

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة الدكتور مولاي الطاهر، سعيدة
Université Dr MOULAY Tahar, Saida



كلية العلوم
Faculté des Sciences

قسم الكيمياء
Département de Chimie

Mémoire pour l'obtention du diplôme de Master
Science de la matière
Spécialité : Chimie organique
Thème

Etude de la réaction de polycondensation des composés organiques en présence d'un catalyseur homogène (HCl, NH₄OH) et écologique (Maghnite H⁺) et leurs applications antibactérienn

Présenté par :

- M^{me} ELSALMI Hadjer.
- M^{lle} ELIAS Imene Fatima Zohra.

Soutenu le 26/06/2023

Devant le jury composé de :

Présidente	M ^{lle} MOSTEFAI Asma	Pr Université Saida
Examinatrice	M ^{lle} AYAT Moulkheir	MCA Université Saida
Examinatrice	M ^{me} MILOUDI Safia	MCB Université Saida
Encadrante	M ^{me} OULD KADA Zahra	MCA Université Saida

Année Universitaire : 2022/2023

Remerciements

Tout d'abord, nous à tenons à remercier Allah, le clément et le miséricordieux de nous avoir donné la force et la patience de mener à bien ce modeste travail.

Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu voir le jour sans l'aide et l'encadrement de M^{me} OULD KADA ZAHRA.

Et M^{me} MILOUDI SAFIA, on les remercie pour sa patience, sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.

Nous remercions M^{me} MOSTÉFAI ASMA, qui a fait l'honneur d'être la présidente de notre jury.

Nous remercions également, M^{me} AYAT MOULKHEIR et M^{me} MILOUDI SAFIA, qui ont acceptés d'évaluer et examiner notre travail.

Nous remercions Ms BENHALIMA ABDELKADER pour leurs aides pratiques.

Nous remercions s'adressent à l'équipe des ingénieurs de la division laboratoire, pour leurs aides pratique et leurs soutiens moraux et leurs encouragements.



Dédicace

J'ai le grand plaisir de dédier ce modeste travail

*A ma très CHÈRE MÈRE, qui me donne toujours l'espoir de vivre et qui n'a
jamais cessé de prier pour moi.*

*A ma très CHÈR PÈRE, pour ses encouragements, son soutien, surtout pour son
amour et son sacrifice afin que rien n'entrave le déroulement de mes études.*

A mes frères MOHAMED, NOURDINNE et SOUHAIB

*A mes proches, MON MARI et ma deuxième famille pour leur soutien et leur
encouragement à continuer*

Et mes chers collègues

Et tout qui m'aide et compulse ce modeste travail

*Enfin, je remercie mon binôme IMÈNE, qui a contribué à la réalisation de ce
modeste travail.*

Hadjer

Dédicace

Je dédie ce mémoire

A ceux qui m'ont tout donné sans rien attendre en retour

A ceux qui m'ont encouragée et soutenue durant toutes mes années

D'étude : mes parents tous les mots sont insuffisants

Pour exprimer ma gratitude, ma reconnaissance et mon

Amour. Que le tout puissant les garde et les protégé

A mon très cher père KRIMO et ma très chère mère KARIMA.

*A ma sœur ILHEM, son mari REDA qui ont été toujours là avec moi et qui m'ont
accompagné durant toutes ce mémoire.*

A ma sœur KHEIRA qui est toujours là avec moi

Dédié aux poussins, mes neveux IYED et RAYAN

A mes frères MOHAMED, AMEUR

A mes meilleurs amis : YASSMINE, SOUMIA

A mes collègues ainsi que les professeurs et le personnel du département de chimie

*A tout les membres de ma famille et mes ami(e)s qui m'ont beaucoup aidé qui ont toujours
cru en moi.*

*Enfin, je remercie mon binôme, HADJER, qui a contribué à la réalisation de ce modeste
travail.*

*Merci pour votre encouragement, votre soutien moral, dont je suis reconnaissante. Je vous
dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur.*

Imene

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

La chimie était à son début, comme d'autres sciences, basées sur des matières premières simples que l'homme utilisait dans sa vie quotidienne : des vêtements comme la laine, et des aliments comme les huiles et les graisses, ainsi que dans diverses industries où il utilisait le bois, le caoutchouc, colorant et autres.....

A cette époque, l'homme a délibérément extrait ces matériaux naturels, et ainsi la chimie s'est développée et s'est diversifiée dans de nombreuses disciplines, dont la science des polymères, qui fait partie des sciences modernes car cette science s'intéressait à l'étude des molécules géantes et à l'interaction de polymérisation.

Une macromolécule constituée de longue chaîne carbonée. Celle-ci est obtenue par la transformation du carbone, du pétrole ou du gaz naturel. Chaque polymère présente des propriétés, une structure et une taille propre. Et, pour en améliorer cette caractéristique, on peut y ajouter différentes substances des charges, des plastifiants ou autres additifs. ¹

Les polymères ou composés de macromolécules sont nommés ainsi en raison de leur poids moléculaire élevé, ce qui les distingue des composés de petites molécules, dont le poids moléculaire atteint rarement quelques centaines. Il est convenu à l'heure actuelle d'attribuer aux composés de macromolécules matériaux dont le poids moléculaire dépasse 5000 (jusqu'à plusieurs millions). ²

Aujourd'hui, il est présent partout autour de nous, des pots de yaourt aux bouteilles de lait en passant par les jouets, les ustensiles de cuisine, le matériel de sport ou encore les fournitures scolaires.

Ce type de matériaux, sont indissociable de notre environnement et de notre vie pratique, se trouve dans tous les domaines de nos activités des objets les plus banal jusqu'à des applications technique sophistiquées en passant par leur utilisation dans les produits

D'hygiène ou alimentaires.

¹ Abdaoui DR, « Matières plastiques », Toxicologie industrielle.

² الكيمياء الصناعية – المرحلة الثالثة- سمير احمد عواد.(2020-2019)

INTRODUCTION GENERALE

Nous distinguons les polymères synthétiques que l'homme a délibérément fabriqués à partir de monomères réactifs (tels que le phénol, aniline, paraminophénol et N-(4-hydroxyphényl) ethanamide) étudiés dans notre manuscrit et de là nous partons du fait que ces derniers fabriqués sont des polymères synthétiques qui ont subi une réaction chimique de polycondensation.

Les phénoplastes constituent une famille de molécules organiques largement utilisés dans plusieurs domaines caractérisés comme leurs nom indique par la présence de plusieurs groupements phénoliques associés en structures à des fonctions organiques plus ou moins complexes généralement de haut poids moléculaire.

Ce mémoire s'inscrit dans une thématique très actuelle de développement durable, de matériaux verts issu

- d'Etude de la réaction de condensation d'un composé organique en présence d'un catalyseur écologique et leurs applications antimicrobiennes.

Ce mémoire comprend deux parties

- Dans la première on a trois chapitres le premier présente des notions sur les macromolécules, le second définit la polymérisation des macromolécules et pour le troisième résume la notion d'activité antimicrobienne.
- La deuxième est divisé en trois chapitres ; aussi le premier concerne la technique d'analyse au niveau de laboratoire et le Protocole expérimental de la synthèse, le deuxième parle des résultats d'activité antimicrobienne et Le dernier est réservé pour les résultats obtenus lors de notre travail et leur discussion.

Finalement, une conclusion générale rassemble les principaux résultats obtenus au cours de ce travail.

I /- IMPORTANCE DES POLYMERES

I.1– Introduction

Les polymères sont utilisés essentiellement dans plusieurs industries : chimie, électrique, optique, pharmaceutique et médicale ceci grâce à leurs diverses propriétés telles que leur résistance au changement de température, facile à fabriquer, leur élasticité et leur compatibilité avec l'autre milieu. ¹

Vous vous demandez peut-être comment faire les fils des vêtements que vous portez, ou les sacs de légumes et déchets que vous utilisez, ou des bouteilles d'eau en plastique, et d'autres matériaux que vous utilisez dans votre vie quotidienne, ces exemples, et d'autres, relèvent d'un type particulier de composés chimiques appelés polymères, qui sont des composés chimiques de grande masse molaire, produits à partir d'unités de construction appelées monomères par une réaction appelée polymérisation. ²

II- DEFINITION

II.1. Monomère

Est le nom donné à la petite molécule à partir de laquelle est formée la macromolécule. la réaction est une polymérisation. ³

Unité monomère : plus grande unité constitutive de la structure d'une macromolécule formée à partir d'une seule molécule de monomère. ⁴

¹ BEY Kamel « Comportement Mécanique en traction Monotones d'un polymère associé au carbonate de calcium », Baji Mokhtar Annaba

² « الكيمياء فرع الاقتصاد المنزلي الفترة الرابعة » 2001.

³ J.P Trignon, J.Verdu, A.Dobarzynski ; « précis de matériaux plastique » 5eme Edition Afnor 1994.

⁴ Yue Zhao « chimie des polymères » Université de SHERBROOKE Bejaïa.

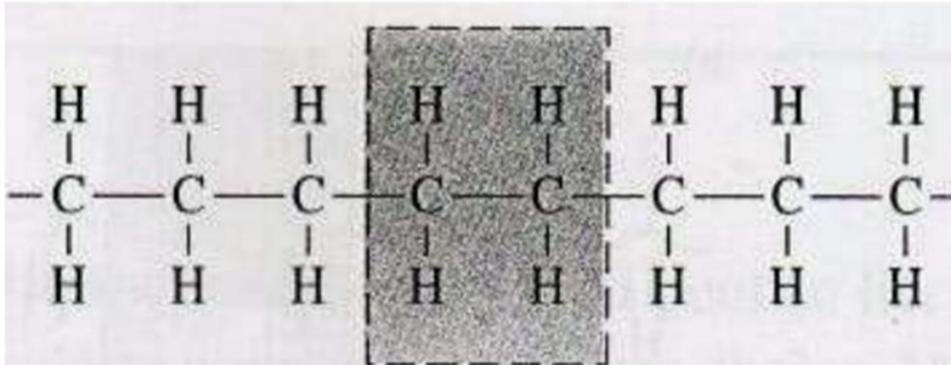


Figure I.1: Monomère. ⁵

II.2. Polymère : (POLY (nombreux) + MEROS (part))

Les polymères sont des matériaux formé par des très grosses molécules, leur poids moléculaire est très important entre environs (30 Kg/mole et plus de 100 Kg/mole). ⁶

Les macromolécules sont des enchainements d'unités constitutives (monomères) reliées par des liaisons covalentes, connues sous le nom de polymères. L'ensemble des polymères sont groupés en fonction de leurs propriétés comme les thermoplastiques et les thermodurcissables, classés par leurs propriétés thermiques. ⁷

Un polymère peut contenir une ou plusieurs fonctions chimiques susceptibles de participer à la réaction de polymérisation .Les macromolécules existent sous de multiples conformations, le plus souvent sous forme de pelotes, parfois sous forme de bâtonnets.

- Les polymères naturels sont parmi les premiers composés que les humains ont traités et comment ils ont été adaptés pour répondre à leurs besoins quotidiens.

⁵ F. Rabah, K.Naima « Etude expérimentale de comportement mécanique de PMMA à l'état vierge et après vieillissement par UV » Mémoire de fin d'études 2014.

⁶ Mme K. Fatima, Mme B.Cherifa « Elaboration et caractérisation d'un composite charge naturel d'amidon » Mémoire de master, Biskra.

⁷ B. Bideau « Développement d'un composite polypyrrole-Nanocellulose » Thèse du doctorat Mai 2017, Québec à Trois-Rivières.

- Les polymères industriels sont classés selon le type de réaction qui montre le mécanisme de liaison des molécules de monomères les unes aux autres.⁸

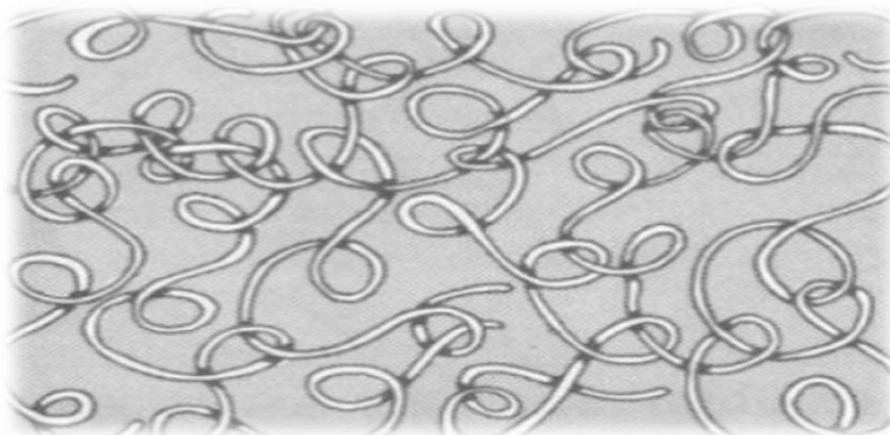


Figure I.2 : Les plastique ou matériaux polymères.⁹

II.3. Macromolécule

Molécule de masse molaire élevée, essentiellement constituée par la répétition en grand nombre d'atome, ou de groupe d'atomes, appelés unité constitutive et qui dérivent de molécule de faible masse molaire.¹⁰

Macromolécule ou polymère apparaît comme un composé constitué par l'enchaînement covalent de motifs simples identiques appelés motifs monomères ou mères. Le nombre de motifs monomères constituant la macromolécule est appelé degré de polymérisation (DP), il peut atteindre plusieurs centaines de milliers, ce qui conduit à des masses moléculaires qui peuvent dépasser 10 millions. Lorsque le degré de polymérisation est

Inférieur à une trentaine, le produit est désigné sous le terme d'oligomère.¹¹

⁸ EUSTACHE R.P., (2008), « Les élastomères thermoplastiques : des matériaux incontournables pour le sport ». Ecole d'été de physique E2PHY, 43p.

⁹ Anonyme gfp(IUPAC) « groupe Français d'études et application des polymères».

¹⁰ Anonyme C.Thomas, G. Céline, D.Jonathan « les polymères » Service de science des polymères du 22 au 28 mars 2010.

¹¹ C.aubineau, R.Audebert, « les polymères organiques » RESSES universitaires de France, Numilog.com.

III- Historique

Aujourd'hui les matériaux polymères se trouvent dans tous les domaines, ou ils se substituent aux matériaux usuels des céramistes et des métallurgistes. ¹²

Les polymères sont nés de la recherche scientifique intensive du XXe siècle. ¹³

Le terme polymère est utilisé pour la première fois en 1832 par *John Jakob Berzelius*. En 1835, le français *Henri Victor Regnault* prépare du chlorure de vinyle à partir du dichlore et d'éthylène. Il observe que ce produit en ampoule scellée, se transforme progressivement en une poudre blanche, non cristalline, qu'il m'identifie pas encore comme étant du P.V.C. ¹⁴

La vulcanisation du caoutchouc en 1844 par *Good Year* et la production de nitrocellulose pour remplacer la soie en sont les deux grands exemples. Le premier polymère synthétique reconnu, le polystyrène en 1866. ¹⁴

En 1870 *les frères Hayat* inventent le celluloïd, matière plastique issue d'un mélange à chaud de nitrocellulose et de camphre, plastifiant de la nitrocellulose. ¹³

Une étape importante est franchie avec la production industrielle de polymère synthétique, comme la bakélite en 1907.



¹² JACQUE Nkongo, « Les polymères dans l'industrie », Université de Douala-Cameroun 2005.

¹³ H.Mark, «The Early Days of Polymer science», Journal of chemical Education, 50,757-759, 1973.

¹⁴ Anonyme C.Thomas, G. Céline, D.Jonathan « les polymères » Service de science des polymères du 22 au 28 mars 2010.

Figure I.3: Le Bakélite. ¹⁵

A ce moment on ne sait toujours pas ce que sont les polymères.

A cette époque, ces matières étaient essentiellement connues pour leurs intérêts en électrotechnique. Un développement remarquable, surtout pour les thermoplastiques, a été observé à partir de 1926 avec les travaux du chimiste *allemand Hermann Staudinger* (prix Nobel 1953) figure I.6 Celui-ci mit en évidence, lors de ses investigations, que les matières plastiques sont effectivement formées de longues chaînes moléculaires, appelées macromolécules. ¹⁶⁻¹⁷

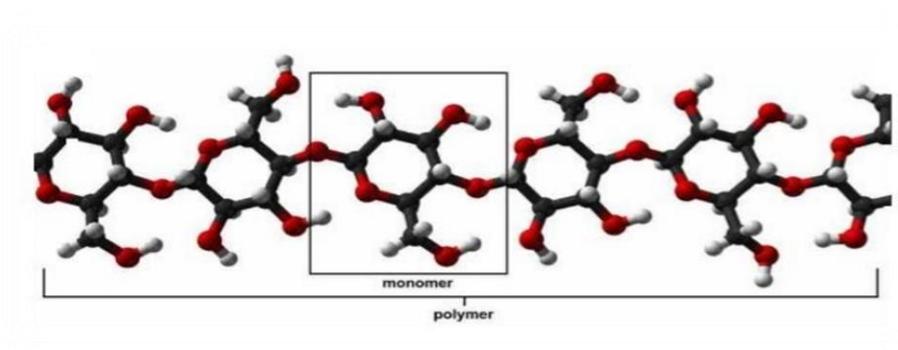


Figure I.4 : Une macromolécule. ¹⁸

En 1931 le P.V.C et le polystyrène (P.S) ; en 1935 *Wallace Hume CAROTHERS* un chimiste américaine synthétise le polyéthylène (P.E) et le Nylon ; la première fibre synthétique de l'histoire. ¹³

L'essor des polymères commence essentiellement entre les deux guerres mondiales.

¹⁶ D.Hosler, S.L.Burkett, and M.J.Tarkanian, « Prehistoric polymers : rubber processing in ancient Mesoamerica ». *SCIENCE* 284, 1988-1991 ; 1999.

¹⁷ P. Laslo, « PLASTIQUES », sur Encyclopædia Universalis 2016.

Vers le milieu des années 1960, le pvc commence à remplacer le verre dans les emballages alimentaires. C'est également à cette époque que la pétrochimie prend la relève de la carbochimie dans la production des polymères.

IV- Généralité sur les polymères

Les polymères ont de nombreuses utilisations importantes dans tous les domaines, et c'est ce que montre la figure I.9. Ce sont des macromolécules obtenues par la répétition d'une unité constitutive, encore appelées unités de répétition, comportant un groupe d'atomes liés par des liaisons covalentes.¹⁹

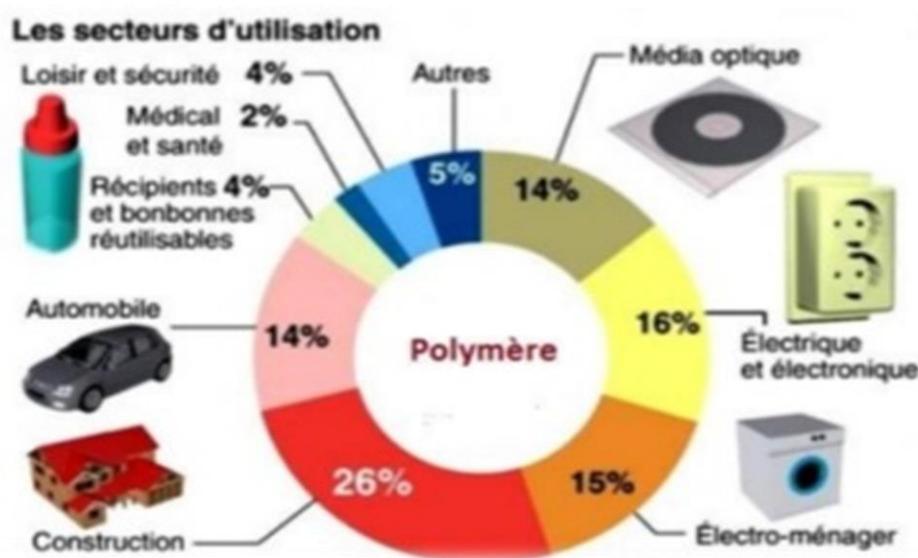


Figure I.5: Domaine d'application dans le monde.²⁰

Durant les vingt dernières années, il y a une augmentation continue de la production des produits d'emballage en plastique. Les polyoléfinés (PE, PP, etc..) constituent la famille de polymères la plus employée. Ils sont des matériaux synthétiques qui peuvent être facilement produits pour donner des produits finis avec différentes propriétés. Ils sont généralement utilisés dans plusieurs domaines industriels et domestiques tels que l'emballage alimentaire,

¹⁹ M.Carrage, « Matériaux industriels, Matériaux polymères », Dunod, Paris, 2000.

²⁰ An analysis of European plastic production, demand and waste data « plastics » the Facts 2014/2015.

sacs de poubelle, films de serre agricole, conduites d'adduction d'eau, isolation des câbles électriques, etc. ²¹

Nomenclature des polymères

Il existe différents types de nomenclatures pour les polymères en usage aujourd'hui, certaines familières à l'échelle commerciale et d'autre en science pure. Nous partirons des différentes méthodes ci-dessous pour nommer les polymères.

Nomenclature basée sur les sources

Nommer les polymères selon leur sources est l'une des méthodes de dénomination les plus simples et les plus largement utilisées, en particulier pour nommer les polymères préparés à partir d'un monomère. Dans cette méthode, les agrégats terminaux dans la molécule polymère sont négligés. Ce type de désignation n'indique pas la nature des particules polymériques en réticulation ou de ramification. Les polymères sont nommés selon cette méthode en ajoutant une syllabe (poly) avant le nom scientifique du monomère à partir duquel le polymère est composé. Les polymères préparés à partir d'éthylène, propylène, styrène, butadiène, sont appelés polyéthylène, polypropylène, polystyrène, polybutadiène successivement.

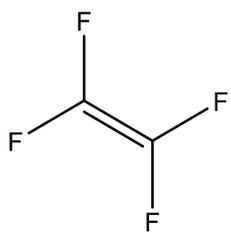
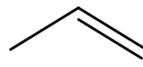
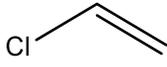
Notant que le nom du monomère est placé entre parenthèses s'il s'agit d'un nom composé (composé de plus d'une syllabe) ou d'un complexe afin d'éviter toute confusion pouvant survenir lors de la dénomination de certains polymères. ²²

²¹ CHUNG T.C., (2002), « Synthèses of functional polyolefin copolymers with graft and block Structures », Prog. Polym. Sci : Vol 27, 39-85pp.

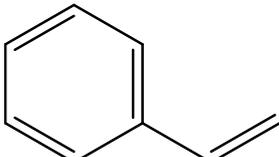
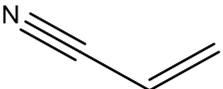
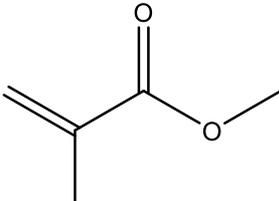
²² صناعة كيميائية – البوليمرات – 3 - 2005

IV.1.Exemple sur les polymères

Tableau I.1 : répertoire des principaux polymères et leurs domaines d'applications. ²³

Monomère	Polymère	Utilisation
Ethylène 	Polyéthylène [P.E] $-\text{[CH}_2\text{-CH}_2\text{]}_n\text{-}$	(Feuilles et films, sachets, articles de ménage, Jouets,...)
Tetrafluoroéthylène  Tetrafluoroethylene	Polytétrafluoroéthylène [PTFE] $-\text{[CF}_2\text{-CF}_2\text{]}_n\text{-}$	(revêtements thermorésistants, joints autolubrifiants, isolement électrique, tuyaux, ustensiles de cuisine et de laboratoire)
Propylène 	Polypropylène (P.P) $-\text{[CH}_2\text{-CH(CH}_3\text{)]}_n\text{-}$	(fibres pour tapis, emballage, jouets, articles de ménages, articles moulés pour voitures)
Chlorure de vinyle 	Polychlorure de vinyle [PVC] $-\text{[CH}_2\text{-HCl]}_n\text{-}$	(tuyaux de plastique, sanitaire, carrelages, disques, revêtements)

²³ MARREF Mohamed « Module de chimie des polymères : Synthèse, Analyses et Applications », Mohamed Boudiaf d'Oran (U.S.T.O).

