_4) لإجراء إستبدال البروتون عن طريق التحميض بتركيزات مختلفة. تم إجراء قياسات الأشعة السينية وقياسات الكثافة لتحديد التركيب الكيميائي تبادل الأيونات الموجبة وكثافة المركبات الناتجة عن الطين، كما أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن إستخدام المواد المصنعة القائمة على الطين كبادئ للتفاعل إنتاج البوليسترين بنجاح، كما هو موضح حسب التحليل الطيفي للأشعة المرئية وفوق البنفسجية. صنعت مركبات البوليسترين النانوية أيضاً بإستخدام المواد قائمة على الطين وتم فحص شكلها عن طريق المسح المجهر الإلكتروني (م.م.!).

الكلمات المفتاحية

الطين، بادئ التفاعل، قدرة تبادل الأيونات الموجبة، بلمرة الستيرين، المركبات النانوية، التوصيفات.

ABSTRACT

With its interesting structure, the clay has possibilities of being used in a wide range of applications, such as the pharmaceutical industry, in the food industry, for the treatment of water, as it can be used as a reaction initiator. This study assessed the role of clay from the Algerian region of Tebessa as a reaction initiator in the polymerization of styrene. Utilizing the clay matrix's capacity for cation exchange, protons were substituted to modify the clay structure. Hydrochloric (HCl) and sulfuric (H₂SO₄) acids were used to do the proton substitution through acidification at various concentrations. Fluorescence X and density measurements were taken in order to ascertain the chemical composition and density of the resulting clay-based compounds. The outcomes demonstrated that the use of synthetic clay-based materials as initiators was successful in producing polystyrene, as determined by UV-Vis spectroscopy. The polystyrene nanocomposites were also created using clay-based materials, and their morphology was examined using scanning electron microscopy (SEM).

Keywords

Clay, reaction initiator, cation exchange capacity, styrene polymerization, nanocomposites, characterizations.

Avec sa structure intéressante, l'argile a des possibilités d'être employée dans une large gamme d'applications, tel que l'industrie pharmaceutique, en agroalimentaire, pour le traitement de l'eau, comme elle peut être utilisée comme initiateur de réaction. Cette étude a évalué le rôle de l'argile de la région algérienne de Tébessa comme initiateur de réaction dans la polymérisation du styrène. Utilisant la capacité d'échange de cations de la matrice argileuse, une substitution par des protons a été réalisée pour la modification de ce matériau. Les acides chlorhydrique (HCl) et sulfurique (H₂SO₄) ont été utilisés pour effectuer la substitution des protons par acidification à différentes concentrations. Des mesures de fluorescence X et de densité ont été effectuées afin de déterminer la composition chimique et la densité des composés à base d'argile résultants. Les résultats obtenus ont démontré que l'utilisation des matériaux synthétisés à base d'argile comme initiateurs a réussi à produire du polystyrène, comme déterminé par spectroscopie UV-Vis. Les nanocomposites de polystyrène ont également été élaborés à l'aide des matériaux à base d'argile et leur morphologie a été examinée par microscopie électronique à balayage (MEB).

Mots-clés

Argile, initiateur de réaction, capacité d'échange cationique, polymérisation du styrène, nanocomposites, caractérisations.

Remerciement

C'est avec un immense plaisir et un grand enthousiasme qu'on se livre à la rédaction de cette page. Bien plus que la fin de ce manuscrit, cette action, représente l'opportunité de nous permettre une pensée sur une période très riche en événements.

*Tout d'abord, on remercie, du plus profond de nos cœurs, **DIEU** le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté d'achever ce travail.*

*Les travaux ayant fait l'objet de ce mémoire de master et projet Start-up ont été réalisés au laboratoire pédagogique de l'université de Tébessa. Nous tenons à exprimer très chaleureusement notre sincère gratitude envers nos encadreurs, **Pr. BOUDIBA Louiza**, **Dr. BOUDIBA Sameh** et **Dr. RAIS Khaled**, pour leur précieux soutien, leur expertise, leur encouragement et leur accompagnement tout au long de la réalisation de nos travaux. Leurs conseils avisés, leur patience et leur disponibilité ont été des atouts essentiels pour la réussite de ce projet.*

*Nos vifs remerciements à **Dr. HANINI Karima**, Docteur à l'université de Tébessa, pour l'honneur et le temps qu'elle nous a accordé en acceptant de présider le jury de ce travail.*

*Nous souhaitons vivement associer à ces remerciements ceux pour **Dr. MESSAI Laid**, Docteur à l'Université de Tébessa, pour avoir accepté de faire partie du jury de ce mémoire afin d'évaluer ce modeste travail.*

*Nous associerons également vivement nos vifs remerciements aux représentants du secteur économique **M^{me} HADFI TORKJA** et au représentant du centre national du soutien à la technologie et innovation*

***M^{er} SOUDANI Mouhamed Essaleh** pour leurs participations à l'évaluation économique et technique de notre projet.*

*Nous tenons à remercier **Pr. GOUASMIA Abd Elkarim** Recteur de l'université de Tébessa, **Pr. HAZORLI Sabir** de l'université d'ANNABA et **M^{me}. BEL HADI** cadre à la raffinerie de Skikda, pour leur aide précieuse dans le provisionnement de produits chimiques nécessaires pour nos travaux pratiques.*

*Nous tenons à remercier chaleureusement **Pr. GOUASMIA Abd Elkarim**, pour son soutien et son engagement en faveur de l'excellence académique.*

*Un remerciement particulier s'adresse à **Dr. MANSOURI Lakhder**, dont les conseils avisés ont été d'une grande valeur ajoutée à notre travail.*

*Nous souhaitons exprimer notre profonde reconnaissance envers **M^{elle}. Gouasmia Hanane** pour sa gentillesse et son aide précieuse tout au long de notre parcours universitaire.*

*Nous tenons à exprimer notre gratitude à nos **Enseignants** pour leurs efforts fournis afin de nous enrichir avec leurs connaissances précieuses, leur soutien indéfectible, leur confiance et leur précieux accompagnement ont été des facteurs déterminants dans la réussite de notre parcours universitaire ainsi que notre développement académique et personnel.*

On remercie nos amis, nos proches et toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

A tous les chers on vous dit Merci.

Fatma et Ilyes

Dédicace

*À mon père vénéré, le noble **Zaouiche Nacir**, qui m'a prodigué une guidance précieuse tout au long de mon périple académique, alimentant constamment ma motivation et m'entourant d'une protection bienveillante,
À ma mère chérie, l'adorée **Kraidia Sadika**, qui a partagé mon chemin et a inlassablement prié pour mon succès,*

*À mes sœurs bien-aimées, **Sihem, Aouatef**, et notre princesse **Douaa**,*

*À mes chères amies, les magnifiques **Aya, Ilhem, Maroua, Lamia, Donia**, et **Sabrina**, qui ont partagé avec moi des moments inoubliables, des rires étincelants et une amitié sincère,*

Je dédie ce mémoire avec une profonde gratitude et une reconnaissance infinie.

*À mon binôme de confiance, l'éminent **Messai Ilyes**, dont la contribution, tantôt discrète tantôt manifeste, a grandement participé à la réalisation de cet opus scientifique,*

À mes éminents enseignants, dont la sagesse et l'érudition m'ont inculqué le savoir et la passion qui animent ma plume,

À tous ceux que je connais, qui ont croisé ma route et m'ont offert leur bienveillance,

Je vous adresse mes remerciements les plus sincères. Votre soutien inébranlable et votre amour indéfectible ont été les piliers de cette réalisation. Votre présence constante dans ma vie a été une source inépuisable d'inspiration et de courage.

Ce mémoire incarne non seulement mes efforts acharnés, mais également le fruit de votre encouragement et de votre soutien indéfectible. Je vous dédie ces pages avec une profonde émotion et une reconnaissance éternelle.

Puisse ces mots témoigner de ma gratitude éternelle envers vous tous.

Fatma Ezzahra

*À mes chers parents, mon père **Abd elghani** et ma mère **BOUAOUNE Djamila**, mes sœurs **Iness** et **Ilham** et à mon petit frère **Ishak**,*

Je souhaite dédier ce modeste travail de mon mémoire de master à vous, ma famille exceptionnelle. Votre soutien inconditionnel, votre amour constant et votre encouragement sans faille ont été les piliers qui m'ont porté tout au long de mon parcours académique.

Cette dédicace témoigne de ma reconnaissance avec gratitude et de mon amour éternel envers vous tous.

Ilyes

ملخص	
ABSTRACT	
RÉSUMÉ	
REMERCIEMENT	
DÉDICACE	
SOMMAIRE	
<i>Introduction générale.....</i>	1
CHAPITRE I SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	
I. 1. Argiles.....	4
I. 1. 1. Définition.....	4
I. 1. 2. Classification	5
I. 1. 3. Propriétés des argiles.....	5
I. 1. 3. 1. Capacité d'échange cationique CEC	5
I. 1. 3. 2. Capacité de gonflement.....	6
I. 1. 3. 3. Nature colloïdale.....	6
I. 1. 3. 4. Forme et surface spécifique.....	7
I. 2. Argile modifiée.....	7
I. 3. Catalyse	7
I. 3. 1. Catalyse hétérogène.....	7
I. 3. 2. Intérêt de la catalyse hétérogène.....	7
I. 3. 3. Catalyse supportée.....	8
I. 4. Nanocomposites.....	8
I. 4. 1. Elaboration des nanocomposites	9
I. 4. 1. 1. Mélange en solution.....	9
I. 4. 1. 2 Polymérisation insitu.....	10
I. 4. 2. Propriétés des nanocomposites	11
I. 4. 2. 1. Propriétés thermiques et propriétés barrière	11
I. 4. 2. 2. Propriétés mécaniques	12
I. 4. 3. Domaines d'application	13
I. 4. 3. 1. Domaine industrielle	13
I. 4. 3. 2. Application biomédicales	15
II. 1. Polymères.....	16
II. 2. C'est quoi un polymère.....	17
II. 3. Classification des polymères.....	17
II. 3. 1. Selon l'origine du polymère	17
I. 3. 2. Selon les types des motifs	17
II. 3. 3. Selon leurs architectures.....	18
II. 3. 4. Selon leurs comportements thermiques.....	18
II. 4. Réaction de polymérisation.....	19
II. 4. 1. Définition	19
II. 4. 2. Types de réaction de polymérisation.....	19
I. 4. 2. 1. Polycondensation	19
II. 4. 2. 2. Polymérisation en chaîne.....	20
a) Polymérisation radicalaire.....	20
b) Polymérisation cationique.....	20

c) Polymérisation anionique.....	21
d) Polymérisation par transfert de groupe.....	21
II. 5. Polystyrène	21
II. 5. 1. Historique.....	21
II. 5. 2. Propriétés.....	21
II. 5. 3. Copolymères de Styène (diversité et applications).....	22
II. 6. Polymérisation à l'échelle industrielle.....	23
Références bibliographiques.....	24
CHAPITRE II PARTIE EXPÉRIMENTALE	
II. 1. Introduction	30
II. 2. Matériel et méthodes	31
II. 2. 1. Préparation du biostimulant	31
II. 2. 1. 1. Source	31
II. 2. 1. 2. Opérations unitaires.....	31
II. 3. Préparation du biostimulant	31
II. 3. 1. Traitement à l'eau distillée (Elimination des matières solubles)	31
II. 3. 2. Traitement par HCl (Elimination des carbonates)	31
II. 3. 3. Traitement par H ₂ O ₂ (Elimination des matières organiques)	32
II. 4. Préparation du monomère (Styrène)	32
II. 5. Polymérisation du Styène	32
II. 6. Mécanisme réactionnel de la polymérisation	33
II. 6. 1. Amorçage	33
II. 6. 2. Propagation	33
II. 7. Elaboration des nanocomposites a base des biostimulants (biostimulant / PS)	33
II. 8. Caractérisations.....	34
II. 8. 1. Microscope électronique à balayage (MEB).....	34
II. 8. 2. Caractérisation par spectroscopie UV-Vis.....	35
Références bibliographiques	36
CHAPITRE III RÉSULTATS ET DISCUSSION	
III. 1. Introduction	37
III. 2. Caractérisation du biostimulant.....	37
III. 2. 1. Biostimulant naturel	37
III. 2. 1. 1. Fluorescence X	37
III. 2. 1. 2. Mesure de la masse volumique	37
III. 2. 2. Biostimulant traitée	38
III. 3. Caractérisation du styène et du polystyrène	38
III. 4. Nanocomposites	40
III. 4. 1. Résultats expérimentaux	40
III. 4. 2. Caractérisation des nanocomposites.....	40
III. 5. Facteurs influençant le taux de conversion du styène en polystyrène.....	43
III. 5. 1. Effet de la concentration et du type de traitement acide du biostimulant.....	43
III. 5. 2. Effet de la température sur le rendement de la réaction de polymérisation de styène.....	46
Références bibliographiques.....	48

<i>Conclusion générale</i>	49
<i>Annexes</i>	
Annexe (1) : Annexe Start-up.....	50
الملحق (2) دليل مشروع للحصول براءة اختراع وفق القرار 1275.....	68

Liste des abréviations	
CEC	Capacité d'échange cationique
PLA	Poly lactide
PCL	Poly caprolactone
PMMA	Polyméthacrylate de méthyle
PVA	Polyvinyl alcool
ORMOCERS	ORganically MODified CERamicS
HAP	hydroxyapatite
PLA	acide polylactique
PC	Polycarbonate
M1	Monomère 1
M2	Monomère 2
PE-BD	polyéthylène a basse densité
A	Amorceur
M*	Monomère actif
HIPS	High-impact polystyrène
ABS	acrylonitrile butadiène styrène
EPS	Polystyrène expansé
EPS-M	polystyrène expansé moulé
DRX	Diffraction des Rayons X
UV	Ultra-Violet
MEB	Microscope Electronique à Balayage

Liste des unités	
µm	Micromètre
Å	Angstrom
°C	Degré celcuce
%	Pourcent
Kj	Kilojoule
Mole	Mole
J	Joule
K	Kilo
Mm	Millimètre
Kg	Kilogramme
m ³	Mètre au cube
g	Gramme
M	Molaire
H	Heure
ml	Millilitre
nm	Nanomètre

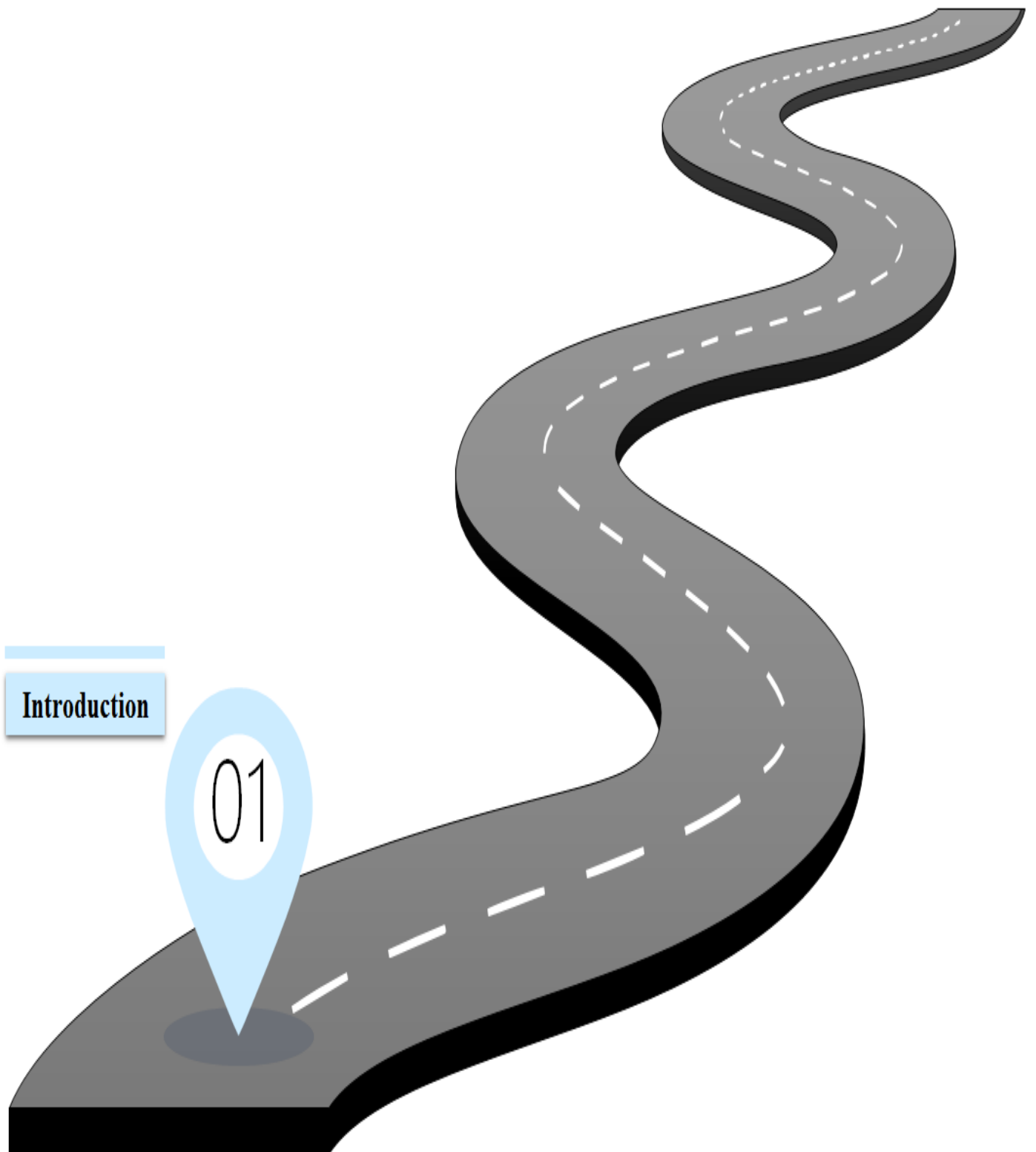
Liste des figures	
<i>CHAPITRE I SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE</i>	
Figure 1 : Différentes morphologies des nanocomposites : (a) microcomposites (b) structure intercalée (c) structure exfoliée	9
Figure 2 : Elaboration des nanocomposites par la méthode de polymérisation in situ	10
Figure 3 : Quelques matériaux hybrides pour l'optique et l'optoélectronique.....	14
Figure 4 : Application des nanocomposites dans le domaine des automobiles, à droite des baguettes de protection latérale, à gauche les marches-pieds de mini-vans Chevrolet et GMC	15
Figure 5: Nanoparticules hybrides à luminescence retardée utilisables dans l'imagerie du petit animal	15
Figure 6 : Remplissage de dent par un ORMOCERs	16
Figure 7 : Polymères greffés.....	18
<i>CHAPITRE II PARTIE EXPÉRIMENTALE</i>	
Figure 1 : Microscopique électronique à balayage (MEB).....	34
Figure 2 : Spectrophotomètre SHIMADZU UV-1900.....	35
<i>CHAPITRE III RÉSULTATS ET DISCUSSION</i>	
Figure 1 : Spectre UV du styrène	38
Figure 2 : Spectre UV du polystyrène synthétisé.	39
Figure 3 : Spectres UV obtenu pour le styrène et le polystyrène superposés.....	39
Figure 4 : Caractéristiques morphologiques des nanocomposites synthétisés analysés par MEB.....	42
Figure 5 : Évaluation du rendement du polystyrène en fonction du pourcentage en masse du biostimulant traité.....	45
Figure 6 : Évaluation du rendement en fonction de la température.....	47

Liste des schémas	
Schéma 1 : Étape de l'amorçage.....	33
Schéma 2 : Étape de propagation.....	33

Liste des tableaux	
<i>CHAPITRE I SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE</i>	
Tableau 1 : Propriétés du polystyrène.....	22
<i>CHAPITRE III RÉSULTATS ET DISCUSSION</i>	
Tableau 1 : Composition chimique des biostimulants naturels.....	37
Tableau 2 : Masse volumique du biostimulant.	38
Tableau 3 : Masses et rendements des nanocomposites (biostimulant traité/PS)..	40
Tableau 4 : Tableau récapitulatif des résultats.	43
Tableau 5 : Effet de la température sur le rendement de la réaction de polymérisation du styrène.....	47

INTRODUCTION

GÉNÉRALE



INTRODUCTION GÉNÉRALE

Depuis la découverte du premier polymère synthétique en 1907 [1], les polymères ont eu un impact énorme sur notre vie quotidienne, dans de nombreux domaines allant de l'emballage alimentaire à l'électronique, en passant par les matériaux de construction et les équipements médicaux [2]. Les polymères sont dotés de plusieurs avantages tels que la légèreté, la résistance, la flexibilité et la facilité de production en masse [3], ce qui leur a permis de révolutionner l'industrie moderne. Parmi les polymères les plus couramment utilisés, on peut citer le polystyrène, qui est utilisé dans une variété d'applications en raison de ses propriétés uniques.

Le polystyrène est un polymère thermoplastique [4] qui est largement utilisé dans la production de mousses expansées, de matériaux d'emballage, de couverts jetables et de boîtiers de CD [5]. Il est apprécié pour sa légèreté, sa rigidité et sa facilité de production en masse. Le polystyrène est également recyclable, ce qui en fait un choix durable pour de nombreuses applications.

Récemment, une nouvelle méthode de synthèse de polystyrène a été développée [6]. Ce procédé utilise des argiles comme initiateurs hétérogènes. Cette méthode offre des avantages tels qu'une meilleure sélectivité de polymérisation, une réduction des déchets et une diminution de la quantité de solvants nécessaires pour la réaction [7]. Il est à souligner que les argiles sont des matériaux abondants et peu coûteux, ce qui en fait des composés prometteurs pour la production de polymères.

Il est à rappeler, que des nanocomposites (polymère/argile) peuvent être générés à partir des polystyrènes [8] ce qui fait une nouvelle évolution dans le domaine des polymères. Les nanocomposites sont des matériaux composites à base de polymères qui contiennent des nanoparticules d'argile. Ces composés ont des propriétés améliorées telles que la rigidité, la résistance à l'usure et la résistance aux rayures, comme ils peuvent être utilisés dans de nombreuses applications potentielles dans des domaines tels que l'emballage alimentaire, l'aéronautique et les revêtements de surface [9, 10].

Dans ce travail, l'argile provenant de la wilaya de Tébessa a été utilisé pour la synthèse de polystyrène. En outre, des nanocomposites à base d'argile et de polystyrène (Argile /Polystyrène) ont été également synthétisés et caractérisés.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Ce travail est motivé par l'intérêt croissant pour les matériaux composites et des nouvelles méthodes de synthèse de polymères.

De ce fait, ce mémoire se compose de trois chapitres qui fournissent une exploration approfondie de la polymérisation, des argiles et des nanocomposites à base d'argile. Voici un bref aperçu de ce que vous découvrirez dans ces chapitres.

En plus d'une introduction générale et d'une conclusion générale résumant les principaux résultats entrepris et les perspectives envisagées, ce manuscrit est divisé en trois chapitres :

Dans le premier chapitre regréera une synthèse bibliographique, où nous explorerons dans la première partie les argiles en mettant l'accent sur leurs généralités, leurs propriétés et leurs classifications. Nous mettrons en évidence l'effet initiateur des argiles et les méthodes de modification utilisées pour améliorer leurs performances. De plus, nous examinerons les méthodes d'élaboration des nanocomposites à base d'argile et leurs multiples applications, offrant ainsi de nouvelles perspectives pour ces matériaux. La deuxième partie se concentrera sur la polymérisation, en mettant en avant le polystyrène. Nous parcourrons les différentes réactions de polymérisation qui permettent la formation des polymères et nous examinerons en détail le polystyrène, son histoire, ses propriétés, ses copolymères et ses diverses applications.

