

***RAPPORT DE STAGE DE
FORMATION A L'ETRANGER***

LE STAGIAIRE / :

NOM ET PRENOM : ABIDI Louiza

INSCRIT EN : troisième année

DEPARTEMENT : Physique

NOM ET PRENOM DU DIRECTEUR DE LA THESE : OUHENIA Salim

LE STAGE/ :

LIEU : Institut des Molécules et des Matériaux (IMMM) université du Mans

DUREE et PERIODE : 2 mois. 26/04/2019 au 06/07/2019

Les Objectifs du Stage :

- Caractérisation des échantillons de Carbonate de Calcium préparés au sien de notre laboratoire à différentes températures avec et sans l'utilisation d'additifs par microscope électronique à balayage, DRX, spectrométrie IR et Raman.
- Synthèse et caractérisation de Carbonate de Calcium Vaterite pure sans et avec additif.

Les travaux réalisés :

- Analyse des particules des Carbonates de Calcium élaborées à 25°C, 50°C et 85°C sans et avec acide aminé (Cystéine, préparer au LMPC, Bejaia) par le MEB.
- Analyse MEB des échantillons fabriqués à 25°C, 50°C et 85°C sans et avec additif (Alanine, préparer au LMPC, Bejaia).
- Profilage en profondeur de l'analyse par spectroscopie Raman (imagerie Raman) de certains échantillons (LMPC, Bejaia) afin d'identifier les différentes formes observées par le MEB.
- Synthèse de la Vaterite par la méthode classique à la température ambiante sans et avec additif.
- Synthèse de Carbonate de Calcium à 30°C, 50°C et 80°C sans et avec additif (3 additifs différents).
- Préparation de la Calcite, Vaterite et Aragonite à 50°C et 85°C sans additif.
- Elaboration des particules de la Vaterite à 30°C avec des concentrations doubler des additifs ajouter au cours de la synthèse.
- Pour éviter la transformation de la forme instable aux formes stables, une synthèse de CaCO_3 a été faite à 25°C, 50°C et 80°C en absence et en présence d'Acide Polyacrylique (PAA).
- Etude sur l'effet de PAA sur la formation des phases du CaCO_3 , en plus sur la fraction volumique et la morphologie.
- L'utilisation d'huile d'olive dans la fabrication du Carbonate de Calcium, élaboré avec la méthode classique à 30°C et 40°C pour étudier son effet sur la croissance des polymorphes du CaCO_3 .
- Calcul de l'angle de contact d'une goutte d'eau sur les poudres de CaCO_3 réalisées avec huile d'olive par l'appareil onde de contact pour montrer que l'échantillon est hydrophobe.
- Caractérisation des échantillons obtenus par la diffraction des Rayons X.

- Traitement des résultats donner par la DRX avec le programme MAUD pour calculer les proportions volumiques, les paramètres de maille et taille moyenne des cristallites des phases cristallins existant dans les échantillons.
- Suivi par l'analyse Infrarouge afin d'identifier les phases cristallins et l'analyse Raman pour confirmer les résultats donner par les méthodes de caractérisation précédentes.
- Etude sur la morphologie des polymorphes par le microscope électronique à Balayage.
- De manière générale durant cette période on a préparé 33 échantillons de CaCO_3 qui sont analysés par les techniques de caractérisations cité en haut. 20 échantillons fabriqués au niveau de notre laboratoire ont été analysés par MEB. La plupart des échantillons préparés en utilisant le protocole développé à l'IMMM ont la structure de de la vaterite.
- Publication des premiers résultats.

Les résultats obtenus :

- L'analyse des diagrammes de diffraction a montré que à 25°C et 50°C en absence d'additif la forme prédominante est la Calcite. Par contre à 85°C sans additif est l'Aragonite. En effet en présence des additifs une forte augmentation de la fraction volumique de la Vaterite a été marqué en faveur d'une diminution de celle de la Calcite à 25°C et 50°C . Ainsi à 85°C la forme majoritaire est l'Aragonite.
- L'augmentation de la concentration des additifs conduit à une faible diminution de proportion volumique de la Vaterite, le contraire est observé pour la Calcite.
- Suite à des résultats obtenus par l'affinement Rietveld des échantillons préparés à température ambiante, 30°C et 50°C sans et avec additif, la teneur en Calcite est fortement descendue ainsi que la quantité de la Vaterite passe à 99.18% en fraction.
- A 85°C sans additif, l'affinement permet d'obtenir un rapport élevé de 96.88% pour l'Aragonite.

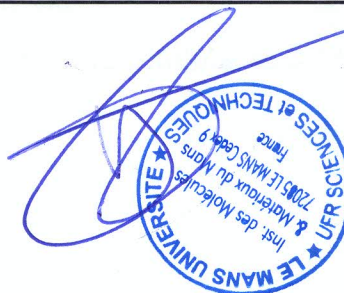
- D'autre part, les paramètres de maille (a, b et c) et les tailles moyennes des trois polymorphes de CaCO_3 sont calculés par la méthode Rietveld implémenté dans le programme MAUD.
- Les résultats d'analyse Infrarouge et Raman ont marquées des bandes caractéristiques correspondant à la Calcite et la Vaterite à 25°C et 50°C, alors que celles de l'aragonite sont marquées à 80°C et 85°C. D'une manière globale, ces résultats confirment les résultats obtenus par la DRX.
- Les images MEB de tous les échantillons montrent la présence des particules de Calcite sous forme Rhomboédrique.
- Les particules de Vaterite s'agglomèrent pour former plusieurs formes comme : rose de sable, sphérique et ovoïde ect, ceci doit être confirmé par l'imagerie Raman. De plus la forme bâtonnet correspond à CaCO_3 aragonite.
- La taille des particules observées par le MEB, varie entre 2 μm et 5 μm pour la Calcite, alors que la taille de Vaterite et l'Aragonite est d'environ 4 μm et 10 μm respectivement.
- Une transformation de la morphologie a été provoquée après l'incorporation de PAA et des acides aminés.
- Des particules de Carbonate de Calcium hydrophobes ont été synthétisées après l'addition d'huile d'olive comme additif.

Perspectives

Il conviendra de poursuivre les travaux sur la fonctionnalisation avec l'huile d'olive ce qui imposera à Louiza Abidi de revenir au Mans pour une période qu'il conviendra de préciser.

SIGNATURE DE STAGIAIRE

VISA DU LABORATOIRE D'ACCUEIL



Prof. A. GIBAUD