<p>Styrène</p> 	<p>Polystyrène [P.S] -$[\text{CH}_2\text{-CH}(\text{Ar})]_n$-</p>	<p>(emballage, isolation, jouets, ameublement, mousses, lentilles)</p>
<p>Acrylonitrile</p> 	<p>Polyacrylonitrile [P.A.N] -$[\text{CH}_2\text{-CH}(\text{CN})]_n$-</p>	<p>(fibres textiles)</p>
<p>Méthacrylate de méthyle</p> 	<p>Poly méthacrylate de méthyle [[P.M.M.A] -$[\text{CH}_2\text{-C}(\text{COO-CH}_3)\text{CH}_3]_n$-</p>	<p>(objets transparents, vitres)</p>

VI.2. TYPE DES POLYMERES

- Selon leurs structures, on distingue quatre types de polymères.

VI.2.1-SELON L'ARCGITECTURE

Polymère linéaire :

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elle par liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaire sont des liaisons ou pont hydrogène ou des liaisons de Van der Wall. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide. ²⁴

²⁴ M.Dhya, M. Siham « Migration et biodégradation des additifs du polychlorure de vinyle (PVC) » mémoire de fin d'étude, 2020/2021, Tizi-Ouzou.

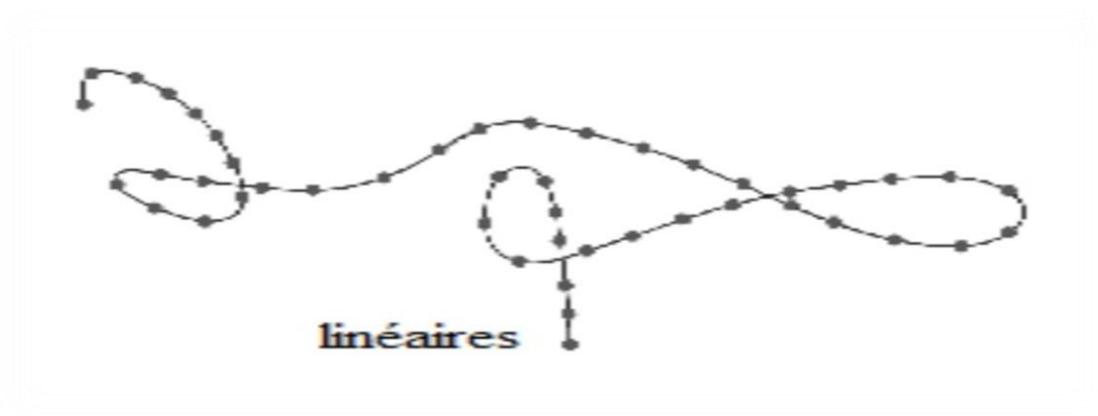


Figure I.6: polymère linéaire. ²⁵

Polymère ramifié :

Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au-dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires, représenté de la façon. ²³



Figure I.7 : Polymère ramifié. ²⁵

²⁵ Dr. IHAMOUCHE Chadia, POLYCOPIE de cours « chimie des polymères et les bio polymères », 2018/2019 a.Mira-Bejaia.

Polymère réticulé :

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau.²⁶

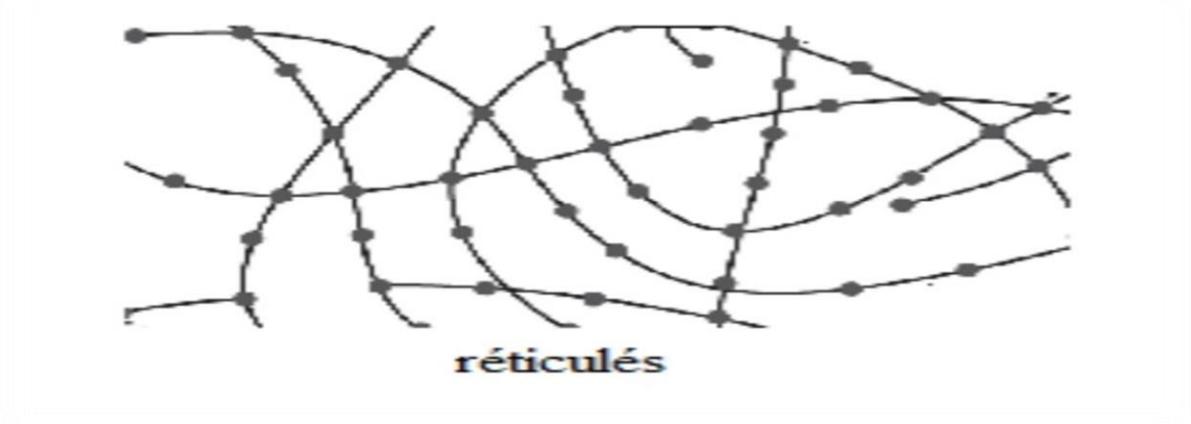


Figure I.8 : Polymère réticulé.²⁵

VI.2.2-SELON LA NATURE CHIMIQUE

Polymère inorganique : obtenu à partir des autres monomères principalement des dérivés du silicium, de l'aluminium, ...²⁷. En fonction des polymères inorganiques dans lesquels le carbone constitue l'épine dorsale de ces composés, à côté d'autres atomes tels que l'oxygène ou l'azote, les polymères inorganiques sont composés de à partir d'éléments d'atomes non carbonés tels que le silicium ou le phosphore.²⁸

²⁶ L.Herous, « Etude des mécanismes d'écoulement de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin » thèse de Doctorat, 2006. Université Badji Mokhtar Annaba, 2006.

²⁷ Christophe chassanieux, H.Lefebvre, S.Pascual, « l'indispensable en polymères » ©Bréal, 2008.

²⁸ مقدمة في كيمياء البوليمرات (د. ماجد التكروري) قسم الكيمياء . جامعة الخليل.

Polymère organique : obtenu à partir de monomères carbonés²⁷. Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone, il donne naissance alors à des polymères organiques.²⁹

Polymère mixte : dotés d'une bonne résistance thermique.²⁷

VI.2.3-SELON LEUR COMPORTEMENT THERMIQUE

- On peut classer les polymères en trois types, en fonction de leur réaction à la chaleur :

Polymères thermoplastiques :

Un thermoplastique est un polymère qui peut être ramolli et fondu par l'application de chaleur, et peut être traité soit à l'état ramolli par thermoformage à la chaleur soit à l'état liquide par injection.

Les thermoplastiques sont synthétisés à partir de plantes en grandes quantités et transformés par traitement chimique. Ces polymères peuvent être utilisés dans de nombreuses applications possibles à des fins services publics légers. Les polymères thermoplastiques sont des plastiques techniques qui jouent un rôle important dans les industries des polymères peuvent être cristallins ou amorphe. La cristallinité est une caractéristique importante des polymères thermoplastiques et peut être obtenue en contrôlant différentes propriétés des polymères.³⁰ Dérivés des polymères linéaire ou légèrement ramifiés se ramollissent lorsqu'on les chauffe au-dessus d'une certaine température, mais qui redeviennent solide en dessous. Cette matière conserve de façon réversible sa thermo plasticité initiale.³¹

²⁹ Anonyme, Technique de l'ingénieur <https://www.techniques-ingenieur.fr/glossaire/polymer-organique>.

³⁰ Anonyme, tout l'univers en aquariophilie d'AquaPortail « ©2006-2023 », <https://www.aquaportail.com> , (12/02/2023).

³¹ F.Rabah, K.Naima, « Etude expérimental de comportement mécanique de PMMA à l'état vierge et après vieillissement par U.V », MEMOIRE De fin d'études, 2014.

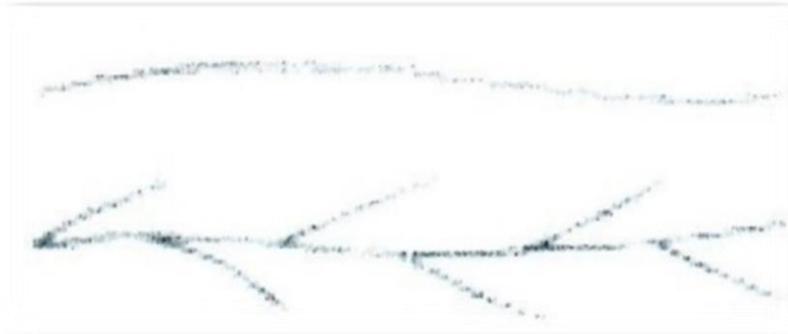


Figure I.9 : Polymère thermoplastique. ³²

Polymère thermodurcissable :

Les résines thermodurcissables (liquides ou poudres partiellement polymérisées) sont durcies par une réaction chimique catalytique qui réticule les polymères pour former une liaison chimique irréversible. ³⁰ Les résines thermodurcissables sont des matières plastiques qui, au cours de leur mise en œuvre, subissent une transformation irréversible : d'un état généralement liquide ou pâteux, elles passent, par un traitement approprié (action de chaleur, ou d'un agent chimique durcisseur) à un état solide permanent. Ce traitement s'appelle polymérisation ou réticulation. ³³

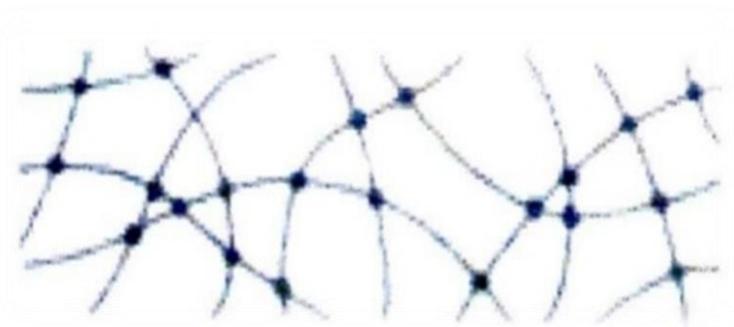


Figure I.10 : Polymère thermodurcissable. ³²

³² R.Ferhoom, B.Amirat, « Etude expérimentale du comportement mécanique de PMMA à l'état vierge et après vieillissement thermique et dégradation U.V », 2016/2017, Tizi-Ouzou.

³³ F.Rabah, K.Naima, « Etude expérimental de comportement mécanique de PMMA à l'état vierge et après vieillissement par U.V », MEMOIRE De fin d'études, 2014.

Elastomère :

Les élastomères sont des matériaux aux propriétés bien particulières. Ce sont des polymères de haute masse moléculaire et à chaînes linéaires. Le déplacement de leurs chaînes, les unes par rapport aux autres, n'étant limité que par une légère réticulation due aux enchevêtrements, on peut obtenir de grandes déformations élastiques totalement réversibles. Lorsque la contrainte est nulle, ces matériaux sont amorphes. Leurs chaînes tendant toutefois à s'aligner au cours de la déformation, il se produit une augmentation de la rigidité, ou durcissement structural. Pour obtenir un tel comportement, il faut utiliser ces matériaux à une température supérieure à leur température de transition vitreuse.³⁴

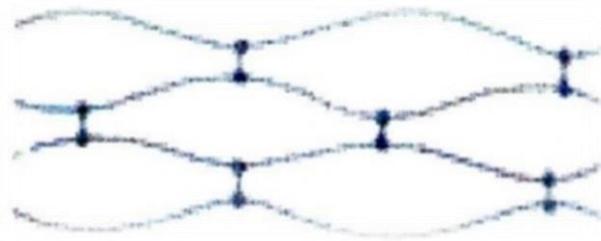


Figure I.11: Elastomère.³²

VI.2.4-SELON LE NOMBRE DE MONOMERE

- On distingue deux grandes catégories de polymères, selon qu'ils sont issus d'un ou plusieurs monomères

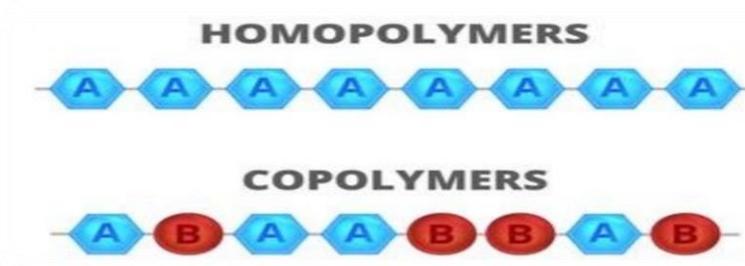


Figure I.12 : formation d'un polymère à partir d'un monomère.³⁵

³⁴ N.Zeghib, « Etude expérimental du comportement mécanique des polymères », Badji Mokhtar Annaba, 2021.

³⁵ M. Mohammed chérif Tahar, « Synthèse et caractérisation d'un nano composite polyaniline inorganique et leur application à l'élimination d'un polluant » Mascara, 2022.

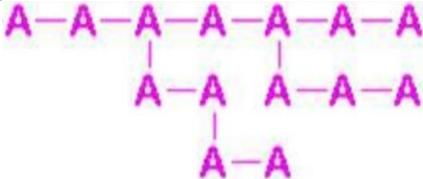
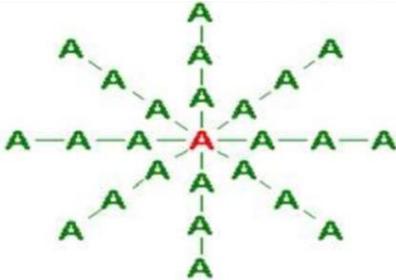
❖ **Homopolymères :**

Les motifs élémentaires sont tous identiques.²⁵ Est une chaîne comporte un seul homopolymère sont des polymères qui ne possède qu'un seul Monomère On citera par exemple : le polyéthylène, PVC.

➤ **Type d'homopolymères**

➤ Les différents types d'homopolymères sont représentés dans le Tableau

Tableau I.2 : types d'homopolymères.³⁶

Types	Formes
Les homopolymères linéaires	
Les homopolymères branchés	
Les homopolymères étoilés	

❖ **Copolymère :**

Les motifs élémentaires sont de natures différentes.²⁵ Un copolymère est un polymère issu de la copolymérisation d'au moins deux types de monomères, chimiquement

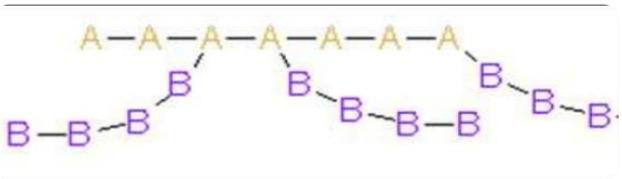
³⁶ William D.Callister, Jr. science et génie des matériaux, John Wiley et Sons, Inc. (2006).

différents, appelés comonomères. Il est donc formé d'au moins deux motifs de répétition, le terme copolymère s'oppose à homopolymère.³⁷ Exemple le copolyéthylène-styrène.

➤ **Type de copolymères**

➤ A et B seront deux unités différentes du copolymère. Les modes sont résumés en ce tableau :

Tableau I.3 : modes de copolymères.³⁶

Mode	Forme
Le mode statistique	A-A-B-A-B-B-B-A-A-B
Le mode alterné	A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A
Le mode séquencé	A-A-A-A-A-B-B-B-B-B
Le mode greffé	

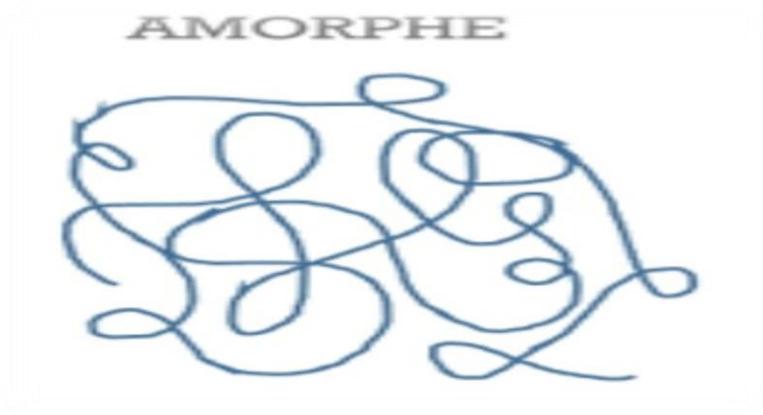
VI.2.5-SELON L'ORDRE NUCLUAIRE

Les polymères sont souvent décrits comme étant cristallins ou amorphe alors qu'il est plus exact de décrire les plastiques par leur degré de cristallinité. Aucun polymère n'est à 100% cristallin car autrement il ne pourrait se dissoudre à cause de sa structure très organisée. Cependant, plusieurs polymères sont considérés comme des matériaux semi-cristallins avec un maximum de 80% de cristallinité.

³⁷ Anonyme, Techno-Science.net.

❖ Polymères amorphes

Amorphe signifie non cristallin ou sans structure de longue portée. Cette définition correspond aussi bien à la structure des polymères à l'état fondu (ou liquide), qu'à celle des polymères à l'état vitreux, qui peuvent être considérés comme des liquides figés. En l'absence de variations spatiales de l'indice de réfraction et de fortes absorptions de la lumière visible, on s'attend donc à ce que les polymères liquides ou vitreux soient transparents et incolores, conformément à l'expérience. Néanmoins, ces critères, qui sont déterminants pour de nombreuses applications, sont loin d'être remplis par tous les matériaux amorphes, qu'ils soient liquides (le mercure) ou vitreux (le charbon). De surcroît, la transparence n'implique pas forcément une structure amorphe (considérez un monocristal isolant, une pierre précieuse). En fait, les preuves expérimentales majeures pour l'absence de structure de longue portée dans les polymères Chapitre I Généralités sur les isolants - 9 - amorphes proviennent de différentes techniques de diffraction et de spectroscopie, même si ces méthodes ne sont pas encore en mesure de fournir des réponses définitives à la question de la structure locale (à l'échelle de quelques unités). On peut citer comme exemple : le poly méthacrylate de méthyle (PMMA), le polystyrène (PS).³⁸



³⁸ M.Mammerie, « Etude de l'influence du vieillissement électrique sur la conduction électrique dans le polystyrène (P.S) et le poly méthacrylate de méthyle (PMMA) », Tizi-Ouzou, mémoire de fin d'étude, 2010.

Figure I.13 : polymère amorphe. ³⁹

❖ Polymères cristallins

Les zones cristallines ou zones à structure ordonnées sont caractérisés par l'arrangement et l'orientation parallèle les unes aux autres des chaînes macromoléculaires et entre elles s'établit un réseau d'interaction transversale qui maintiendra la solidité de la structure. Cet alignement des chaînes moléculaires lui donne les propriétés de permittivité et de résistance mécanique.

Dans la zone cristalline la molécule est attachée à un site où elle vibre constamment, mais reste engagée dans un petit volume de position fixe. Il est impossible d'avoir un ordre sur toute la longueur de la chaîne, les zones cristallines ne sont pas donc étendues. ⁴⁰



Figure I.14 : polymère cristallin. ³⁹

❖ Polymères semi-cristallin

La structure cristalline n'est pas réservée au monde minéral. Elle est largement présente dans les polymères thermoplastiques, mais elle se révèle sous des aspects spécifiques aux polymères à cause de leurs longues molécules : les cristallites et les sphérolites. ¹⁹

³⁹ Anonyme, « polymère expert », Sabine Ashfaq, 24.02.2020, modifier le 15.09.2022.

⁴⁰ G.Torgovnikov, « Dielectric properties of wood-Based Materials », Springer Berlin Heidelberg, p169, 1993.

On peut citer comme exemple : le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP)

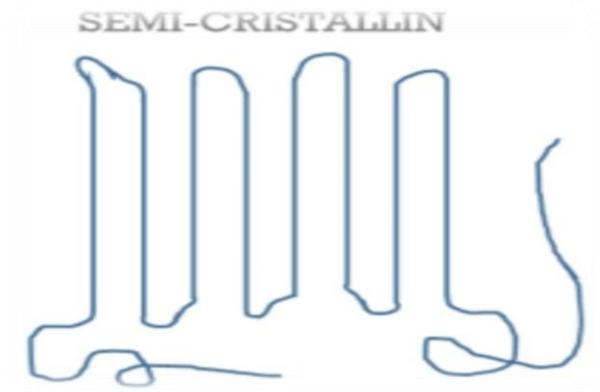


Figure I.15: polymère semi-cristallin. ³⁹

V. Propriétés des matériaux polymères

Les matériaux polymères peuvent être classés en fonction de la matière dont sont classées par certaines influences externes telles que la chaleur, les influences mécaniques, etc.

V.1. Propriétés physiques et chimiques

Ces propriétés comportent de nombreux avantages, dont l'imperméabilité aux liquides et aux gaz, la résistance chimique au solvant, la résistance aux rayons ultraviolets...Ainsi, les polymères sont utilisés dans la fabrication de vêtements imperméables, dans le domaine de l'emballage, dans les conservateurs, dans les flacons de laboratoire, dans la fabrication de câbles, et bien plus encore. ⁴¹

V.2. Propriétés mécaniques

Les polymères réussissent à atteindre leurs objectifs en partie grâce à la facilité avec laquelle ils peuvent être façonnés. Ils sont en plastique, comme leur nom l'indique (plastiques), et leur plasticité va des étuis très durs et cassants aux étuis très mou ou extensibles.

⁴¹ البوليمرات د. جمال الرفاعي. د. فارس السويلم 2011- معهد بحوث البترول وكماويات.

Les propriétés mécaniques des polymères décrivent leur comportement face aux influences mécaniques telles que la compression, la traction, la torsion. Certains polymères sont préférés à d'autres en raison de leur stabilité dimensionnelle, et certains sont préférés en raison de leur flexibilité, ce qui leur confère des capacités d'absorption des chocs élevées, comme c'est le cas avec les matériaux en caoutchouc utilisés dans les pneus et semelles chaussures et matelas et spandex. ⁴¹

V.3. Propriétés thermique

Avez-vous parfois constaté qu'un seau mis en dehors tout le mois d'hiver commence à se casser et par contre en été il commence à se dilater et donc à se déformer, en fait c'est à cause du changement de l'état de matière qui dépend de la température ou il est mis.

Etre conscient du changement de l'état de matière est un facteur essentiel de l'état de matière est un facteur essentiel pour choisir la matière convenable étant donnée que quelques applications nécessitent des matières robustes et rigides et donc des macromolécules figées et serrées (p.ex. des conduites d'alimentation de l'eau) et d'autres nécessitent des matières flexibles et ductiles et donc des macromolécules qui bougent et un grand volume libre (p.ex. pneus de voitures pour pouvoir adhérer avec le châssis), et de même c'est un facteur pour développer les meilleures méthodes de transformation des matériaux en produits utiles et pour prévoir les performances tout au long de la vie des produits. ⁴²

V.4. Propriétés optique

Transparence (étuis de CD, bouteilles d'eau, translucidité, opacité, coloration.) ⁴³

V.5. Les enjeux environnementaux et sanitaires des plastiques

- Nous identifions deux risques principaux concernant les plastiques :

(i) leurs risques chimiques et leur fragmentation en microplastiques.

(ii) leur risque pour le climat. Les risques de l'utilisation d'objets en plastique sur la santé humaine et l'environnement ne sont pas encore clairement identifiés. ⁴⁴

⁴² Anonyme, Oumaima Zizi, « Ingénieur Mécanique plastique », publié le 06.08.2021.

⁴³ Anonyme, Techno-Science.net publié le 20.02.2005 à 00 :02.

VI. Les bienfaits pour l'environnement

Les nouveaux plastiques sont toujours plus respectueux de l'environnement (recyclage et biodégradabilité améliorés), moins dépendant du pétrole (réduction de cout), thermostables (qui résiste à une élévation de la température), plus transparents, de moins en moins fragile (les nouveaux sacs plastiques peuvent donc porter une charge plus lourde), ininflammables et surtout irremplaçable. Les plastiques sont des matériaux souples et facilement transformables comparé à d'autres matériaux tels que le verre. ⁴⁵

VII. Avantage des polymères

La chose la plus importante qui distingue le plastique des autres matériaux naturels est les propriétés multiples d'un matériau plastique, tandis que d'autres matériaux se distinguent par une caractéristique unique par rapport à l'autre, et c'est la raison de la large diffusion des utilisations des produits en plastique. Matériau plastique, ce qui le rend adapté à de nombreuses utilisations différentes, alors que d'autres matériaux, avec leurs caractéristiques uniques, ne peuvent pas convenir à cela. Les polymères se caractérisent également par le fait qu'ils sont bon marché et multicolores (car ils peuvent être colorés de différentes couleurs pour être utilisés dans le domaine de la décoration) et faciles à mouler et à former (fabrication) et ont la propriété d'isolation thermique et froide résistance à l'électricité, à la corrosion et à la rouille, résistance aux rayons ultraviolets, imperméabilité aux liquides et aux gaz, et il est caractérisé par un grand coefficient de dilatation longitudinale, et il peut être utilisé pour stocker une énorme quantité d'informations sur des supports légers et de mesure (DVD, CD, carte mémoire, etc.) et pièce un grand nombre de produits en plastique peuvent être recyclés et recyclés, et ont une composition plus complexe que les métaux et les céramiques. ⁴⁶

VIII. Inconvénients des polymères

Il a une odeur indésirable et provoque une sensibilité du système respiratoire. Il ne tolère pas les températures élevées. Il à une durabilité, une ductilité, un manque de stabilité dans ses dimensions, une exposition à la casse et aux dommages, et sa durée de vie est très

⁴⁴ E.Joltreau, « l'économie des plastiques (Note) », 01Avril 2021.