Le deuxième chapitre détaillera les différentes étapes et protocoles opératoires de notre recherche, depuis la préparation des argiles jusqu'à la synthèse des nanocomposites.

Nous discuterons et nous analyserons les résultats obtenus dans le troisième chapitre, fournissant ainsi des informations précieuses sur l'efficacité et les performances de l'argile pour la polymérisation du styrène, ainsi que sur les propriétés des nanocomposites Argile/polystyrène.

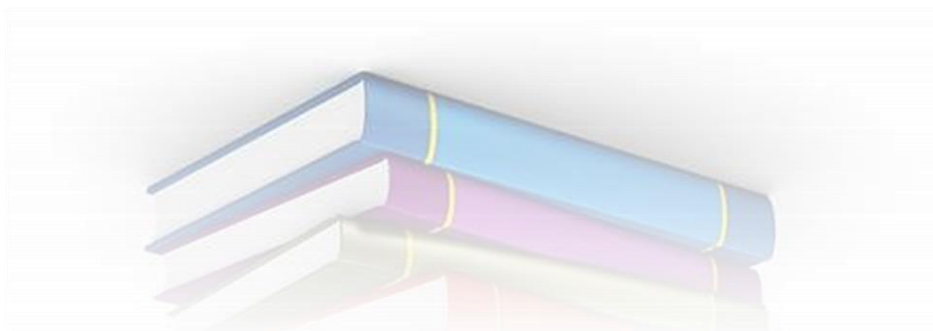
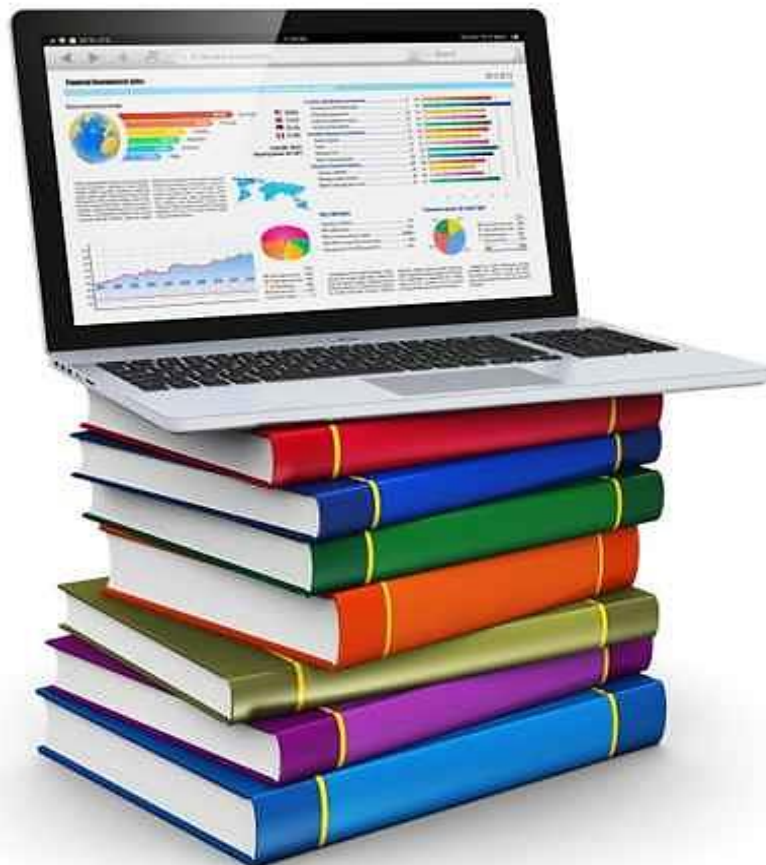
Références bibliographiques

- [1] ARAPACK. (Dakota du Sud). Histoire du plastique. Récupéré le 22 février 2023, à partir de <https://arapack.fr/histoire-du-plastique>
- [2] Matériaux pour l'ingénieur. UN F. Gourgues-Lorenzon et JM. Haudin. (2006).
- [3] Belaidi, O. (2007). Thèse de magister, Option : Physique des polymères UABB Tlemcen.
- [4] PSLC. (1995). Styrène. Récupéré le 25 juin 2023, à partir de <https://www.pslc.ws/french/styrène.htm>
- [5] Heim, P., de Linares, O., & Hym, L. (2002). Polystyrène et préconisés de styrène. Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites, 2(AM3340), AM3340-1.
- [6] Aiche, SS, Dardar, H., Cherifi, Z., Belbachir, M., & Meghabar, R. (2021). Activation et caractérisation de la kaolinite algérienne, catalyseur nouveau et vert pour la synthèse du polystyrène et du poly(1,3-dioxolane). *Chimie*, 15(4), 551-558.
- [7] Hartati, Prasetyoko, D., Santoso, M., Qoniah, I., Leaw, WL, Firda, PB, & Nur, H. (2020). Un examen sur la synthèse de la zéolite à base de kaolin et l'effet des impuretés. *Journal de la Société chinoise de chimie*, 67(6), 911-936.
- [8] Benbayer, C. (2014). Nanocomposites à base d'argile et de surfactants polymérisables (surfmers) : Synthèse et propriétés (Thèse de doctorat, Université d'Oran Es-Senia), 148.
- [9] Nasiri, A. (2017). Développement de nanocomposites Safe-by-Design pour l'emballage alimentaire (Thèse de doctorat, Montpellier).
- [10] Sublemontier, O., Rousseau, Y., Leconte, Y., Petit, C., Monsifrot, E., Perry, F., ... & Torrent, F. (2018). Des jets d'aérosols pour la synthèse de nanocomposites sur de grandes surfaces. Congrès Français sur les Aérosols.

CHAPITRE I

Synthèse

Bibliographique



I. 1. Argiles

Cette partie est consacré à une exploration approfondie des argiles, en mettant l'accent sur leurs généralités : définitions, propriétés et classifications. Nous nous prévoyons également l'effet initiateur ou catalytique des argiles et les différentes méthodes de modification utilisées pour améliorer leurs performances. Dans une seconde partie, nous nous pencherons spécifiquement sur les nanocomposites à base d'argile, en examinant en détail les méthodes d'élaboration de ces matériaux et en mettant en évidence les multiples applications auxquelles ils se prêtent.

L'argile est un produit naturel largement utilisé en raison de son abondance et de ses propriétés remarquables [1], ce qui la rend appropriée pour les matériaux de construction, la fabrication de ciment et de céramique [2], l'agriculture [3], les cosmétiques [4], la papeterie et les textiles [5], les polymères [6], etc.

L'utilisation de ce matériau et de ses dérivés s'est développée dans de nombreux domaines d'activité. L'avènement de nouveaux outils de caractérisation et d'identification structurale (rayons X, microscopes électroniques à balayage et à transmission, etc.) a permis le développement d'efforts systématiques pour caractériser, classer et explorer ces composés.

A l'approche du XXI^e siècle, les argiles entrent dans le champ de la protection de l'environnement (barrières d'argile pour les ménages, les industries ou les décharges de déchets radioactifs) [7], et dernièrement dans le domaine de "la nanotechnologie " entant que catalyseur dans les réactions de polymérisation et même comme additif pour la construction des nano composites (polymère/argile) [8].

Il existe deux principaux types de minéraux argileux [9] : l'argile phyllite et l'argile fibreuse. L'argile phyllite est la plus courante. Ce sont des phyllosilicates minéraux formés par empilement de feuillets. Chaque feuille (épaisseur 7, 10 et 14 Å) est elle-même constituée de plusieurs couches. Cependant, les argiles fibreuses (intercalaires) sont des composés avec des couches alternées ou des espaces variables entre les couches.

I. 1. 1. Définition

L'argile est un matériau naturel dérivé des roches sédimentaires. Les géologues classent toutes les tailles comme très petites (2 à 4 µm), les ingénieurs civils sont plus concernés par les leurs propriétés plastiques indépendamment de la taille, les minéralogistes finissent par se référer à un minéral qui se caractérise par sa structure cristalline. Les matériaux argileux avec une structure

en feuille sont des phyllosilicates, à savoir matériau tétraédrique SiO_4 composé d'oxygène et de silicium, de magnésium, d'aluminium ou de fer.

I. 1. 2. Classification

La classification des composés argileux dépend de plusieurs paramètres tels que la combinaison des feuillées (T-O, T-O-T, T-O-T-O), les types de cations existants dans les octaèdres et les tétraèdres, les charges des couches et les propriétés de la matière dans l'espace inter couche (cations, molécules d'eau, etc.).

La taxonomie la plus simple et la plus largement utilisée est l'arrangement du tétraèdre et de l'octaèdre d'argile [10].

De ce fait, deux classes principales sont définies [11]:

- Argile phyllite.
- Fibre d'argile.

L'argile phyllite est la plus répandue et la plus étudiée. Ce sont des phyllosilicates minéraux formés par empilement de feuilles minces, chaque feuille (7, 10 et 14 Å d'épaisseur) est se compose lui-même de plusieurs couches. Les phyllosilicates sont donc principalement divisées en trois types [12] :

- Type 1/1 (minéral 7 Å).
- Type 2/1 (minéraux 10-15Å).
- Type 2/1/1 (minéral 14 Å).

Les argiles fibreuses (intercalées) sont des minéraux à couches alternées ou plus communément, l'espace inter lobaire est différent.

I. 1. 3. Propriétés des argiles

Les minéraux argileux ont quatre propriétés principales :

- Leur capacité d'échange d'ions (échange cationique).
- Leur capacité à absorber l'eau et à gonfler.
- Leur nature.
- Leur forme et leur surface spécifique.

I. 1. 3. 1. Capacité d'échange cationique CEC

Cette capacité provient de la substitution isomorphe des atomes d'aluminium dans la couche octaédrique par des atomes de Mg^{2+} et Fe^{3+} et la substitution du Si^{4+} par du Al^{3+} dans la couche

tétraédrique entraînant un déficit de charge. Les lamelles formant cette argile sont compensées par la présence de cations compensateurs [13]. Les liaisons entre les flocons sont faibles, et avec la présence de ces molécules en plus de l'eau, l'échange de cations compensé entre les feuilles ou en surface sera permis. Les cations en solution entrent en contact avec l'argile et ces cations sont appelés "cations échangeables" [14].

I. 1. 3. 2. Capacité de gonflement

A l'état anhydre, les couches d'argile se coordonnent mais en présence d'eau elles se séparent, ce qui est une des caractéristiques de la montmorillonite [15]. L'hydratation de la montmorillonite permet une réaction entre les cations situés dans le matériau intercalaire et les ions présents dans le milieu de dispersion. Ces cations échangeables sont ceux qui attirent l'eau entre les couches pour que les molécules d'eau s'y organisent en couches moléculaires planes et séparent les couches. Des études ont montré que la force de l'expansion dépend de la nature des cations compensateurs (taille et énergie d'hydratation), de la force ionique du milieu environnant et de la quantité totale d'eau. [16, 17]. En fait, le gonflement continu de la montmorillonite est dû à la coexistence de la force répulsive, de la force osmotique (due à la forte concentration en ions dans le matériau intercalé) et de la force attractive entre les feuillettes.

I. 1. 3. 3. Nature colloïdale

La nature colloïdale des particules d'argile est liée à la charge négative présente à la surface de chaque gratin d'argile en suspension. Dans le cas de la montmorillonite, la charge négative est formée par un noyau argileux entouré d'ions O^{2-} et OH^- fortement liés, qui attirent des nuages d'ions positifs, assurant la neutralité du système (H^+ et cations échangeables) [18]. Par conséquent, la particule est chargée négativement à sa périphérie. Une répulsion mutuelle et une défloculation se produisent et une suspension stable se forme. Sinon, les particules s'agglomèrent et flocculent, formant une suspension instable.

Les propriétés colloïdales sont très importantes pour le processus de purification de l'argile. En fait, si la suspension est stable, elle présente un net avantage en éliminant des densités relativement élevées d'impuretés telles que le quartz.

I. 1. 3. 4. Forme et surface spécifique

Les particules d'argile se présentent sous trois formes : flocons, bandes ou aiguilles. Les propriétés de l'argile sont principalement contrôlées par sa surface. La taille fine des particules d'argile leur confère une grande surface par rapport au volume des particules. La surface relative augmente avec la diminution du diamètre. La surface de l'argile est plus grande que celle des minéraux de même taille mais de forme différente. Le rapport épaisseur/largeur de l'argile est d'environ 20. La méthode la plus courante pour déterminer la surface spécifique des argiles consiste à introduire progressivement le réactif dans une suspension aqueuse jusqu'à saturation. La surface totale comprend la surface externe entre les particules d'argile et la surface interne correspondant à l'espace interfeuillet [19].

I. 2. Argile modifiée

Outre la méthode de modification de l'argile par réaction au silanes, il existe une méthode simple pour altérer la surface de l'argile, qui est la modification traditionnelle par échange de cations. Cette technique implique le remplacement des cations structuraux de l'argile par des cations organiques. Les cations de petite taille ont la capacité de substituer les cations échangeables existants à la surface de l'argile en raison de la faible force de liaison de ces derniers avec la surface de l'argile [20].

I. 3. Catalyse**I. 3. 1. Catalyse hétérogène**

Le concept de catalyse a été introduit par Berzelius en 1835 [21]. La catalyse est un processus dans lequel la vitesse d'une réaction chimique est accélérée par une espèce chimique appelée catalyseur, sans être consommée par la réaction elle-même [21]. En d'autres termes, le catalyseur accélère la réaction en abaissant l'énergie d'activation sans modifier l'équilibre thermodynamique de la réaction [21]. La catalyse peut être homogène lorsque le catalyseur et les réactifs sont dans la même phase ou hétérogène lorsque le catalyseur est dans une phase différente des réactifs, ce qui exige une grande surface de contact entre les deux phases [21]. Dans le cas de la catalyse hétérogène, le catalyseur est généralement un solide qui interagit avec les réactifs à l'interface des deux phases [21].

I. 3. 2. Intérêt de la catalyse hétérogène

Le progrès de l'industrie nécessite l'adoption de catalyseurs solides en remplacement des

catalyseurs solubles, qui sont difficiles à extraire du milieu de réaction. Les catalyseurs solides peuvent être retirés facilement par filtration dans un réacteur fermé ou fixés dans le flux d'un réacteur ouvert. Cette approche permet de réduire la quantité de catalyseur utilisé et d'éviter des étapes de purification des produits, comme le souligne l'article de référence [21].

I. 3. 3. Catalyse supportée

Il convient également de souligner que certains des supports catalytiques les plus couramment utilisés, tels que l'alumine, la silice et le dioxyde de titane, peuvent être présents dans la composition chimique de certaines argiles. Ces argiles naturelles, telles que la kaolinite, la montmorillonite ou l'illite, sont des matériaux complexes qui présentent une structure cristalline bien définie et des charges électriques en surface, leur conférant des propriétés catalytiques potentielles. En utilisant ces argiles comme supports catalytiques, il est possible d'obtenir des catalyseurs efficaces et durables pour une variété de réactions chimiques. De plus, ces argiles peuvent être modifiées en ajoutant ou en retirant des ions ou des molécules de surface, ce qui offre une flexibilité considérable pour la conception de catalyseurs sur mesure. Par conséquent, l'utilisation d'argiles comme supports catalytiques peut être une option prometteuse pour une chimie plus durable et respectueuse de l'environnement.

I. 4. Nanocomposites

L'incorporation de montmorillonite dans des polymères a été proposée au début des années 90, lorsqu'elle a été ajoutée à des matrices de polyamide 6-6 au centre de recherche de Toyota [22]. Cependant, la montmorillonite étant fortement hydrophile, sa dispersion dans un polymère n'est pas facile. En conséquence, trois catégories de nanocomposites sont apparues, selon l'état de dispersion de la charge dans la matrice : les composites conventionnels, dans lesquels le polymère ne s'insère pas dans les galeries interfoliaires, et des agrégats de silicates agglomérés de l'ordre du micron sont dispersés dans la matrice ; les nanocomposites intercalés, dans lesquels la distance interfoliaire est augmentée par l'insertion du polymère, mais où la structure de l'argile est conservée, les distances réticulaires pouvant atteindre 30 Å ; et enfin, les nanocomposites exfoliés, dans lesquels les feuillets sont individualisés et totalement dispersés dans la matrice [23].

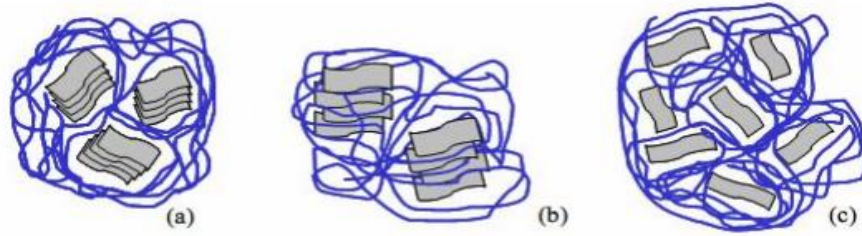


Figure 1 : Différentes morphologies des nanocomposites : (a) microcomposites (b) structure intercalée (c) structure exfoliée [24].

I. 4. 1. Elaboration des nanocomposites

Il existe plusieurs méthodes d'élaboration qui ont été efficacement utilisées pour produire des nanocomposites intercalés ou exfoliés. Trois principales voies d'élaboration peuvent être identifiées : le mélange en solution, la polymérisation in situ et l'intercalation à l'état fondu.

I. 4. 1. 1. Mélange en solution

Le principe de l'élaboration de nanocomposites repose sur la dispersion des feuillets d'argile dans un solvant dans lequel le polymère est soluble. Le solvant disperse facilement les feuillets d'argile et le polymère peut ensuite venir s'adsorber. Lors de l'évaporation du solvant, le nanocomposite est obtenu [25]. Cette méthode permet l'élaboration de nanocomposites intercalés à partir de matrices polymères à faible polarité, mais elle reste peu applicable dans le cadre industriel en raison de l'importante quantité de solvant nécessaire.

Cette méthode a été largement utilisée dans le cas des polymères hydrosolubles, tels que le polyvinyl alcool [26, 27], le polyoxyde d'éthylène [27-30], la polyvinylpyrrolidone [31] et l'acide polyacrylique [30]. L'utilisation de solvants organiques peut être envisagée, mais nécessite une modification préalable de l'argile pour obtenir une dispersion satisfaisante dans le solvant.

Le choix des constituants est déterminant dans la réussite de l'élaboration du nanocomposite. Cette voie peut être utile dans le cas de polymères insolubles dans les solvants organiques. Dans ce cas, il est possible d'utiliser des précurseurs polymères solubles dans le solvant choisi, puis d'effectuer la réaction de conversion chimique ou thermique. Cette approche a donné des résultats intéressants, comme dans le cas des polyimides [32, 33]. Bien que cette méthode ne permette pas toujours l'intercalation des feuillets d'argile, elle peut conduire à la formation de tactoïdes qui améliorent les propriétés mécaniques du nanocomposite, comme dans le cas du polylactide (PLA) et du poly caprolactone (PCL) [34].

I. 4. 1. 2 Polymérisation in situ

Des travaux précurseurs ont permis la préparation d'un système intercalé à base de méthacrylate de méthyle en insérant et en absorbant un monomère polaire à l'intérieur des galeries de la Na-montmorillonite [35]. Depuis lors, de nombreuses études ont été menées sur l'adsorption des macromolécules sur les argiles. Cependant, l'engouement pour les nanocomposites à matrice polymère et renfort d'argile a été déclenché par l'utilisation de la polymérisation in situ dans le cas d'une matrice de polyamide 6 au Toyota Central Research Laboratoires, qui présentait des propriétés prometteuses [36].

Le principe de cette méthode est d'effectuer la polymérisation directement entre les feuillets d'argile, en gonflant l'argile avec le monomère et en amorçant la polymérisation à l'intérieur des galeries d'argile, soit par chauffage, irradiation, ou par diffusion d'un amorceur fixé sur l'argile par réaction d'échange cationique avant le gonflement de l'argile par le monomère. La difficulté réside dans la maîtrise de la polymérisation dans l'espace interfoliaire, car la force motrice de la polymérisation in situ dépend de la polarité des molécules de monomère. L'importante énergie de surface des argiles permet de fixer les molécules polaires de monomère, assurant ainsi le gonflement de l'argile. Au début de la polymérisation, la polarité globale des molécules intercalées diminue, ce qui déplace l'équilibre thermodynamique et attire les molécules plus polaires entre les feuillets d'argile, permettant ainsi la dispersion de l'argile et l'obtention de l'exfoliation [35].

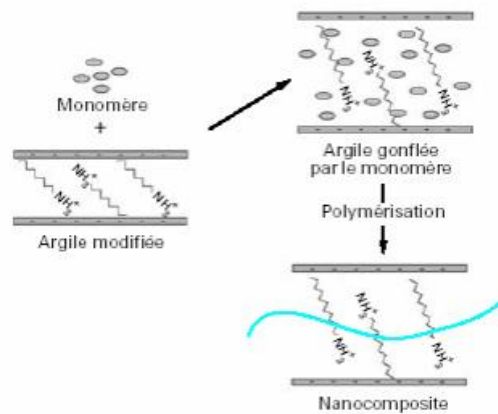


Figure 2 : Elaboration des nanocomposites par la méthode de polymérisation in situ [37].

I. 1. 4. 3. Mélange à l'état fondu

Vaia et ses collègues ont rapporté pour la première fois le procédé d'obtention de nanocomposites par mélange à l'état fondu [38]. Ce procédé consiste à mélanger la matrice polymère à l'état fondu avec de l'argile modifiée ou non, de manière à permettre aux chaînes de polymère de pénétrer dans l'espace interfoliaire et former un nanocomposite intercalé ou exfolié, à condition que l'interaction entre la matrice polymère et la surface des feuillets d'argile soit bonne et que la mobilité des chaînes de polymère soit suffisante. Ce procédé offre l'avantage de ne pas nécessiter l'utilisation d'un solvant et permet l'utilisation de techniques de mise en œuvre classiques des polymères, ce qui le rend simple, rentable et préféré dans le secteur industriel.

I. 4. 2. Propriétés des nanocomposites

I. 4. 2. 1. Propriétés thermiques et propriétés barrière

➤ Stabilité thermique

En 1965, les travaux de Blumstein [39] ont mis en évidence l'amélioration de la stabilité thermique des nanocomposites à matrice polymère dans le cas d'un système PMMA-montmorillonite intercalée (10 % en masse). En général, l'incorporation d'argile dans la matrice polymère [39] a pour effet d'améliorer la stabilité thermique du nanocomposite en agissant comme isolant et barrière au transport de masse des produits volatils générés lors de la décomposition. En outre, l'argile permet la formation de charbon après la décomposition thermique. Dans une étude ultérieure, Vyazovkin et coll., [40] ont étudié la dégradation thermique d'un nanocomposite PS par rapport à celle du polymère vierge sous azote et air. Dans les deux cas, la température de décomposition du nanocomposite a augmenté de 30-40 °C. Les auteurs ont également observé que le polymère vierge se dégrade sans former de résidus, à l'opposé du nanocomposite.

➤ Propriété de retard au feu

De nombreux programmes de recherche ont été initiés pour améliorer la résistance au feu des matrices de polymères renforcées par des feuillets de silicates [41]. En effet, la réduction de l'inflammabilité est un paramètre clé dans l'application des polymères techniques et de commodités dans de nombreuses applications, en particulier dans le domaine du bâtiment [42, 43]. Une revue pertinente dans le domaine a été publiée par Gilman [44].