⁴⁵ بشرى حسني موسى. - كيمياء البوليمرات – (chemistry of polymer)

⁴⁶ Collège le Monteil, 2012. « Les plastiques dans notre vie », Troisième option Dp3, p16.

court. Par conséquent, il se transforme en matériaux jetables et augmente ainsi la quantité de déchets. Les déchets plastiques sont difficiles à décomposer en plus des effets sur l'environnement nocif en cas de combustion des déchets plastiques, qui génèrent des gaz dangereux. ⁴⁶

I. Introduction

Le but de ce travail se repose sur les méthodes de protection de la fonction amine et de polymérisation.

Les différentes étapes de manipulation sont présentées dans ce chapitre.

En premier lieu, nous consacrons à synthétiser l'acétanilide par l'acétylation de l'aniline en utilisant deux méthodes, l'une en milieu aqueux, l'autre en milieu anhydre.

Dans la deuxième étape, nous consacrons à synthétiser N-(4-hydroxyphényl) ethanamide par la protection de 4-aminophénol.

Enfin, nous avons fait la réaction de polymérisation de l'acétanilide et N-(4-hydroxyphényl) ethanamide par formaldéhyde et acétone en utilisant plusieurs catalyseurs différents.

II. Les produits et appareillage

II.1. Appareillage

- balance électrique
- agitateur magnétique chauffant
- rota vapeur

II.2. Verrerie

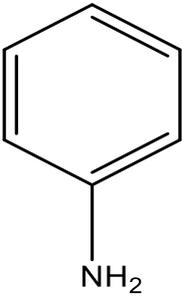
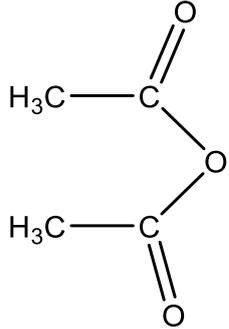
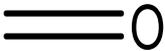
- bécher, tube à essais, entonnoirs, verre de montre, cristalliseur, erlenmeyer, spatule.
- pissette
- barreau magnétique
- réfrigèrent à boules
- ballon Bicol
- thermomètre

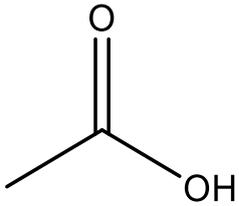
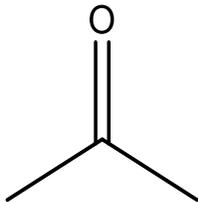
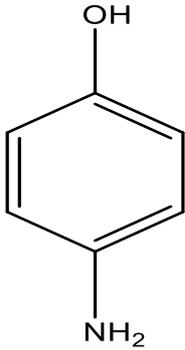
-micropipette

II.3. Produits chimiques

Le tableau ci-dessus présente caractérisations des produits chimiques utilisés durant notre synthèse :

Tableau II.1 : Tableau des produits chimiques utilisés.

Aniline	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule brute : C₆H₇N ▪ Masse molaire : 93,13 g/mole ▪ Masse volumique : 1,02 g/cm³ 	Riedel-de Haen	
Anhydride Acétique	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule brute : C₄H₆O₃ ▪ Masse molaire : 102,08 g/mole ▪ Masse volumique : 1,08 g/cm³ 	Sarl Experlab	
Formaldéhyde	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule brute : CH₂O ▪ Masse molaire : 30,02 g/mole 	Biochem Chemopharma	

	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Masse volumique : 0,815 g/cm³ 		
Acide Acétique Glacial	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule brute : C₂H₄O₂ ▪ Masse molaire : 60,05 g/mole ▪ Masse volumique : 1,048 g/cm³ 	Biochem Chemopharma	
Acétone	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule brute : C₃H₆O ▪ Masse molaire : 58,08 g/mole ▪ Masse volumique : 0,789 g/cm³ 	Biochem Chemopharma	
4-aminophénol	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule brute : C₆H₆O ▪ Masse molaire : 109,13 g/mole ▪ Masse volumique : 1,13 g/cm³ 		

II.4. Les solvants

-Méthanol

-Acétone

-Ethanol

-CCl₄

-Chloroforme

-THF

-Eau distillée

-DMSO

II.5. Les catalyseurs

Le tableau ci-dessous présente les catalyseurs utilisés durant nos réactions :

Tableau II.2 : catalyseurs utilisées.

<p style="text-align: center;">L'Acide chlorhydrique</p> <ul style="list-style-type: none">• Formule brute : HCl• Masse molaire : 36,46 g/mole• Densité : 1,19 g/cm³
<p style="text-align: center;">Ammonium Hydroxyde 25%</p> <ul style="list-style-type: none">• Formule brute : NH₄OH• Masse molaire : 35 ,3 g/mole• Densité : 0,91 g/cm³
<p style="text-align: center;">Renfort (l'argile) Catalyseur hétérogène</p> <div style="text-align: center;"></div>

III. Généralité sur les méthodes d'analyses utilisées

III.1. Spectroscopie Infrarouge

La spectroscopie infrarouge a été réalisée à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier de type Bruker, Model alpha, dans un domaine de nombre d'onde allant de 500 cm^{-1} jusqu'à 3500 cm^{-1} , les échantillons ont été dispersés dans le KBr ensuite conditionnés sous forme de pastilles.

-Principe

La spectroscopie infra-rouge est une méthode d'analyse quantitative qui permet l'identification des groupements présents dans une molécule organique par la bande de vibration ou de rotation des liaisons¹. C'est l'un des outils les plus classiques de l'étude des phénomènes d'adsorption des polymères qui possèdent des fonctions chimiques qui adsorbent fortement dans le domaine infrarouge et participent aux interactions. Cette technique donne des informations concernant les structures et les conformations, particulièrement l'évaluation des fonctions impliquées dans le phénomène d'adsorption en suivant les déplacements en fréquence de vibration de certains groupements fonctionnels du polymère /ou à la surface.

Une molécule peut être représentée par un ensemble d'atomes liés entre eux par des liaisons chimiques. Sous l'action de l'agitation thermique ; les molécules vont être animées de mouvements de translation, de rotation et de vibration en ce qui concerne leurs liaisons chimiques. Ces vibrations se font à différentes fréquences qui dépendent de la nature des liaisons ainsi que de leur environnement.

Le principe de la spectroscopie infrarouge (IR) repose sur l'absorption d'une partie du rayonnement électromagnétique envoyé, par les molécules dans la région de l'infrarouge du spectre électromagnétique et en convertissant cette absorption en vibration moléculaire. Cette absorption correspond spécifiquement aux liaisons présentes dans la molécule. Avec un spectromètre. Cette absorption du rayonnement infrarouge par le matériau de l'échantillon est mesurée en fonction de la longueur d'onde (sous la forme de nombres d'onde, typiquement de 4000 à 600 cm^{-1}).

¹ . Toumi, synthèse et caractérisation des nanocomposites conducteurs à base d'isomères de l'acide aminobenzenesulfonique et l'aniline avec différents matériaux, thèse de doctorat, université de Mascara (2015).

Le résultat est un spectre qui donne une " empreinte chimique " distinctive qui peut être utilisée pour visualiser et identifier des échantillons organiques et inorganiques.

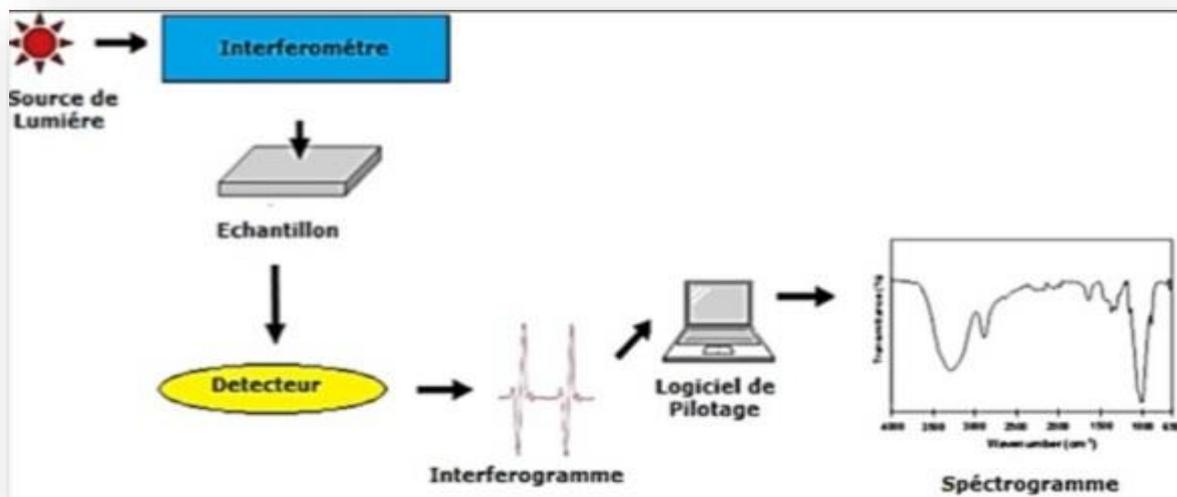


Figure II.1 : schéma d'un spectromètre infra-rouge à transformée de Fourier. ²

III.2. Spectroscopie RMN

La spectroscopie de résonance magnétique nucléaire (RMN) est une technique analytique utilisée pour déterminer la structure moléculaire et la composition chimique d'un échantillon. Elle consiste à analyser l'interaction de noyaux en rotation dans un fort champ magnétique. En spectroscopie RMN, un champ magnétique externe stationnaire amène certains noyaux d'une molécule à absorber des radiofréquences sélectives. L'énergie absorbée induit une transition dans les spins nucléaires, qui est observée sur le spectre RMN. ³

-Principe

Les noyaux atomiques dotés d'un nombre impair de protons, de neutrons ou des deux, auront un spin nucléaire intrinsèque. Lorsqu'un noyau atomique avec un spin non nul est placé dans un champ magnétique, le spin nucléaire peut s'aligner soit dans la même direction soit dans la direction opposée au champ. Ces deux types d'alignement de spin nucléaire sont caractérisés

² M. Dalibart, L.Servant, Spectroscopie d'infrarouge, technique de l'infrarouge « Analyse et caractérisation », (2000).

per des énergies différents, et l'application d'un champ magnétique facilite la levée de dégénérescence des spins nucléaires. Un noyau atomique dont le spin est aligné avec le champ aura une moindre énergie que lorsque son spin est aligné dans la direction opposée du champ.

III.3. Banc kofler

Le banc kofler ou table chauffante de kofler, est un appareil de mesure permettant d'estimer la température de fusion d'une matière. Il s'agit d'une plaque chauffante présentant un gradient de température, sur laquelle on déplace un échantillon, la température de fusion doit être lue à l'endroit précis de la surface en visualisant la zone où ils fondent.



Figure II.2 : Banc kofler.

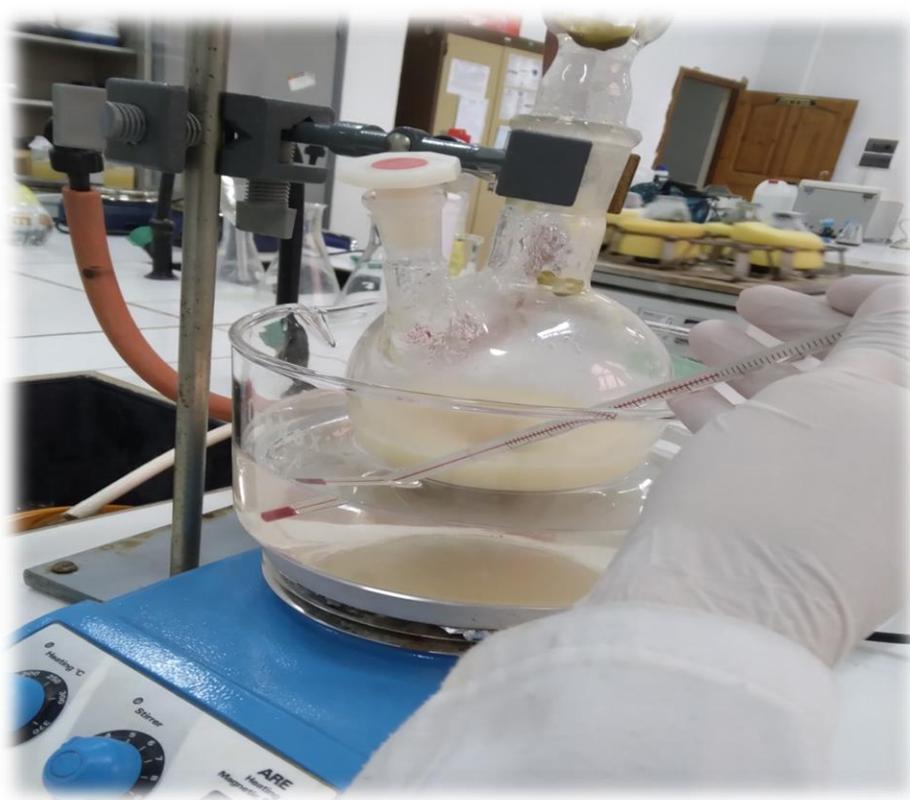
IV. SYNTHÈSE EFFECTUÉES

IV.1. Synthèse de l'acétanilide (protection de la fonction amine)

IV.1.1. *En milieu aqueux*

➤ **Mode opératoire**

- Dans une réaction de 100cm équipée des accessoires habituels et d'un agitateur ajouté 8ml d'aniline et 10ml d'anhydride acétique.
- Ajouter 20ml d'eau, en agitant à une trentaine de minutes.
- Ajouter 100ml d'eau, chauffer doucement au reflux à température 60°C. Jusqu'à la formation de cristaux.
- Refroidir le mélange réactionnel à la température ambiante, filtrer sur filtre plissé.
- Recristalliser en dissolvant le produit obtenu dans le minimum d'eau en ébullition, refroidir lentement à la température ambiante, puis dans un bain de glace et filtrer sur Büchner, laver à l'eau glacé et sécher.



FigureII.3 : Montage à reflux en milieux aqueux.

- ✓ Le produit obtenu est (N-phenyléthanamide) sous forme des cristaux blancs et brillants de masse $m = 7.26 \text{ g}$ et rendement $R = 88.97 \%$



Figure II.4 : l'acétanilide en milieu aqueux.

✓ **Test de solubilité**

Le tableau ci-dessous présente test de la solubilité du l'acétanilide en milieu aqueux :

Tableau II.3 : Test de solubilité du l'acétanilide en milieu aqueux.

Solvant	Méthanol	Ethanol	Acétone	CHCl ₃	CCL ₄	Eau chaud	Eau froid
Résultat	Soluble	Soluble	Soluble	Soluble	insoluble	Soluble	insoluble

IV.1.2. En milieu anhydre

➤ **Mode opératoire**

- Dans un réacteur de 100cm équipée des accessoires habituels et d'un agitateur dissoudre 10.2g d'aniline dans 21g d'acide acétique glacial.
- ajouter 0.1g de poudre de zinc et quelques grains de pierre ponce.
- couler lentement en agitant ; 16.2g anhydride acétique.

- chauffer doucement au reflux à une trentaine de minutes.
- refroidir le mélange réactionnel à la température ambiante, filtrer sur filtre plissé.
- couler lentement dans 100cm d'eau glacée. Refroidir dans un bain de glace en agitant vigoureusement pendant plusieurs minutes. Laisser reposer.
- filtrer l'acétanilide sous vide. Laver avec un peu d'eau froide et essorer.

Recristalliser en dissolvant le produit obtenu dans le minimum d'eau en ébullition, ajouter enfin de dissolution une faible quantité é de méthanol, refroidir lentement à la température ambiante, puis dans un bain de glace et filtrer sur Büchner, laver à l'eau glacé et sécher. Calculer le rendement, déterminer le point de fusion.

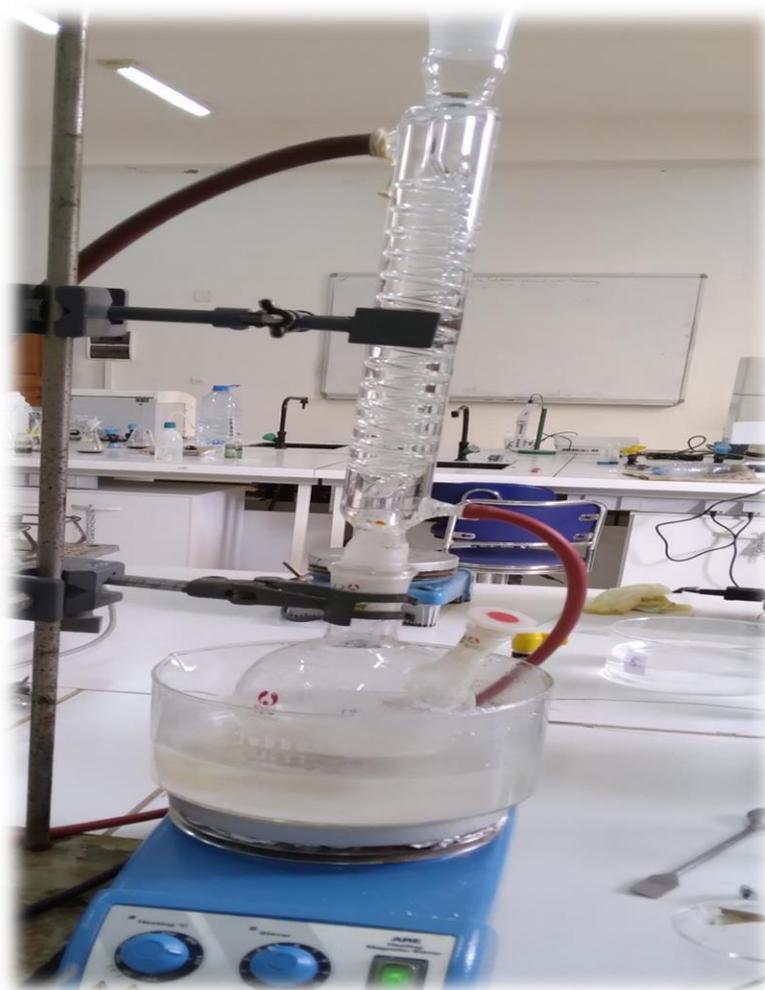


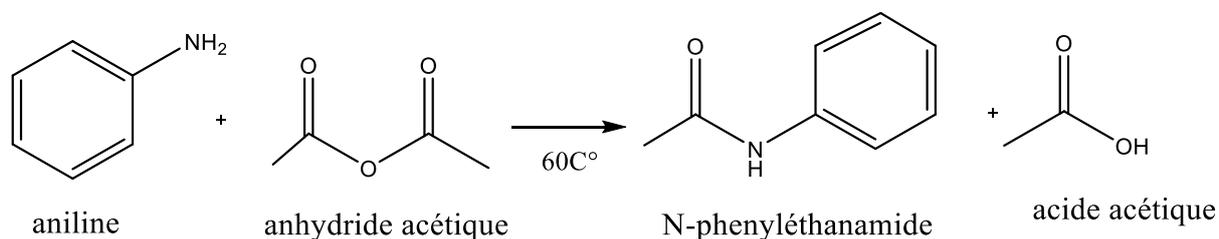
Figure II.5 : Montage à reflux en milieu anhydre.

✓ Le produit obtenu est de masse $m = 5.25\text{g}$ avec le rendement $R = 51.47\%$



Figure II.6 : l'acétanilide en milieu anhydre.

➤ **Schéma réactionnel**



✓ **Test de solubilité**

Le tableau ci-dessous présente test de la solubilité du l'acétanilide en milieu anhydre :

Tableau II.4 : Test de la solubilité de l'acétanilide en milieu anhydre.

Solvants	Méthanol	Ethanol	Acétone	CHCL3	CCL4	Eau chaude	Eau froide
Résultat	Soluble	Soluble	Soluble	Soluble	Insoluble	Insoluble	Soluble

IV.2. Synthèse de N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide (protection de la fonction amine)

➤ Mode opératoire

-Dans un réacteur de 100 cm équipée des accessoires habituels et d'un agitateur ajouter 10,2 g de 4-aminophénol dans 21 g d'acide acétique glacial.

-Ajouter 0,1 de poudre de zinc et quelques grains de pierre ponce.

-Couler lentement en agitant ; 16,2g anhydride acétique.

-Chauffer doucement au reflux à une trentaine de minutes.

-Refroidir le mélange réactionnel à la température ambiante, filtrer sur filtre plissé.

-Couler lentement dans 100 cm d'eau glacée. Refroidir dans un bain de glace en agitant vigoureusement pendant plusieurs minutes. Laisser reposer.

-Filtrer l'acétanilide sous vide. Laver avec un peu d'eau froide et essorer.

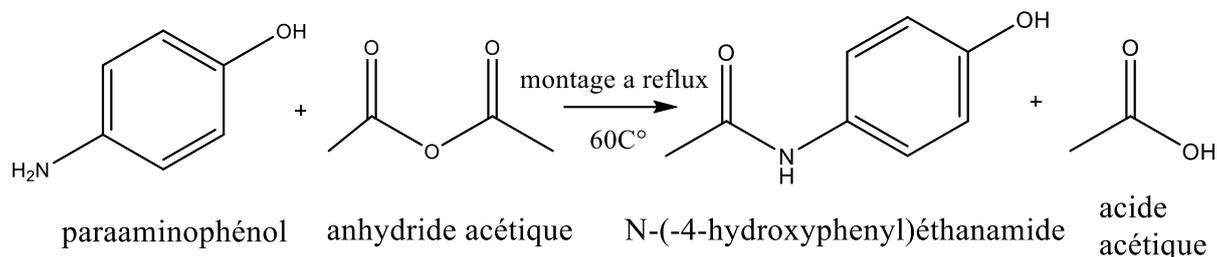
-Recristalliser en dissolvant le produit obtenu dans le minimum d'eau en ébullition, ajouter enfin de dissolution une faible quantité de méthode, refroidir lentement à la température ambiante, puis dans un bain de glace et filtrer sur Büchner, laver à l'eau glacé et Sécher.

- ✓ Le produit obtenu est une poudre blanche cristallisés de masse $m=2,55\text{g}$ et rendement $R=25,96\%$, la température de fusion est $169\text{ }^{\circ}\text{C}$



Figure II.7 : N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide.

➤ **Schéma de réactionnel**



✓ **Test de solubilité**

Le tableau ci-dessous présente test de la solubilité du N-(4-hydroxyphényl) éthanamide :

Tableau II.5 : Test de la solubilité du N-(4-hydroxyphényl) éthanamide.

Solvants	Méthanol	Ethanol	Acétone	CHCl ₃	CCL ₄	Eau Chaud	Eau froid
Solubilité	Soluble	Soluble	Soluble	Peu soluble	Non	soluble	Non

IV.3. Préparation du renfort

➤ **Purification**

(30g) de Maghnite brute est broyée pendant 20 minutes en utilisant un broyeur à boules en céramique Prolabo, elle est ensuite dispersée dans 250 ml d'eau distillée et laisser sous agitation magnétique pendant 24 h, suivi d'une centrifugation puis séchage. L'argile purifiée est stockée dans des bouteilles en verre bien fermées pour une utilisation ultérieure.

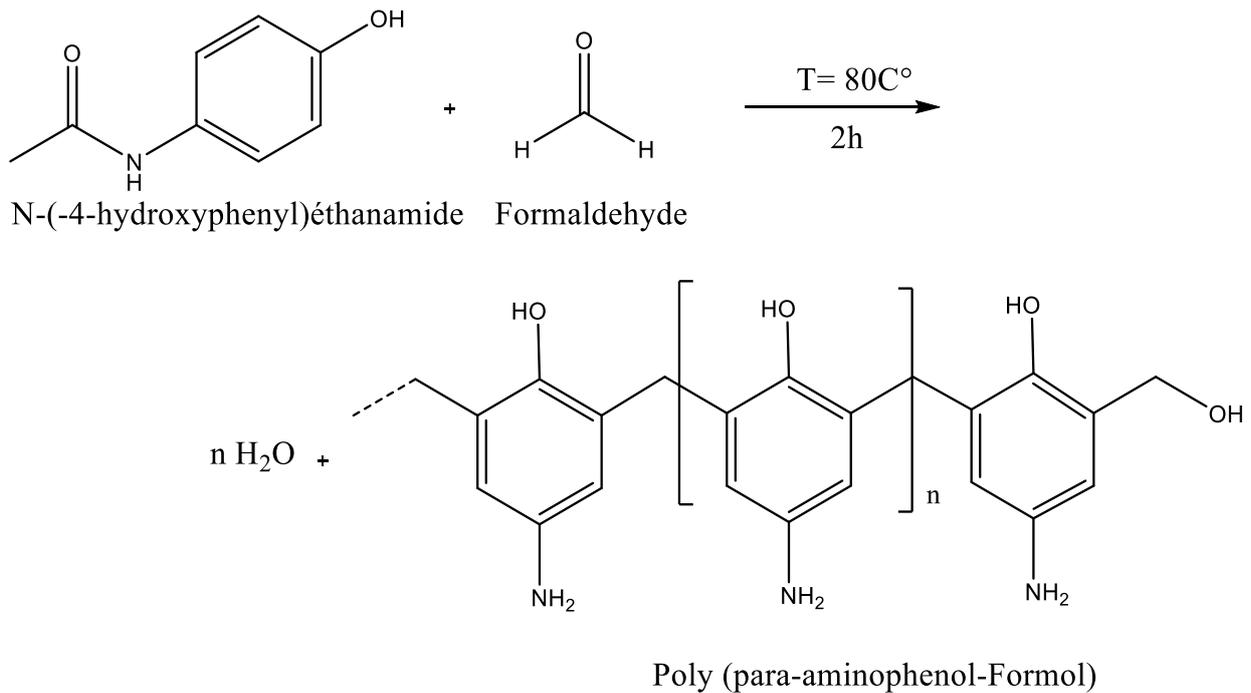
V. Réaction de polymérisation

V.1. Polymérisation de N-phenyléthanamide par formaldéhyde

Dans cinq flacons propres et secs, nous mettons chacun masse de N-phenyléthanamide et en séquence les masses de formaldéhyde et trois gouttes de catalyseur, nous les mélangeons et

les réchauffons à l'aide d'un agitateur magnétique avec chauffage (maintien à température 25, 50, 80°C) pendant un temps bien défini (2heures).

➤ **Schéma réactionnel**



V.1.1. Influence du rapport molaire sur le rendement (Sans catalyseur)

➤ **Température 25°C**

Aucune résultat

➤ **Température 50°C**

Aucune résultat

➤ **Température 80 °C**

Aucune résultat

V.1.2. Influence du rapport molaire sur le rendement (Avec catalyseur basique NH_4OH)

➤ Température 25°C

Aucun résultat

➤ Température 50°C

Le tableau ci-dessous présente l'évolution de la réaction de polymérisation en fonction du rapport molaire à température 50°C :

Tableau II.6 : évolution de la réaction de polymérisation en fonction des rapports molaires à température 50°C.

R_p	0,1	0,42	1	1,5	2,33
m_i	0,04	0,061	0,082	0,093	0,103
m_f	0,13	0,42	0,44	1,34	1,30
Rendement	30,76 %	14,52 %	18,63 %	6,94 %	7,92 %

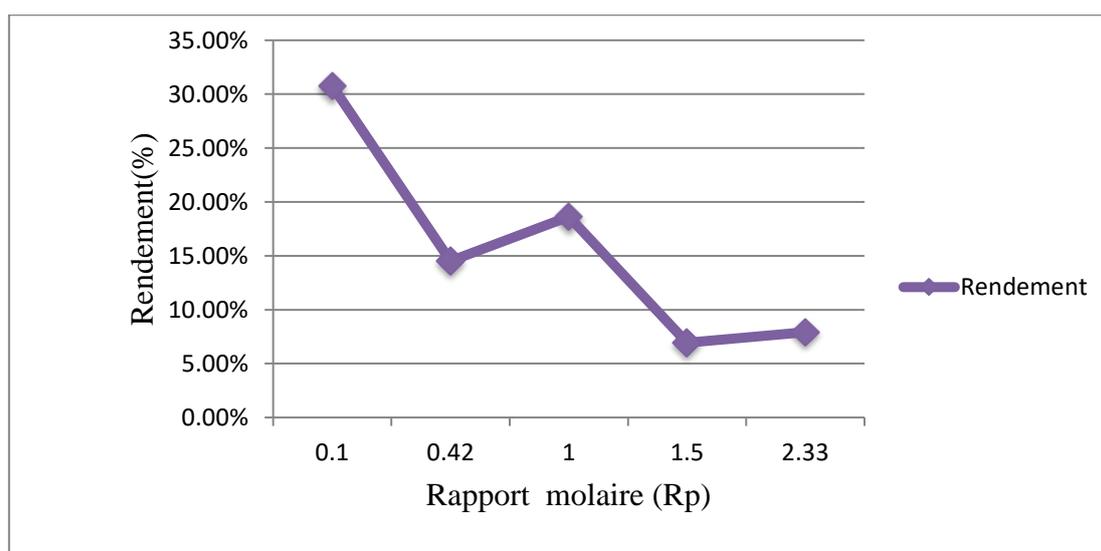


Figure II.8 : L'évolution du rendement(%) en fonction de rapport molaire Rp.

✓ **Test de solubilité**

Le tableau ci-dessous représente test de solubilité du P₁ [poly (aniline-formol)] {NH₄OH - 50 °C} :

Tableau II.7 : Test de solubilité de p₁.

Solvants	Méthanol	Ethanol	CHCl ₃	Acétone	CCL ₄	Eau
Résultat	Soluble	Non	Soluble	Soluble	Non	Non

➤ **Température 80°C**

Le tableau ci-dessous présente l'évolution de la réaction de polymérisation en fonction du rapport molaire à température 80°C :

Tableau II.8 : évolution de la réaction de polymérisation en fonction des rapports molaires à température 80°C.

R_p	0,1	0,42	1	1,5	2,33
m_i	0,04	0,061	0,082	0,093	0,103
m_f	1,19	1,43	0,49	0,81	1,37
Rendement	3,36%	4,26%	16,73%	11,48%	7,51%

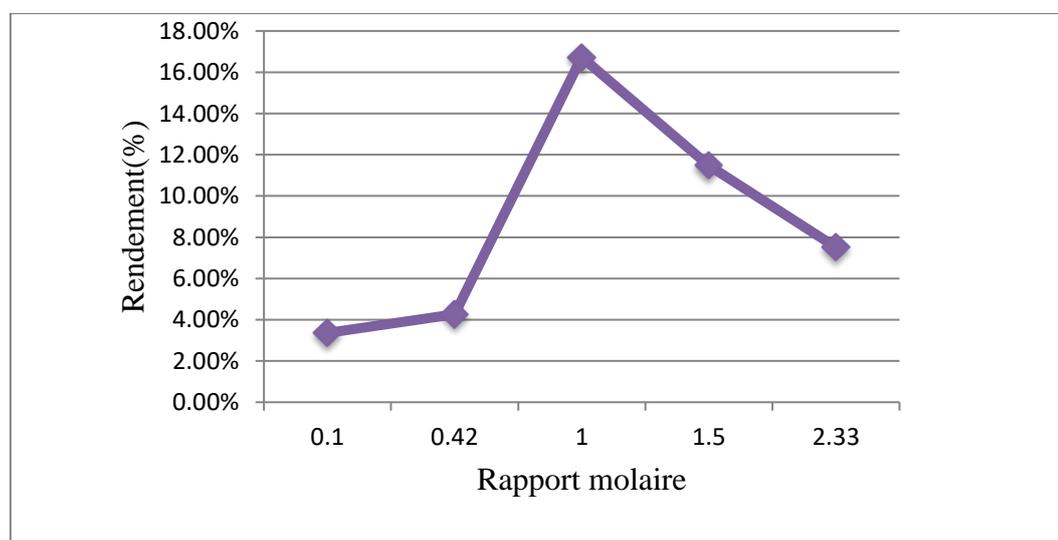


Figure II.9 : L'évolution du rendement(%) en fonction de rapport molaire.

✓ **Test de solubilité**

Le tableau ci-dessous représente test de la solubilité du polymère obtenu P₂ [poly (aniline-formol) {NH₄OH -80 °C} :

Tableau II.9 : teste de solubilité P₂.

Solvants	Méthanol	Ethanol	CHCL ₃	CCL ₄	Acétone	Eau chaud	Eau froid
résultat	Soluble	Soluble	Soluble	Non	soluble	Non	soluble

V.1.3. Influence du rapport molaire sur le rendement (Avec catalyseur Acide HCl)

➤ **Température 25°C**

Aucune résultat

➤ **Température 50°C**

Aucune résultat

➤ **Température 80°C**

Le tableau ci-dessous présente l'évolution de la réaction de polymérisation en fonction du rapport molaire à température 80°C :

Tableau II.10 : évolution de la réaction de polymérisation en fonction des rapports molaires à température 80°C.

R_p	0,1	0,42	1	1,5	2,33
m_i	0,04	0,061	0,082	0,093	0,103

m_f	0,52	1,62	1,34	0,23	1,3
Rendement	8%	3,76%	6,11%	40,43%	8,58%

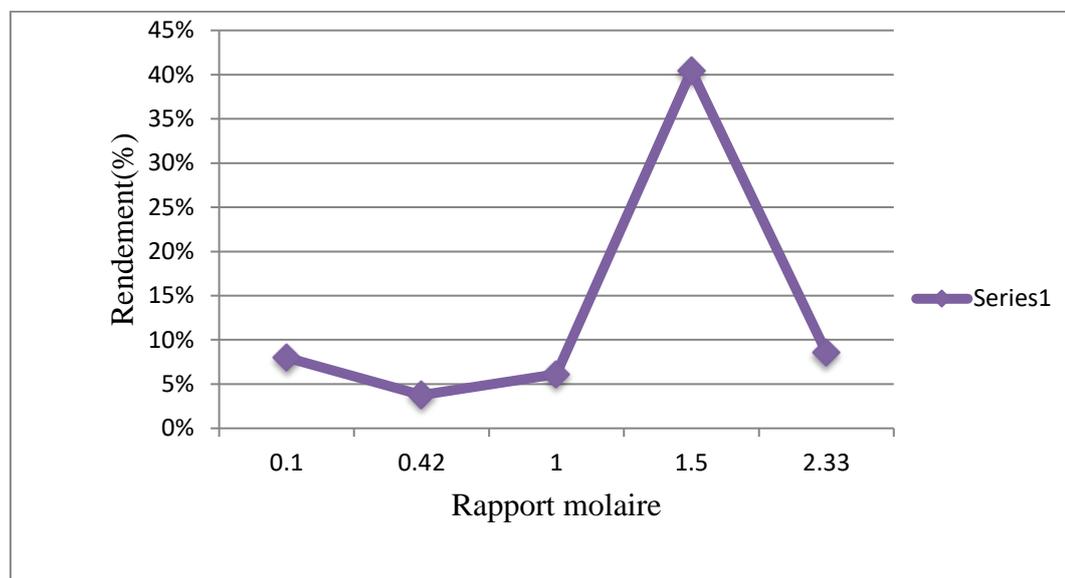


Figure II.10 : L'évolution du rendement(%)en fonction de rapport molaire.

✓ Test de solubilité

Le tableau ci-dessous représente test de la solubilité du polymère obtenu P₃ [poly(aniline-formol){HCl -80 °C} :

Tableau II.11 : Test de solubilité P₃.

Solvant	Méthanol	Ethanol	Acétone	CCl ₄	CHCl ₃	Eau
Solubilité	Soluble	Non	Non	Non	Non	Non

✚ Résultats

Sur la base des résultats présents dans les tableaux, nous remarquons que l'évolution obtenue est affectée par le changement du rapport molaire.

L'augmentation de la température affecte le rendement et le temps de réaction. Ainsi, lorsque la température était de 80 °C, le rendement devient meilleur que le rendement obtenu lorsque la température était de 50 °C.

V.2. Polymérisation de N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide par Formaldéhyde

Dans les flacons propres et secs, nous mettons chacun masse de N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide et en séquence les masses de formaldéhyde et les masses des catalyseurs (HCL, l'argile), nous les mélangeons et les réchauffons à l'aide d'un agitateur magnétique avec chauffage (maintien à température 80°C) pendant un temps bien défini.

V.2.1. Influence du pourcentage de catalyseur sur le rendement (Avec catalyseur Acide HCl)

➤ Température 80°C

Le tableau ci-dessous présente l'évolution de la réaction de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur (HCl) à température 80°C :

Tableau II.12 : évolution de la réaction de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur(%) à température 80°C.

m_f	0,60	0,56	0,13	0,10	0,10
Pourcentage de catalyseur	1%	4%	6%	9%	10%
Rendement	17%	18,21%	78,46%	92,72%	93,03%

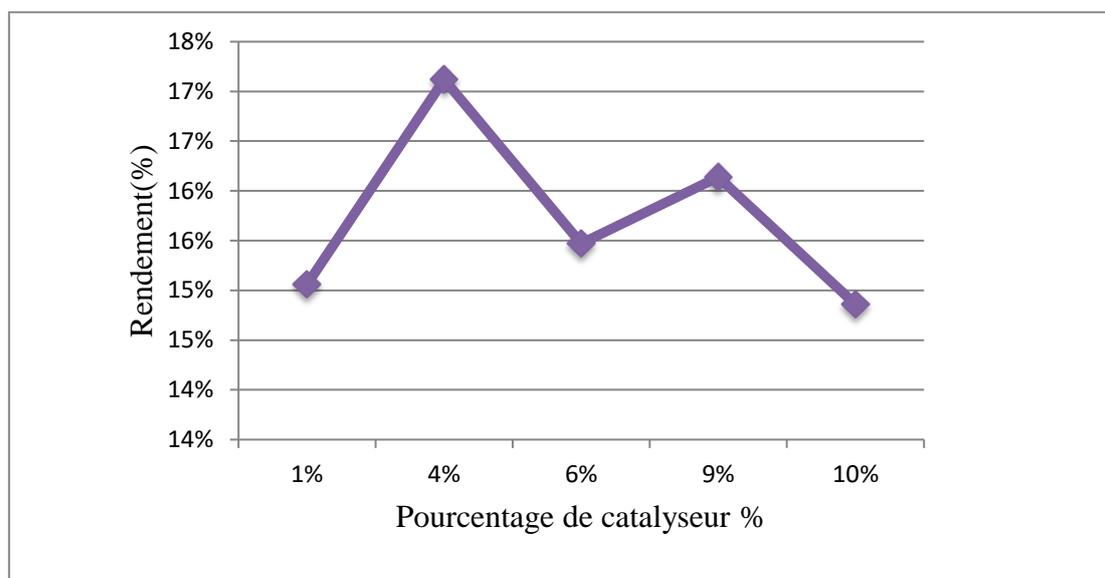


Figure II.11 : L'évolution du rendement en fonction de pourcentage du catalyseur(HCl).

V.2.2. Influence du pourcentage de catalyseur sur le rendement (Avec catalyseur Hétérogène Maghnite H⁺)

➤ Température 80°C

Le tableau ci-dessous présente l'évolution de la réaction de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur (Maghnite H⁺) à température 80°C :

Tableau II.13 : évolution de la réaction de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur (%) à température 80°C.

m_f	0,091	0,099	0,10	0,16	0,10
Pourcentage de catalyseur	1%	4%	6%	9%	10%
Rendement	40%	50,78%	60,50%	63,75%	90%

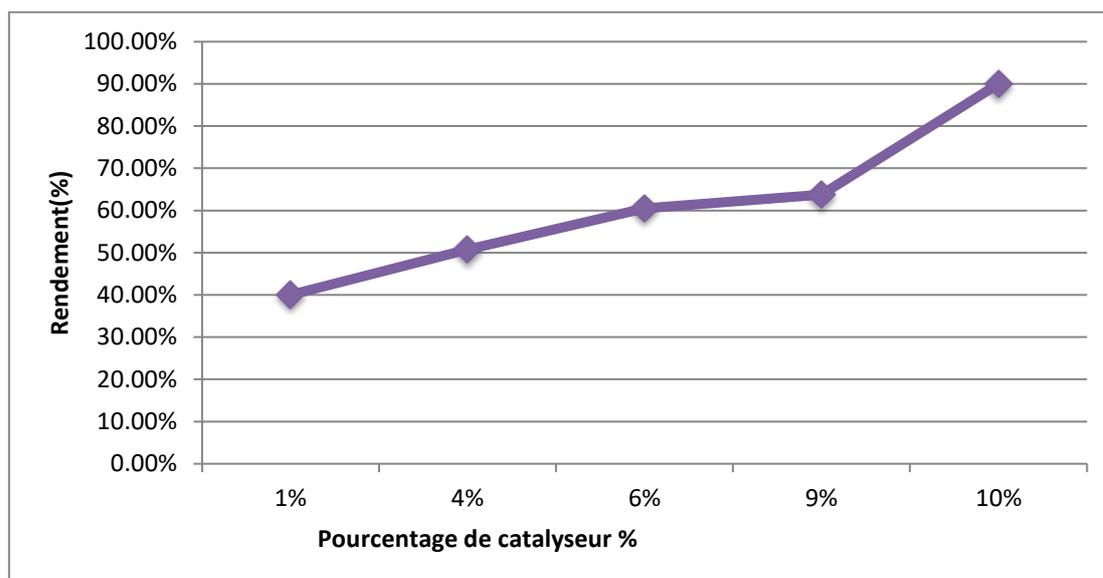


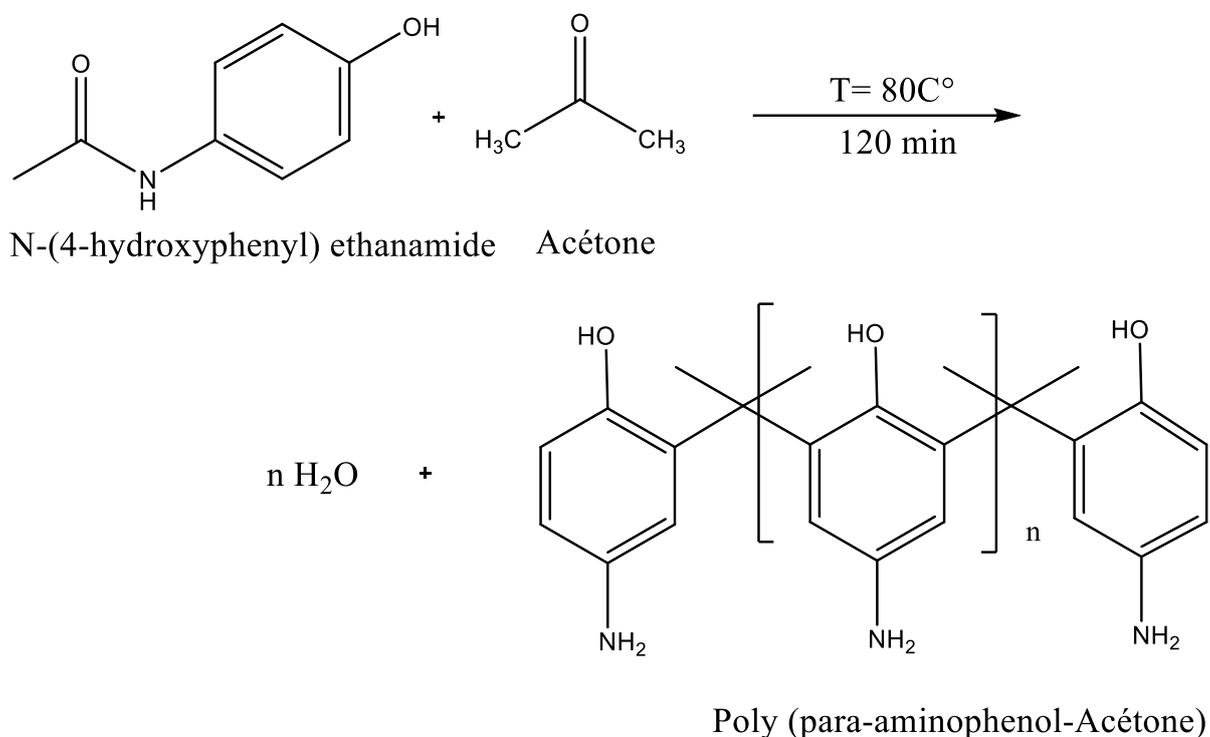
Figure II.12: L'évolution du rendement en fonction de pourcentage du catalyseur (Maghnite H⁺).

- Dans la première étape nous avons fait la synthèse de **N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide** à partir de **Formaldéhyde** et **l'acétone** en présence d'un catalyseur acide (HCl) à différentes températures (25°C 50°C 80°C) nous changeant le catalyseur acide toxique (HCl) par un autre catalyseur écologique moins toxique la (Maghnite H⁺), dans le but d'utilisation de la chimie verte.

V.3. Polymérisation de N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide par Acétone

Dans les flacons propres et secs, nous mettons chacun une masse de N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide et en séquence les masses de l'acétone et les masses des catalyseurs (HCl, Maghnite H⁺), nous les mélangeons et les réchauffons à l'aide d'un agitateur magnétique avec chauffage (maintien à température 80°C) pendant un temps bien défini (pendant 120 minutes).

➤ Schéma réactionnel



V.3.1. Influence du pourcentage de catalyseur sur le rendement (Avec catalyseur Acide HCl)

Le tableau ci-dessous représente l'évolution de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur(HCl) à température 80°C :

Tableau II.14 : évolution de la réaction de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur(%) à température 80°C.

m_f	0,085	0,0875	0,05	0,0576	0,057
Pourcentage de catalyseur	1%	4%	6%	9%	10%
Rendement	13,29%	12,91%	22,6%	19,61%	19,82%

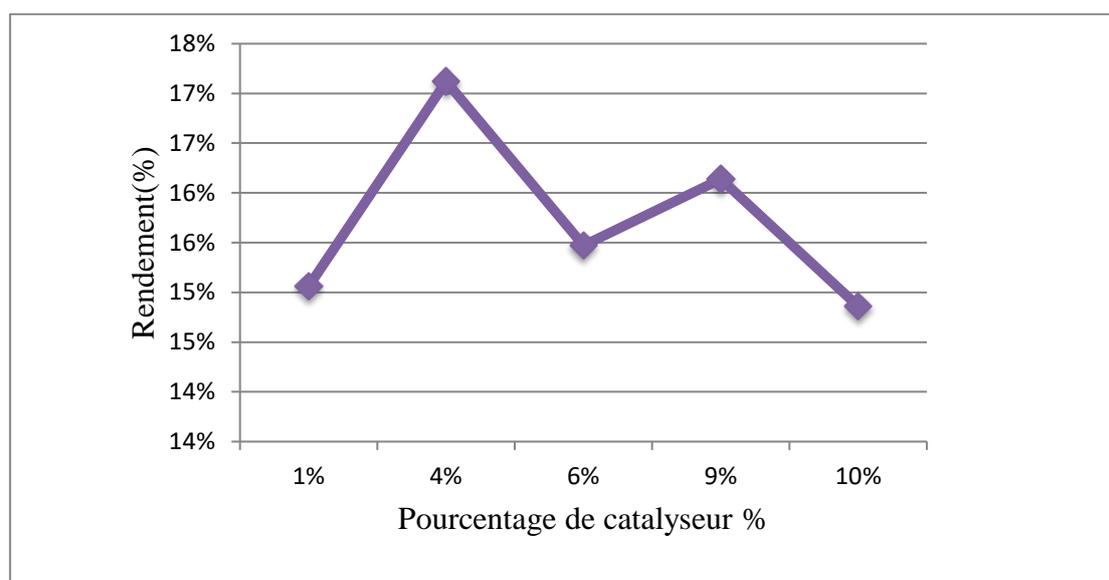


Figure I.13: L'évolution du rendement en fonction de pourcentage du catalyseur.