L'effet retardateur de flamme des nanocomposites est principalement dû à la formation de couches de charbon résultant de l'effondrement des structures exfoliées et/ou intercalées. Cette

structure silicate multicouche peut agir comme un excellent isolant et une barrière de transport de masse [45]. Peu importe la nature de la matrice (thermoplastique ou thermodurcissable) ou la structure du nanocomposite (exfolié ou intercalé), le même espacement entre les couches (13 Å) a été trouvé pour les résidus obtenus, ce qui implique la formation d'un résidu de même nature par combustion.

➤ **Propriété barrière**

En général, l'incorporation de nanoparticules d'argile dans les polymères permet une amélioration spectaculaire de leurs propriétés barrière, telles que la réduction de l'absorption de l'humidité et de la perméabilité à l'eau et aux gaz, ce qui est particulièrement intéressant pour l'industrie de l'emballage. Cette amélioration peut atteindre jusqu'à un ordre de grandeur par rapport aux polymères vierges, même pour des taux de charges faibles d'argile, dans une large gamme de polymères, allant des résines époxydes, des mastiques comme les siloxanes, des polymères semi-perméables tels que les polyurées, aux polymères très hydrophiles comme le PVA. Le concept de "chemins tortueux" a été avancé pour expliquer cette amélioration, où les molécules doivent se tortiller autour d'un trajet sinueux pour traverser les nanoparticules d'argile imperméables incorporées dans le polymère [46].

I. 4. 2. 2. Propriétés mécaniques

Les mélanges polymères-argiles sont connus pour présenter un bon équilibre entre les propriétés mécaniques et la ténacité [47]. Cette classe de matériaux, appelée nanocomposites, a attiré l'attention de nombreux chercheurs en raison de l'amélioration des propriétés mécaniques [47]. Un mécanisme couramment cité pour expliquer le renforcement des phyllosilicates, ainsi que d'autres renforts conventionnels tels que les fibres, est leur rigidité et leur résistance à la déformation en raison de leur fort module [48]. Lorsque ces charges sont incorporées dans une matrice polymère relativement souple, elles supportent une partie importante de la charge appliquée, ce qui confère à la matrice une résistance mécanique accrue [48]. Cependant, certains auteurs ont remis en question cette explication, arguant que l'amélioration spectaculaire du module à de très faibles concentrations d'argile (2-5% en poids) ne peut être simplement attribuée à la présence de couches de charges minérales à module plus élevé [49].

Une approche théorique suggère que la surface de la charge minérale modifie la couche de polymère qui l'entoure, donnant ainsi à cette région de la matrice polymère un module beaucoup

plus élevé que le polymère seul [49]. Cette couche de polymère "modifiée" est considérée comme étant physisorbée sur la surface de l'argile, ce qui la rigidifie grâce à son affinité et son adhésion à la charge [49]. Étant donné que l'argile possède une grande surface spécifique en raison de ses rapports de forme élevés, la zone de surface exposée au polymère est importante, ce qui explique les augmentations significatives du module observées même avec de faibles concentrations de renforts [50].

➤ **Contrainte à la rupture**

Les nanocomposites thermoplastiques, qu'ils soient intercalés ou exfoliés, peuvent présenter des variations significatives de la contrainte à la rupture, qui mesure la résistance à la rupture du matériau, en fonction des interactions entre la matrice et le renfort [51-53]. Les polymères chargés tels que le nanocomposite exfolié nylon-6 préparé par différentes méthodes et les nanocomposites intercalés à base de PMMA montrent une augmentation de la contrainte à la rupture, qui peut être expliquée par la présence d'interactions polaires, voire ioniques, entre le polymère (PMMA) et les couches de silicate [51-53]. Cette augmentation est particulièrement prononcée dans le cas du nylon-6, qui présente une structure exfoliée et des liaisons ioniques avec les couches de silicate [52, 53].

En revanche, les nanocomposites à base de polypropylène ne montrent aucune ou seulement une légère amélioration de la contrainte de traction [54]. Ce comportement peut s'expliquer en partie par le manque d'adhésion interfaciale entre le polypropylène apolaire et les silicates polaires [55].

I. 4. 3. Domaines d'application

Les nanocomposites, constitués de polymères et d'argiles, sont des matériaux composites avancés présentant des propriétés améliorées grâce à la combinaison des avantages des deux composants. Ces matériaux hybrides sont largement explorés dans divers domaines d'application, telle que :

I. 4. 3. 1. Domaine industrielle

➤ **Optique et optoélectronique (Figure 3)**

Le Fraunhofer Institut a développé des matériaux polymères hybrides, connus sous le nom d'ORMOCERS (ORganically MODified CERamicS), en utilisant le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) et le polycarbonate (PC), qui offrent la possibilité de créer facilement des réseaux de

lentilles de diffraction ou de réfraction [49]. D'autres ORMOCERS hybrides sont également utilisés dans le domaine de la microélectronique en tant que diélectriques, isolants, agents de scellement ou de moulage. Leurs excellentes propriétés optiques permettent de fabriquer des guides d'ondes sur des substrats souples pour des dispositifs optoélectroniques tels que les transmetteurs et récepteurs pour les télécommunications, les commutateurs thermo-optiques et les coupleurs.

Des études récentes menées au CEA ont également permis le développement de revêtements multicouches antirélecteurs hybrides pour les cavités de miroirs laser [57]. Ces revêtements, constitués de polymères et d'oxydes de métaux de transition, présentent des caractéristiques prometteuses, notamment une réflexion de qualité et une résistance élevée aux flux laser intenses.

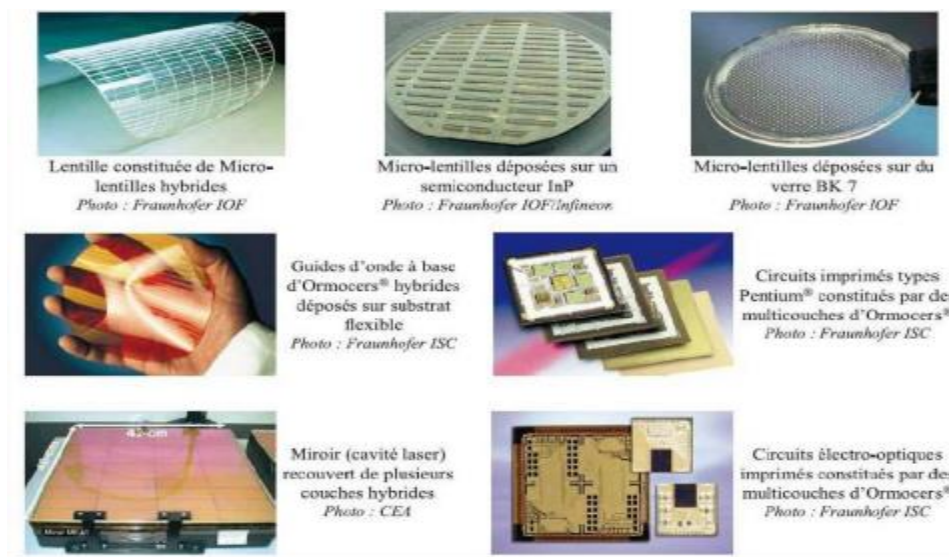


Figure 3 : Quelques matériaux hybrides pour l'optique et l'optoélectronique [58].

➤ **Éléments de structure**

La première application commerciale de nanocomposites dans l'industrie automobile a été introduite par General Motors, comme mentionné dans la référence [59]. Ils ont utilisé des nanocomposites à base d'argile et d'oléfine thermoplastique pour fabriquer des marches-pieds pour les modèles 2002 des vans GMC Safari et Chevrolet Astro, ainsi que des baguettes de protection latérale pour les modèles 2004 des Chevrolet Impala (voir Figure 4). Ces nanocomposites offrent des avantages significatifs, tels qu'une légèreté accrue, une rigidité améliorée, une résistance accrue aux basses températures et une facilité de recyclage.



Figure 4 : Application des nanocomposites dans le domaine des automobiles, à droite des baguettes de protection latérale, à gauche les marches-pieds de mini-vans Chevrolet et GMC [59].

I. 4. 3. 2. Application biomédicales

Les bio-nanocomposites à matrices polymères connaissent également une expansion significative [60, 61], et nous fournirons ici un bref aperçu de ces matériaux. Ils peuvent être fabriqués à partir d'une grande variété de biopolymères tels que les polysaccharides, les polyesters aliphatiques, les polypeptides, les protéines et les acides polynucléiques, associés à des charges minérales telles que les couches de silicates (minéraux argileux), l'hydroxyapatite (HAP), la silice et d'autres oxydes métalliques [62]. Les biopolymères sont des composés biocompatibles et biodégradables, se dégradant principalement par hydrolyse ou réactions métaboliques [63]. Par conséquent, les bio-nanocomposites à matrices polymères suscitent un intérêt croissant dans les domaines des technologies biomédicales, tels que l'ingénierie tissulaire, les os artificiels et la thérapie génique. De plus, la recherche sur les bio-nanocomposites se concentre également sur des applications telles que la transplantation cellulaire (organes artificiels pour le traitement du diabète), les tests diagnostiques (immobilisation d'antigènes pour les tests immunologiques) et l'imagerie du petit animal [64] (voir Figure 5).

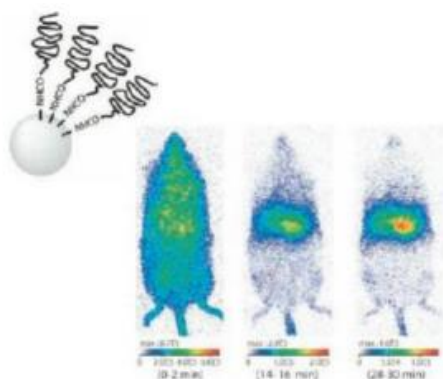


Figure 5: Nanoparticules hybrides à luminescence retardée utilisables dans l'imagerie du petit animal [54].

L'imagerie du petit animal repose sur une nouvelle génération de nanoparticules émettant dans une plage proche de l'infrarouge, constituant ainsi un élément clé dans ce domaine [64]. Ces nanoparticules ont la capacité d'être excitées optiquement *in vivo*. Leur luminescence peut durer plusieurs heures, ce qui permet d'éliminer le bruit de fond associé à leur excitation *in situ*. Cette propriété améliore la détection des nanoparticules dans des organes profonds et permet de suivre en temps réel leur biodistribution plusieurs heures après leur injection.

Dans le domaine cosmétique, des microcapsules contenant des filtres UV ou améliorant la stabilité des principes actifs sont développées pour la protection et les soins de la peau.

En ce qui concerne les applications dentaires, des composites de remplissage à base d'ORMOCERs biocompatibles ont été développés pour présenter des propriétés similaires à celles du système dentaire, telles que la dureté, l'élasticité et la dilatation thermique. Ces matériaux sont utilisés dans les soins dentaires pour obtenir des résultats esthétiques (Figure 6). Ils se caractérisent par une faible rétraction, une non-toxicité et une opacité suffisante aux rayons X. De plus, ils sont faciles à utiliser par les dentistes car ils peuvent être facilement appliqués dans la cavité et se solidifient rapidement sous l'action des rayons ultraviolets [58].



Figure 6 : Remplissage de dent par un ORMOCERs [65].

La deuxième partie de ce chapitre est consacré à l'étude des polymères, de leurs réactions de polymérisation et à une exploration approfondie des généralités sur les polymères, en mettant particulièrement l'accent sur le polystyrène, en explorant son historique, ses propriétés, ses copolymères et ses applications diverses.

II. 1. Polymères

Les matériaux polymères sont omniprésents dans notre vie quotidienne. Des objets que nous utilisons régulièrement, tels que les emballages en plastique, les textiles, les jouets et même les composants électroniques, sont tous issus de polymères. Leur importance ne peut être sous-estimée,

car ces matériaux offrent une combinaison unique de propriétés telles que la légèreté, la flexibilité, la résistance et la durabilité.

II. 2. C'est quoi un polymère

Les polymères sont des macromolécules composées d'un très grand nombre d'unités répétitives, qui sont formées par des liaisons covalentes. Ces unités de répétition, également connues sous le nom de motifs, dérivent d'un ou plusieurs monomères [66].

II. 3. Classification des polymères

Il existe diverses classifications des polymères, selon la base de classification choisi :

II. 3. 1. Selon l'origine du polymère

Ils sont classés selon leurs origines en :

- **Polymères naturels** : Des composés organiques qui se trouve dans la nature, que ce soit dans les organismes vivants, les plantes, les animaux ou les micro-organismes, tel que les acides nucléique (ADN, ARN), les polysaccharides, etc.
- **Polymères semi-synthétiques** : Ces polymères sont dérivés de polymères naturels mais subissent des modifications chimiques pour obtenir de nouvelles propriétés. Par exemple, l'amidon peut être modifié pour produire des polymères biodégradables tels que le PLA (acide polylactique).
- **Polymères synthétiques** : Aussi connus sous le nom de polymères artificiels, ils sont entièrement synthétisés en laboratoire ou en usine à partir de réactions chimiques. Les polymères synthétiques sont largement utilisés dans de nombreux domaines, tels que l'industrie, la médecine et les matériaux de tous les jours. Exemples de polymères synthétiques : le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le PVC (polychlorure de vinyle) [67].

II. 3. 2. Selon les types des motifs

On peut classer les polymères selon les types des monomères qu'ils les constituent :

- **Homopolymères** : Ce sont des polymères constitué d'un seul type de monomère, tel que le polystyrène (-M-M-M-M-M-M-M-M-M-M-M-M-M-M-).
- **Copolymères** : Ce sont des polymères constitués de plusieurs types de monomère, ces polymères peuvent être subdivisés en copolymères alternés (-M1-M2-M1-M2-M1-M2-

M1-M2-M1-M2-), copolymères alternés aléatoires (-M1-M2-M2-M2-M1-M2-M1-M1-M1-M2-) ou bloc (-M1-M1-M1-M1-M1-M2-M2-M2-M2-M2-).

- **Polymères greffés :** Les polymères greffés (Figure 7) sont des polymères synthétiques avec des chaînes latérales attachées à une chaîne principale ; ces chaînes latérales, également appelées groupes greffons, peuvent être de différentes natures chimiques et confèrent aux polymères greffés des propriétés spécifiques [68].

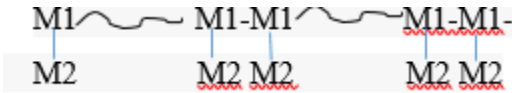


Figure 7 : Polymères greffés [68].

II. 3. 3. Selon leurs architectures

Selon leurs architectures les polymères peuvent être classés en :

- **Polymères linéaire :** Ce sont des polymères qui se composent d'une chaîne principale continue et linéaire. Dans ces polymères, les monomères se lient les uns aux autres de manière linéaire, formant une structure linéaire sans ramifications ou branches significatives. Les polymères linéaires peuvent être représentés comme une séquence linéaire de monomères répétés [69].
- **Polymère ramifiées :** Les macromolécules peuvent aussi montrer des ramifications. Les chaînes issues de ces ramifications peuvent également être ramifiées. Ces structures varient selon la chimie de polymérisation et la synthèse. Par exemple, le polyéthylène à basse densité (PE-BD) présente des macromolécules fortement ramifiées [69].
- **Polymères réticulés :** Les polymères réticulés sont des polymères qui possèdent une structure tridimensionnelle, formée par des liaisons covalentes entre les chaînes polymères. Cette réticulation résulte de la réaction chimique entre les monomères, créant un réseau solide et stable [69].

II. 3. 4. Selon leurs comportements thermiques

Les polymères peuvent être classés par rapport à leurs comportements thermiques en :

- **Thermodurcissables :** Ce sont des polymères à structure tridimensionnelle qui, en raison des liaisons chimiques fortes entre les macromolécules, ne peuvent pas revenir à leur état solide initial après chauffage. Ils sont également connus sous le nom de polymères réticulés,

dont les longues chaînes possèdent des liaisons capables de former un réseau irréversible sans rupture. La réticulation se produit grâce à une réaction déclenchée par la température et l'ajout d'un durcisseur, qui transforme la résine d'un état liquide visqueux à un état solide stable [70].

- **Thermoplastiques** : Ce sont des macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées qui se distinguent des thermodurcissables par leur capacité à ramollir lorsqu'ils sont chauffés. Cette caractéristique leur permet d'être déformés à plusieurs reprises sous l'effet de la chaleur. Les liaisons qu'ils possèdent sont des liaisons latérales faibles (telles que les liaisons van der Waals) entre les éléments non liés chimiquement [71].
- **Élastomères** : Ce sont des matériaux polymères qui se distinguent par leur capacité impressionnante à subir de grandes déformations. De plus, ils ont la particularité de récupérer presque complètement leurs propriétés initiales une fois que la contrainte cesse. Les élastomères peuvent être d'origine naturelle ou synthétique et présentent une élasticité similaire à celle du caoutchouc à des températures proches de l'ambiante [72].

II. 4. Réaction de polymérisation

II. 4. 1. Définition

La polymérisation est définie comme une réaction chimique ou un processus permettant la synthèse d'un polymère à partir de monomères, aboutissant à un polymère synthétique [73].

II. 4. 2. Types de réaction de polymérisation

Selon le mécanisme et le comportement cinétique de la réaction conduisant à la formation de composés macromoléculaires, il existe deux principaux types de réactions de polymérisation : la polycondensation et la polymérisation en chaîne. Les réactions de polymérisation sont utilisées pour convertir un mélange liquide, plus ou moins visqueux, en un matériau solide, où le degré de réticulation dépend de la fonctionnalité des monomères utilisés [74-77].

II. 4. 2. 1. Polycondensation

La polycondensation est une réaction chimique qui implique des molécules de base avec des groupements fonctionnels différents, conduisant à la formation de macromolécules appelées polycondensats [65]. Pendant la polycondensation, les monomères se lient tout en éliminant simultanément des atomes ou des groupes d'atomes [78]. Les polyamides, les polyesters et certains polyuréthanes sont des exemples de polymères obtenus par polycondensation. Dans ce cas, les

réactions d'initiation qui lancent la polymérisation sont de nature ionique. En choisissant judicieusement un groupe initiateur ionique, il est possible d'obtenir, dans certains cas, une réaction stéréospécifique, où la disposition des monomères dans le polymère n'est pas aléatoire mais plutôt orientée [78].

II. 4. 2. 2. Polymérisation en chaîne

Dans la polymérisation en chaîne, les monomères se lient sans élimination simultanée [73]. C'est le procédé prédominant dans l'industrie, utilisé pour produire des polymères tels que le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, l'alcool polyvinylique et le polytétrafluoroéthylène (Téflon). Ce type de polymérisation se déroule en plusieurs étapes [73, 78] :

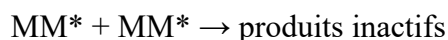
- **Amorçage:** Formation des centres actifs à partir des monomères.
- **Propagation:** Croissance des chaînes de polymère par des additions successives.
- **Terminaison:** Désactivation des centres actifs et interruption de la croissance des chaînes.

La polymérisation peut être de nature radicalaire, cationique ou anionique, selon l'espèce active impliquée, ou elle peut se produire par transfert de groupe.

a) Polymérisation radicalaire

La polymérisation radicalaire est un processus de polymérisation où les monomères s'associent par réactions de type radicalaire. Elle comprend les étapes suivantes :

- **Amorçage :** Au cours de cette étape une molécule de monomère est activée, cette activation se produit grâce à un initiateur A : $A+M \rightarrow M^*$
- **Propagation :** Les radicaux libres (monomères) actifs (M^*) réagissent avec les monomères (M) en formant de nouveaux radicaux libres actifs (MM^*) qui poursuivent la chaîne de réaction : $M^* + M \rightarrow MM^*$
- **Terminaison :** La polymérisation se termine lorsque les radicaux libres réactifs se combinent entre eux, entraînant l'arrêt de la chaîne de réaction :



b) Polymérisation cationique

La polymérisation cationique implique un carbocation comme centre actif, où le groupe R est souvent donneur d'électrons. Par exemple, CH_2-CH_2-O- est un exemple de monomère utilisé dans ce type de polymérisation.

c) Polymérisation anionique

La polymérisation anionique est caractérisée par un centre actif sous forme de carbanion, où le groupement R a tendance à être accepteur d'électrons comme -CN ou le -COOR.

d) Polymérisation par transfert de groupe

Introduite en 1983 par Dupont [79], la méthode de télomérisation permet d'obtenir des polymères acryliques, en particulier le poly (méthacrylate de méthyle), avec une distribution de masse moléculaire prédéterminée. Un groupe activant dans la molécule initiatrice de la réaction de télomérisation limite la longueur des chaînes en croissance en établissant des réactions de transfert aux extrémités. Cette méthode est couramment utilisée pour la synthèse des plastiques acryliques [67].

II. 5. Polystyrène**II. 5. 1. Historique**

Avec une production annuelle de 6.106 tonnes [80], le polystyrène est classé quatrième en termes de volume, après le Polyéthylène, le Polychlorure de vinyle et le Polypropylène. Il se caractérise par sa rigidité, sa transparence et sa résistance aux produits chimiques. Bien que la première fabrication du polystyrène remonte à 1839 grâce à Simon, le mécanisme de sa formation n'a été découvert que plus tard au XXe siècle [81]. En tant que polymère vinylique, le polystyrène est composé d'une longue chaîne d'hydrocarbures avec des groupes phényle attachés à certains atomes de carbone.

II. 5. 2. Propriétés

Le polystyrène est considéré comme l'un des polymères les plus essentiels de nos jours en raison de ses nombreuses propriétés avantageuses. Les propriétés physiques du polystyrène varient en fonction de son poids moléculaire et de la présence d'additifs. Le tableau suivant présente quelques-unes des propriétés les plus couramment utilisées du polystyrène [83-85] :

Tableau 1 : Propriétés du polystyrène

Propriétés	Valeurs
Masse molaire	104.15 g/mol
Energie cohésive	29.6-35.4 KJ/Mol
Enthalpie de fusion	8.37-10 KJ/Mol
Entropie de fusion	0.0153-0.0168 KJ/ K Mol
Température de transition vitreuse	373 K
Capacité thermique : T=100K	0.04737 KJ/K Mol
Conductivité thermique (Amorphe, T= 473K)	0.13 J/s m K

II. 5. 3. Copolymères de Styrène (diversité et applications)

Grâce à la copolymérisation, le styrène, un monomère polyvalent, peut acquérir des propriétés uniques telles que la stabilité thermique et la résistance aux chocs. Il existe différents plastiques à base de styrène comme le polystyrène, des élastomères entrelacés avec des copolymères de styrène avec du vinyle. Ces plastiques sont constitués de polystyrène choc, de polystyrène standard, de résines ABS et de polystyrène expansé [86].

- **Polystyrène "choc"** : Il est également connu sous le nom de HIPS (High-impact polystyrène) ou acrylonitrile butadiène styrène (ABS). C'est un copolymère formé par la combinaison de styrène et de polybutadiène. Ce matériau est couramment utilisé dans l'industrie en raison de sa résistance élevée et de sa capacité à résister à des impacts plus intenses que le polystyrène classique. Bien qu'il ne soit pas transparent, il offre une excellente résistance aux chocs. L'ABS est largement utilisé pour la fabrication de produits rigides, légers et moulés. Le polybutadiène, présent dans ce copolymère, est également utilisé dans la formulation de peintures latex [87].
- **Polystyrène expansé (EPS)** : C'est un matériau largement utilisé, qui a été inventé par Ray Mc Intire en 1944. Il se présente sous la forme d'une mousse blanche dense et a des propriétés inflammables. Le PSE comprend deux types principaux : le polystyrène expansé moulé (EPS-M), qui est fabriqué en ajoutant un agent gonflant au polystyrène "expansible" pendant la polymérisation, et la mousse extrudée qui subit un processus d'expansion à la vapeur. Le PSE est couramment employé comme matériau d'emballage pour protéger les équipements sensibles aux chocs et comme isolant thermique pour les revêtements muraux. [87].