V.3.2. Influence du pourcentage de catalyseur sur le rendement (Avec catalyseur Hétérogène Maghnite H⁺)

Le tableau ci-dessous représente l'évolution de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur (Maghnite H⁺) à température 80°C :

Tableau II.15 : évolution de la réaction de polymérisation en fonction du pourcentage de catalyseur(%) à température 80°C.

m_f	0,075	0,066	0,073	0,070	0,076
Pourcentage de catalyseur	1%	4%	6%	9%	10%
Rendement	15,06%	17,12%	15,47%	16,14%	14,86%

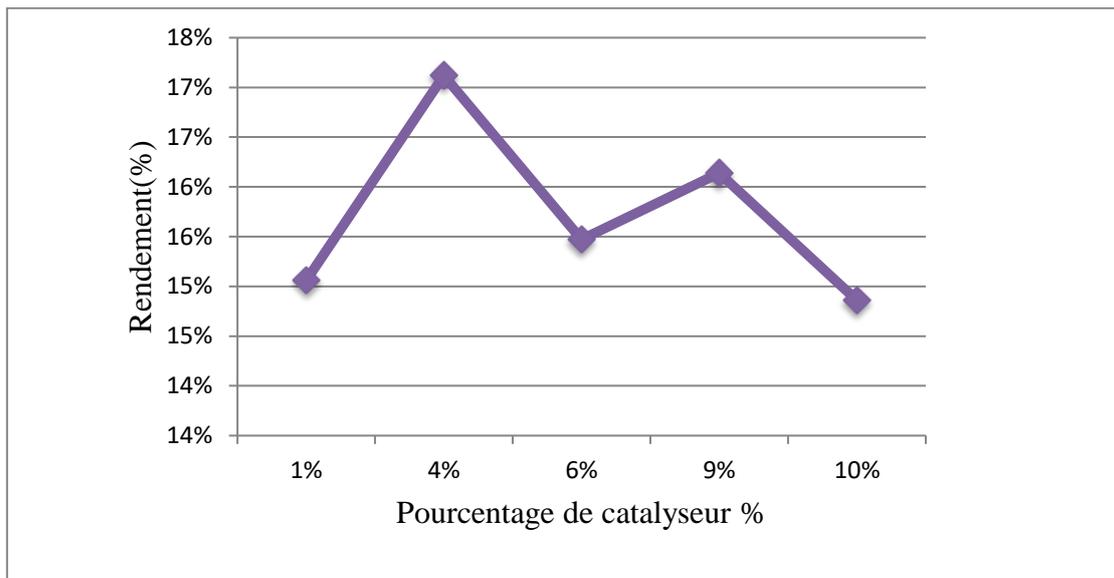


Figure II.14: L'évolution du rendement(%) en fonction de pourcentage du catalyseur (Maghnite H⁺).

VI. Activité antibactérienne

VI.1. Préparation de l'inoculum

Chaque souche est ensemencée au préalable sur une gélose nutritive, pour obtenir une culture de 18 à 24h. Ensuite, 4 à 5 colonies bactériennes bien isolées sont mis en suspension dans bouillon nutritif (ou en eau physiologique à 0,9 % NaCl). Puis cette suspension est ajustée au standard Mc Farland 0,5 à l'aide d'un spectrophotomètre, correspondant à une densité optique DO entre 0,08 à 0,1 lue à 625 nm, ce qui correspond à une suspension contenant environ 108 UFC/ml. FC/ml (CA-SFM, 2010).



Figure II.15 : Gélose.



Figure II.16 : boîte Pétri vide.

VI.2. Méthode de diffusion en milieu gélosé (diffusion en puits)

La méthode utilisée est celle de diffusion en puits sur gélose telle que décrite par Berghe et Vlietinck (1991).

Technique :

Le milieu Gélose Mueller Hinton est coulé sur boîte de pétri à une épaisseur de 8 mm, après inoculation par écouvillonnage d'une dilution du microorganisme à tester réalisée suivant une échelle de Mac Ferland, des puits de 6 mm de diamètre sont réalisés de manière concentrique sur les milieux puis, mètre 0.1ml de chaque concentration dans chaque puits au centre. Après une pré-diffusion de 45 minutes à température ambiante, les souches sont incubées à 37C°, pendant 24 heures au terme des quelles les diamètres des zones d'inhibition sont mesurés à l'aide d'un pied à coulisse.

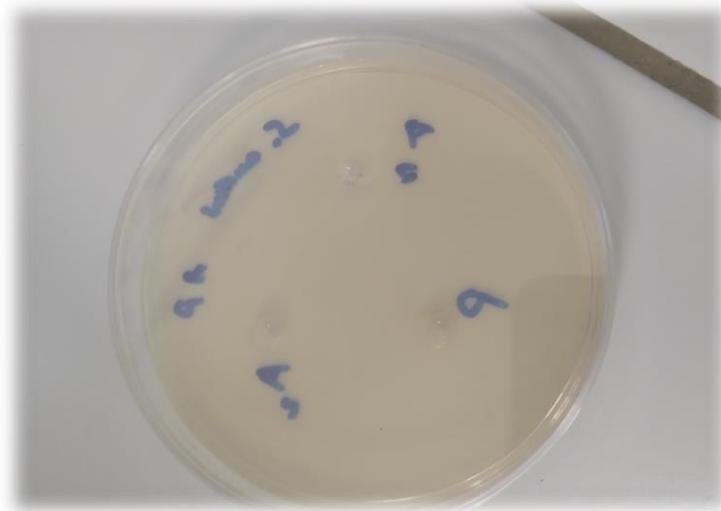


Figure II.17 : boîte Pétri.

VI.3. Détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI)

La concentration minimale inhibitrice (CMI) a été réalisée par le test de microdilution dans des plaques à 96 puits selon l'expérience du Comité National de laboratoire clinique standard⁵ avec quelques modifications ; les différentes concentrations d'échantillon sont préparées dans un solvant à partir d'une solution mère de 100 mg/ml⁶. Elles sont réalisées par dilutions successives 1/2 allant de 100 à 25 mg/ml. Les suspensions bactériennes ont été préparées de la même manière décrite précédemment et diluées dans du bouillon BN et mis dans des plaques à 96 puits à une densité de 1 à 5×10^6 UFC/ml. Nos échantillons ont été ajoutés à différentes concentrations dans les puits correspondants pour déterminer les valeurs de CMI. Enfin, toutes les plaques ont été incubées à 37 ° C pendant 18 à 24 h. La CMI était la concentration la plus faible qui n'apparaisse pas un trouble.

⁵ NCCLS (National Committee for Clinical Laboratory Standard). Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing. 9th International Supplement; 1999.

⁶ Remmal A, Bouchikhi T, Rhayour K. Improved method for the determination of antimicrobial activity of essential oils in agar medium. J Essent Oil Res 1993;5:179-84.

- Dans ce chapitre nous décrivons des généralités sur les oligomères phénoliques linéaires para substitués.

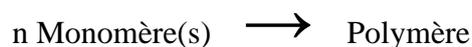
I- Réaction de polymérisation

L'homme utilise les polymères naturels depuis des milliers d'années par exemple, il utilisait les produits du bois (lignine) comme matériaux de construction, les laines et les soies naturelles comme tissus, l'amidon comme nourriture.

Depuis plus d'un siècle, la synthèse des polymères synthétiques a connu un essor particulier. Plusieurs matériaux polymères synthétiques ont vu le jour suite à une demande grandissante dans divers domaines. Ces polymères ont démontré qu'ils pouvaient avoir des propriétés qui leur permettait, dans bien des cas, de rivaliser avec les métaux. par exemple, en 1999, la consommation mondiale de matériaux polymères a surpassé celle des métaux, avec près de 450 millions de mètres cubiques.

La polymérisation est un processus de transformation d'un monomère, ou d'un mélange de monomères, en polymères. Elle désigne une réaction chimique, fonction du temps et de la température, conduisant la résine à se solidifier de manière irréversible.⁴⁷

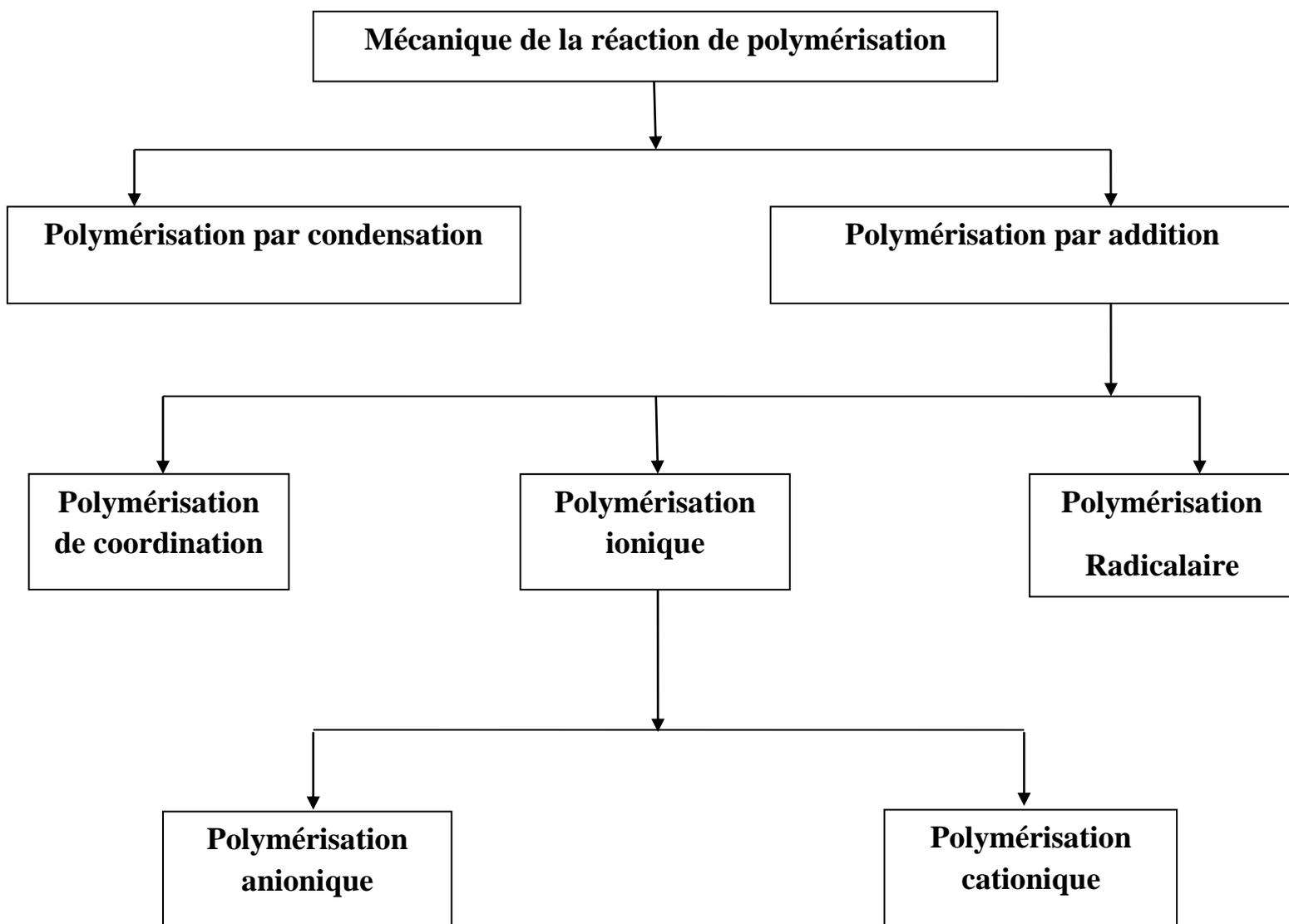
La polymérisation est une réaction qui se produit est connu sous le nom de **polymère** qui été une molécule géant de masse molaire très élevée.



la polymérisation consiste donc à associer ces monomères par des liaisons covalentes.

⁴⁷ M.Moudoud, Etude de l'influence du vieillissement électrique sur la conduction électrique dans le polystyrène(PS) et le (PMMA), 2010, <http://www.futura-science.com/fr/doc>

- Les réactions polymères peuvent être classées selon la classification de l'union internationale de chimie pure appliquée IUPAC comme suit :



II- Classification de la réaction de synthèse des polymères

On distingue habituellement deux grandes méthodes de synthèse des polymères :

- Réaction de polymérisation en chaîne
- Réaction de polycondensation (polymérisation par étape)

I.1. Réaction de polymérisation en chaîne (polyaddition) :

Elles consistent en l'union des molécules monomères identiques sans élimination d'un produit de réaction. L'aptitude à la polymérisation est commune à un grand nombre de molécules insaturées (hydrocarbure Ethylénique ou Acétylénique ou à leur dérivés) ou à des composés à doubles liaisons comme les Aldéhydes et les Cétones. Cette réaction se produit en trois phases :

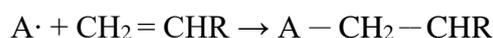
_ **Phase d'amorçage** : La formation des molécules activées est relativement lente et nécessite une énergie d'activation assez élevée, de l'ordre de 20 000 à 30 000 calories/moles pour les dérivées vinyliques.

_ **Phase de propagation** : Elle correspond à la croissance des chaînes macromoléculaires ne mettant en jeu qu'une énergie d'activation environ 10 fois plus faible et de ce fait beaucoup plus rapide que la précédente.

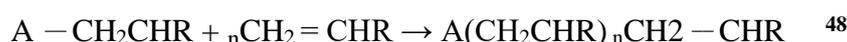
_ **Phase d'interruption** : Au cours de laquelle les chaînes macromoléculaires se désactivent et cessent de croître. ⁴⁸

I-1-1. Polymérisation radicalaire

La polymérisation radicalaire, pour lesquelles les centres actifs sont des radicaux qui se fixent sur l'un des carbones de la double liaison du monomère, le radical se formant sur le carbone voisin :



Et ensuite :



⁴⁸ M.NADIR, H.Boumediene, « Etude théorique et expérimentale de la propagation des ondes ultrasonores dans les solides polymères », mémoire Magister, Alger, 2006.

- La polymérisation radicalaire suit un mécanisme de réaction en chaîne, l'espèce active est un radical libre : elle s'applique à un grand nombre de monomères. Cette polymérisation comporte trois étapes essentielles :

L'amorçage qui conduit à la formation du premier centre actif.

La propagation pendant laquelle les macromolécules croissent.

La terminaison qui correspond à l'arrêt de la croissance des chaînes. ⁴⁹

EXEMPLE :

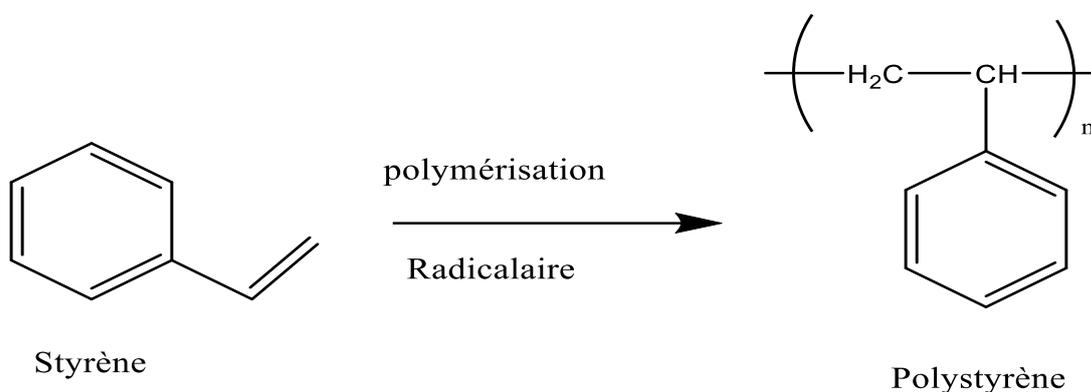


Figure I.16 : Polymérisation du Styrène. ⁵⁰

I-1-2. Polymérisation ionique

Il s'agit d'une méthode de polymérisation très ancienne puisque, dès le début du vingtième siècle, elle est utilisée en Allemagne pour produire un caoutchouc synthétique. On peut distinguer :

- *La polymérisation anionique* est une réaction en chaîne qui peut être schématisée par



Dans laquelle $\sim\sim\sim\sim\text{M}_n^-$ représente une espèce chargée ou polarisée négativement portée par la chaîne en croissance, et Mét^+ figure un contre-ion ou une espèce polarisée positif (Ve),

⁴⁹ Michael Ibrahim. Polyaniline-Oxyde de Titane : un composite pour la récolte et le stockage d'énergie, thèse du doctorat, 2011.

⁵⁰ S.Mohamed, S.Mohamed Oussama, « Etude de l'art sur la formulation et le comportement du béton léger à base de microbilles de polystyrène expansé », mémoire de fin d'étude, Tlemcen, 2020.

généralement métallique. Quel que soit le mécanisme réactionnel intime de cette polymérisation, il s'agit d'une réaction nucléophile. ⁵¹

- *La polymérisation cationique* peut être définie de manière exactement symétrique de celle de la polymérisation anionique et schématisée par



Dans cette équation, $\sim\sim\sim\sim M^+_n$ représente une espèce chargée (ou polarisée) positivement, portée par la chaîne en croissance et A^- figure un contre ion négatif (ou une espèce polarisée négativement) assurant la neutralisation de la charge positive.

Polymères à croissance de chaîne ⁵²

Ces polymères sont formés à la suite des réactions en chaîne qui se produisent sur des molécules simple (monomère) et sont connus sous le nom de polymères à croissance de chaîne et la plupart des polymères d'addition se développent de cette manière. Les monomères habituellement utilisés pour préparer ces polymères sont insaturés et la liaison entre les molécules de monomères se produit à la suite de l'ouverture des doubles liaisons en elles soit sous forme de radicaux libres, soit sous forme d'ions. Ce type de polymérisation est généralement appelé polymérisation par addition, et les polymères préparés de cette manière sont appelés AdditionPolymers.

Méthode :

1. Le polymère croît à une vitesse très rapide.
2. Il se caractérise également par un poids moléculaire très élevé dans la plupart des cas.

⁵¹ Jean – Marie Lehn, livre « chimie et physico-chimie des polymères », Edition Dunod, paris, 2002.

⁵² 2002 الفصل الأول كتاب – مقدمة في علم البوليمر-

Tableau I.4 : Les principales différences entre polymérisations radicalaires et celles anioniques. ⁵³

Polymérisation radicalaire	Polymérisation ionique
Le groupement R doit avoir une importance moyenne	Pour la polymérisation anionique, R devra stabiliser le centre réactif qui est chargé négativement : R doit être attracteur.
Pour la polymérisation radicalaire, les solvants doivent être compatibles avec le radical.	Pour les polymérisations ioniques, on va utiliser des solvants polaires.
Le déroulement de la réaction est le suivant : Un radical approche vers une double liaison dans un milieu peu polaire.	Le déroulement de la réaction est le suivant : Une molécule neutre s'approche vers une paire d'ion (le centre actif et le contre ion). Le phénomène de propagation va dépendre essentiellement de la nature de l'extrémité active de la chaîne de croissance.

Les polymères synthétiques :

Les polymères synthétiques sont à la base des matériaux plastiques qui sont de plus en plus utilisés, et ce dans un nombre toujours croissant d'applications. Il existe une grande variété de polymères synthétiques et de nombreuses façons de les associer, chaque plastique répondant à des besoins spécifiques en termes de caractéristiques physiques, mécaniques ou même électriques. Deux grandes catégories de polymères sont utilisées pour élaborer des composites : les matériaux polymères réticulés dits thermodurcissables (époxy, polyuréthane, colles phénoliques) et les thermoplastiques qui contrairement aux précédents ont la capacité d'être moulés, mis en forme une fois leur température suffisamment élevée (PP, PE, PVC).

⁵³ Marref Mohamed, Module de chimie des polymères, Université Mohamed Boudiaf D'Oran.

I.2. Réaction de polycondensation :

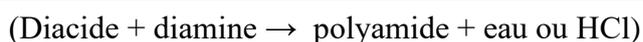
La polycondensation est une réaction chimique qui s'effectue sur des composés polyfonctionnels. Elle conduit à la formation de longues chaînes qui se construisent par l'intermédiaire de réaction de condensation entre les groupements fonctionnels des monomères et ceux des molécules de polymères en formation par une série de réaction de condensation successives, la macromolécule s'édifie progressivement.

Chaque étape est une réaction de condensation qui se fait avec élimination de petite molécule (sous produits) telles que H₂O, HCl, NH₃, ou CH₃OH, ce type de polycondensation présente la plupart de polymérisation par étapes.

Le polymère de condensation obtenu par la condensation d'un grand nombre de molécules, cette réaction s'effectuant avec élimination d'une légère molécule, en générale l'eau, il existe une très grande variété de polymères. Qui sont de plus en plus diversifiés. ⁵⁴

I.2.1. Principaux polymères issus de la polycondensation

a) Les polyamides aliphatiques



- Obtention du Nylon-6,6 par réaction d'un chlorure d'acide sur une diamine

Les fils de nylon sont considérés comme l'un des polymères de polyamide utilisés dans la fabrication de fils de brosse à dents, de chaussettes en nylon pour femmes et de fils utilisés dans la fabrication de piscines. ⁵⁵

⁵⁴ F.Zohra, A.bakhatoui, « Polymère composites, renforcé à la fibre de carbone », Ecole Mohamed d'ingénieur.

⁵⁵ Collège le Monteil, 2012. « Les plastiques dans notre vie », Troisième option Dp3, p16.

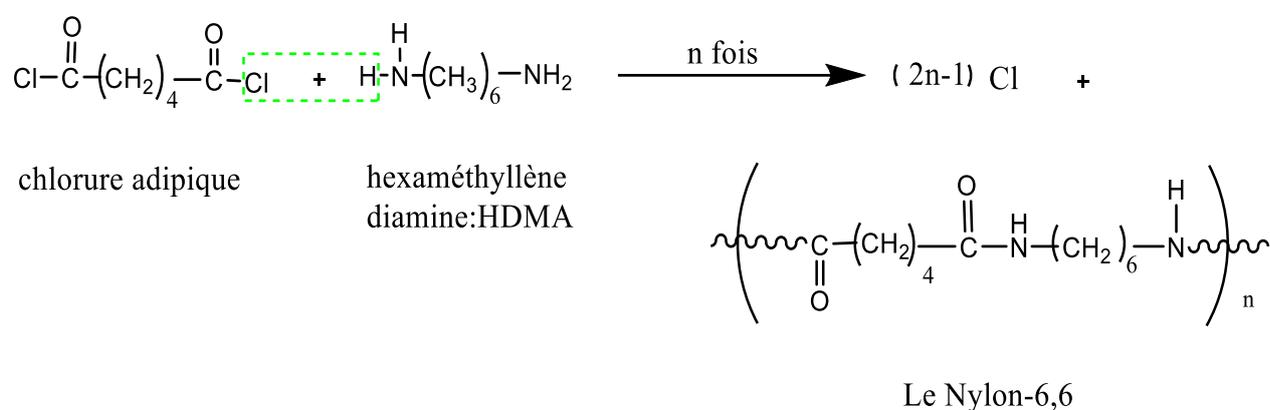


Figure I.17 : Réaction du Nylon-6,6. ⁵⁶

Le cas où Cl=COOH (acide adipique) et y'aura élimination de H₂O

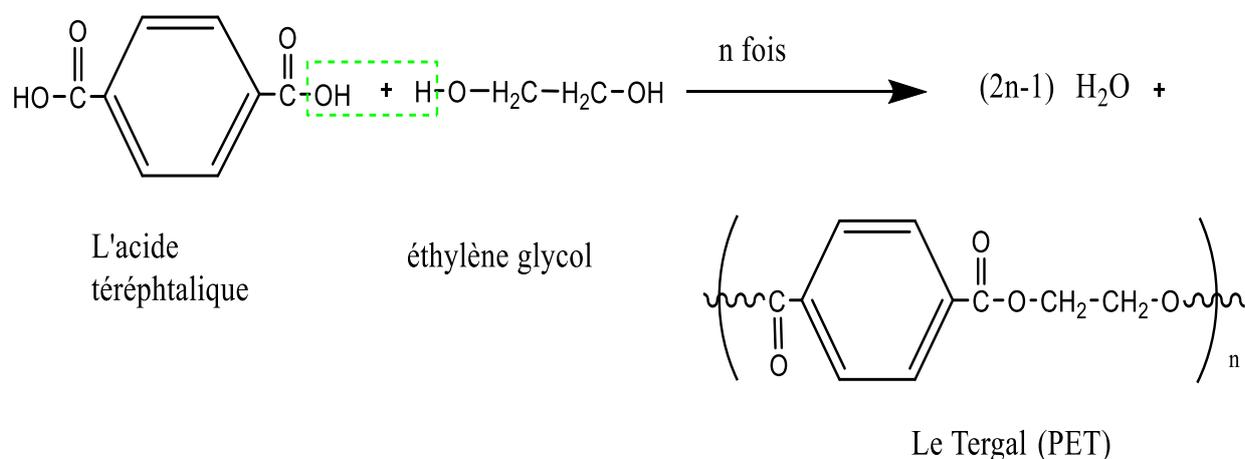
b) Les polyesters

- L'obtention du polyéthylène téréphtalate (PET) par réaction de l'acide téréphtalique sur l'éthylène glycol

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est un copolymère de polyester, qui commercialement appelé (dacron). Des bouteilles en plastique pour boissons en sont fabriquées, boisson non alcoolisées, eau minérale, certains tissus textiles et vêtements, comme maillot de bain ; pour sa capacité à se plier, sa non-retrait et sa rapidité sécheresse et résistance à la rupture. ⁵⁷

⁵⁶ كيمياء البوليمرات – بشرى حسني موسى- جامعة التكنولوجيا قسم العلوم التطبيقية فرع علم المواد. ⁵⁶

⁵⁷ المتزلي الاقتصاد- الكيمياء . pcdc.mohe@gmail.com

Figure I.18 : Réaction de polymérisation de Tergal. ⁵⁸

I.2.2 Comparaison entre les polymères d'addition et de condensation

Tableau I.5 : Comparaison entre les polymères d'addition et de condensation. ⁵⁹

POLYADDITION	POLYCONDENSATION
La chaîne croît par ajouts successifs d'unités monomériques	Deux groupes fonctionnels peuvent réagir quelque soit la taille de la molécule
La concentration en monomère décroît continuellement au cours de la réaction	Les molécules de monomères disparaissent rapidement au début de réaction
Les chaînes à haut PM sont formées dès le début	Le PM est une fonction du degré d'avancement de la réaction
Des temps de réactions longs augmentent le rendement sans trop affecter le DP	Des temps de réaction long sont nécessaires pour obtenir des haut DP

⁵⁸ . 2020 . مروة خالد حازم - البوليمرات -

⁵⁹ F.Reniers, J.P.Lickes, Y.Geerts, - cours de chimie des polymères – chimie générale -, 2002-2003.

le mélange réactionnel ne comprend que le monomère, des chaînes à haut DP et de 10^{-8} à 10^{-5} mol/dm ³ de centre actif	A tout instant, toutes les espèces de différents DP sont présentes et suivent une distribution calculable
---	---

Polymère à croissance non continue ⁵²

Ceux-ci sont connus sous le nom de polymères à croissance par étapes. Les polymères de condensation se développent de cette manière. Ce type de polymérisation est connu sous le nom de polymérisation par condensation et ses polymères sont appelés polymères de condensation.

Produire ceci polymères par condensation de monomères deux groupes fonctionnels ou plus. Et de cette façon :

1. Le polymère croît à une vitesse lente et graduelle.
2. Et son poids moléculaire est relativement faible.
3. La réaction se déroule selon le mécanisme de réaction linéaire.

II. Chimie des polymères phénoliques :

II.1. Historique

Le caractère général du phénol formaldéhyde était probablement en premier identifié par Baeyer en 1872 .Baeyer a apparemment produit sa première résine de type de phénol-formaldéhyde en réagissant le phénol avec de l'acétate de méthylène en présence de l'acide chlorhydrique .Cet acide a hydrolysé l'ester de méthylène, avec la libération du formaldéhyde, et catalyse la condensation suivante de ce produit avec du phénol. Suivant la production commerciale du formaldéhyde en 1889, Klee berg, à la suggestion d'Emil Fischer, a étudié sa réaction à des divers phénols et a édité le résultat dans 1891, en 1892 Hosaeus ; se rapporte au travail non publié traitant l'action du formaldéhyde sur le phénol, résorcinol, pyrogallol, phloglacinolin en présence des catalyseurs acides. ⁶⁰

⁶⁰ Abel, J., Ber. 25, 3477 (1892).

Les applications commerciales des résines phénol-formaldéhyde étaient développées dans la première décennie du vingtième siècle. Elles n'ont pas été connues comme produit commercial, cependant, jusqu'à ce qu'on ait accordé le brevet à Baekeland en 1909.. Baekeland découvre une technique pour mouler ces résines ce travail, ainsi que celle de Redman et d'autres investigateurs, mené au développement de l'industrie phénolique actuelle de résine. Aujourd'hui, ces résines sont principalement employées dans la fabrication de bois fibreux et granulé, matériaux d'isolation, et mélanges abrasifs enduits. ⁶¹

Les applications commerciales des résines phénol-formaldéhyde étaient développées dans la première décennie du vingtième siècle. Elles n'ont pas été connues comme produit commercial, cependant, jusqu'à ce qu'on ait accordé le brevet à Baekeland en 1909, Baekeland découvre une technique pour mouler ces résines ce travail, ainsi que celle de Redman et d'autres investigateurs, mené au développement de l'industrie phénolique actuelle de résine. Aujourd'hui, ces résines sont principalement employées dans la fabrication de bois fibreux et granulé, matériaux d'isolation, et mélanges abrasifs enduits. ⁶²

II.2. Introduction

Les résines phénoliques comprennent une grande famille d'oligomères et les polymères, qui sont des produits différents de phénols ayant réagi avec du formaldéhyde. Ils sont polyvalents matériaux synthétiques avec une large gamme d'applications commerciales. Contre-plaqué adhésifs représentent près de la moitié de toutes les applications phénoliques tandis que le bois de liaison et les matériaux d'isolation font aussi une portion importante. D'autres utilisations pour les composés phénolique les revêtements, les adhésifs, les liants pour abrasifs, de l'automobile et électrique composants, packaging électronique, et les matrices pour les composites. ⁶³

Oligomères phénoliques sont préparées en faisant réagir des phénols ou phénol substitué par formaldéhyde ou d'autres aldéhydes. Selon les conditions de la réaction (par exemple, le pH) et le rapport du phénol au formaldéhyde.

Les applications commerciales des résines phénol-formaldéhyde étaient développées dans la première décennie du vingtième siècle. Elles n'ont pas été connues comme produit

⁶¹ Hosaeus, H. Ber.,25,3213-4(1892).

⁶² Division of Chemical Education, Inc., American Chemical Society, Copyright © (2001).

⁶³ A. Knop, L. A. Pilate: Phenolic resins, Springer-Verlag, Berlin, (1985).

commercial, cependant, jusqu'à ce qu'on ait accordé le brevet à Baekeland en 1909. Baekeland découvre une technique pour mouler ces résines ce travail, ainsi que celle de Redman et d'autres investigateurs, mené au développement de l'industrie phénolique actuelle de résine. Aujourd'hui, ces résines sont principalement employées dans la fabrication de bois fibreux et granulé, matériaux d'isolation, et mélanges abrasifs enduits.

Les polymères phénoliques sont faits par réaction de condensation du phénol et de formaldéhyde, qui leur donne un autre nom ; résines de phénol – formaldéhyde. ⁶⁴

II.3. La structure de phénols

En chimie organique, les phénols sont des composés chimiques aromatiques portant une fonction hydroxyle -OH. Les dérivés portant plusieurs fonctions hydroxyle sont appelés des polyphénols.

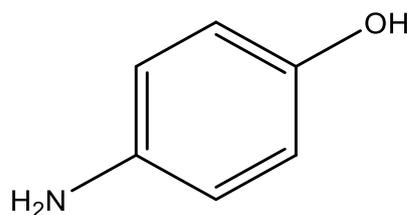


Figure I.19 : structure du paraminophénol.

II.4. Polyphénols

La première résine de phénol-formaldéhyde, a été préparé en 1906 de belge Leo Bakland à New-York, dans une tentative de produire un *gomme laque Synthétique*. En 1907 R.W. Seaburg il mélange la résine obtenu à partir Baekeland aux diatomites il a obtenu le produit qui a ensuite été commercialisé sous le nom de bakélite de bakélite Corporation, la première industrie de la résine synthétique dans le monde. ⁶⁵

⁶⁴ Wikipedia, l'encyclopédie. Résine de formaldéhyde de phénol, [copyright](#), octobre (2005).

⁶⁵ Anonyme, <https://boowiki.info/art/matieres-plastiques/resines-phenolliques.html>.

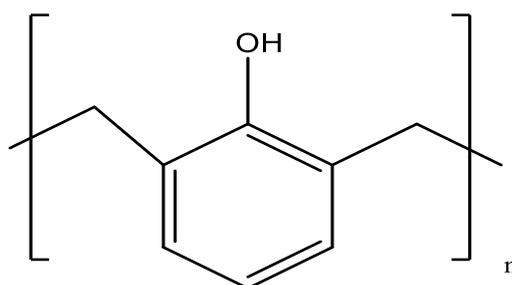


Figure I.20 : Unité constitutive de répétition d'un polymère phénolique.

II.4.1. Chimie des réactions phénol-formol :

La réaction phénol-formol correspond à une substitution électrophile en milieu acide comme en milieu alcalin où l'attaque sur la position para est favorisée par les solvants polaires et les conditions acides, alors que l'attaque sur la position ortho est favorisée par le solvant apolaire dans le milieu alcalin.

Les résines phénoliques sont habituellement faites à partir de la polymérisation de condensation du phénol et du formaldéhyde.⁶⁶

I.4.2. Les polymères phénoliques linéaires p-substitués

La résine phénolique normalement utilisée pour les adhésifs enduits est une résine produite en soumettant un phénol et un aldéhyde à une polycondensation.

La résine phénolique comprend le phénol, le crésol, le xylénol, l'éthylphénol, le propylphénol, le catéchol, la résorcine,.... Ces phénols peuvent être utilisés individuellement ou en toute combinaison de deux ou plus.

De ce fait, ils obtiennent un polymère linéaire car la condensation a lieu uniquement en position para.⁶⁷

⁶⁶ Anthony H. Conner, Linda F. Lorenz, Kolby C. Hirth, Accelerated Cure of Phenol-Formaldehyde Resins: Studies with Model Compounds, USDA Forest Service, Forest Products Laboratory, 53705-2398. (February 2002).

⁶⁷

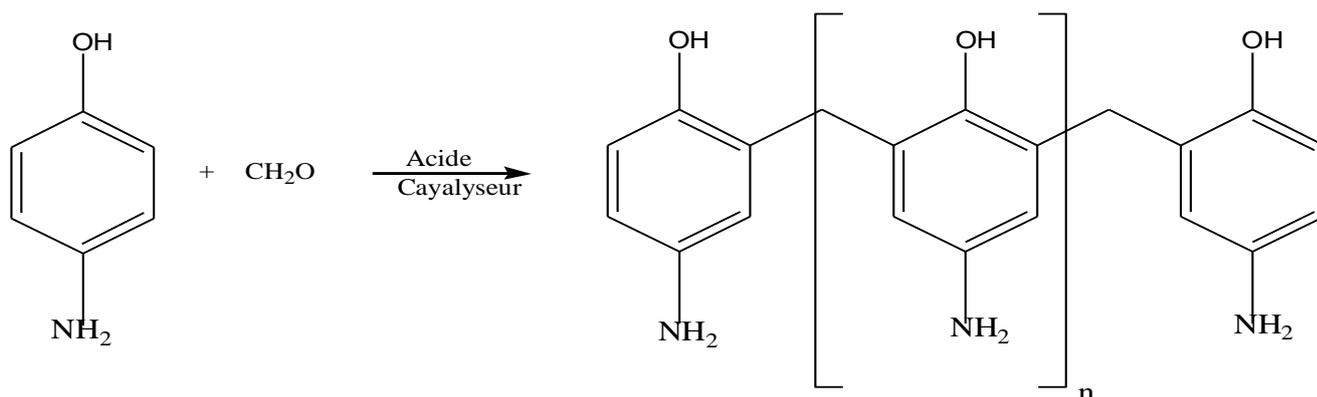


Figure II.21 : polymère p-aminophénol/formol.

On retrouve les polymères justement dans ce qu'on appelle les plastiques, mais aussi les textiles, les peintures, les colles..., jusqu'aux matériaux composites ultra performants.

Lorsque les molécules de polymères sont reliées entre elles on des ponts autres que leurs extrémités, les polymères sont dits réticulés.

Ces polymères ont de nombreuses applications, particulièrement comme adhésive ou comme reliures dans le contre-plaqué, le panneau de particules, et les roues de meulage abrasives, faire cuire-sur des enduits sur des boîtes ou des pipes, les couvercles chimique-résistants de fiole, les poignées ou les boutons sur des pots et des casseroles, fabrication de bois fibreux et granulé, matériaux d'isolation, et mélanges abrasifs enduits, Saturation de papier, Composants des véhicules à moteur, Matériaux ablatifs, Produits de mousse,...etc.

II.5. Propriétés

En général, les résines de phénol-formaldéhyde et analogues sont des produits visqueux et collants, liquides et solubles dans un alcali ou dans des solvants organiques appropriés ; ils peuvent donc être utilisés comme peintures ou adhésifs ou d'autres produits [peu clair] qui durcissent par séchage.

Les résines de phénol-formaldéhydes peuvent également être utilisés sur un support fabriqué à partir d'un matériau de support solide, pour être ensuite granulé et moulé par moulage ; les matériaux de support (i des charges) sont divers ; parmi eux comprennent la farine de bois (cellulose provenant de morceaux de bois tendres, tels que sapin ou peuplier),

les coquilles de farine noix de coco, coton fibres flocons et débris nylon et rayonne, caoutchouc synthétique, graphite, mica et la diatomite. ⁶⁸

II.6. Application industrielle des polyphénols

De telles propriétés ont donc été exploitées, et trouvent des applications dans de nombreux domaines industriels : en agroalimentaire, en cosmétique et dans l'industrie pharmaceutique. Grâce aux propriétés antimicrobiennes de certains polyphénols comme les flavan-3-ols, les flavanols et les tanins, il est désormais possible de développer des conservateurs alimentaires et de nouvelles thérapies dans de nombreuses maladies infectieuses en considérant la résistance microbienne face à certains traitements antibiotiques. ⁶⁹

La capacité antioxydante de composés comme les polyphénols est utilisée dans l'alimentation pour lutter contre la peroxydation lipidique et ainsi permettre une meilleure stabilisation des denrées alimentaires. Ils sont également préconisés pour améliorer la stabilité de pigments de jus colorés (comme le jus de betterave), d'arômes alimentaires, et rentrent dans la composition de produits pharmaceutiques pour des utilisations par voie orale et des cosmétiques pour des applications locales.

Enfin, l'effet de certains flavonoïdes en médecine humaine est de plus en plus étudié dans le traitement de certaines maladies, et particulièrement pour le contrôle du virus de l'immunodéficience, principal responsable du SIDA ⁷⁰

⁶⁸ A.Rezaire, « Activité antioxydante, et caractérisation phénolique du fruit de palmier amazonien oenocarpus bataua (patawa) », thèse du doctorat en photochimie, 2012.

⁶⁹ N. Harfouche, « Electrodéposition de revêtement composites à base de polyaniline pour des applications de batterie lithium-ion et de protection contre la corrosion », thèse du doctorat, Ferhat Abbas-Sétif, 2016.

⁷⁰ A. K. D. Diaw, A. Yassar, D. Gningue-Sall, and J.J Aaron, Synthetic routes, characterization, electrochemical and spectral properties of p-substituted N-phenylpyrroles, ARKIIVOC 2008 (xvii).

III- Polyaniline

Introduction

La polyaniline (PANi) est une substance représentée sous la forme d'une poudre vert foncé, la polyaniline peut être préparée dans divers états d'oxydation. Produit par la polymérisation oxydative de l'aniline, le polymère est un composé unique. En raison de sa stabilité, de sa facilité de préparation et de ses propriétés électrique, optique et électrochimiques. Les premiers articles traitant de l'électro polymérisation de l'aniline réalisée avec succès ont été publiés au début des années soixante. ⁷¹

III.1. L'aniline

L'aniline, est un composé organique aromatique de formule chimique $C_6H_5NH_2$. C'est une amine primaire aromatique dérivée du benzène, toxique pour l'homme et l'environnement.

L'aniline appelée également aminobenzène est un liquide coloré, huileux et inflammable. L'aniline est fabriquée à partir du nitrobenzène par hydrogénation ou par réduction par le fer dans l'eau en présence d'acide chlorhydrique. ⁷²

➤ *L'aniline possède les caractéristiques principales suivantes :*

Appellation synonyme : Aniline, Aminobenzène.

Formule moléculaire : $C_6H_5NH_2$

Etat physique : Liquide

Masse molaire : 93.12 g/mole.

Point de fusion : 6.15 °C

Point d'ébullition : 184.4 °C à 1 atm.

Solubilité dans l'eau : 34 g/l à 20 °C, 35 g/l à 25 °C

Figure I.22 : caractéristiques principales d'aniline. ⁷²

⁷¹ K. Nihed, B. Randa, « Matériaux d'électrode composite à base de Mn pour l'électro catalyse de l' O_2 », mémoire de Master académique, Ouargla, 2022.

⁷² G. Ramya, C. Renugadevi, D.C. Trivedi, « Investigations on pyridine-3-Sulphonic Acid Doped Polyaniline and Polypyrrole : Metalloading Through Dopant Molecules », reactive and functional polymers, Vol.68, 2008, pp 701-709.

III.2. La structure de l'aniline

La PANi est constituée d'unités répétitives d'aniline, la formule idéale en forme base est constitué de 3(-C₆H₄-NH-) unité benzoïde et une unité quinoïde (-N=C₆H₄=N-). Il peut être facilement synthétisé chimiquement et électrochimiquement. ⁷³

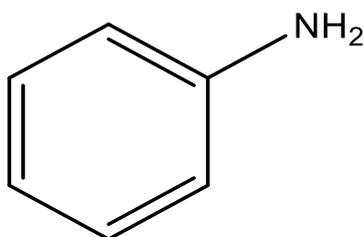


Figure I.23 : Structure chimique d'aniline.

III.3. Historique

La polyaniline est connue depuis 1835 sous forme d'aniline noire, terme utilisé pour tout produit obtenu par oxydation de l'aniline, la synthèse de la polyaniline (PANi) remonter assez loin en arrière. En effet, c'est en 1862 que Lethby l'obtient pour la première fois, par une synthèse électrochimique. Il décrit ce produit comme un précipité vert foncé, déposé sur l'électrode. Ce n'est qu'au début du siècle dernier (1910) que Green Woodhead reprisent la synthèse de la PANi, par oxydation de l'aniline avec le persulfate d'ammonium. ⁷⁴

III.4. La polyaniline

➤ *La structure simplifiée de la PANi est la suivante :*

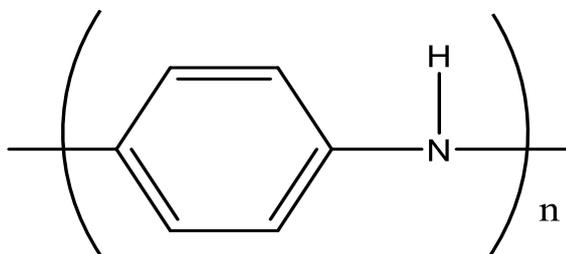


Figure I.24 : Unité constitutive de répétition d'une polyaniline.

⁷³ B. Wessling, « Dispusion as the Link between basic research and commercial applications of conductive polymers (polyaniline) », Sunth.Met.Mar.1998, 93, p143-154.

⁷⁴ B. Wessling, « Dispusion as the Link between basic research and commercial applications of conductive polymers (polyaniline) », Sunth.Met.Mar.1998, 93, p143-154.

III.4.1. Application de la polyaniline

La polyaniline se révèle particulièrement intéressante en raison de ses possibilités de polymérisation chimique ou électrochimique à partir de réactifs peu coûteux, d'un dopage et d'une mise en œuvre aisés combinés avec une forte conductivité électronique et enfin d'une bonne stabilité à l'environnement et en cours de fonctionnement. Son utilisation, seule ou en mélanges. ⁷⁵

IV. Catalyse hétérogène (Maghnite H⁺)

L'argile est une matière première, elle se définit comme une terre grasse et molle contenant un ensemble de particule fine (< 2µm), constituées essentiellement de minéraux à structure en feuillets. Cette matière est utilisée depuis longtemps dans les différentes activités de la vie humaine. Le mot argile provient du mot grec « Argos » ou de latin « argilo » qui veut dire blanc. . Les argiles sont des roches constituées d'une variété de minéraux très fins, plus ou moins bien définis, et dont la forme est généralement aplatie. Ils sont constitués par des minéraux spécifiques dits : argileux, mais on trouve aussi des espèces dont les plus fréquentes sont la silice, des silicates non phylliteux, des oxydes, des hydroxydes cristallisés ou amorphes. Les argiles sont les fractions minérales d'un sol dont les particules ont des dimensions inférieures à 2 µm. ⁷⁶

L'analyse chimique montre que l'argile est composée essentiellement de silice SiO₂, d'alumine AlO₃, d'eau et souvent de quantités non négligeables de fer (Fe), magnésium (Mg), et de faibles quantités de sodium (Na), et de potassium (K). ⁷⁷

⁷⁵ Cho .M.S, S.Y. Park, J.Y. Hawang, and choi.H.J, « Synthesis and electrical proprties of polymer composites with polyaniline nanoparticles, // Master.sci.Eng, 2004,24, no.

⁷⁶ S. Caillere, S. Henin, « Minéralogie des argiles », MassonetCiel1963.

⁷⁷ G. M. Hernandez, « Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par Microscopie à Balayage Environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images», thèse du doctorat p17, 2002.



Figure I.25: L'Argile.

Propriétés et utilisation :

- Absorption d'eau
- Plasticité : déformation souple sous l'effet des contraintes, rôle de couche savon pour glissement des matériaux à toute échelle (glissement de terrain, nappe tectonique)
- Compaction importante : expulsion d'une grande quantité d'eau. Les pores diminuent, la roche devient immersion dans l'eau et floculation : les particules fines restent en suspension dans l'eau immobile avec une vitesse de chute très faible (loi de Stokes). En eau salée, elles s'agglomèrent (floculation) et précipitent plus rapidement.

Activité antibactérienne

L'étude de l'activité antibactérienne des produits obtenus (C1, C2, C3, C4, et C5) est effectuée au niveau du laboratoire de microbiologie.

Le but de cette étude est de voir l'évolution antimicrobienne de nos produits sur les différentes souches bactériennes. Nous avons tenu à vérifier leur pureté par les caractéristiques cellulaires, par des tests biochimiques et culturaux.

I. Généralité sur les bactéries

I.1. Les bactéries :

Les bactéries sont des êtres vivants qui appartiennent à un groupe. Ce sont des organismes cellulaires simples appelés Procaryote qui ne contiennent pas de noyaux et qui sont d'habitude trouvés en très grand nombre parce qu'ils peuvent se multiplier rapidement. Il y a beaucoup de types de bactéries qui sont toutes séparées dans différents groupes, chaque groupe ayant des propriétés uniques.⁷⁹

Les bactéries présentent de nombreuses formes : sphériques (coques), allongées ou en bâtonnets (bacilles), des formes plus ou moins spiralées. L'étude des bactéries est la bactériologie, une branche de la microbiologie.

Elles peuvent être isolées du sol, des eaux douces, marines ou saumâtres, de l'air, des profondeurs océaniques, des déchets radioactifs⁸⁰, de la croûte terrestre, sur la peau et dans l'intestin des animaux. Il y a environ 40 millions de cellules bactériennes dans un gramme de sol et 1 million de cellules bactériennes dans un millilitre d'eau douce. On estime qu'il y aurait (à un instant donné) quatre à six quintillions (4×10^{30} à 6×10^{30}), soit entre 4 et 6 mille milliards de milliards de milliards de bactéries dans le monde⁸¹, représentant une grande partie de la biomasse du monde⁸¹. Cependant, un grand nombre de ces bactéries ne sont pas

⁷⁹ FEPS ; Source: <http://www.paulweiner.com/%20Portfolio17.html>

⁸⁰ Fredrickson J, Zachara J, Balkwill D, et al, « *Geomicrobiology of high-level nuclear waste-contaminated vadose sediments at the Hanford site, Washington state* », dans *Appl Environ Microbiol*, vol. 70, no 7, (2004), p. 4230–41

⁸¹ W. Whitman, D. Coleman et W. Wiebe, « Prokaryotes: the unseen majority », dans *Proc Natl Acad Sci U S A*, vol. 95, no 12, (1998), p. 6578–83

encore caractérisées car non cultivables en laboratoire⁸². Les bactéries ont une importance considérable dans les cycles biogéochimiques comme le cycle du carbone et la fixation de l'azote de l'atmosphère.

I.2. Structure et composition :

Les bactéries ont le plus souvent une membrane ou est accroché en un point unique chromosome bactérien, circulaire : leur matériel génétique (qui détermine d'ailleurs sa forme) au lieu d'être abrité dans un noyau, baigne dans le cytoplasme, ou se déroule principalement la vie bactérienne. Les bactéries peuvent être divisées en deux groupes (gram positif et gram négatif) basés sur la différence de la structure de la composition chimique de la paroi cellulaire (**Figure I.2**)⁸³.