- **Résines ABS :** Ce sont des systèmes à deux phases avec un caoutchouc copolymère styrène-butadiène et une matrice vitreuse copolymère styrène-acrylonitrile. Ils présentent une stabilité thermique élevée et une résistance supérieure aux solvants par rapport au polystyrène qualité choc. Les ABS sont utilisés pour fabriquer des pièces robustes comme des tuyaux, des portes coulissantes, des glissières de fenêtres, des coupe-bises, des coffrages de béton et des appareils ménagers [88].

II. 6. Polymérisation à l'échelle industrielle

Le polystyrène est produit à grande échelle en utilisant trois méthodes différentes [89].

- Le premier procédé, appelé polymérisation radicalaire en suspension, se déroule dans de l'eau. Il est utilisé de manière discontinue pour la fabrication du polystyrène expansé, de l'ABS et de certains polystyrènes spéciaux.
- Le deuxième procédé, la polymérisation anionique en solution, se fait dans un solvant hydrocarbure et est initié par des composés organiques au lithium. Il est utilisé pour la fabrication des copolymères à bloc styrène/butadiène de type "CLIPS".
- Le troisième procédé, la polymérisation en masse (radicalaire), est utilisé pour produire le polystyrène cristal et le polystyrène choc (ou HIPS). Ce procédé a été développé dans les années 1940 par les sociétés BASF et Dow. Ce procédé présente des avantages tels que des capacités de production plus élevées, des coûts d'exploitation et d'investissement réduits, ainsi que des émissions liquides ou gazeuses minimales dans l'environnement. Il a largement remplacé le procédé en suspension dans la fabrication du polystyrène.

Références bibliographiques

- [1] Duc, M. (2020). Les argiles dans le génie civil : pathologies et propriétés remarquables (Thèse de doctorat). Université Paris Est - Marne-la-Vallée
- [2] Abbo, M., Hassan, M. O., Semch, A., & Kazi-Aoual, F. (2018). Characterization of clay deposits in the Adrar region, with a view to their valorization in the building materials industry. *Caractérisation des gisements d'argiles de la région d'Adrar, en vue de leur valorisation dans l'industrie des matériaux de construction*. In MATEC Web of Conferences (Vol. 149, p. 01079).
- [3] Manjaiah, KM, Mukhopadhyay, R., Paul, R., Datta, SC, Kumararaja, P. et Sarkar, B. (2019). Minéraux argileux et zéolithes pour une agriculture écologiquement durable. Dans *Matériaux nanocomposites d'argile modifiée et de zéolithe* (pp. 309-329). Elsevier.
- [4] Babahoum, N. (2022). Caractérisation, valorisation des bentonites Algériennes pour l'utilisation dans l'industrie pharmaceutique et cosmétique: cas du gisement de Maghnia, Tlemcen-Algérie (Doctoral dissertation).
- [5] Genin, G. (1957). Les caractéristiques de la caséine destinée a la fabrication du papier couché. *Le Lait*, 37(367), 418-425.
- [6] Chentouf, S. (2013). Synthèse des polymères conducteurs à base l'aniline et de N-méthylaniline par l'argile modifiée (Doctoral dissertation, Université Mustapha Stambouli de Mascara, Département de Ch).
- [7] Picard, J. M. (1994). Ecroutissage thermique des argiles saturées: application au stockage des déchets radioactifs (Doctoral dissertation, Ecole nationale des ponts et chaussées-ENPC PARIS/MARNE LA VALLEE).
- [8] Belkacem, C. (2010). Influence de la modification l'argile sur la synthèse des nanocomposites à base de styrène et d'autres monomères vinyliques (Doctoral dissertation, Alger).
- [9] Caillere, S., Henin, M., & Rautureau, M. (1982). *Minéralogie des argiles, 1 - structure et propriétés physico-chimiques*. Ed. Masson.
- [10] Grim, R. E. (1968). *Clay Mineralogy*, 2nd ed. McGraw-Hill.
- [11] Caillère, S., Henin, S., & Rautureau, M. (1982). *Minéralogie des argiles: Classification et nomenclature*. Tome2. Ed. Masson.
- [12] M'bodj, O., Ariguib, N. K., Ayadi, M. T., & Magnin, A. (2004). Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay-water-electrolyte-xantha. *Journal of Colloid and Interface Science*, 273, 675-684.

- [13] Ruellan, A., & Deletang, J. (1997). Les phénomènes d'échange de cations et d'anions dans les sols. Orstorm.
- [14] Mering, J. (1978). Gonflement, dispersion et hydratation des argiles. Bulletin du Groupe Français des Argiles, 14, 115.
- [15] Grim, R., Bradley, W. F., Clark, G. L., & Krist, J. (1933).
- [16] Cuadros, J. (1997). American Journal of Science, 297, 829, 94.
- [17] Ruthford, D. W., Chiou, C. T., & Eberl, D. D. (1997). Clay and clay minerals, 45, 534-543.
- [18] Joueune, C. A. (1975). Traité de céramique et matériaux minéraux, 7ème édition. Dunod
- [19] Boussaboun, Z. (2016). Synthèse et caractérisation de nanocomposites d'argile et de graphène formés à partir de précurseurs organiques (Doctoral dissertation, École de technologie supérieure).
- [20] Wilkie, C. A., Zhu, J., & Uhl, F. (2001). Fire properties of polymer layered silicate nanocomposites. Polymer preprints, 42, 392.
- [21] Cornet, D. Catalyse hétérogène. Technique de l'ingénieur, J 1250.
- [22] Okada, A., Kawasumi, M., Usuki, A., Kojima, Y., Kurauchi, T., & Kamigaito, O. (1990). Synthesis and properties of polyimide-clay hybrid films. Materials Research Society Proceedings, 171, 45-50.
- [23] Ouis, N. (2009). Synthèse et caractérisation du polystyrène et polutétrahydrofurane catalysées par le Kaolin de Tamazert, Synthèse et étude des propriétés électriques des nanocomposites Polyaniline-Maghnite (Thèse de doctorat). Université d'Oran ES-SENIA, 14-15.
- [24] Alexandre, M., & Dubois, P. (2000). Polymer-layered silicate nanocomposites: Preparation, properties and uses of a new class of materials. Report: A Review Journal, 28, 1-63.
- [25] Theng, B. K. G. (1979). Interlayer Adsorption of Organic Compounds on Layered Silicates. Elsevier Amsterdam, 133.
- [26] Greenland, D. J. (1963). Colloid Sci., 18, 647-664.
- [27] Ogata, N., Kawakage, S., & Ogihara, T. (1997). Characterization of in situ Intercalative Polymerization of ϵ -Caprolactone in a Montmorillonite Layered Gallery. J. Appl. Polym. Sci., 66, 573-581.
- [28] Zhao, X., Urano, K., & Ogasawara, S. (1989). Synthesis and Characterization of Poly (ethylene oxide)-Clay Hybrids. Colloid Polym. Sci., 267, 899-906.
- [29] Ruiz-Hitzky, E., Aranda, P., Casal, B., & Galván, J. C. (1995). Aluminosilicate-Polymer Nanocomposites. Adv. Mater., 7.

- [30] Billingham, J., Breen, C., & Yarwood, J. (1997). Vibrational Spectroscopic Studies of Epoxy Resins. *Vibr. Spectrosc.*, 14, 19-34.
- [31] Levy, R., & Francis, C. W. (1975). Surface Chemical Properties of Kaolinite Suspensions. *J. Colloid Interface Sci.*, 50, 442-450.
- [32] Yano, K., Usuki, A., Okada, A., Kurauchi, T., & Kamigaito, O. (1993). Synthesis and Properties of Polyimide-clay Hybrid Films. *J. Polym. Sci.: Part A Polym. Chem.*, 31, 2493-2498.
- [33] Lan, T., Kaviratna, P. D., & Pinnavaia, T. J. (1994). Synthesis of mesoporous aluminosilicates with uniform pore sizes. *Chemical Materials*, 6, 573-575.
- [34] Ogata, N., Jimenez, G., Kawai, H., & Ogihara, T. (1997). Morphology and Properties of Polyamide-clay Hybrid Materials Prepared by an in situ Polymerization Method. *J. Polym. Sci., Part B Polym. Phys.*, 35, 389-396.
- [35] Blumstein, A. (1965). Chain structure in polyacrylonitrile. *Journal of Polymer Science*, 43(Part I), 2653-2662.
- [36] Okada, A., Kawasumi, M., Usuki, A., Kojima, Y., Kurauchi, T., & Kamigaito, O. (1990). Synthesis of nylon 6-clay hybrid. *Materials Research Society Proceedings*, 171, 45-50.
- [37] Gloaguen, J. M., & Lefebvre, J. M. (2007). Méthodes de caractérisation des matériaux composites. *Technique de l'Ingénieur*, N2615.
- [38] R. A. Vaia, E. P. Giannelis. (1997). *Macromolecules*, 30, 7990-7999.
- [39] Blumstein, A. (1965). *Journal Polymer Science*, 3, 2665-2673.
- [40] Vyazovkin, S., Dranka, I., Fan, X., & Advincula, R. (2004). *Macromolecular Rapid Communications*, 25, 498-503.
- [41] Porter, D., Metcalfe, E., & Thomas, M. J. K. (2000). Fire properties of polymer matrix composites. *Fire Materials*, 24(2), 45-52.
- [42] Vovelle, C., & Delfau, J. L. (1997). *Plastiques et composites*. Éditions Hermès.
- [43] Bourbigot, S., Delobel, R., & Duquesne, S. (2006). *Plastiques et composites*. Éditions Tec & Doc.
- [44] Gilman, J. W. (1999). Polymer layered silicate nanocomposites: a review of flame retardancy. *Applied Clay Science*, 15(1-2), 31-49.
- [45] J. W. Gilman, T. Kashiwagi, J.E.T. Brown, S. Lomakin. (1998). *Journal Sample*. 43 1053-1066.
- [46] E. Manias. (2003). *Journal European Physical* 12 159-165.

- [47] Panwar, A., Choudhary, V., & Sharma, D. K. (2011). *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30, 446–459.
- [48] Fornes, T. D., & Paul, D. R. (2003). *Polymer*, 44, 4993–5013.
- [49] Shia, D., Hui, C. Y., Burnside, S. D., & Giannelis, E. P. (1998). *Polymer Composites*, 19, 608–617.
- [50] Pavlidou, S., & Papaspyrides, C. D. (2008). *Progress in Polymer Science*, 33, 1119–1198.
- [51] Lee, D. C., & Jang, L. W. (1996). *Journal of Applied Polymer Science*, 61, 1117–1122.
- [52] Kojima, Y., Usuki, A., Kawasumi, M., Okada, A., Kurauchi, T., & Kamigaito, O. (1993). *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 31, 983–986.
- [53] Kojima, Y., Usuki, A., Kawasumi, M., Okada, A., Fukushima, Y., Kurauchi, T., & Kamigaito, O. (1993). *Journal of Materials Research*, 6, 1185–1189.
- [54] Hasegawa, N., Kawasumi, M., Kato, M., Usuki, A., & Okada, A. (1998). *Journal of Applied Polymer Science*, 67, 87–92.
- [55] Alexandre, M., & Dubois, P. (2000). *Materials Science and Engineering*, 28, 1–63.
- [56] Schulz, U., Schallenberg, U. B., & Kaiser, N. (2002). Antireflection coating design for plastic optics. *Applied Optics*, 41(16), 3107–3110.
- [57] Houf, L. (2011). Développement de nanocomposites à propriétés piézoélectriques et optiques non-linéaires (Doctoral dissertation, Université de Grenoble).
- [58] Sanchez, C., Julian, B., Belleville, P., & Popall, M. (2005). Applications of hybrid organic-inorganic nanocomposites. *Journal of Materials Chemistry*, 15(35–36), 3559–3592.
- [59] Edser, C. (2002). Auto applications drive commercialization of nanocomposites. *Plastics Additives and Compounding*, 30.33.
- [60] Sanchez, C., Babonneau, F. (1996). Matériaux hybrides, observatoire français des techniques avancées, arago. 17.
- [61] Livage, J., Coradin, T., Roux, C. (2001). Encapsulation of biomolecules in silica gels. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 13.
- [62] Ruiz-Hitzky, E., Darder, M., Aranda, P. (2005). Functional biopolymer nanocomposites based on layered solids. *Journal of Materials Chemistry*, 15(35–36), 3650–3662.
- [63] Daniels, A.U., Chang, M.K.O., Andriano, K.P., Heller, J. (1990). Mechanical properties of biodegradable polymers and composites proposed for internal fixation of bone. *Journal of Applied Biomaterials*, 1(1), 57–78.

- [64] le Masne de Chermont, Q., Chanéac, C., Seguin, J., Pellé, F., Matrejean, S., Jolivet, J.P., Gourier, D., Bessodes, M., Scherman, D. (2007). Nanoprobes with near-infrared persistent luminescence for in vivo imaging. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 104(22), 9266.
- [65] Mohamed Amine Zenasni. (2015). Synthèse et caractérisation des nanocomposites biodégradables élaborés par trois procédés (intercalation en solution, polymérisation in situ et par voie fondue). Université de Lorraine, 91.
- [66] Teraoka, I. (2002). *Polymer Solutions: An Introduction to Physical Properties*. Polytechnic University Brooklyn, New York.
- [67] Polymère. (2007). In Microsoft® Encarta® 2007 [CD]. Microsoft Corporation.
- [68] Benkaci, J. (2017). L'influence de la dégradation UV sur le comportement mécanique du PMMA et du mélange PMMA-TiO₂ (Thèse de doctorat). Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- [69] Culturesciences Chimie. Matériaux polymères : architecture macromoléculaire. Récupéré le 21 juin 2023, depuis <https://culturesciences.chimie.ens.fr/thematiques/chimie-des-materiaux/polymeres/materiaux-polymeres-architecture-macromoleculaire>.
- [70] Carrega, M., & Verney, V. (2012). *Matières Plastiques : Propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères* (3e éd., p. 664). DUNOD.
- [71] Renard, J. (2005). *Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère*, vol. 1 (376 p.). Lavoisier.
- [72] Morton, M. (1973). *Rubber Technology* (3e éd., 650 p.). Springer Netherlands.
- [73] Medkour, M. (1982). *Polymères: synthèse macromoléculaire*. Offices des publications universitaires.
- [74] Lougnot, D. J. (1992). Techniques d'utilisation des photons. Dans *Dopee*, 85 (chap.5, collection Electra, p. 245). Paris.
- [75] Decker, C. (1996). *Progr. Polym. Sci.*, 21, 593.
- [76] Decker, C. (1997). Dans *Materials Science and Technology* (Vol. 18, Meiser, H. E. H., éd.). VCH Verlag Weinheim.
- [77] Roffey, C. (1997). *Photodegradation of reactive species for UV-curing*. John Wiley, Chichester, 1.

- [78] Boudiba, S. (2017). Matériaux conjugués contenant de l'anthracène pour des applications dans l'optoélectronique : Synthèse et étude de l'effet des chaînes latérales (Thèse de doctorat). Université Echahid Echirikh Larbi Tebessi, Algérie.
- [79] Webster, O.W., & Sogah, D.Y. (1989). Comprehensive polymer science (Vol. 4, chapitre 10, pp. 163-169). Dans G. Allen (Éd.), Pergamon Press.
- [80]: Frédéric, B. (2001). Travail de diplôme. Département de chimie, École d'ingénieur et d'Architecture de Fribour Hochschule Fui Technik and Architektur Freitur.
- [81]: Charles, E., Carraher Jr, J. (2003). Giant molecules: Essential Materials for Everyday living and problem solving (2nd ed.). A John Wiley & Sons, INC., Publication.
- [82] Van Krevelen, D. W. (1990). Properties of polymers. Elsevier, New York.
- [83]: Brandrup, J., Immergut, E. H. (1989). Polymer Handbook (3e éd.). Wiley Interscience, New York.
- [84]: Mark, J. E. (1996). Physical Properties of Polymers Handbook. AIP Press, Woodbury, New York.
- [85]: Boyer, R. F. (1970). In Encyclopaedia of Polymer Science and Technology, (Vol. 13). Mark, H. F., et al. (Éditeurs). John Wiley and Sons, New York.
- [86] M. Fontanille, Y. Gnadu. "Structure moléculaire et morphologie des polymères." Techniques de l'ingénieur, Traité plastiques et composites, A3 042.
- [87]: Guide to Plastics. (1970). Editor of Modern Plastics Encyclopedia. McGram Hill, Inc., New York.
- [88] Aspar, G. (2019). L'impression 3D polymère appliquée au packaging en microélectronique (Doctoral dissertation, Université Grenoble Alpes).
- [89] P. Heim, L. Hym; polystyrène et copolymères de styrène ; Technique de L'ingénieur, Traité plastiques et composites; (AM.3.340).

CHAPITRE II

Partie expérimentale



II. 1. Introduction

La polymérisation du styrène est une réaction d'une importance capitale dans l'industrie des polymères. Cette réaction permet la synthèse de polystyrène, un matériau polyvalent largement utilisé dans de nombreux domaines, tels que l'emballage, l'isolation thermique, l'industrie automobile entre autres. Il est à souligner que la synthèse de ce matériau nécessite l'emploi d'un initiateur de la polymérisation tel que le peroxyde de benzoyle [1] ou des biostimulants [2], qui présentent un grand potentiel en tant que catalyseurs pour cette réaction.

Ces biostimulants offrent une surface active, une structure poreuse et une capacité d'adsorption élevée, qui peuvent influencer les cinétiques de réaction et les propriétés finales des polymères obtenus.

Dans cette optique, l'utilisation des biostimulants en tant qu'initiateurs dans la polymérisation du styrène est envisagée. De plus, la synthèse des nanocomposites (biostimulant/polystyrène) en incorporant les biostimulants dans la matrice du polystyrène a été également réalisée.

De ce fait, l'objectif principal de cette étude était d'élaborer et caractériser des biostimulants et d'évaluer leur efficacité comme initiateurs dans la polymérisation du styrène, ainsi que de comprendre l'impact de ces produits sur les propriétés de nanocomposites synthétisés. Pour atteindre cet objectif, une série d'expériences a été réalisées comprenant la préparation du biostimulant, la purification du styrène, la polymérisation initiée par les biostimulants et la synthèse des nanocomposites. Les nanocomposites ont ensuite été caractérisés à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB).

Cette étude revêt une importance significative, car elle ouvre de nouvelles perspectives dans le domaine de la polymérisation du styrène en proposant une approche alternative et durable pour la synthèse de ce type de matériau, ainsi que pour la fabrication de nanocomposites. Les résultats obtenus pourraient contribuer à l'optimisation des processus de polymérisation, en offrant des solutions plus efficaces, économiques et respectueuses de l'environnement. En outre, la caractérisation approfondie des nanocomposites permettra de mieux comprendre les propriétés et les applications potentielles de ces matériaux hybrides.

Ce chapitre détaillera les différentes étapes de notre recherche, y compris la préparation des biostimulants, leurs traitements, la purification du styrène, les éventuelles expérimentations de polymérisation catalysées par les biostimulants et la synthèse des nanocomposites.

II. 2. Matériel et méthodes**II. 2. 1. Préparation du biostimulant****II. 2. 1. 1. Source**

La matière première a été fournie par l'Entreprise Benamor de la production de briques, Oum Ali, Tébessa-Algérie.

II. 2. 1. 2. Opérations unitaires

L'échantillon a subi les opérations unitaires suivantes :

- Concassage des roches.
- Broyage.
- Tamisage et stockage à l'abri d'humidité.

II. 3. Préparation du biostimulant

Comme il a été mentionné dans le premier chapitre, il existe plusieurs méthodes pour la préparation du biostimulant, cependant, nous avons procédé par la 2^{ème} méthode, celle basée sur la propriété d'échange cationique en fixant des protons sur la surface du stimulant. La procédure de l'acidification du biostimulant suit les trois étapes suivantes :

II. 3. 1. Traitement à l'eau distillée (Élimination des matières solubles)

Cette opération consiste à éliminer les matières solubles. Dans cette étape, 20g du biostimulant sont dispersés dans 1 litre d'eau distillée (2% en poids) et agités magnétiquement pendant 24 heures à température ambiante. Ce processus permet de se débarrasser des substances solubles telles que les sels [3].

II. 3. 2. Traitement par HCl (Élimination des carbonates)

Après décantation, la suspension est lavée avec 2 litres d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (0,1N) pendant quatre heures, tout en étant fortement agitée à température ambiante. Cette opération permet de se débarrasser des carbonates qui sont présents comme impuretés dans le biostimulant. Ensuite, la suspension est lavée à l'eau distillée jusqu'à ce que les chlorures disparaissent, ce qui est vérifié à l'aide de nitrates d'argent [3].

II. 3. 3. Traitement par H₂O₂ (Élimination des matières organiques)

Après décantation et filtration, la suspension est dispersée dans un litre d'eau oxygénée à dix volumes, puis agitée magnétiquement pendant une nuit à température ambiante. Ensuite, la température est portée à 70°C pendant 30 minutes pour décomposer l'eau oxygénée résiduelle. Le biostimulant est ensuite lavé à l'eau distillée chaude. Une fois il est récupéré, il est séché à l'air libre, délicatement broyée dans un mortier($\varphi < 0.08\text{mm}$), tamisée, et enfin stockée dans un dessiccateur sous vide [3].

II. 4. Préparation du monomère (Styrène)

Le styrène peut subir une polymérisation et une oxydation spontanées lors du stockage, ce qui le rend instable. Pour y remédier, on ajoute généralement un inhibiteur, le catéchol, pour stabiliser le composé.

Toutefois, pour éliminer l'inhibiteur avant utilisation, le styrène est lavé avec une solution aqueuse de NaOH. Cette opération a pour effet de déprotoner le catéchol en milieu basique, ce qui entraîne la migration des protons -H dans la phase aqueuse. Le protocole consiste à laver 40g de styrène avec 80 ml d'une solution aqueuse de NaOH à 1.25M, à séparer les deux phases obtenues par décantation, puis à ajouter du MgSO₄ en excès pour éliminer toute trace d'eau.

Le styrène ainsi traité est récupéré par filtration et stocké dans des conditions optimales, à l'abri de la lumière et à basse température [4].

II. 5. Polymérisation du Styrène

La polymérisation du styrène a été réalisée en utilisant le biostimulant naturel synthétisé comme initiateur. Les réactions ont été menées à une température de $80 \pm 5^\circ\text{C}$, à pression atmosphérique et à l'abri de la lumière, avec une agitation magnétique pendant 1 à 4 heures. La quantité du biostimulant ajoutée au mélange réactionnel varie de 1 % à 10 % en poids par rapport au monomère. Après la polymérisation, le biostimulant est récupéré par une simple filtration et l'extraction de polymère s'effectue différemment soit :

- * Par le toluène pour les polymères précipités,
- * Ou par le dichlorométhane pour les polymères récupérés par évaporation.