Parmi les grams positifs, une espèce *Staphylococcus aureus* tient une place très importante dans les infections communautaires et nosocomiales. Alors que pour les grams négatifs, on rencontre les espèces *Pseudomonas aeruginosa* et *Escherichia coli*.

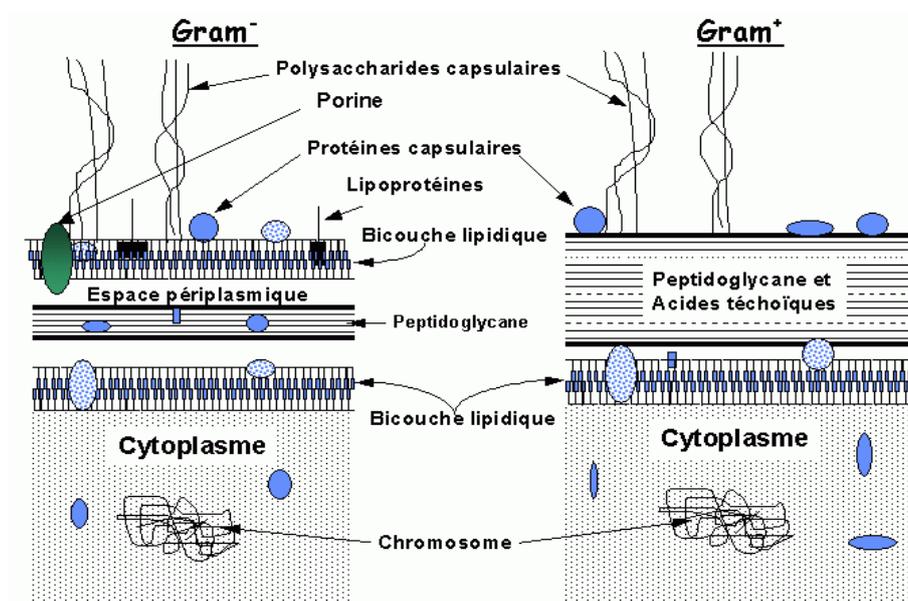


Figure I.26 : Structure de la paroi bactérienne.

(Les bactéries vivent dans les milieux les plus divers, et l'on découvre encore actuellement des espèces extrémophiles, qui vivent dans des conditions de température que l'on pensait jusqu'alors inaccessibles au vivant, par ailleurs dans de conditions défavorables (comme une

⁸² Rappé M, Giovannoni S. « The uncultured microbial majority », *Annu Rev Microbiol* 57(2003), 369 – 94.

⁸³ Nataro J.-P. ; Kaper J.-B; 'Diarrhegenic *Escherichia coli* clin.Microbiol.Rev ;(1998), 11, 142-201. 46.

augmentation du pH ou une force ionique trop importante), certaines espèces ont la capacité de former une structure de résistance : elles sporulent, le spore est inerte, possède une carapace solide et résiste ainsi à un environnement indésirable cependant aussitôt que le milieu redevient favorable, la bactérie peut reprendre sa forme Corvec, 2009).

« Active ». Enfin, la bactérie est composée, comme tous les êtres vivant d'une part importants d'eau (80%).

Composé	Percentages %
C	50
O	20
N	15
H	10
P	3
Divers ions Na ⁺ , K ⁺ , Mg ⁺⁺	Traces

Tableau I.6: composition d'une cellule bactérienne en matière organique.

I.3. Les infections bactériennes

Une infection est un processus infectieux pathologique due à une souche bactérienne pathogène. Elle peut être :

Locale : lorsqu'elle se manifeste uniquement au niveau où les germes ont pénétré.

Générale : lorsqu'un germe franchit les barrières opposées par l'organisme à son entrée (peau, muqueuses) ou au niveau des ganglions, il pénètre dans le sang et se dissémine par celui-ci dans tout l'organisme.

Focale : c'est l'infection en foyer dans les tissus ou organes où les germes sont apportés par la circulation sanguine. ⁸⁴

⁸⁴ Marc T.; Gerard W.; Denis L (2001). Classification des anti-inflammatoires in Guide pharmacologie. Etudiants ET professionnels paramédicaux. 4ème Edition. P 426.

I.4. Exemple de classification des bactéries

➤ **Bactéries en forme de sphère :**

- Coccies Gram positif : les genres Staphylococcus, Streptococcus, Micrococcus, Pneumococcus. Enterococcus
- Coccies Gram négatif : le genre Neisseria.

➤ **Bactéries en forme de bâtonnet : les bacilles**

- Bacilles Gram positif : les genres Listeria, Erysipelothria, Bacillus, Cynetobacter, Actynomyces.
- Bacilles Gram négatif : les genres Enterobacter, Pasteurella, Haemophilus, Bordetella, Brucella, Francisella, Pseudomonas, Acinetobacter, Vibron, Campylobacter, Moraxella, Aeromonas, Escherichia, Klebsiella.

➤ **Bactéries en forme de spirale : les spirochètes**

Les genres Treponema, Leptospira, Borrella, Spirillum.

➤ **Flore bactérienne anaérobie**

- Gram positif : les genres Clostridium, Peptococcus, Peptostreptococcus, Propionobacterium, Bifidobacterium.
- Gram négatif : les genres Veillonella, Fusobacterium, Bacteroides ⁸⁵

II. Bactéries pathogènes présente dans l'eau

a. *Les bactéries E. coli :*

a.1. Les groupes des coliformes :

L'utilisation des bactéries du groupe des coliformes comme indicateur de l'innocuité bactériologique remonté à la fin du 19 (XIX) siècle, ce groupe de coliformes s'est vue attribuer ce rôle d'indicateur de pollution parce que les bactéries qui en font partie sont toujours présentes dans les voies intestinales de l'homme et des autres animaux à sang chaud et qu'elles sont excrétées en grand nombre dans les matières fécales. En fin l'eau, n'est pas

⁸⁵ Lechat P.; Lagiers G.; Rouveix B.; Vincens M.; Weber S. (1992). Abrégé de pharmacologie médicale. 4ème édition Masson M, Paris. P 764.

un milieu naturel pour les coliformes et leur présence doit être considérée comme un indicateur de pollution, au sens le plus large. ⁸⁶

a.2. Définition :

Toute bactérie aérobie ou anaérobie facultative en forme de bâtonnet, sporulée et gram négative, qui fermente le lactose avec production de gaz en moins de 48 heures à 35 °C on tous les organismes qui produisent une coloration verte avec reflet métallique en moins de 24 heures dans un milieu de type endo contenant du lactose. Le micro organisme que l'on considère le plus souvent comme un indicateur de la pollution fécale est *Escherichia Coli* ⁸⁷.

b. *ESCHERICHIA COLI* :

Isolé pour la 1^{ère} fois par Escherich en 1885, cette bactérie est connue depuis long temps comme commensale du tube digestif et pathogène pour l'appareil urinaire, au cours de dernières décennies, le rôle de certaines catégories de *E. coli* dans les syndromes diarrhéiques a été précisé et les mécanismes de ce pouvoir pathogène ont été analysés, dans l'intestin

E. coli est l'espèce aérobie quantitativement la plus importante, présente à raison de 10⁷ à 10⁹ corps bactériens par gramme de sels.

La recherche d'*E. Coli* dans l'eau d'alimentation est faite pour apprécier sa potabilité. La présence d'*E. Coli* dans l'eau est le témoin d'une contamination fécale récente et la rend impropre à la consommation. ⁸⁸

b.1. Définition :

Escherichia coli (colibacille) est une entérobactérie mobile capable de fermenter le lactose et de produire de l'indole.

b.2. Habitat :

E. coli est un commensal du tube digestif de l'homme et de nombreux animaux. Il représente à lui seul la plus grande partie de la flore bactérienne **aérobie** de l'intestin (espèce aérobie **dominante**) à raison de 10⁸ par gramme de fèces (flore totale : 10¹¹ à 10¹² bactéries par gramme).

⁸⁶ Ministère de la santé nationale et du bien-être social; Microbiological quality of drinking water ; publication 77-EHD-2(1977).

⁸⁷ American public health Association; standard methods for the examination of water and wastewater; Ed Washington, DC (1985).

⁸⁸ J.-L.Avril, H.Dabernat, F.Denis, H.Monteil ; Bacteriologie clinique ; Ed ellipses; (2000).

❖ Mécanisme général d'adhésion:

Comme schématisé sur la figure I-7, la formation d'un bio-film « mature » sur une surface s'effectue généralement selon les quatre étapes successives suivantes: ⁸⁹

a. Transport des cellules vers le support solide par sédimentation (due aux forces de gravité), mouvement Brownien (mouvement perpétuel aléatoire), turbulence du liquide de suspension ou encore motilité des micro-organismes. Adhésion initiale, par interactions physico-chimiques entre micro-organismes et support récepteur⁹⁰.

b. Consolidation de l'adhésion par l'intermédiaire d'interactions moléculaires plus spécifiques entre le micro-organisme et le support⁹². Les structures polymériques permettant ces interactions moléculaires sont la capsule, le slime, le glycocalyx, les exopolymères, les fimbriae ou pili.

c. Colonisation de la surface. Cette colonisation résulte de la multiplication des micro-organismes. La croissance et la division des micro-organismes sont possibles principalement grâce aux nutriments i.e. protéines adsorbées à l'interface solide-liquide⁹³. Les bactéries adhérant à la surface sécrètent des polymères extracellulaires (EPS) ou glycocalyx qui emprisonnent les bactéries et les nutriments dans une matrice⁹⁴. Cette couche muqueuse et les bactéries forment ainsi un bio-film. ⁹⁵

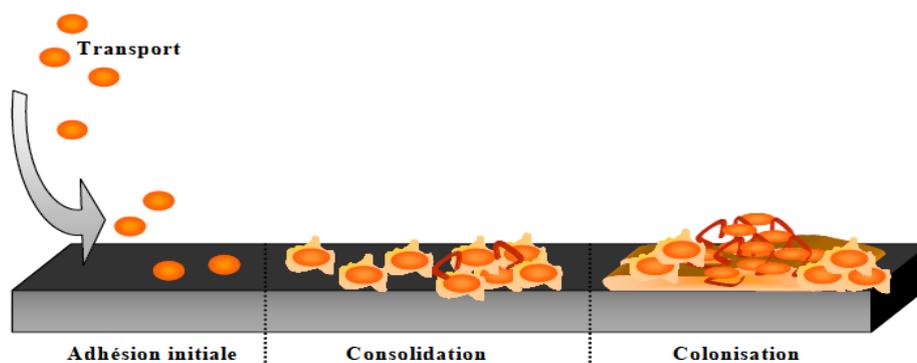


Figure I.27: Etapes de la formation de bio-films microbiens. ⁹⁶

⁸⁹ Busscher, 1995

⁹⁰ (Cas des bactéries ciliées ou flagellées) (Korber et al, 1995).

⁹² (Busscher et Weerkamp, 1987 ; van Loosdrecht et al, 1990 ; An et Friedman, 1997).

⁹³ (Van Loosdrecht et al, 1990).

⁹⁴ (Brading et al, 1995).

⁹⁵ (Korber et al, 1995).

⁹⁶ (Adapté de Bellon-Fontaine et Briandet, 2000).

L'adhésion est donc l'étape clé de la contamination des matériaux. Comme mentionné précédemment, la bioadhésion est le résultat d'interactions physico-chimiques non covalentes entre les macromolécules présentes à la surface des cellules microbiennes et le support récepteur. Ces interactions non covalentes comprennent les interactions électrostatiques (EL), van der Waals (LW), Lewis acide-base (électron-donneur/électron-accepteur) (AB) ainsi que les interactions liées aux mouvements brownien (BR) (van Oss et al, 1988).

❖ **Model d'adhésion polymère-bactérie**

Du point de vue physico-chimique, l'adhérence bactérienne aux polymères peut être considérée comme l'adhérence d'une particule sur une surface pleine dans un environnement liquide. Différent modèles sont valables pour décrire l'adhérence bactérienne.⁹⁷ Il y a deux modèles décrivant l'adhérence bactérienne dans le cas des interactions non spécifiques:

- Modèle thermodynamique est basée sur les tensions superficielles.
- Théorie de DLVO (Derjaguin, London, Verway and Overbeek), la théorie explique à longue portée les forces de Van der Waal où des interactions électrostatiques additionnelles sont considérées.⁹⁸

⁹⁷ Filip and Hotori, 1984; Rouxhet and Mozes, 1990; Mozes and hanxhet, 1991, (1992).

⁹⁸ Rutter and Vincent, 1980; Rijnaarts et al., (1995)

V. Détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI) :

Principe :

- C'est la plus faible concentration des molécules à tester qui inhibe toute croissance visible d'une souche bactérienne après 18h d'incubation dans un milieu de croissance spécifique et l'approche la plus utilisée pour évaluer in vitro l'activité bactériostatique d'une nouvelle molécule à activité antibactérienne.

Technique :

Grace à la méthode de dilution, on peut déterminer la valeur de la CMI. Cette méthode peut être appliquée en gélose et en bouillon

Dans la méthode de dilution en bouillon, on prépare une série de tubes de bouillon (habituellement du milieu Mueller-Hinton) contenant des différentes concentrations des nanoparticules à tester et on l'inocule avec une population standard de la souche à testé. La concentration la plus faible de NPs inhibant la croissance après 18 à 24 heures d'incubation est la CMI. ¹⁰⁰

-Parallèlement à la CMI, on réalise un dénombrement sur gélose nutritif des bactéries pour chaque concentration après (16, 18, 24,72h).



Figure I.28: CMI-microplaque.

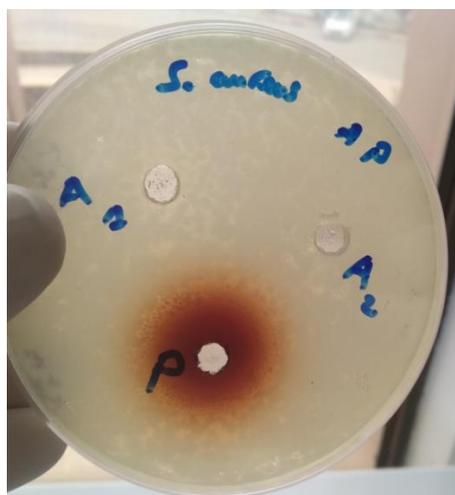
¹⁰⁰ Prescott, Harley, Klein, Wiley, Sherwood, Woolverton. (2010):Microbiologie 3eme edition.p:840.

❖ **Activité antibactérienne**

Les résultats ci dessous récapitulés dans le tableau et figure sont réalisés au niveau de laboratoire de microbiologie d'université de Saida.

Tableau II.16 : Résultats d'activité antibactérienne.

Les souches bactérienne	Zone d'inhibition (mm)	CMI (mg/ml)
<i>E. Coli</i>	25	1,25
<i>S. Aureus</i>	20	0,62
<i>C. Albicans</i>	26	0,62

**Figure II.18** : détermination de la zone d'inhibition(*S.Aureus*).

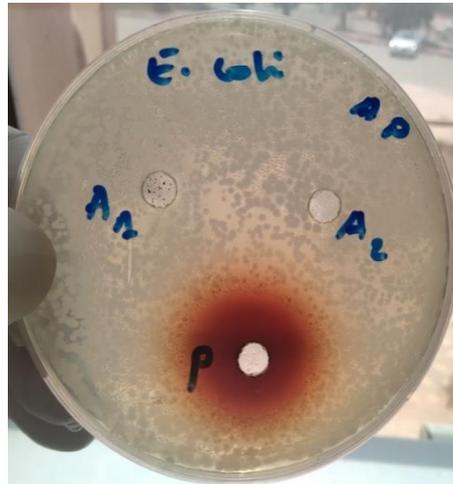


Figure II.19 : détermination de la zone d'inhibition (*E. Coli*).



Figure II.20 : détermination de la zone d'inhibition (*C. Albicans*).

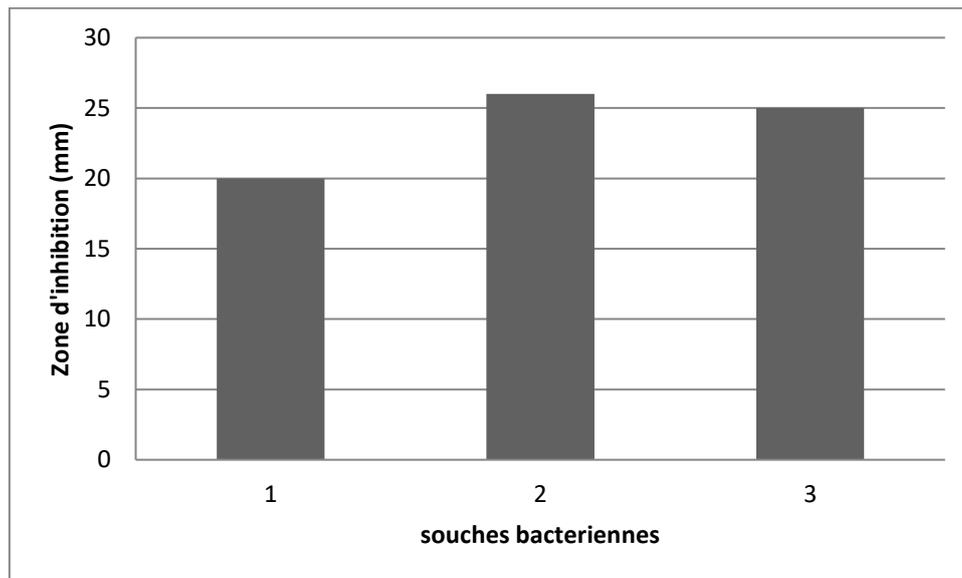


Figure II.21 : les zones d'inhibition de produit vis-à-vis les différentes souches bactériennes.

- ✚ Nous remarquons une grande zone d'inhibition pour les trois souches [*E. Coli* (25 mm), *S. Aureus* (20 mm) et *C. Albicans* (26 mm)]. Donc notre matériau organique procède une bonne activité antibactérienne.

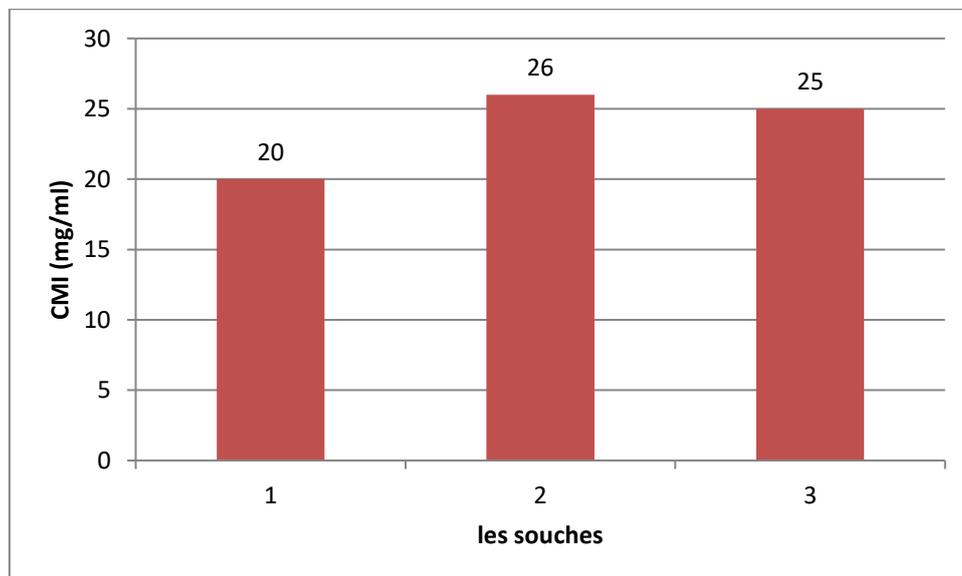


Figure II.22 : Histogramme des valeurs de CMI pour chaque souche en (mg/ml).

- ✚ Donc le paraminophénol a montré une forte activité antibactérienne vis-à-vis *E.Coli* et *C. Albicans*.

❖ TECHNIQUE D'ANALYSE ET CARACTERISATION

La caractérisation des produits obtenus a été faite par des méthodes d'analyses telles que : l'IR, la RMN¹H, la RMN¹³C.

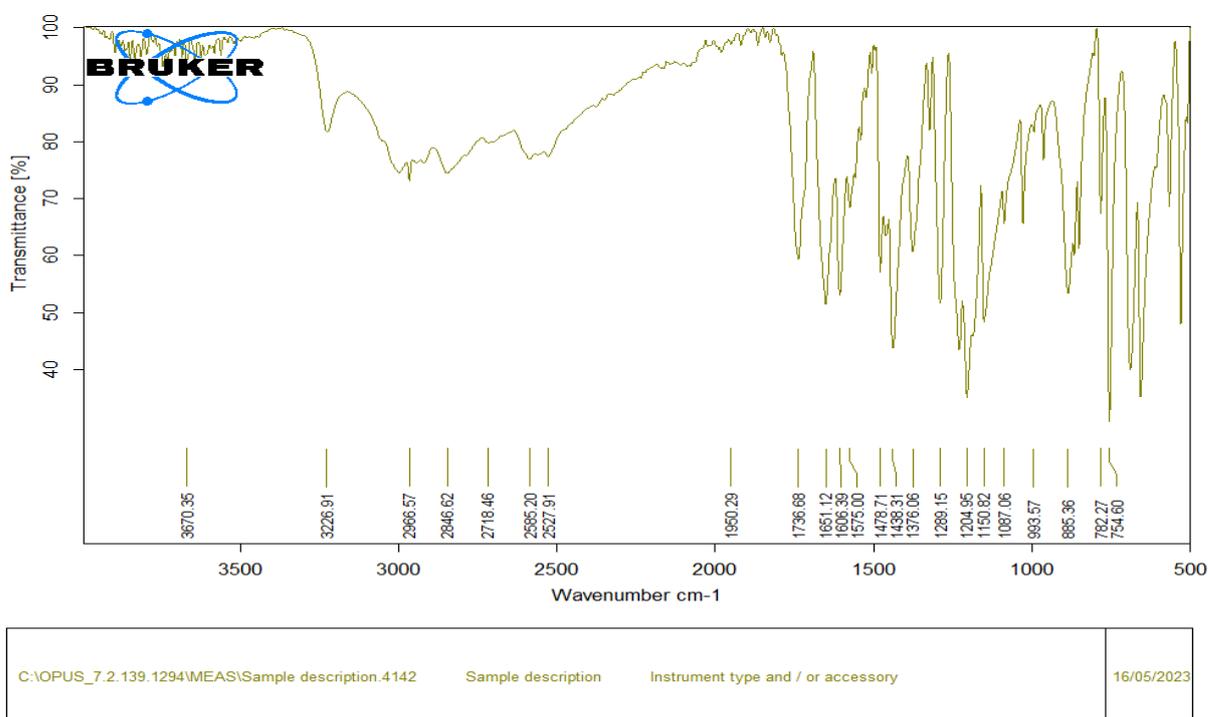
I. Analyse infra rouge (IR)

Le spectre IR est enregistré sur spectrophotomètre au niveau du laboratoire de chimie des polymères (LCP), à l'université Es-Senia Oran.

Cette méthode nous a permis d'observer les bandes de vibration des principaux groupements fonctionnels des polymères obtenus. Les mesures ont été prises dans le dichlorométhane dans une gamme 400-600cm⁻¹.

I.1. Spectre IR du poly aniline-formol :

Le spectre IR de poly (aniline-formol) contenant en position para l'amine est montré dans la figure II.23 et les principales bandes sont mesurées dans le tableau II.17.



Seite 1 von 1

Figure II.23 : Spectre Infrarouge de poly aniline-formol.

Tableau II.17: Assignement des bandes IR du poly (aniline-formol).

Déplacement	Bande d'absorption	Nature
$\nu_{(NH_2)}$	3450-3550	Libre
ν_{CH}	2846,62	Aromatique
ν_{CH_2}	2966,57	Aliphatique
$\nu_{(C=C)}$	1651,15	Cycle benzénique
$\gamma_{(C-N)}$	1204,15-1289,15	Aromatique
$\gamma_{ip(CH)}$	1150,82	Aromatique
$\gamma_{op(CH)}$	995.2-862.1	H isolé
$\gamma_{op(CH)}$	825	2H para substitué

✚ une bande entre $3450-3550\text{ cm}^{-1}$ qui correspond à la fonction NH_2 elle est attribuable à la présence de l'amine primaire sa déformation est a enivrent 1200 cm^{-1} .
 Les bandes de vibration de liaison $-CH$ aromatique égale a $2846,62\text{ cm}^{-1}$ ainsi la formation d'un pont méthylénique est montré par la bande $1150,82\text{ cm}^{-1}$.