La précipitation du styrène polymérisé a été réalisée en utilisant du méthanol à basse température [3].

II. 6. Mécanisme réactionnel de la polymérisation

Un mécanisme de polymérisation cationique a été proposé pour justifier le phénomène réactionnel [3]. Le mécanisme proposé est illustré dans les étapes suivantes :

II. 6. 1. Amorçage

L'amorçage est supposé cationique, il est justifié par l'acidité du biostimulant générant des sites acides présents sur sa surface de bord et de sa capacité d'échange cationique [3] comme illustré sur le schéma ci-dessous :

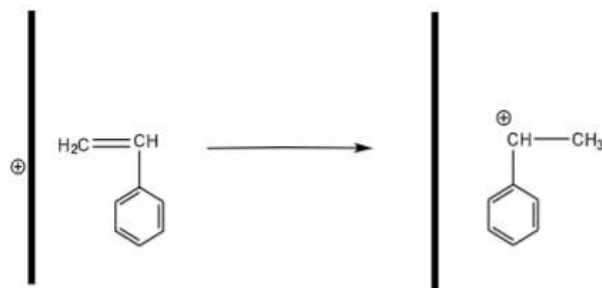


Schéma 1 : Étape de l'amorçage.

II. 6. 2. Propagation

La propagation se produit lorsque des molécules de styrène sont ajoutées successivement au centre actif grâce à l'interaction avec les protons des bords [3], selon le mécanisme suivant (Schéma 2) :

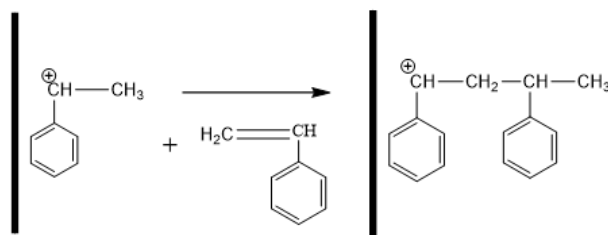


Schéma 2 : Étape de propagation.

II. 7. Elaboration des nanocomposites à base des biostimulants (biostimulant / PS)

Parmi les différentes méthodes d'élaboration des nanocomposites mentionnées précédemment dans le premier chapitre, nous avons opté pour la méthode de synthèse des nanocomposites par mélange en solution, le choix de la méthode provient de la facilité de cette méthode et la disponibilité du matériel.

Une quantité de 3,5 g de polystyrène (PS) a été introduite dans 100 ml de toluène, et l'ensemble a été agité vigoureusement pendant 4 heures à température ambiante jusqu'à ce que le PS soit complètement dissous. Parallèlement, 1,5 g du biostimulant modifié (30% en poids) ont été ajoutés à 50 ml de toluène et soumis à des ultrasons pendant 15 minutes pour assurer une dispersion homogène du biostimulant dans le toluène. Ensuite, les deux solutions ont été mélangées sous agitation à température ambiante pendant 4 heures afin de favoriser la formation des nanocomposites.

Les nanocomposites obtenus ont été centrifugés pour séparer les particules non incorporées, puis lavés avec du toluène pour éliminer les impuretés résiduelles. Par la suite, les nanocomposites ont été séchés à température ambiante pendant 48 heures pour éliminer le toluène résiduel et permettre la consolidation des matériaux. Enfin, une étape de séchage sous vide a été effectuée pendant 24 heures pour éliminer complètement toute trace de solvant afin d'avoir un produit pur et bien sec pour ultérieure caractérisation et utilisation [5].

II. 8. Caractérisations

II. 8. 1. Microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est le moyen le plus employé pour examiner la morphologie d'une surface. La caractérisation des nanocomposites a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) de haute résolution et a notamment permis les observations fines des microstructures et des zones de contact (Figure 1). Cet appareil est équipé d'un canon à émission de champ, permettant d'observer des échantillons non conducteurs sans métallisation. La tension d'accélération utilisée était de 10.00 kV et 12.50 kV.



Figure 1 : Microscopie électronique à balayage (MEB).

II. 8. 2. Caractérisation par spectroscopie UV-Vis

La spectroscopie UV-visible est une méthode simple et rapide qui donne des informations sur le type de transition électronique et donc sur la nature des liaisons présentes dans un échantillon ainsi que ces propriétés physico-structurales, ces caractéristiques optiques. Cette technique non destructive est largement utilisée en analyse chimique ou biochimique. Chaque composé analysé a une caractéristique distinctive, comme un spectre UV-visible avec une longueur d'onde fixe (λ_{\max}) pour laquelle l'absorbance est maximale. Cette grandeur peut permettre l'identification d'une espèce chimique en solution ; néanmoins, des molécules similaires entre elles peuvent avoir des maxima très similaires. Il est important de garder à l'esprit que la forme du spectre a aussi une signification [6]. La caractérisation du polystyrène synthétisé a été réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre SHIMADZU UV-1900.



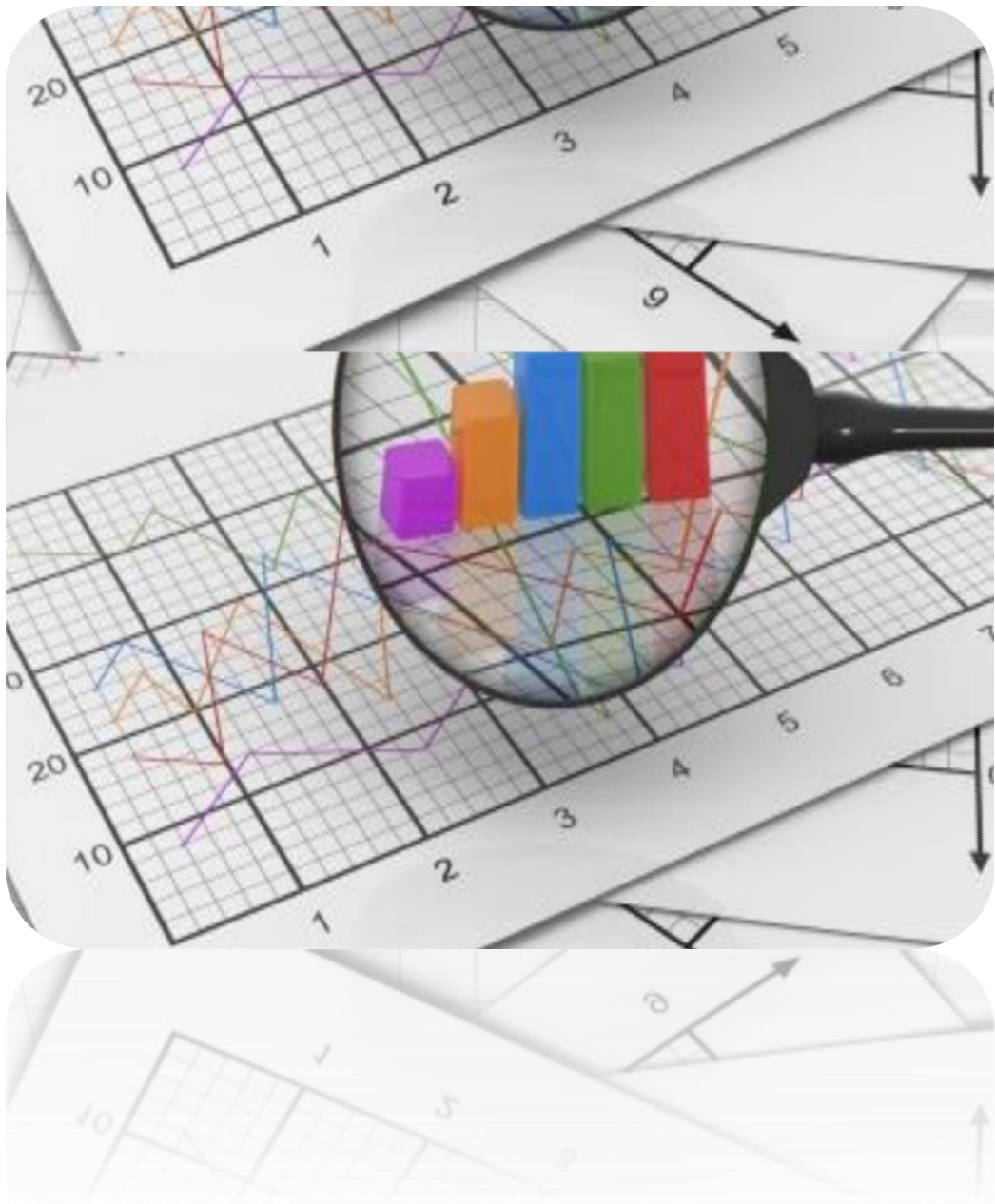
Figure 2 : Spectrophotomètre SHIMADZU UV-1900.

Références bibliographiques

- [1] Ahlem, Hemaïd., & Sara, Belhassous. (2020). Synthèse et caractérisation du polystyrène par voie radicalaire contrôlée (Doctoral dissertation, université ibn khaldoun-tiaret).
- [2] Aiche, SS, Derdar, H., Cherifi, Z., Belbachir, M., & Meghabar, R. (2021). Activation et caractérisation de la kaolinite algérienne, catalyseur nouveau et vert pour la synthèse du polystyrène et du poly(1,3-dioxolane). *Chimie*, 15(4), 551-558
- [3] Ouis, N. (2009). Synthèse et caractérisation du polystyrène et polutétrahydrofurane catalysées par le Kaolin de Tamazert, Synthèse et étude des propriétés électriques des nanocomposites Polyaniline-Maghnite (Thèse de doctorat). Université d'Oran ES-SENIA, 6.
- [4] Perrin, D. D., Armarego, W. L. F., & Perrin, D. R. (1980). *Purification of Laboratory Chemicals* (2nd ed.). Pergamon Press.
- [5] Zenasni, M. A. (2015). Synthèse et caractérisation des nanocomposites biodégradables élaborés par trois procédés (intercalation en solution, polymérisation in situ et par voie fondue) [Thèse de doctorat, Université de Lorraine].
- [6] Alison, A. E. and Bruce, D. A. (2017). UV-Visible Absorption Spectroscopy, *Organic Applications. Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry* (Third Edition).
- .

CHAPITRE III

Résultats & discussion



III. 1. Introduction

Ce chapitre abordera les résultats générés par les travaux réalisés dans ce projet de fin d'étude, ces résultats seront présentés et analysés en profondeur, afin de fournir des informations précieuses sur l'efficacité et les performances des biostimulants en tant qu'initiateurs de la polymérisation du styrène, ainsi que sur les propriétés des nanocomposites biostimulant/polystyrène synthétisés.

III. 2. Caractérisation du biostimulant

III. 2. 1. Biostimulant naturel

Plusieurs techniques ont été exploitées pour caractériser les biostimulants élaborés. Des analyses physico-chimiques, telles que :

III. 2. 1. 1. Fluorescence X

Cette analyse a permis de déterminer la composition chimique du biostimulant. La composition chimique de ces matériaux est donnée dans le tableau suivant :

Tableau 1 : Composition chimique des biostimulants naturels.

Code d'échantillons	Teneurs en (%)									
	SiO ₄	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂
AR 21 00332	50.42	17.79	6.66	6.09	2.22	0.09	2.35	0.20	0.23	0.83
AR 21 00333	50.22	18.53	7.00	4.99	2.46	0.11	2.52	0.32	0.24	0.85
AR 21 00334	51.27	16.72	6.66	6.52	2.18	0.07	2.31	0.33	0.23	0.81

Malgré cette analyse, il ne serait pas possible de déterminer exactement le type du biostimulant uniquement à partir de ces teneurs en éléments chimiques. Pour obtenir des informations plus précises sur son type, il est nécessaire de procéder à une analyse par diffraction des rayons X (DRX). Cette technique permet d'identifier la structure cristalline du biostimulant et de déterminer avec plus de certitude son type.

III. 2. 1. 2. Mesure de la masse volumique

Cette analyse a permis de déterminer la masse volumique du biostimulant. Les masses volumiques des trois biostimulants analysés sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 2 : Masse volumique du biostimulant.

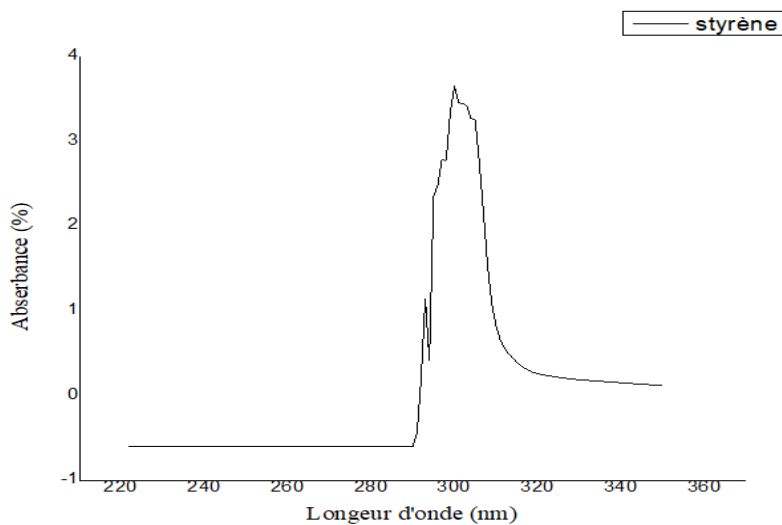
Code de l'échantillons	Masse volumique (kg/m ³)
AR 21 00332	2101.0
AR 21 00333	2093.5
AR 21 00334	2133.5

III. 2. 2. Biostimulant traitée

Malheureusement, la caractérisation de ce biostimulant n'a pas pu être élaborer dû au manque des moyens de caractérisation.

III. 3. Caractérisation du styrène et du polystyrène

Une analyse spectrophotométrique (UV-Vis) a été réalisée pour le styrène et le polystyrène. Le balayage a été effectué sur une plage de longueurs d'onde allant de 250 nm jusqu'à 350 nm. Cette analyse, effectuée en utilisant le dichlorométhane comme solvant, nous a permis d'obtenir les spectres suivants :

**Figure 1** : Spectre UV du styrène.

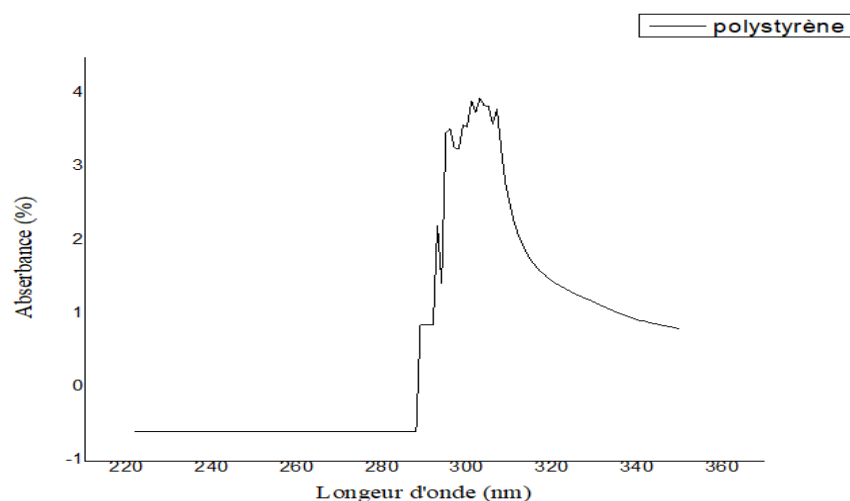


Figure 2 : Spectre UV du polystyrène synthétisé.

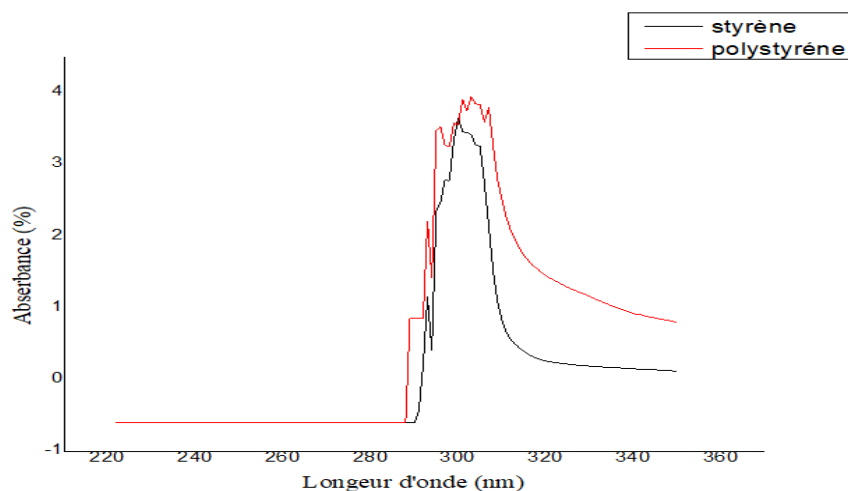


Figure 3 : Spectres UV obtenu pour le styrène et le polystyrène superposés.

Les propriétés photo-physiques du polystyrène synthétisé ont été étudiées en solution en utilisant le dichlorométhane comme solvant. Le spectre d'absorption de ce polymère (Figure 2 et 3) présente des bandes plus large que de son monomère prouvant le succès de la synthèse du polystyrène. Comme on peut le voir clairement, un effet hyperchrome et bathochrome est observé sur ce spectre pour le polystyrène comparé au styrène appuyant la réussite de l'obtention du polystyrène. Le pic maximum d'absorption de ce PS est situé à 310 nm. Ce pic correspond à la transition $\pi-\pi^*$ des groupements phényle du polystyrène. Les nouvelles bandes d'absorption sont généralement produites par un transfert de charge. Même si le PS ne présente pas ce type d'interaction, sa structure comprend des groupes phényle séparés par trois atomes de carbone. La

chaîne de polystyrène est suffisamment souple pour permettre une rotation libre autour de la liaison carbone-carbone. Par conséquent, il est possible d'anticiper une interaction entre les groupes phényle, ce qui pourrait engendrer une absorption supplémentaire à des longueurs d'onde plus élevées [1].

III. 4. Nanocomposites

III. 4. 1. Résultats expérimentaux

Les résultats de la synthèse des nanocomposites en utilisant les biostimulants sont illustrés dans le tableau ci-dessous :

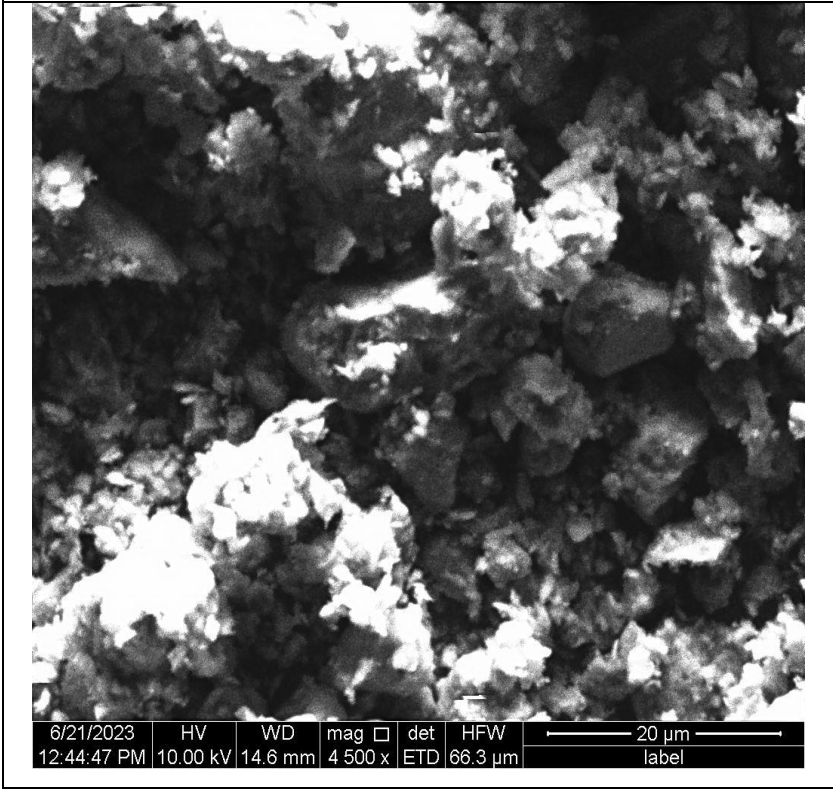
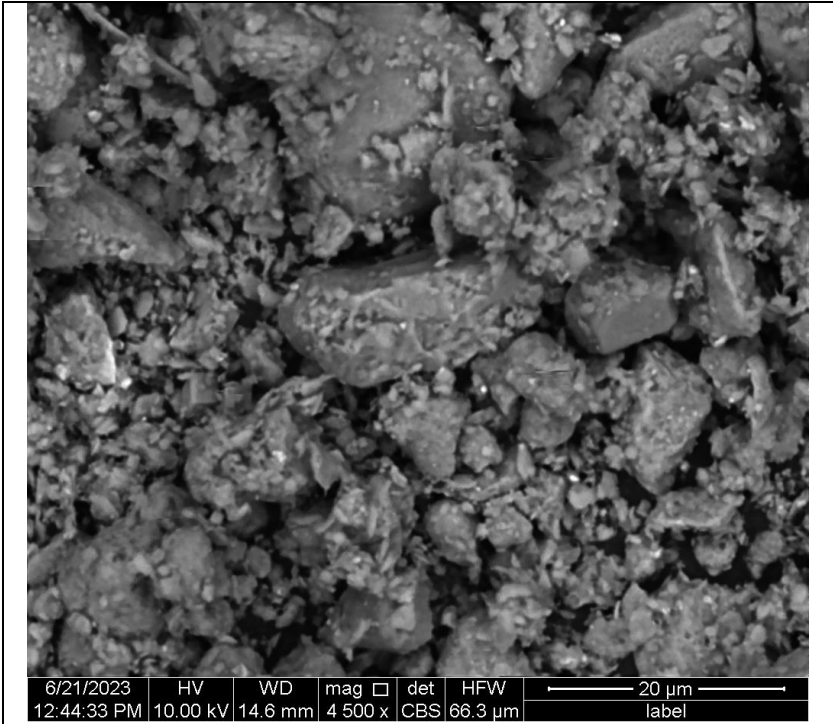
Tableau 3 : Masses et rendements des nanocomposites (biostimulant traité/PS).

Type du biostimulant	AT HCL0.1	AT HCL0.2	AT H ₂ SO ₄ 0.1
Masse de polystyrène (g)	3.5	3.5	3.5
Masse d'Argile (g)	1.5	1.5	1.5
Nom de nanocomposite	AT HCL0.1/PS	AT HCL0.2/PS	AT H ₂ SO ₄ 0.1/PS
Masse de nanocomposite (g)	-----	1.2189	0.8432

Comme on le distingue, des rendements variables ont été obtenus.

III. 4. 2. Caractérisation des nanocomposites :

Les nanocomposites synthétisés ont été soumis à une analyse par MEB afin d'examiner leur structure et leurs caractéristiques morphologiques. Les résultats de cette analyse sont présentés dans les différents agrandissements des figures suivantes :



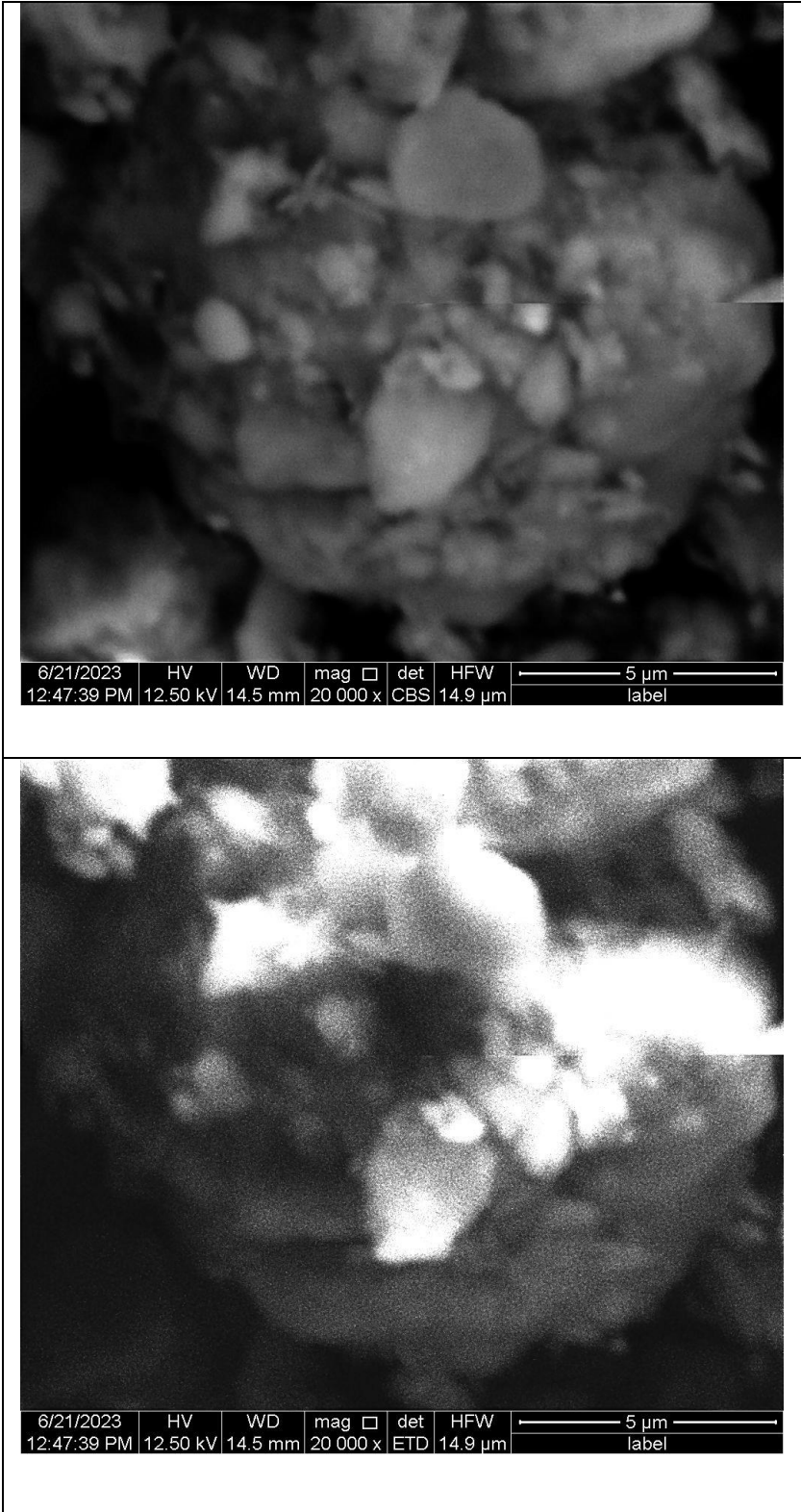


Figure 4 : Caractéristiques morphologiques des nanocomposites synthétisés analysés par MEB.

Dans le cadre de cette étude et afin de visualiser les surfaces de nos matériaux nanocomposites, nous avons procédé à visualiser ces produits avec différents agrandissements. La figure 4 montre que l'utilisation du biostimulant dans la synthèse des nano composites à base de polystyrène a marqué des modifications de textures du polystyrène. De cette manière, les modifications morphologiques des échantillons observés au microscope électronique à balayage montrent des images d'une agglomération des particules d'argile sous l'effet de cohésion au polystyrène.

On peut aussi noter que l'argile est présente dans les matrices polymères sous deux aspects différents [2], d'une part, elle se présente sous forme d'agrégats (une accumulation d'argile ou paquet) représentant une phase riche en argile et d'autre part, une assez bonne dispersion plus au moins visible dans certaines régions qui atteste de l'intercalation des chaînes polymériques du polystyrène.

III. 5. Facteurs influençant le taux de conversion du styrène en polystyrène

III. 5. 1. Effet de la concentration et du type de traitement acide du biostimulant

Les réactions de polymérisation effectuées utilisent du biostimulant naturel et modifié comme catalyseurs naturels au lieu du peroxyde de benzoyle. Les résultats obtenus de cette optimisation sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 4 : Tableau récapitulatif des résultats.

Biostimulant											
biostimulant traité par HCl(0.1M)	Masse de styrène (g)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	Masse du biostimulant (g)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
	Pourcentage de biostimulant (%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Température de la réaction(°C)	83	83	83	83	83	83	83	83	83	83

	Temps de la réactions(h)	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	Masse de polystyrène(g)	PR	-	-	-	2.94	-	5.08	-	-	6.8
	Rendement(%)	PR	-	-	-	29.4	-	50.8	-	-	68.0
Biostimulant traité par HCl(0.2M)	Masse de styrène (g)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	Masse du biostimulant (g)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
	Pourcentage de biostimulant (%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Température de la réaction(°C)	83	83	83	83	83	83	83	83	83	83
	Temps de la réactions(h)	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	Masse de polystyrène(g)	-	2.76	3.72	4.58	5.23	6.06	6.52	7.68	8.12	9.1
	Rendement(%)	-	27.6	37.2	45.8	52.3	60.6	65.2	76.8	81.2	91
Biostimulant traité par H₂SO₄(0.1M)	Masse de styrène (g)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	Masse du biostimulant (g)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
	Pourcentage de biostimulant (%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Température de la réaction(°C)	83	83	83	83	83	83	83	83	83	83
	Temps de la réactions(h)	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4

	Masse de polystyrène(g)	PR	1.5	-	-	3.07	-	-	-	-	6.66
	Rendement(%)	PR	15	-	-	30.7	-	-	-	-	66.6

(-) Réaction qui n'a pas été réalisée.

L'utilisation du biostimulant naturel montre un faible rendement, presque il ne catalyse pas la réaction (pour 10% du biostimulant uniquement des traces de polymère). Cependant, l'emploi du biostimulant modifié a donné de bons rendements qui varient entre 27% et 91% selon le type d'acide utilisé dans le traitement et la concentration en masse du biostimulant. Cette réactivité peut être justifiée par la modification des propriétés de surface du biostimulant.

La polymérisation du styrène par le biostimulant donne de bons rendements pour des fractions en biostimulant supérieures à 5%. Pour 10% du biostimulant traité par HCl 0.2M on a obtenu 91% de polystyrène. Les résultats présentés dans le tableau peuvent être traduits par la courbe suivante :

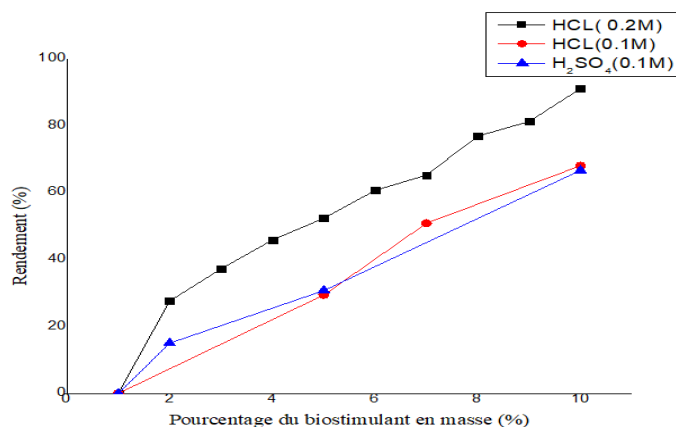


Figure 5 : Évaluation du rendement du polystyrène en fonction du pourcentage en masse du biostimulant traité.

Cette courbe met en évidence l'effet du biostimulant sur le rendement de la réaction de polymérisation du styrène. Comme on peut le remarquer, tout d'abord il existe un seuil de pourcentage en masse du biostimulant, fixé à 2%, en dessous duquel la réaction ne se produit pas. Cela suggère que la concentration du biostimulant joue un rôle crucial dans l'activation de la réaction de polymérisation. Néanmoins, en augmentant le pourcentage en masse du biostimulant, on observe une amélioration significative du rendement de la réaction. Ce dernier atteint un

maximum d'environ 91% pour une fraction de biostimulant de 10%. Cette augmentation du rendement peut être attribuée à la nature acide présente à la surface du biostimulant [3].

Cette acidité favorise la formation de liaisons chimiques entre le styrène et les groupes réactifs du biostimulant, ce qui entraîne une augmentation du taux de conversion du styrène en polystyrène. Le taux élevé de protons fixés à la surface du biostimulant contribue également à stimuler la réaction de polymérisation, favorisant ainsi une conversion plus efficace.

La courbe indique une relation proportionnelle entre la masse du biostimulant et le taux de conversion du styrène en polystyrène. Cela signifie que plus la masse du biostimulant est importante, plus la conversion de styrène en polystyrène est élevée selon la plus grande concentration testée.

La réaction de polymérisation initiée par le biostimulant activé par l'acide chlorhydrique 0.2M présente un excellent taux de conversion, tandis que les réactions de polymérisation stimulées par l'acide chlorhydrique 0.1M et l'acide sulfurique 0.1M donnent des rendements minimes.

Ces résultats peuvent être justifiés par l'augmentation du pourcentage de protons fixés à la surface du biostimulant pour des concentrations élevées d'acides. En effet, plus la concentration d'acide est élevée, plus le nombre de protons est important, ce qui augmente le nombre de sites d'activation du monomère et favorise ainsi la conversion.

Le type d'acide utilisé est également un facteur important. On peut supposer que la réaction initiée par le biostimulant traité par l'acide chlorhydrique donne de bons rendements en raison de la petite taille de l'ion Cl^- , ce qui facilite sa séparation lors du traitement. En revanche, pour l'acide sulfurique, l'ion SO_4^{2-} présente une plus grande taille, ce qui rend plus difficile son élimination lors du traitement du biostimulant. On peut supposer que cela entrave la réaction de polymérisation et limite ainsi son rendement.

III. 5. 2. Effet de la température sur le rendement de la réaction de polymérisation de styrène

Pour attribuer une relation entre la température de la réaction et son influence sur de conversion du styrène en polystyrène nous avons ciblé la réaction qui donne un maximum de rendement (Styrène + 10% biostimulant modifié par HCl 0.2M) mais cette fois ci réalisée à différentes températures. Les résultats expérimentaux sont représentés dans le tableau suivant :

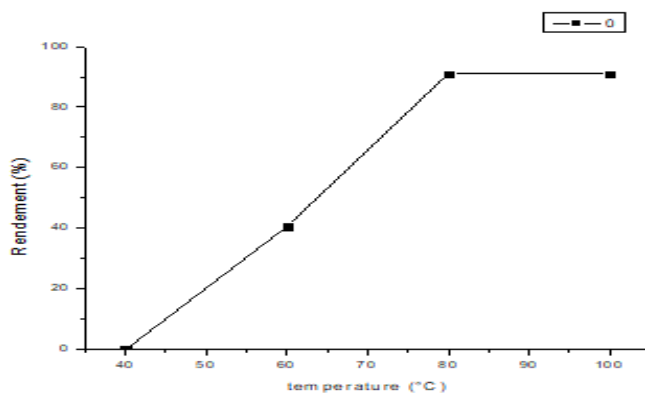
Tableau 5 : Effet de la température sur le rendement de la réaction de polymérisation du styrène.

Masse de styrène(g)	10	10	10	10	10
Masse d'argile(g)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Pourcentage d'argile(%)	10	10	10	10	10
Température de la réaction(°C)	20	40	60	80	100
Masse de polystyrène(g)	Pas de réaction	Des traces	4.06	5.36	5.88
Rendement (%)	0%	/	40.6	53.6	58.8

Les basses températures ($T < 60^{\circ}\text{C}$) ne favorisent pas la réaction de polymérisation du styrène en polystyrène, cependant à des hautes températures la réaction est initiée et donne de bons rendements.

Cette variation du rendement par rapport à la température peut être exprimé par le comportement endothermique de la réaction.

Les résultats peuvent être représentés aussi par la courbe suivante :

**Figure 6** : Évaluation du rendement en fonction de la température.

Références bibliographiques

[1] Loux, G., & Weill, G. (1964). Spectres ultraviolet du polystyrène et de quelques composés modèles. *Journal de Chimie Physique*, 61, 484-490.

[2] Shengpei Su, Charles A. Wilkie (2003). *Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry*, Vol. 41, 1124-1135.

[3] Ouis, N. (2009). Synthèse et caractérisation du polystyrène et polutétrahydrofurane catalysées par le Kaolin de Tamazert, Synthèse et étude des propriétés électriques des nanocomposites Polyaniline-Maghnite (Thèse de doctorat). Université d'Oran ES-SENIA, 14-15.

CONCLUSION



Le travail de recherche rapporté dans ce manuscrit avait pour objectif de valoriser les recoures naturelles (Argile issu de la région de Tébessa-Algérie) en tant qu'initiateur hétérogène de réactions, écologique, économique et recyclable dans la réaction de polymérisation du styrène.

La première partie de cette étude s'est concentrée sur l'optimisation de la réaction de polymérisation du styrène en polystyrène, en utilisant de l'argile provenant de la région de Tébessa (Algérie), traité avec deux types d'acides à différentes concentrations, ainsi que sur l'étude comparative de l'efficacité de ce biostimulant variant les concentrations d'acides et de la température.

Les résultats obtenus ont démontré que ces biostimulants traités avec du HCl (0,2 M) catalyse la polymérisation du styrène de manière plus efficace que celle traité par du HCl (0,1 M) et H₂SO₄ (0,1 M). En outre, cette étude a confirmé que la réaction de polymérisation du styrène n'a pu avoir lieu lorsque l'on a utilisé le biostimulant non traité comme support catalytique ou lorsque la réaction se déroule à température ambiante. Le mécanisme de polymérisation cationique a été proposé pour expliquer cette réaction.

La deuxième partie des travaux de recherche réalisé dans ce projet s'est consacrée à l'élaboration de nanocomposites en utilisant le biostimulant traité et le polystyrène. Malheureusement, en raison des contraintes de ressources, nous n'avons pas pu approfondir l'étude des nanocomposites, bien qu'ils présentent des propriétés très intéressantes.

Plusieurs techniques d'analyses physico-chimiques ont été employées afin de caractériser le biostimulant non traité, dont la fluorescence X qui a révélé l'abondance de silice (SiO₄) avec une teneur supérieure à 50%, ainsi que la présence d'alumine (Al₂O₄) avec un taux d'environ 18%. Une analyse de la densité a été également réalisée, démontrant que la masse volumique de ce biostimulant atteint à environ 2109,3 kg/m³.

Les divers produits synthétisés ont également été caractérisés à l'aide d'autres techniques d'analyse, afin d'étudier leur structure et leurs propriétés. Par exemple, une analyse UV effectuée sur le styrène et le polystyrène a permis de confirmer la formation du polymère, en observant une bande plus intense à 310 nm dans le cas du polystyrène avec des effets hyperchrome et hypsochrome par rapport au styrène, ainsi que l'apparition d'autres bandes, expliquées par les interactions phényle-phényle résultant de la libre rotation autour de la simple liaison -C-C-,

résultant de l'ouverture de la double liaison du styrène. Cette différence témoigne du succès de la réaction de polymérisation du styrène.

De plus, l'analyse morphologique réalisée pour les nanocomposites (argile traitée/polystyrène) par le MEB a révélé la présence du biostimulant dans les matrices polymères sous deux aspects différents, une forme d'agrégats représentant une phase riche en argile et une assez bonne dispersion plus au moins visible dans certaines régions qui atteste de l'intercalation des chaînes polymériques du polystyrène.

En conclusion, ce travail ouvre des perspectives prometteuses dans le domaine industriel, notamment en ce qui concerne l'élaboration de polystyrène à partir d'initiateurs écologiques et disponibles, ainsi que la fabrication de nanocomposites utilisés dans les composants électriques, les pièces automobiles et de nombreuses applications médicales. Ces recherches ont permis de valoriser une des ressources naturelles de la région de Tébessa comme catalyseur dans la réaction de polymérisation du styrène, en mettant en évidence l'importance des conditions de traitement en plus des paramètres réactionnels. Les résultats obtenus offrent des perspectives intéressantes pour le développement de procédés plus durables et économiques dans l'industrie des polymères. Cependant, des recherches et analyses supplémentaires sont nécessaires pour approfondir l'étude des nanocomposites et explorer d'avantage les applications industrielles de notre travail.

ANNEXES





République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi Tébessa

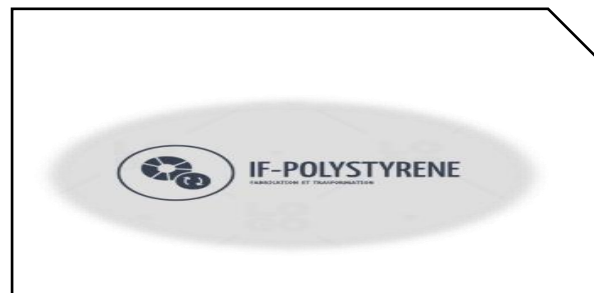
Incubateur d'Affaires Universitaire

Intitulé du projet

**Utilisation d'un biostimulant pour la
synthèse du polystyrène et perspectives
de transformation**

Nom commercial

IF Polystyrène



Carte d'information

À propos de l'équipe d'encadrement du groupe de travail

1. Équipe d'encadrement

Encadrante principal BOUDIBA Louiza	Spécialité Chimie
Co-encadrante 01 BOUDIBA Sameh	Spécialité Chimie
Co-encadrant 02 RAIS Khaled	Spécialité Électromécanique

2. Équipe de projet

Équipe de projet	Spécialité	Faculté
Étudiante 01 Zaouiche Fatma Ezzahra	Chimie Organique	Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Étudiant 02 Messai Ilyes	Chimie des Produits Naturels	Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Sommaire

Premièrement : Présentation du projet

1. Présentation du projet
2. Aspects innovants du projet
3. Impact économique et social du projet
 3. 1. Impact social
 3. 2. Impact économique

Deuxièmement : Schéma du modèle d'entreprise (BMC)

Troisièmement : Explication des éléments du schéma du modèle d'entreprise (BMC)

1. Segments de clientèle
2. Proposition de valeur
3. Canaux de distribution
4. Relations avec clients
5. Flux de revenus
6. Activités clés
7. Ressources clés
8. Partenaires clés
9. Structure des coûts

Quatrièmement : Prototype

Premièrement : Présenter le projet, mettre en avant ses aspects d'innovation et son impact économique et social

1. Présentation du projet

Ce projet industriel novateur vise à synthétiser localement (Tébessa- Algérie) le polystyrène granulé en utilisant des bio-stimulants comme initiateur. En constatant l'importation coûteuse et parfois de mauvaise qualité de cette matière, ce projet a pour but de développer une méthode écologique et économique pour l'obtention de ce matériau.

Pour valider cette approche, des expérimentations en laboratoire sont prévues. Une équipe pluridisciplinaire de chimistes, ingénieurs et spécialistes en biotechnologie sera chargée de mener à bien cette étude.

Les objectifs du projet sont multiples :

- Renforcement de l'industrie nationale en offrant une production locale du polystyrène.
- Réduire les coûts d'importation.
- Fournir un matériau de qualité.
- Favoriser l'autonomie économique du pays.

Tous ces travaux se dérouleront dans des installations de recherche dédiées en Algérie.

2. Aspects innovants du projet

L'innovation technologique majeure de ce projet réside dans la production du polystyrène granulé à l'aide de biostimulants. Cette intégration de biostimulants représente une avancée significative dans l'industrie du polystyrène.

Ce projet se concentre sur deux domaines clés d'innovation

- **Nouveaux processus :**

Grâce à l'optimisation des réactions en employant les bio-stimulants, l'efficacité de l'élaboration est améliorée, entraînant une réduction des coûts de production et une augmentation de la rentabilité.

- **Nouvelles offres :**

L'utilisation de biostimulants nous permet de fournir un produit de haute qualité, doté de propriétés améliorées telles qu'une meilleure résistance et une isolation thermique accrue.

En résumé, ce projet représente une innovation technologique en employant des biostimulants dans la fabrication du polystyrène granulé. Les processus sont optimisés pour une meilleure production plus rentable, tandis que les offres sont variées pour répondre aux besoins du marché.

3. Impact économique et social du projet

Ce projet apportera à la fois des impacts social et économique particuliers.

3. 1. Impact social

- La contribution à la préservation de l'environnement en proposant une alternative écologique à l'industrie plastique.
- La réduction des émissions de CO₂.
- Valorisation des ressources naturelles.
- La lut contre le changement climatique.

3. 2. Impact économique

- Renforcement de l'industrie locale en offrant une production du polystyrène granulé de meilleure qualité.
- Réduction de la dépendance aux importations coûteuses.
- Contribution à la croissance économique nationale.
- Création de nouveaux emplois et renforcement de la chaîne de valeur dans le secteur des matériaux plastiques.

Deuxièmement : Schéma du modèle d'entreprise (BMC)

8. Partenaires clés	6. Activités clés	2. Proposition de valeur	4. Relation client	1. Segments de clientèle
<p>1- Fournisseurs de matières premières.</p> <p>2- Distributeurs et revendeurs.</p> <p>3-Institutions de recherche et universités pour le développement.</p>	<p>1-Transformation des matières premières en produits semi-finis (polystyrène pure) et produits finis (polystyrène granulé) .</p> <p>2-Marketing et vente des produits fabriqués aux industrielles de chimie et aux entreprises de transformation de polystyrène.</p> <p>3-Transformation des déchets de polystyrène en colle.</p> <p>4- Offrir des services tell que les tests au niveau du laboratoire d'usine.</p> <p>5- Conception de produits personnalisés avec assurance d'une qualité meilleur.</p>	<p>1- Indépendance vis-à-vis l'importation.</p> <p>2-Elaboration de produits de polystyrène de haute qualité.</p> <p>3-Offrir des prix compétitifs.</p> <p>4- Respect de l'environnement en utilisant des matières premières écologiques.</p> <p>5- Capacité à économiser des produits personnalisés en fonction des besoins des clients.</p>	<p>1- Service clientèle personnalisé.</p> <p>2- Support technique et fiche client spécifique pour feedback des clients.</p> <p>3- Gestion de compte dédié à la clientèle.</p>	<p>1-Fabricants de produits en polystyrène.</p> <p>2- Industrie de l'emballage.</p> <p>3-Secteur automobile.</p> <p>4-Industrie électronique.</p> <p>5-Autres entreprises utilisant des produits en polystyrène.</p> <p>6-Consommateurs à la recherche des produits écologiques et durables à base de polystyrène.</p>

	<p>7. Ressources clés</p> <p>1-Équipements de production.</p> <p>2-Personnel qualifié (chimistes ; comptables ; développeurs ; formateurs)</p> <p>3-Matière première pour la préparation des biostimulants et pour celle du polystyrène.</p> <p>4- Logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO)</p>		<p>3. Canaux de distribution</p> <p>1- Vente directe aux clients.</p> <p>2- Vente en gros aux distributeurs.</p> <p>3- Vente en ligne via un site web.</p> <p>4- Participation aux salons et événements de l'industrie.</p> <p>5- Marketing à travers des médias sociaux, des représentants de vente et publicité en ligne.</p>	
<p>9. Structure des coûts</p> <p>1- Budget pour la location du siège de l'entreprise.</p> <p>2- Budget pour l'achat des machines de production.</p> <p>3- Budget de la matière premières.</p> <p>4- Budget pour l'énergie et de production.</p> <p>5- Budget pour le personnel de l'entreprise.</p> <p>6- Budget pour le marketing et de la publicité.</p> <p>7- Budget pour la recherche et le développement.</p>			<p>5. Flux de revenus</p> <p>Vente de produits :</p> <p>1- Polystyrène pure et granulé.</p> <p>2- Biostimulants pour les industries de la chimie qui utilisent les biostimulants.</p> <p>3- Colle issue des déchets de polystyrène.</p> <p>4- Déchets de polystyrène qui peuvent être utilisés par les usines de fabrication de plastiques.</p> <p>5- Ventes personnalisées.</p> <p>6- Contrats de fabrication à long terme.</p> <p>7- Services connexes comme les conseils et les tests.</p> <p>8- Formations payantes sur les avantages de l'utilisation des produits biostimulants pour la synthèse et la transformation du polystyrène.</p>	

Troisièmement : Explication des éléments du schéma du modèle d'entreprise (BMC)

1. Segments de clientèle

1. 1. Les produits de notre entreprise peuvent être achetés par différents acteurs de l'industrie comme :

- Entreprises de fabrication de produits en polystyrène.
- Grossistes et distributeurs de matériaux plastiques.