I.2. Spectre IR du poly para-aminophénol-formol :

Le spectre IR de poly (para-aminophénol-formol) contenant en position para l'amine est

Montré dans la (figure II.24) et les principales bandes sont mesurées dans le (tableau II.18).

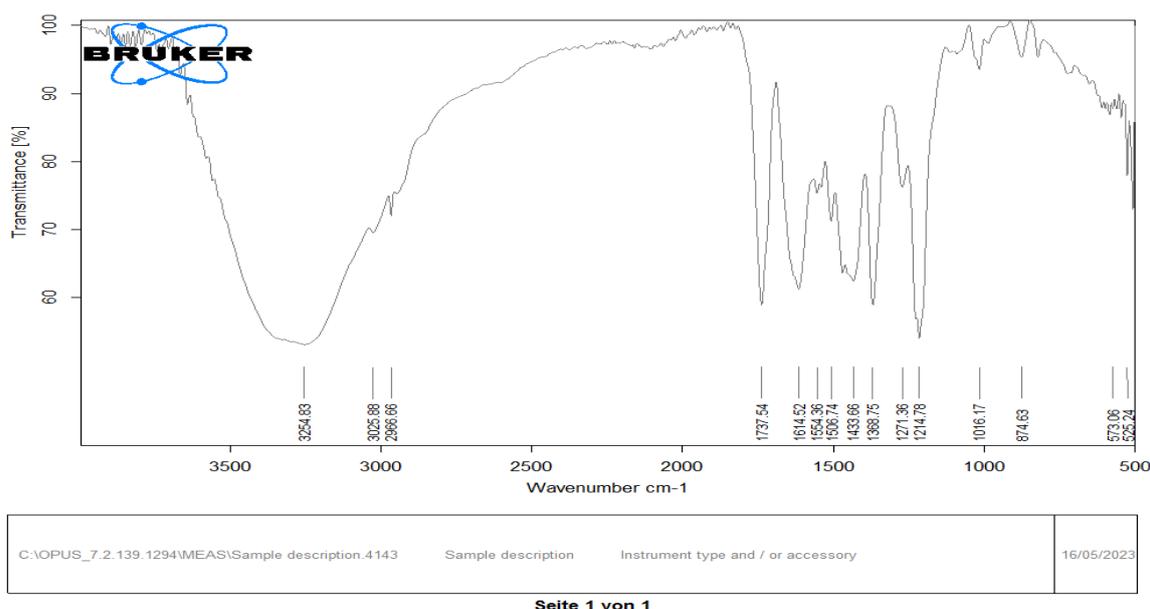


Figure II.24 : Spectre IR du poly para-aminophénol-formol.

Tableau II.18 : Assignement des bandes IR du (para-aminophénol-formol).

Déplacement	Bande d'absorption	Nature
ν_{OH}	3254,83	Bande d'OH libre
$\nu_{(NH_2)}$	3025,88	Libre
ν_{CH}	2966,66	Aromatique
ν_{CH_2}	2200-2300	Aliphatique
$\nu_{(C=C)}$	1737,54	Cycle benzénique
$d_{(CH_2)} ; d_{ip(OH)}$	1368,75	Cycle benzénique Phénolique
$\nu_{ip(C-N)}$	1271,36	Phénolique

$d_{ip(CH)}$	1214,78	Aromatique
--------------	---------	------------

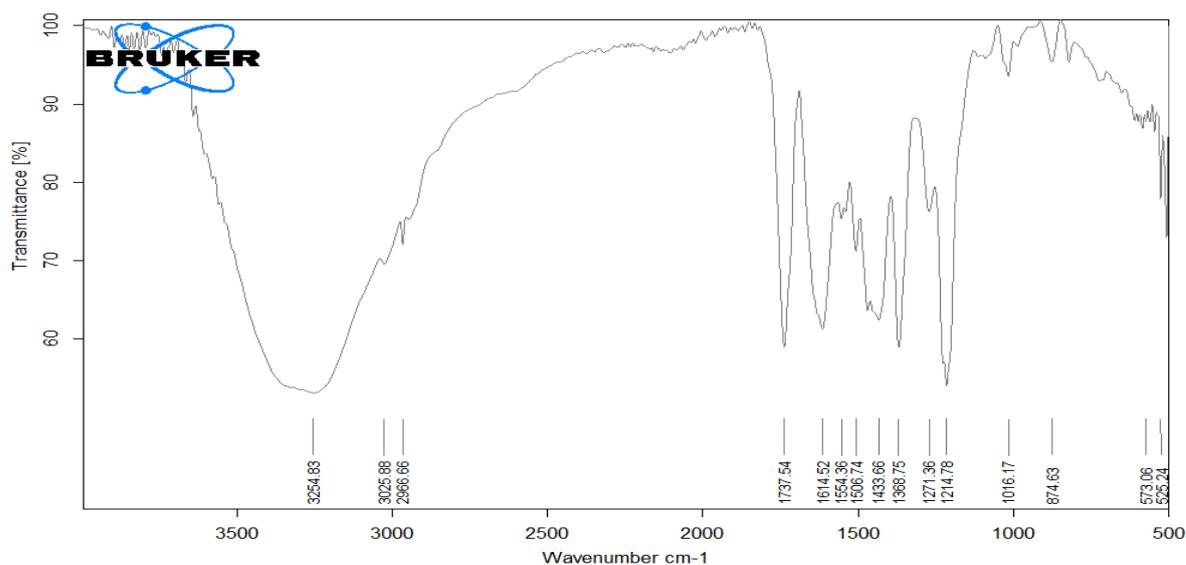
✚ la bande large $3254,83 \text{ cm}^{-1}$ qui correspond à la fonction OH elle est attribuable à la présence d'alcool aromatique.

Les bandes de vibration d'élongation de la liaison $-CH$ aromatique égale a $2966,66 \text{ cm}^{-1}$.

La présence de bande $C=C$ aromatique a $1737,54 \text{ cm}^{-1}$.

I.3. Spectre IR du poly para-aminophénol-Acétone :

Le spectre IR de poly (para-aminophénol-formol) contenant en position para l'amine est montré dans la figure II.25 et les principales bandes sont mesurées dans le tableau II.19.



C:\OPUS_7.2.139.1294\MEAS\Sample description.4143	Sample description	Instrument type and / or accessory	16/05/2023
---	--------------------	------------------------------------	------------

Seite 1 von 1

Figure II.25 : Spectre IR du poly para-aminophénol-Acétone.

Tableau II.19 : Assignement des bandes IR du (para-aminophénol-Acétone).

Déplacement	Bande d'absorption	Nature
ν_{OH}	3254,83	Bande d'OH libre
$\nu_{(NH_2)}$	3025,88	Libre
ν_{CH}	2966,66	Aromatique
ν_{CH_3}	1554,36	Aliphatique
$\nu_{(C=C)}$	1737,54	Cycle benzénique
$\nu_{ip(C-N)}$	1271,36	Phénolique
$d_{ip(CH)}$	1214,78	Aromatique

✚ la bande large $3254,83 \text{ cm}^{-1}$ qui correspond à la fonction OH elle est attribuable à la présence d'alcool aromatique.

Les bandes de vibration d'élongation de la liaison –CH aromatique égale a $2966,66 \text{ cm}^{-1}$.

La présence de bande –CH₃ aliphatique a $1737,54 \text{ cm}^{-1}$.

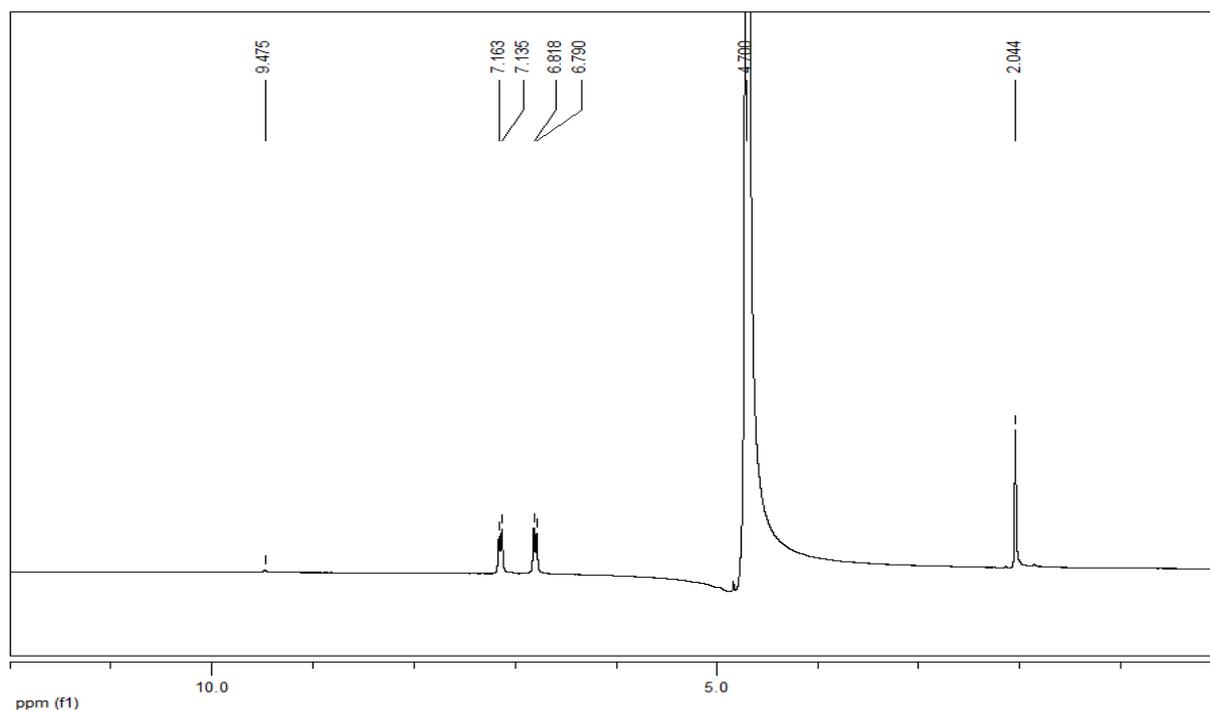
II. Analyse RMN (^1H , et ^{13}C)

Les spectres RMN ^1H , RMN ^{13}C , ont été enregistrés sur un spectrographe BRUCKER A.M.300 MHz de FT au niveau du laboratoire de chimie des polymères (LCP), l'université Es-Senia, Oran.

Cette méthode nous a permis d'identifier les produits obtenus, les mesures ont été prises dans le chloroforme deutéré, en utilisant comme référence interne le tétraméthylsilane (TMS).

II.1. Spectre RMN ^1H du poly para-aminophénol- formol :

Les résultats de l'RMN ^1H P-aminophénolformol sont montrés respectivement dans le tableau II.20 et le spectre est montré dans la figure II.26.



Figures II.26 : Spectre RMN ^1H de poly para-aminophénol-formol.

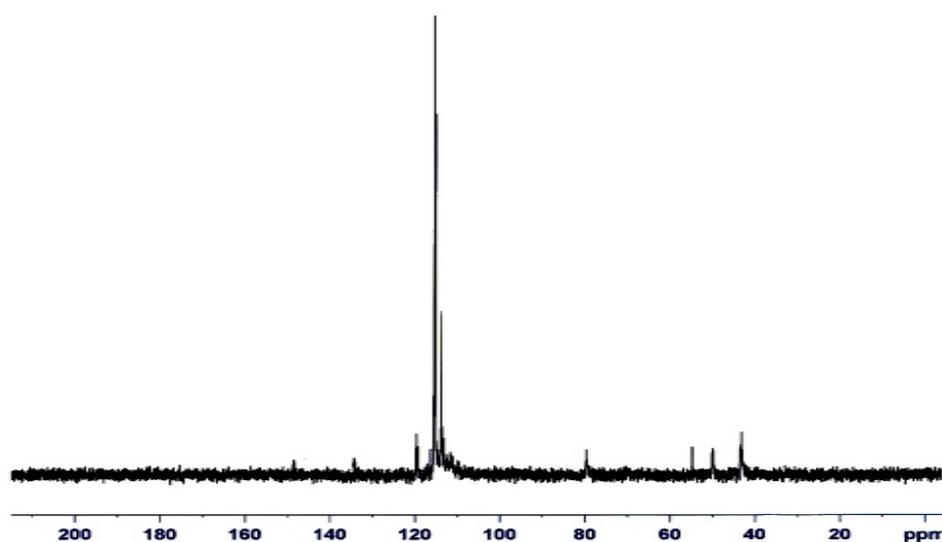
Tableau II.20 : déplacement chimique des différents protons présent dans le P-aminophénolformol en solution dans Eau chaude deutéré d'après RMN ^1H .

δ (ppm)	Attribution
2,044(singulier)	Pont méthylène
4,700(singulier)	-NH ₂
6,790-7,163	Aromatique
9,475(singulier)	-OH

✚ l'attribution du pont méthylène a 2,044ppm confirme la polymérisation; et les fonctions -OH et -NH₂ sont conservés.

II.2. Spectre RMN ^{13}C du poly para-aminophénol-formol :

Les résultats de l'RMN ^{13}C P-aminophénolformol sont montrés respectivement dans le tableau II.21 et le spectre est montré dans la figure II.27.



Figures II.27 : Spectre RMN ^{13}C du poly para-aminophénol-formol.

Tableau II.21 : déplacement chimique des différents carbones présent dans le poly (PAPF) en solution dans CDCl_3 d'après RMN ^{13}C .

δ (ppm)	Attribution
154,9	-OH (lié au carbone aromatique)
30	- <u>C</u> H ₂ -
130	Ortho- <u>C</u> ycle
127	Para- <u>C</u> ycle (Aromatique-CH ₃)

II.3. Spectre RMN ^1H du poly para-aminophénol-Acétone :

Les résultats de l'RMN ^1H P-aminophénol-Acétone sont montrés respectivement dans le tableau II.22 et le spectre est montré dans la figure II.28.

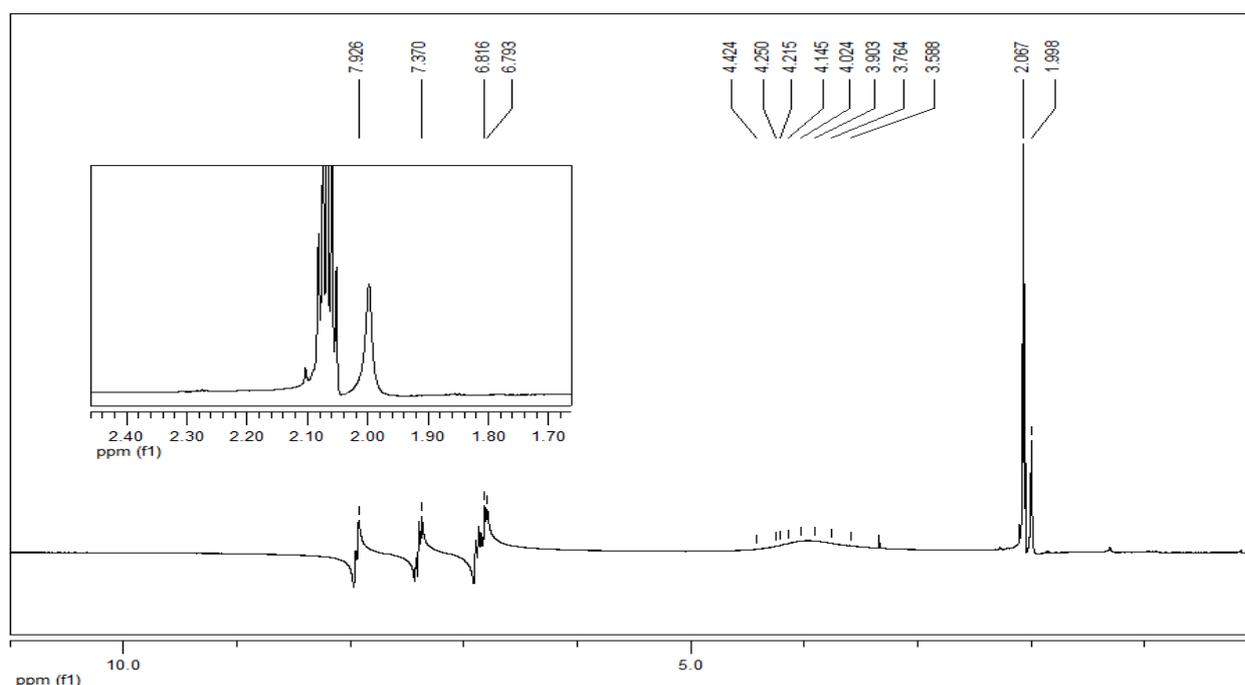


Figure II.28 : Spectre RMN ^1H de poly para-aminophénol-Acétone.

Tableau II.22 : déplacement chimique des différents protons présent dans le

P-aminophénol-Acétone en solution dans eau chaude deutéré d'après RMN ^1H .

δ (ppm)	Attribution
3,588(singulier)	Pont méthylène
4,424(singulier)	-NH ₂
6,763-6,816	Aromatique
7.926(singulier)	-OH

II.4. Spectre RMN ^{13}C du poly para-aminophénol-Acétone :

Les résultats de l'RMN ^{13}C P-aminophénol-Acétone sont montrés respectivement dans le tableau II.23 et le spectre est montré dans la figure II.29.

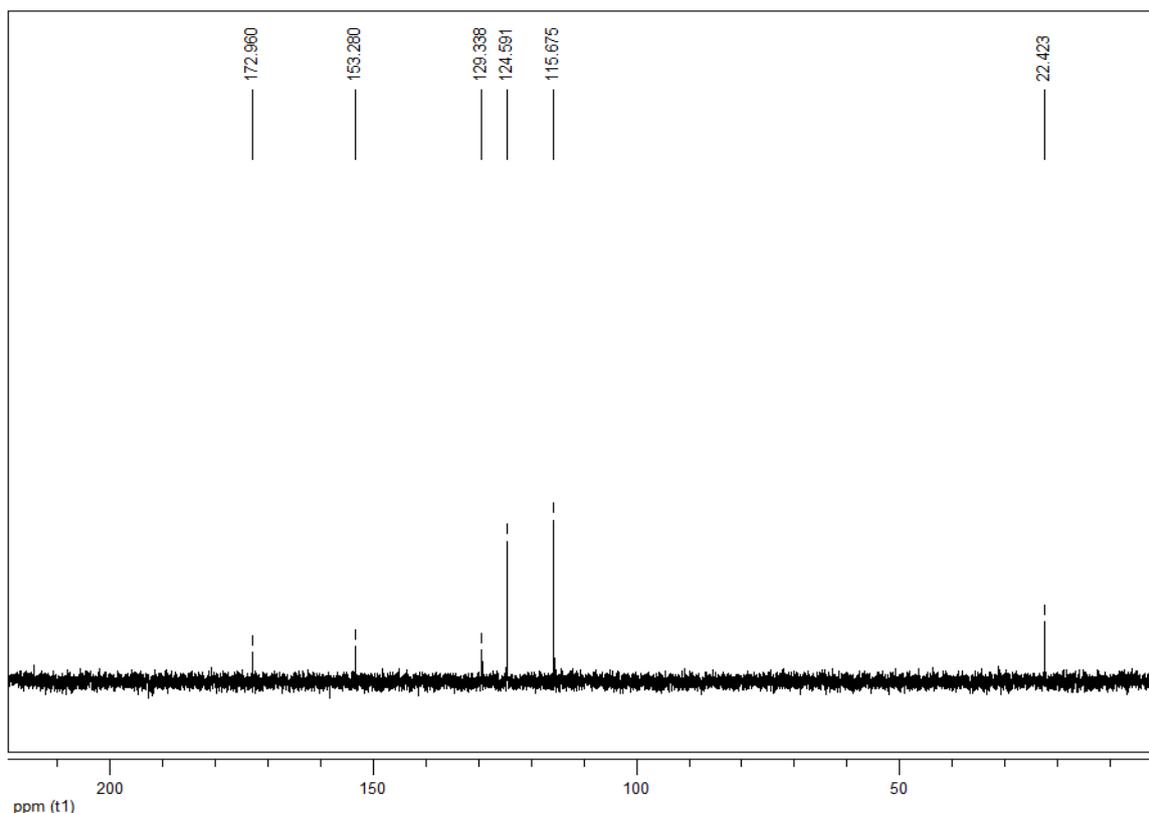


Figure II.29 : Spectre RMN ^{13}C du poly para-aminophénol-Acétone.

Tableau II.23 : déplacement chimique des différents carbones présent dans le poly (PAPA) en solution dans eau chaude d'après RMN ^{13}C .

δ (ppm)	Attribution
154,9	-OH (lié au carbone aromatique)
22,423	- $\underline{\text{C}}\text{H}_2$ -
115,675	- $\underline{\text{C}}$ aromatique
129,338	Ortho- $\underline{\text{C}}_{\text{ycle}}$
124,591	Para- $\underline{\text{C}}_{\text{ycle}}$ (Aromatique- CH_3)
153,280	C-NH ₂

Conclusion

Conclusion

Le présent travail s'oriente vers une voie de valorisation exploitée des polymères d'activité antimicrobienne. Il vise à étudier la polymérisation du poly aniline et poly paraminophénol par une réaction de polycondensation en présence du monomère (formaldéhyde et l'acétone), en présence des différents catalyseurs [homogène(HCl) et hétérogène (Maghnite H⁺)]; les produits obtenus sont purifiés par la méthode de recristallisation.

Le meilleur rendement de la polymérisation a été obtenu à une température de 80°C, et un pourcentage du catalyseur acide(HCl) et hétérogène (Maghnite H⁺) 10%, pendant 120 minutes pour les deux polymères ;

- La polycondensation du paraminophénol et formaldéhyde, avait abouti à un polymère solide de couleur rouge et un rendement de 93,03%.
- La polycondensation du paraminophénol et acétone, avait abouti à un polymère solide de couleur blanche et un rendement de 90%.

L'activité antimicrobienne est réalisée par la méthode des puces ; nos matériaux ont montré une grande zone d'inhibition pour les trois souches [*E. Coli* (25 mm), *S. Aureus* (20 mm) et *C. Albicans* (26 mm)] ; qui nous a permis de calculer la CMI.

Alors notre matériau organique procède une bonne activité antibactérienne.

Résumé :

Ce travail vise à établir de nouvelles vues pour la recherche afin de comprendre les phénomènes de polymérisation et de donner des définitions aux polymères et à ces nombreuses applications tel que l'activité antimicrobienne ; structures et différentes propriétés en utilisant le monomère (N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide), par réaction de polycondensation avec le formaldéhyde ensuite on le remplace par réactif moins toxique acétone on utilisant le (HCl et Maghnite H⁺) comme des catalyseurs dans des circonstances expérimentales diverses et spécifiques.

Ces polymères sont souvent utilisés dans le domaine industriel et pharmaceutique et antimicrobienne.

Mots clés : polycondensation, activité antibactérienne, Maghnite H⁺, N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide, poly paraminophénol, poly aniline-formol.

Summary :

This work aims to establish new views for research in order to understand the phenomena of polymerization and to give definitions to polymers and to these numerous applications such as antimicrobial activity; structures and different properties using the monomer (N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide), by polycondensation reaction with formaldehyde then we replace it with the less toxic reagent acetone using (HCl and Maghnite H⁺) as catalysts in certain circumstances diverse and specific experiments.

These polymers are often used in the industrial and pharmaceutical and antimicrobial fields.

Key words: polycondensation, antibacterial activity, Maghnite H⁺, N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide, poly p- aminophenol, poly anilin-formaldéhyde.

الملخص

يهدف هذا العمل إلى إنشاء وجهات نظر جديدة للبحث من أجل فهم ظاهرة البلمرة و اعطاء تعريفات للبوليمرات والتطبيقات العديدة مثل النشاط المضاد للميكروبات؛ تراكيب و خواص مختلفة باستخدام المونومر (N-(4-hydroxyphenyl) ethanamide, عن طريق تفاعل التكثيف المتعدد مع الفورمالدهيد ثم نستبدله بأسيتون الكاشف الاقل ضرر باستخدام () كمحفزات في ظروف متنوعة ومحددة.

غالبا ما تستخدم هذه البوليمرات في المجالات الصناعية و الصيدلانية وتستخدم كمضادات للميكروبات.

الكلمات المفتاحية: التكثيف المتعدد، نشاط مضاد للميكروبات، فورمالدهيد.