- Entreprises engagées dans le développement durable.
- Industries de l'emballage (alimentaire, pharmaceutique, cosmétique, produits ménagé...).

1. 2. Les motivations qui poussent les consommateurs à acheter nos produits sont :

- Coûts compétitifs.
- Meilleure qualité, durabilité et respect de l'environnement.
- Conformité aux réglementations nationales et internationales.
- Différenciation concurrentielle.

Nos clients se trouvent dans les zones industrielles, commerciales, les réseaux professionnels et les salons spécialisés. Nous visons des entreprises de toutes tailles, des petites aux grandes.

2. Proposition de valeur

Nous offrons à nos clients une valeur clé : une offre novatrice et durable à leurs besoins en matière de synthèse de polystyrène. En utilisant des biostimulants comme initiateurs, nous proposons une alternative produite localement, écologique et économiquement avantageuse.

Nos clients bénéficieront d'une réduction des coûts de production, d'une amélioration de la qualité du polystyrène.

En collaborant étroitement avec nos clients, nous comprenons leurs problèmes spécifiques et nous travaillons ensemble pour développer une solution sur mesure. Notre solution repose sur l'utilisation des biostimulants dans le processus de synthèse du polystyrène, ce qui permet d'obtenir un matériau de meilleure qualité et de haute performance tout en respectant les réglementations nationales et internationales en plus des exigences environnementales.

3. Canaux de distribution

Pour atteindre nos clients, nous avons différentes propositions de canaux de communication et de distribution. Nous pouvons utiliser la publicité en ligne, les réseaux sociaux, les représentants de vente, les salons professionnels, les partenariats avec des entreprises complémentaires et la vente directe.

La publicité en ligne et les réseaux sociaux sont efficaces pour atteindre une large gamme de clientèle cible. En outre, les salons professionnels offrent des opportunités de rencontres directes et de présentation de nos produits. D'un autre côté, les partenariats permettent d'accéder

à de nouveaux clients via des canaux établis. La vente directe qui offre un contrôle total, bien qu'elle nécessite des ressources supplémentaires.

En termes d'efficacité par rapport au prix, la publicité en ligne et les réseaux sociaux sont souvent plus rentables. Cependant, il est important de mesurer les résultats de chaque canal pour choisir la meilleure combinaison adaptée à nos objectifs et à notre clientèle cible.

4. Relation client

Dans notre projet de fabrication du polystyrène granulé, nous attirons les clients grâce à des campagnes de marketing ciblé et notre participation à des événements du secteur industriel. Nous offrons un soutien complet en fournissant des informations détaillées sur l'utilisation du produit et une assistance technique personnalisée.

Les incitations à l'achat incluent des tarifs compétitifs, des remises pour les commandes en gros et des offres promotionnelles. Nous personnalisons notre offre en proposant des options adaptées aux besoins spécifiques de chaque client.

Après l'achat, nous garantissons un service après-vente de qualité avec un support client dédié, des garanties de qualité et des possibilités de retour ou de remplacement.

En résumé, nous attirons les clients par le marketing ciblé, soutenons leur utilisation du produit, proposons des incitations à l'achat, personnalisons notre offre et assurons un service après-vente de qualité.

5. Flux de revenus

Dans ce projet, plusieurs sources de revenus clés ont été visés. Tout d'abord, nous prévoyons de générer des revenus grâce à la vente du polystyrène pur et granulé, ainsi que des biostimulants traités utilisés par les industries chimiques. De plus, nous valoriserons les déchets du polystyrène en produisant d'une part de la colle et en les vendant aux usines de fabrication de plastiques de l'autre part. Les ventes personnalisées et les contrats de fabrication à long terme contribueront également à nos revenus.

En outre, nous proposerons des services connexes tels que des conseils, des analyses, des formations payantes pour aider nos clients à comprendre les avantages de l'utilisation des biostimulants dans la synthèse et la transformation du polystyrène. Grâce à ces diverses sources de revenus, nous prévoyons une croissance économique soutenue pour notre entreprise de fabrication du polystyrène.

6. Activités clés

Nous, en tant que startup de fabrication de polystyrène utilisant des biostimulants comme catalyseur, exerçons des activités clés pour assurer notre succès. Cela inclut l'approvisionnement en matières premières, la transformation des déchets de polystyrène en colle, la production de polystyrène pur et granulé, ainsi que le contrôle de qualité rigoureux. Nous mettons également l'accent sur le marketing ciblé et la vente auprès des industries chimiques et des entreprises de transformation de polystyrène. En tant que fournisseur de solutions durables, nous offrons des services techniques et de support, tels que des conseils, des prestations de services analyses au laboratoire et des formations payantes pour aider nos clients à tirer le meilleur parti de nos produits biostimulants. Nos activités clés visent à développer notre startup tout en répondant aux besoins du marché et en promouvant des solutions respectueuses de l'environnement dans l'industrie du polystyrène.

Pour cela les activités se répartissent en deux parties :

6. 1. Activités principales

- Acquisition des matières premières nécessaires, y compris celles de l'élaboration des biostimulants.
- Synthèse du polystyrène.
- Extrusion du polystyrène pour l'obtention des formes et des dimensions souhaitées.
- Contrôle de la qualité des produits élaborés pour assurer la conformité aux normes et spécifications exigées.
- Conditionnement et emballage des produits finis.

6. 2. Activités secondaires

- Recherche et développement pour l'amélioration continue des biostimulants et des processus de production.
- Gestion des approvisionnements, incluant la sélection des fournisseurs et la négociation des contrats.
- Logistique et gestion de la chaîne d'approvisionnement pour assurer la livraison efficace des matières premières et des produits finis.
- Support technique et service client pour répondre aux besoins des clients, fournir des conseils d'utilisation et résoudre les problèmes éventuels.

- Gestion des déchets et pratiques durables pour minimiser l'impact environnemental de notre production.

7. Ressources clés

Nous disposons de ressources clés pour notre projet de fabrication de polystyrène en utilisant des biostimulants comme catalyseurs :

7. 1. Ressources physiques : Ils incluent des installations de fabrication dédiées, des équipements avancés, des réservoirs sécurisés, et des systèmes de manipulation et de transport adaptés. De plus, nous aurons besoin de matières premières telles que les monomères et les biostimulants, ainsi que des dispositifs de contrôle de la température pour garantir des conditions optimales de réaction.

7. 2. Ressources intellectuelles

Nous utilisons un logiciel de CAO avancé pour optimiser nos conceptions, et nous collaborons avec des laboratoires de recherche pour des analyses approfondis, favorisant l'innovation continue.

7. 3. Ressources humaines

Notre équipe qualifiée comprendra des chimistes, un comptable, des développeurs et des formateurs comme représentés dans le tableau suivant :

Poste	Nombre de personnel	Niveau éducatif requis	Responsabilités clés
Directeur de projet	1	Diplôme universitaire	Superviser le projet dans son ensemble
Ingénieur en chimie	2	Diplôme universitaire	Développer et optimiser les processus chimiques
Technicien de laboratoire	3	Diplôme technique	Effectuer des analyses au laboratoire Effectuer l'entretien préventif et la réparation des équipements
Opérateur de production	10	Diplôme d'études secondaires	Gérer les équipements de production et les lignes de production
Logisticien	2	Diplôme d'études secondaires	Gérer la chaîne d'approvisionnement et la distribution des produits
Personnel administratif	3	Diplôme d'études secondaires	Gérer les tâches administratives et la documentation
Personnel pour	2	Diplôme d'agents	Veiller sur la sécurité de l'entreprise

la sécurité de l'entreprise		de sécurité	
-----------------------------	--	-------------	--

7. 4. Ressources financières

Numéro	Ressource financière	Coût (DA)
1	Capital de démarrage	110000000
2	Soutien financier du ministère	30000000
3	Investisseurs ou partenaires	?
4	Prêts et financement externe	?
Total	140000000 DA + ?	

Numéro	Utilisation de la ressource financière	Coût (DA)
1	Consommation d'électricité et gaz	600000
2	Consommation d'eau	120000
3	Coût de location	1000000
Total	2020000 DA	

8. Partenaires clés

Pour ce projet, nous nous appuyerons sur des partenaires clés de fabrication du polystyrène. Les fournisseurs de matières premières garantissent une chaîne de provisionnement fiable et les distributeurs et revendeurs assurent une distribution efficace de nos produits finis.

Nos collaborations avec des institutions de recherche et universités nous permettra de rester à la pointe de l'innovation. Grâce à ces partenariats, nous renforcerons notre position sur le marché, stimulons l'innovation continue et assurons une chaîne de provisionnement solide de fabrication du polystyrène utilisant des biostimulants.

Ces partenaires fournissent les connaissances, ressources et expertise nécessaires pour atteindre nos objectifs et fournir des solutions pour l'obtention d'un polystyrène de haute qualité à nos clients.

9. Structures des coûts

Les couts incluent les dépenses de location du local pour notre usine et l'acquisition des machines de production essentielles. Le budget des matières premières, de la consommation d'énergie et de la production est également pris en considération. De plus, nous devons gérer le budget pour la main-d'œuvre, le marketing et la publicité pour promouvoir nos produits.

Les frais de recherche et développement soutiennent notre innovation continue. La gestion efficace de ces différents budgets et dépenses est cruciale pour assurer la rentabilité et le succès

de notre projet. En évaluant soigneusement nos dépenses, nous veillerons à optimiser notre chaîne de valeur et à maintenir une position concurrentielle sur le marché.

Nous nous efforcerons de trouver un équilibre entre la maîtrise des coûts et la qualité de nos produits afin de répondre aux besoins de nos clients tout en assurant la durabilité financière de notre entreprise.

CHIFFRE D'AFFAIRES GLOBAL

	REALISATION			PREVISION				
	N -2	N -1	N	N+1	N+2	N+3	N+4	N+5
Produit A destiné Client								
Quantité produit A	/	/	/	147333	160000	180000	180000	200000
Prix HT produit A	/	/	/	504.20 Da	504.20 DA	462.18 DA	462.18 DA	420.16 DA
Ventes produit A	/	/	/	600 DA	600 DA	550 DA	550 DA	500 DA
CHIFFRE D'AFFAIRES GLOBAL	/	/	/	88399800 DA	96000000 DA	99000000 DA	99000000 DA	100000000 DA

COMPTE DE RESULTAT PREVISIONNEL

En Milliers DZD	REALISATION			PREVISION				
	N -2	N -1	N	N+1	N+2	N+3	N+4	N+5
Vente et produits annexes	/	/	/	88400000 DA	96000000 DA	10800000 DA	10800000 DA	12000000 DA
Variation des stocks produits finis et en cours	/	/	/	-	-	-	-	-
Production	/	/	/	-	-	-	-	-

immobilisée								
Subvention d'exploitation	/	/	/	30000000 DA	-	-	-	-
Production de l'exercice	/	/	/	118400000 DA	96000000 DA	10800000 DA	10800000 DA	12000000 DA
Achats consommés	/	/	/	42000000 DA	45610962 DA	51312333 DA	51312333 DA	57013703 DA
Services Extérieurs et autres consommations	/	/	/	1500000 DA	1500000 DA	1500000 DA	1500000 DA	1500000 DA
Consommation de l'exercice	/	/	/	43500000 DA	45760962 DA	51462333 DA	51462333 DA	5851370 DA
Valeur ajoutée d'exploitation	/-	/	/	161900000 DA	141760962 DA	159462330 DA	159462330 DA	178513700 DA
Charges de personnel	/	/	/	12000000 DA	12000000 DA	12000000 DA	12000000 DA	12000000 DA
Impôts et taxes et versement assimilés	/	/	/	4775550 DA	4775550 DA	4775550 DA	4775550 DA	4775550 DA
Excédent Brut d'Exploitation	/	/	/	145124450 DA	124985412 DA	142686780 DA	142686780 DA	161738150 DA
Autres produits opérationnels	/	/	/	3600000 DA	3600000 DA	3600000 DA	3600000 DA	3600000 DA
Autres charges opérationnelles	/	/	/	-	-	-	-	-
Dotations aux	/	/	/	-	-	-	-	-

amortissements, Provisions								
Reprise sur pertes de valeurs et provisions	/	/	/	-	-	-	-	-
Résultat opérationnel	/	/	/	141524450 DA	128585412 DA	143046780 DA	143046780 DA	165338150 DA
Produits Financiers	/	/	/	-	-	-	-	-
Charges financières	/	/	/	-	-	-	-	-
Résultat financier	/	/	/	-	-	-	-	-
Résultat Ordinaire avant impôt	/	/	/	141524450 DA	128585412 DA	143046780 DA	143046780 DA	165338150 DA
Impôt exigible sur résultat ordinaire	/	/	/	9500000 DA	9500000 DA	9500000 DA	9500000 DA	9500000 DA
Impôt différé (variation) sur résultat ordinaire	/	/	/	-	-	-	-	-
TOTAL DES PRODUITS DES ACTIVITES ORDINAIRES	/	/	/	135624450 DA	119085412 DA	133546780 DA	133546780 DA	155838150 DA
TOTAL DES CHARGES DES ACTIVITES	/	/	/	135624450 DA	119085412 DA	133546780 DA	133546780 DA	155838150 DA

ORDINAIRES								
RESULTA NET DES ACTIVITES ORDINAIRES	/	/	/	-	-	-	-	-
Eléments extraordinaire (produits)	/	/	/	-	-	-	-	-
Eléments extraordinaire (charges)	/	/	/	-	-	-	-	-
Résultat extraordinaire	/	/	/	-	-	-	-	-
RESULTAT NET DE L'EXERCICE	/	/	/	135624450 DA	119085412 DA	133546780 DA	133546780 DA	155838150 DA

Quatrièmement : Prototype



Figure 01: Images représentatives du polystyrène pur synthétisé.



دليل مشروع والحصول على شهادة براءة اختراع في إطار القرار الوزاري 1275
بمضافة معلومات حول فريق الإشراف وفريق العمل

دليل مشروع

للحصول على شهادة براءة اختراع
في إطار القرار الوزاري 1275


ديسمبر
2022



بطاقة معلومات

حول فريق الإشراف وفريق العمل

1- فريق الإشراف:

فريق الإشراف		
التخصص: كيمياء المواد العضوية	المشرف الرئيسي (01): بوزيية لويزة	
التخصص: كيمياء عضوية	المشرف الرئيسي (02): بوزيية سماح	
التخصص: الالكتروميكانيك	المشرف المساعد: رايس خالد	

2- فريق العمل:

الكلية	التخصص	فريق المشروع
العلوم الدقيقة و علوم الطبيعة و الحياة	كيمياء عضوية	الطالبة: زويش فاطمة الزهراء
العلوم الدقيقة و علوم الطبيعة و الحياة	كيمياء المواد الطبيعية	الطالب: مسعي الياس

فهرس المحتويات



فهرس المحتويات

المحور الأول: تقديم براءة الاختراع.....	1
1. فكرة براءة الاختراع (الحل المقترح).....	1
2. القيم المقترحة.....	1
3. فريق العمل (المخترعين).....	2
4. أهداف براءة الاختراع.....	3
5. جدول زمني لتحقيق براءة الاختراع.....	3
المحور الثاني :الجوانب الابتكارية.....	5
1. طبيعة الابتكارات.....	5
2. مجالات الابتكارات.....	5
المحور الثالث : وصف براءة الاختراع.....	5
1. ملخص براءة الاختراع.....	7
2. الميدان التقني الذي ينتمي إليه الاختراع.....	7
3. الحالة التقنية السابقة.....	7
4. الغرض (الهدف) من الاختراع.....	7
5. تقديم جوهر الاختراع.....	7
6. شرح الأشكال و الرسومات.....	10
7. طريقة والية عمل الجهاز المخترع او المادة المخترعة.....	11
المحور الرابع: المطالب.....	13
1. المطالب الرئيسي.....	14
2. المطالب المستنبطة من المطالب الرئيسي.....	14
قائمة الملاحق.....	15



المحور الأول

تقديم المشروع



المحور الأول

تقديم المشروع



1. فكرة المشروع (الحل المقترح)

- ✓ المجال الصناعي : تصنيع البوليستيرين باستخدام محفز حيوي .
- ✓ طُرحت فكرة هذا المشروع في إطار الأبحاث حول المواد المستدامة وصديقة للبيئة .هدفنا هو تطوير طريقة مبتكرة لتصنيع البوليستيرين باستخدام محفز حيوي محدد .
- ✓ سنقوم ببناء وحدة إنتاج مجهزة بأحدث التقنيات في مجال كيمياء البلمرة لتحقيق ذلك .سنختار بعناية محفزًا حيويًا مناسبًا، والذي سيعمل كعامل مسرع لتعزيز تكثيف وحدة تكاثر البولييمير في البوليستيرين .
- ✓ سنتم عملية التصنيع عبر عدة مراحل .أولاً، سنقوم بإجراء بحوث متعمقة لتحديد المحفز الأكثر فعالية وتوافقاً مع البوليستيرين .ثم سنقوم بتحسين ظروف التفاعل مثل درجة الحرارة وزمن التفاعل ونسب المواد المفاعلة للحصول على نتائج مثلى .
- ✓ سيتولى فريق البحث، المكون من خبراء في كيمياء البلمرة وفنيين ذوي خبرة، إكمال هذا المشروع بنجاح .سنعاون أيضاً مع مختبرات شريكة تمتلك خبرة متخصصة في مجال تكثيف البلاستيك للتحقق من نتائجنا .
- ✓ سيتم تركيب وحدتنا الإنتاجية في بيئة تساعد على البحث والتطوير الصناعي، في مكان خارج عن التجمعات السكنية.

2. القيم المقترحة

- ✓ الحداثة: يتم تلبية الاحتياجات الجديدة في السوق الجزائري بالكامل من خلال إدخال وحدة إنتاج محلية لحبيبات البوليستيرين. وهذا يجعل من الممكن استكمال النقص الحالي في الإنتاج الوطني وتقليل الاعتماد على الواردات.

- ✓ الأداء: نحن ملتزمون بتوفير بوليستيرين عالي الأداء، يتجاوز توقعات العملاء من حيث الجودة والقوة والثبات. بفضل استخدام المحفز الحيوي ، نقدم مادة عالية الأداء تلبية المتطلبات المحددة للمستخدمين.

- ✓ المرونة: نحن على استعداد لإجراء تغييرات وتكييف منتجات البوليسترين لدينا لتلبية توقعات العملاء المحددة. تسمح لنا هذه المرونة بالرد على الطلبات الشخصية وتضمن إرضاء عملائنا.
- ✓ تحقيق اللمة: نساعد العملاء على إنجاز مهامهم المحددة من خلال تقديم البوليسترين الملائم لاحتياجاتهم. سواء كانت التعبئة والتغليف أو العزل أو التطبيقات الأخرى، توفر وحدة الإنتاج لدينا مادة متعددة الاستخدامات وفعالة تسهل المهام المختلفة للمستخدمين.
- ✓ التصميم: تم تصميم منتجاتنا من البوليسترين مع مراعاة اهتمامات وسياق العملاء. نتأكد من تلبية متطلباتهم من حيث الشكل والحجم واللون والوظيفة، من أجل تقديم حلول مصممة خصيصاً تلبي احتياجاتهم الخاصة.
- ✓ خفض التكلفة: نخفض التكاليف عن طريق تجنب الواردات وتحسين عملية التصنيع المحلية لدينا خاصة بعدم استعمال المواد الكيميائية الضارة والتمينة. يتيح لنا ذلك تقديم أسعار بيع تنافسية وحل أكثر اقتصاداً لعملائنا.
- ✓ الحد من المخاطر: يتم تقليل المخاطر من خلال ضمان إمدادات محلية مستقرة من البوليسترين الحبيبي. سيضمن ذلك أن يكون عملاؤنا على دراية بتأخيراتهم أو المشكلات المحتملة المتعلقة بالموافقة الدولية.

3. فريق العمل (المخترعين):

فريقنا يتكون من:

- ✓ زويش فاطمة الزهراء، طالبة ماستر II في "الكيمياء العضوية".
- ✓ مسعي إلياس، طالب في ماستر II في " كيمياء المنتجات الطبيعية"
- ✓ دور الطالبة الأولى (زويش فاطمة الزهراء) هو التحكم في مراحل وشروط الإنتاج (التركيب الكيميائي)، وقد أوكل إليها هذا الدور نظراً لتوافق مجال دراستها (الكيمياء العضوية) مع متطلبات هذه المهمة.
- * فاطمة الزهراء مسؤولة عن جميع جوانب الموارد البشرية والتوظيف.

✓ دور الطالب الثاني (مسعي الياس) هو بحث ومعالجة وتطوير المحفز الطبيعي المستخدم في التخليق الكيميائي للبوليستيرين ، وهذا الدور متوافق مع مجال دراسته لأن هذا المحفز هو في النهاية منتج طبيعي.

* التسويق وأبحاث السوق هما من أدوار إلياس.

✓ أما باقي المهام فسيتم إدارتها من قبل الشريكين خاصة فيما يتعلق باستراتيجيات إدارة الوحدة.
* هذا العمل تم باقتراح وتأطير البروفيسور لويذة بوزيية، الدكتورة سماح بوزيية والدكتور رايس خالد.

4. أهداف المشروع :

تتمثل اهدافنا في :

- * تحسين كفاءة الإنتاج وتقليل التكاليف الإجمالية لإنتاج البوليستيرين
- * زيادة التنافسية في السوق من خلال تقديم منتج ذو تكلفة منخفضة وجودة ممتازة
- * زيادة الاستثمار في صناعة البوليستيرين وتعزيز النمو الاقتصادي
- * توفير فرص عمل جديدة وتحسين الدخل للعمال في صناعة البوليستيرين
- * تقليل الاعتماد على المواد الكيميائية الضارة والملوثة في عمليات الإنتاج.
- * تحسين السلامة البيئية لعمليات الإنتاج وتقليل الأثر البيئي السلبي .

5. جدول زمني لانجاز براءة الاختراع:

الشهر أو الأسبوع

7	6	5	4	3	2	1		
					✓	✓	البحث في قواعد البيانات الخاصة ببراءات الاختراع وجمع المعلومات	1
				✓	✓		الشروع في الاختبارات المخبرية لإعداد النموذج الأولي	2
			✓	✓	✓		تجريب النموذج الأولي	3
		✓	✓	✓			تجربة النموذج الأولي خارج المخابر	...
	✓						تسجيل براءة الاختراع من اجل الحصول على رقم الإيداع والحماية الصناعية	ن
✓							متابعة عملية الحصول على براءة الاختراع وتصحيح ملاحظات الممتحنين من INAPI	...

الأعمال



دليل مشروع للحصول على شهادة براءة اختراع في إطار القرار الوزاري 1275
المحور الثاني: الجوانب الابتكارية



المحور الثاني

الجوانب الابتكارية

creativity
inspiration
technology challenge
analysis values mission
innovation



المحور الثاني

الجوانب الابتكارية

1. طبيعة الابتكارات :

كجزء من مشروعنا لتصنيع البوليسترين المحبب باستخدام المنشطات الحيوية، فإننا نعتبر أنه يمكن تصنيف هذا في مصفوفة الابتكار على أنه ابتكار تقني. يتم تبرير هذا التصنيف من خلال اعتماد طرق مبتكرة ودمج المحفزات الحيوية في عملية تصنيع البوليسترين الحبيبي، مما يشكل تقدماً تقنياً كبيراً في هذا المجال.

2. مجالات الابتكارات :

يكنم الابتكار التكنولوجي الرئيسي لهذا المشروع في إنتاج البوليسترين باستخدام المنشطات الحيوية. تمثل هذه المنشطات الحيوية تقدماً كبيراً في صناعة البوليسترين. يركز هذا المشروع على مجالين رئيسيين للابتكار :

✓ عمليات جديدة:

بفضل تحسين التفاعلات باستخدام المنشطات الحيوية، تم تحسين كفاءة المعالجة، مما أدى إلى انخفاض تكاليف الإنتاج وزيادة الربحية.

✓ عروض جديدة:

يتيح لنا استخدام المنشطات الحيوية توفير منتج عالي الجودة و من ثم تصنيع حبيبات البولستيرين ومنتجات محولة اخرى.



المحور الثالث

وصف براءة الاختراع



المحور الثالث: وصف براءة الاختراع

عنوان براءة الاختراع

استخدام محفز حيوي لتخليق البوليسترين.

1. ملخص براءة الاختراع

يتعلق الاختراع ببلمرة ستيرين. موضوع الاختراع هو بشكل أكثر تحديداً عملية لتصنيع البوليسترين تشتمل على الخطوات التالية: تحضير طين محفز حيوي مُعالج مسبقاً لبلمرة ستيرين والذي يعمل كمحفز، وملازمة الستيرين، وما قبل- الطين المعالج والحرارة المعالجة؛ بلمرة الستيرين في وجود حرارة وطين محفز حيوي معالج مسبقاً لتشكيل البوليسترين واستعادته. تعمل إضافة الطين المنشط الحيوي على تحسين بلمرة الستايرين وتسمح بإنتاج أكثر كفاءة وربحية من البوليسترين مع إمكانية إعادة تدوير محفز الطين.

2. الميدان التقني الذي ينتمي إليه الاختراع

الاختراع يندرج ضمن مجال الكيمياء، تحديداً في مجال كيمياء البوليمرات والكيمياء العضوية وعلم المحفزات، نظراً لأن البوليسترين هو أحد البوليمرات ونظراً لأن عملية تصنيعه يشارك فيها تفاعلات كيميائية عضوية. بالإضافة إلى ذلك، تتم عملية تخليق البوليسترين فقط في وجود محفز (الطين)، وهو ما يجعل كيمياء المحفزات عنصراً هاماً في الاختراع.

3. الحالة التقنية السابقة

تركز بعض الدراسات على استخدام المحفزات الطبيعية، مثل الإنزيمات، لبدء بلمرة الستيرين، على سبيل المثال. تمت دراسة إنزيمات محددة، مثل اللاكاز أو البيروكسيداز، لقدرتها على بدء بلمرة الستايرين في وجود الأكسجين أو عوامل مساعدة أخرى مناسبة (Kohri et al.، 2013). يمكن اعتبار هذه المحفزات البيولوجية "منبهات طبيعية" بمعنى أنها تجعل من الممكن بدء تفاعل بلمرة الستيرين دون اللجوء إلى عمليات البدء الكيميائية التقليدية.

تمت دراسة بلمرة الديفينيل بنزين (DVB) المحفز بواسطة Maghnite-H + ، وهو محفز غير سام (Bensaada et al.، 2014) ، مما يُظهر دراسة عن البلمرة الكاتيونية للديفينيل بنزين التجاري باستخدام Maghnite-H + كبادئ عند 83 درجة مئوية.

4. الغرض (الهدف) من الاختراع

يهدف الاختراع إلى استخدام محفز طبيعي جديد، وهو الطين، في عملية بلمرة الستايرين. وحتى الآن، لم يتم استخدام المحفزات الطبيعية على نطاق واسع في صناعة بلمرة الستايرين. في هذا الاختراع، تم استحداث مبدأ بادئ طبيعي مبتكر يعتمد على استخدام الطين كمحفز. الطين هو مادة طبيعية تعتبر محفزاً ودائراً للتدوير في عملية بلمرة الستايرين مع استعادة عالية للبوليستايرين.

يوفر هذا المحفز البيئي الآمن، الذي لا يشكل أي خطر سام، إمكانية الحصول على بوليمرات ذات نقاوة عالية ونسب استرجاع مرتفعة جدًا. بفضل قابليته لإعادة التدوير وإزالته من البوليمر بواسطة ترشيح بسيط، ي تيح هذا المحفز البيئي استفادة كبيرة في صناعة البوليمرات.

5. تقديم جوهر الاختراع

يعد استخدام الطين المعالج كمحفز في تخليق البوليمرات من السلائب نهجًا مثيّرًا للاهتمام. يتم تعديل الطين المعالج كيميائيًا لتحسين خصائصه التحفيزية وتسهيل تفاعل البلمرة. تتبع هذه الطريقة الخطوات التالية:

الخطوة 1: تجهيز الطين

الطين المستخدم المأخوذ من بلدة أم علي في تبسة بالجزائر هو بشكل عام من النوع الكاوليني. يخضع لعملية تعديل كيميائي تتكون من عدة خطوات لإزالة الشوائب المختلفة وفقًا للبروتوكول التالي:

أ- الغسل بالماء المقطر.

يتم الغسيل بالماء المقطر لإزالة المواد القابلة للذوبان. في هذه الخطوة، يتم تشتيت 20 جرام من الكاولين في لتر واحد من الماء المقطر وتقليبها مغناطيسيًا لمدة 24 ساعة. هذا يتخلص من الأملاح القابلة للذوبان.

ب- الغسل بحمض الهيدروكلوريك.

يتم الغسل بحمض الهيدروكلوريك (HCl) للتخلص من الكربونات. بعد التصفية، يغسل المعلق بـ 2 لتر من حمض الهيدروكلوريك (0.1 ن) لمدة أربع ساعات في درجة حرارة الغرفة. تؤدي هذه الخطوة إلى تغيير في مصفوفة الطين عن طريق تثبيت البروتونات لتعزيز البلمرة الموجبة.

ج- الغسل بالماء المقطر.

يشطف الطين بالماء المقطر حتى تختفي الكلوريدات، ويتم فحصه باستخدام نترات الفضة.

د- الغسيل بيروكسيد الهيدروجين (H₂O₂).

يتم الغسل باستخدام بيروكسيد الهيدروجين (H₂O₂) للتخلص من المواد العضوية. بعد التصفية والترشيح ، يتم تشتيت المعلق في لتر واحد من بيروكسيد الهيدروجين عند 10 أحجام ويتم تقليبها مغناطيسيًا طوال الليل عند درجة حرارة الغرفة. ثم تزداد درجة الحرارة إلى 70 درجة مئوية لمدة 30 دقيقة لتحلل بيروكسيد الهيدروجين المتبقي.

ذ. يغسل في الماء المقطر الساخن.

ثم يتم غسل الطين بالماء المقطر الساخن لتنقية نهائية.

هـ. التجفيف.



بمجرد استعادة الطين ، يتم تجفيفه في الهواء الطلق.

و. طحن.

بمجرد أن يجف الطين، يتم طحنه برفق في الهاون.

ز. النخل.

بمجرد أن يتم سحق الطين، يتم نخله في غربال ثم استعادته.

ي. التخزين.

بمجرد نخل الطين، يتم تخزينه أخيرًا في مجفف فراغ.

الخطوة 2: تنقية الستايرين.

يمكن أن يخضع الستيرين لعملية بلمرة وأكسدة تلقائية أثناء التخزين، مما يجعله غير مستقر. ولمعالجة هذا الأمر، يُضاف عادةً مثبط، الكاتيكول، لتثبيت المركب. ومع ذلك، يجب إزالة المانع قبل الاستخدام، باتباع الخطوات التالية:

أ- غسل الستايرين.

يتم غسل الستايرين بمحلول مائي من NaOH. هذه العملية لها تأثير نزع بروتين الكاتيكول في وسط أساسي، مما يتسبب في هجرة البروتونات إلى المرحلة المائية. يتكون البروتوكول من غسل 40 جم من الستايرين بـ 80 مل من محلول مائي من هيدروكسيد الصوديوم عند 1.25 م.

ب- فصل المرحتين.

يتم الفصل عن طريق الصب.

ج- تجفيف الستايرين.

ثم يجفف الستيرين المستعاد بـ MgSO₄ للتخلص من كل آثار الماء.

د- استعادة الستايرين المنقى.

يتم استعادة الستيرين عن طريق الترشيح البسيط.

هـ- تخزين الستيرين المسترجع.

يتم بعد ذلك تخزين الستيرين المستعاد في ظروف مثالية، محميًا من الضوء ودرجة حرارة منخفضة.



الخطوة 3: تشتت الطين في الستايرين.

يتم بعد ذلك تفريق الطين المعالج في الستيرين مع التحريك. الهدف هو الحصول على تشتت متجانس للطين في مونومر ستيرين، وبالتالي ضمان تفاعل فعال بين مصفوفة الطين والستايرين أثناء البلمرة اللاحقة.

الخطوة 4: البلمرة.

بمجرد تشتيت الطين المعالج جيداً في الستيرين، يتم استخدام زيادة في درجة حرارة التفاعل لبدء البلمرة عن طريق تعزيز كسر الرابطة المزدوجة لمجموعة فينيل الستيرين، مما يتسبب في تكوين سلاسل بوليمر بوليستيرين.

الخطوة 5: تأثير الطين على البلمرة.

يلعب الطين المعالج عدة أدوار في عملية بلمرة الستايرين:

- 1- يمكن أن يكون بمثابة موقع امتزاز للستايرين، وبالتالي زيادة تركيز المونومرات التفاعلية وتحسين كفاءة تفاعل البلمرة.
- 2- احتوائه على بروتونات على سطحه، فإنه يعزز فتح رابطة π لجزء الفينيل من الستايرين، ويعمل كدعم محفز للبلمرة.
- 3- أخيراً، يمكن أن يعمل الطين المعالج بمثابة تقوية للبوليمرات المتكونة، وبالتالي تحسين بعض خصائص البوليستيرين النهائي، مثل المقاومة الميكانيكية.

6. شرح الأشكال و الرسومات

الشكل-1-

يوضح الشكل-1- صورة ملتقطة باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح بخاصية $\det(CBS)$ حيث تظهر الصورة طبقات الطين المعالج.

الشكل-2-

يوضح الشكل-2- صورة باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح بخاصية $\det(EDT)$ حيث تظهر الصورة توضع طبقة من البوليستايرين فوق طبقات الطين و هو ما ياكّد حدوث بلمرة للستايرين.

الشكل-3-

يوضح الشكل-3- الطيف (le spectre) المحصل عليه من خلال تحليل العينات باستخدام المجهر الالكوني الماسح حيث يظهر هذا الطيف التشكيلة الكيميائية لعينات الطين التي قد تم اسخدامها لتحفيز فاعل البلمرة و هي تظهر تغيرا في تركيبة الطين مقارنة بالطين غير المعالج.

الجدول-1-

يوضح الجدول-1- التركيبة الكيميائية للطين المستخدم كبادئ لتفاعل بلمرة الستايرن حيث يظهر احتواء الطين على تشكيلة واسعة من المركبات الكيميائية بنسب متفاوتة حيث ترجع اكبر نسبة الى SiO4 بمتوسط مقداره % 50.63 يليه Al2O3 بنسبة متوسطة تقدر ب % 17.68 في حين ان P2O5 يتواجد باقل نسبة ب % 0.23

نلاحظ ان العناصر المتواجدة في الطين تعبر بحد ذاتها عناصر واسعة الاستعمال كأساسات محفزة و هو ما قد يفسر الاثر المحفز للطين.

الجدول-2-

يوضح الجدول-2- كثافة الطين المستخدم كمحفز لتفاعل البلمرة حيث ان متوسط الكثافة يقدر ب Kg/m³ 2109.3

الجدول-3-

يبين الجدول-3- النتائج التحليلية لعينات الطين التي قد تم استخدامها في تفاعل البلمرة محصل عليها باستخدام الجهر الالكتروني الماسح.

القيم التي يظهرها الجدول مترجة الى الطيف الموضح في الشكل-3-.

توضح القيم تغيرا في التشكيلة الكيميائية للطين مقارنة بالطين الغير خاضع للمعالجة و الذي تظهر ترميبته في الجدول-1-

7.طريقة عمل المادة المخترعة

يعد البوليستايرن المصنع عن طريق تفاعل البلمرة باستخدام الطين كبادئ اكثر نقاوة و ذو جودة عالية.

يتم استخدام البوليستايرن النقي الذي تم تصنيعة للحصول على حبيبات البوليستايرن وذلك من خلال اجراء تفاعل بيه وبين غاز البنتان.



حبيبات البوليستيرن المصنعة تتميز بقدرتها على الانتفاخ والارتصاص عند التعرض لحرارة وضغط معينين وهو ما يجعلها ممتص جيد للصدمات وعازل حراري وصوتي عالي الجودة. حبيبات البوليستايرن تستخدم لانتاج le polystyrène expansé بعد تعريضها للحرارة و للرطوبة (بخار الماء) وكذا لضغط عالي.



المحور الرابع

المطالب



1

المطالب:

1. المطالب الرئيسي :

1. عملية لتخليق البوليسترين تشتمل على خطوات تحضير طين محفز حيويًا لبلمرة الستايرين ، وتتميز بأن هذا الطين يعمل كمحفز ، لجلب الستايرين إلى التلامس ، وهو المنشط الحيوي للطين عند درجة حرارة بين 50 درجة مئوية و 100 درجة مئوية ومذيب عضوي ؛ بلمرة الستيرين في وجود حرارة وطين محفز حيوي معالج مسبقًا لتشكيل البوليسترين واستعادته. تعمل إضافة الطين المنشط الحيوي على تحسين بلمرة الستايرين وتسمح بإنتاج أكثر كفاءة وربحية من البوليسترين مع إمكانية إعادة تدوير محفز الطين.

2. المطالب المستنبطة من المطالب الرئيسي :

2. العملية وفقًا لعنصر الحماية 1، والتي يتم فيها إضافة طين المنشط الحيوي إلى خليط التفاعل بكمية من 1 إلى 10٪ بالوزن بالنسبة إلى الوزن الإجمالي للستايرين.

3. الطريقة وفقًا لعنصر الحماية 1 أو 2، حيث يتم اختيار الطين المحفز الحيوي من الكاولين.

4. العملية طبقًا لأي عنصر تحكم سابق، حيث يكون محفز البلمرة عبارة عن حرارة.

5. الطريقة وفقًا لأي عنصر تحكم سابق، حيث يتم بلمرة خليط التفاعل عند درجة حرارة تتراوح بين 50 و 100 درجة مئوية.

6. العملية وفقًا لأي من عناصر الحماية السابقة، والتي يتم فيها استعادة البوليسترين المتكون عن طريق الترشيح أو الطرد المركزي.

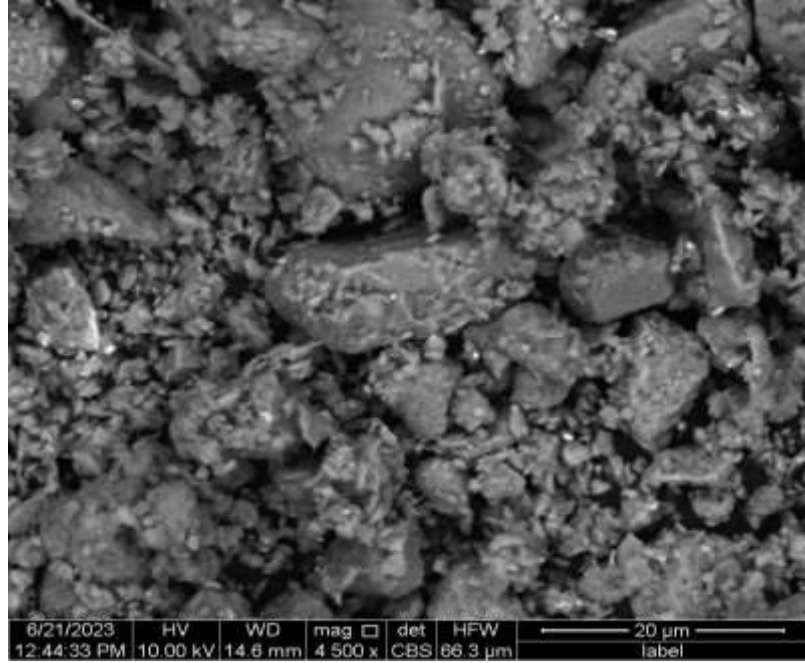
7. الطريقة وفقًا لأي ادعاء سابق، حيث يتم استخدام البوليسترين المتشكل لتصنيع البوليسترين الممدد أو منتجات التحويل مثل الأكواب وعلب الطعام والألعاب وما إلى ذلك.

قائمة الملاحق

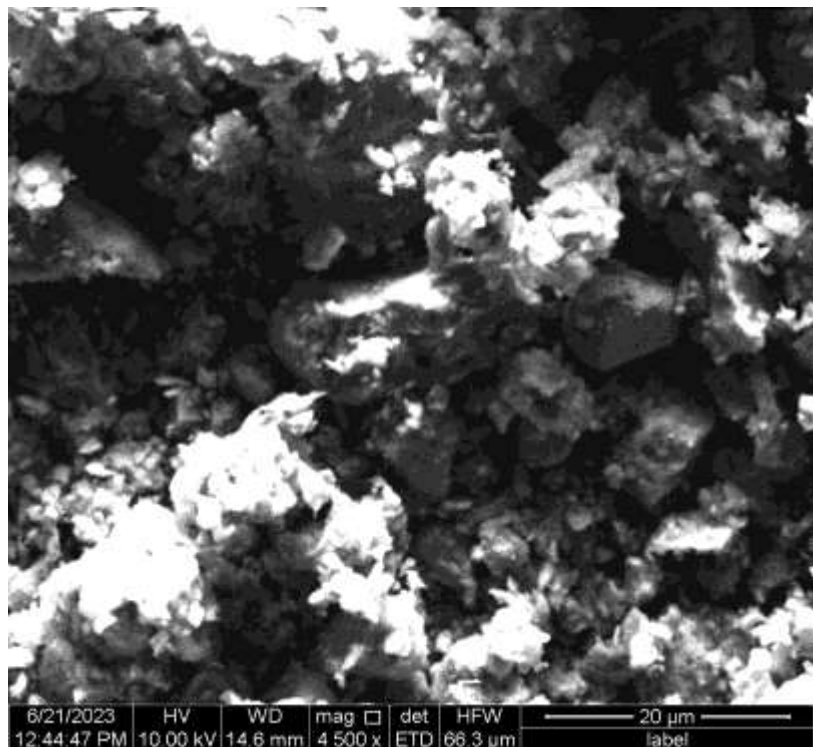


الاشكال والرسومات والجداول :

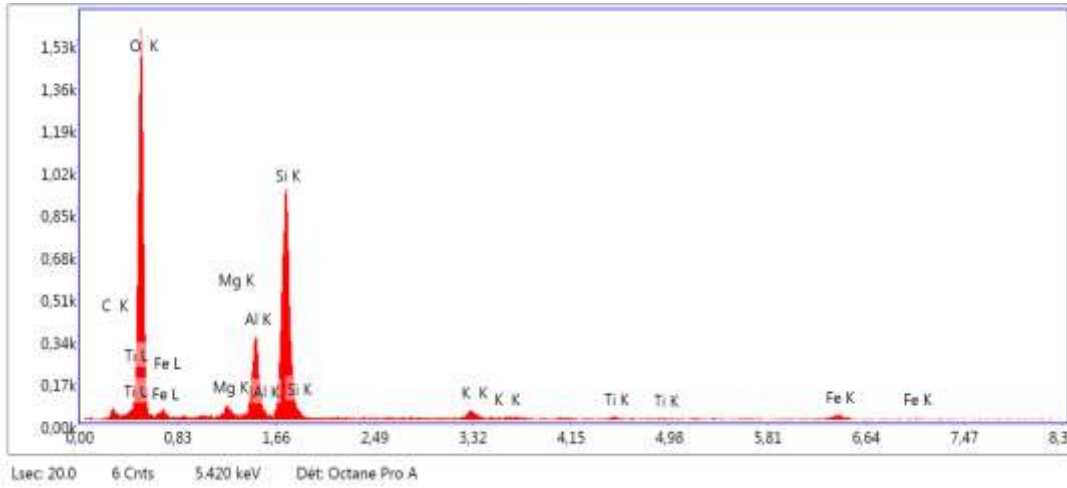
1. الأشكال :



الشكل -1-



الشكل-2-



الشكل-3-

2. الجداول :

الجدول-1-

العينة	النسب (%)									
	SiO4	Al2O3	Fe2O3	CaO	MgO	SO3	K2O	Na2O	P2O5	TiO2
AR 21 00332	50.42	17.79	6.66	6.09	2.22	0.09	2.35	0.20	0.23	0.83
AR 21 00333	50.22	18.53	7.00	4.99	2.46	0.11	2.52	0.32	0.24	0.85
AR 21 00334	51.27	16.72	6.66	6.52	2.18	0.07	2.31	0.33	0.23	0.81

الجدول-2-

العينة	الكتلة الحجمية (kg/m ³)
AR 21 00332	2101.0
AR 21 00333	2093.5
AR 21 00334	2133.5

الجدول-3-

العنصر	الكتلة %	الذرية %	الشدة الكلية	% الخطأ	نسبة K	Z	A
C K	4.29	6.99	6.57	30.48	0.0076	1.1094	0.1590
O K	53.73	65.71	439.02	8.48	0.2355	1.0535	0.4160
MgK	1.19	0.96	14.92	18.66	0.0068	0.9624	0.5901
AlK	8.16	5.92	116.86	7.54	0.0550	0.9246	0.7207
SiK	25.16	17.52	365.45	5.40	0.1814	0.9429	0.7633
K K	1.74	0.87	13.74	27.25	0.0144	0.8655	0.9384
TiK	0.51	0.21	2.67	68.55	0.0042	0.7929	0.9873
FeK	5.21	1.83	11.42	21.92	0.0424	0.7670	1.0056



دليل مشروع للحصول على شهادة مؤسسة ناشئة في إطار القرار الوزاري 1275
قائمة الملاحق

دليل مشروع

للحصول على شهادة مؤسسة ناشئة
في إطار القرار الوزاري 1275