



## Mémoire de Master

Présenté par :

- Mlle Chanez MAOUCHE
- Mlle Nawel MOUZAOU

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Spécialité : Analyses Chimiques*

**Thème :**

Extraction et purification des nanoparticules de  
carbones à partir des suies de bougie

**Soutenu le : 26/06/2016**

**Devant le jury composé de :**

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
A. SOUCI	Physique	Président
A. BOUKERROUI	Chimie	Examinateur
T.A. MOSTEFAOUI	Physique	Encadrant
S. BOULEDOUAR	Génie des procédés	Co-encadrante

« Figure-toi, que j'apprends la chimie dans un livre ! Tu imagines le peu que cela m'apporte, mais que faire, puisque je n'ai pas où faire des travaux pratiques et des expériences.»

Marie Curie

*À nos mamans, à nos mamans et à nos mamans.*

*Puis à nos pères*

*Et frères et sœurs*

## REMERCIEMENT

Ce travail a été réalisé au laboratoire de Physico-chimiques des matériaux à l'université Abderrahmane Mira de Bejaia sous la direction de monsieur Toufik.A MOSTEFAOUI à qui on adresse nos sincères remerciements pour la confiance qu'il nous a témoigné, du précieux temps qu'il nous a accordé et du dévouement dont il a fait preuve, auprès de lui on s'est enrichis de son savoir et de ses valeurs humaines, qui sans ça ce travail n'aurait pas vu le jour.

Nous tenons à remercier notamment Mlle Samira BOULEDOUAR pour l'enthousiasme qu'elle a fait preuve, son dynamisme, son sérieux ainsi que sa disponibilité, qui nous a épaulé et guidé tout au long de ce travail et qui aujourd'hui on est fière de la compter parmi nos amis.

On exprime également notre reconnaissance à :

Monsieur A.SOUICI président du jury et à Monsieur A.BOUKERROUI examinateur, qui nous ont accordé leur temps pour lire ce mémoire et plus largement de l'intérêt qu'il porte à ce travail.

Nous voudrions également remercier Monsieur S. OUHNIA de nous avoir apporté son aide.

## LISTE DES ABRÉVIATIONS

**$D_4^{20}$**  : Densité de la substance à 20°C par rapport à de l'eau à 4°C

**CVD** : Technique de décomposition catalytique en phase vapeur.

**DRX** : Diffraction des Rayons X

**FTIR** : Infrarouge à transformée de Fourier

**HACA**: Hydrogen-Abstraction/Carbon-Addition

**HAPs/ PAHs** : Hydrogène Aromatique Polycycliques.

**i.e.** : c'est-à-dire

**ICMM** : Image Créée par Maouche & Mouzaoui

**IR** : Infrarouge

**IUPAC**: International Union of Pure and Applied Chemistry.

**MEB** : Microscopie Électronique à balayage

**ppm**: Partie par million

**T.P.N** : condition Normal de Température et de Pression

**u.r** : Unité arbitraire

## LISTE DES FIGURES

### *Chapitre I*

<b>Figure 1.</b> Flamme de diffusion d'une bougie ICMM.....	6
<b>Figure 2.</b> Ces deux flammes ont été obtenues par combustion d'éthylène. L'éthylène de la flamme de droite a été dilué avec de l'azote, ce qui empêche la formation de la suie.....	7
<b>Figure 3.</b> Structure élémentaire d'une particule de suie automobile .....	8
<b>Figure 4.</b> Sous-structure d'une particule de suie ICMM.....	9
<b>Figure 5.</b> Représentation schématique de la schématique de la structure du graphite ICMM.....	10
<b>Figure 6.</b> Structure du diamant.....	11
<b>Figure 7.</b> Modèle représentant la structure en coupe d'une particule de noire de carbone composée de microcristallites.....	12
<b>Figure 8.</b> Spectre Raman du noir de carbone.....	13

### *Chapitre II*

<b>Figure 9.</b> Schéma de l'adsorption physique d'un gaz sur un solide.....	23
<b>Figure 10.</b> Classification IUPAC des isothermes d'adsorption.....	27

### *Chapitre III*

<b>Figure 11.</b> Combustion d'une bougie.....	35
<b>Figure 12.</b> Becher contenant les particules de suies dans un dessiccateur sous vide.....	36
<b>Figure 13.</b> Récupération de la suie sur la lame de verre.....	36
<b>Figure 14.</b> Ecorché de la colonne d'un microscope électronique à balayage.....	38
<b>Figure 15.</b> Interaction électrons/matière : rayonnements émis par les atomes sous un faisceau d'électron.....	39
<b>Figure 16.</b> Interaction d'un électron primaire avec l'échantillon.....	39
<b>Figure 17.</b> Diffusion des rayons X.....	40
<b>Figure 18.</b> Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires espacés d'une distance $d$ .....	41

<b>Figure 19.</b> Principe de fonctionnement d'un spectromètre IR à balayage.....	42
<b>Figure 20.</b> Un spectromètre IR à transformée de Fourier.....	42
<b>Figure 21.</b> Spectre IR des particules de suies de bougie.....	46
<b>Figure 22.</b> Particules de suie vues sous le MEB.....	47
<b>Figure 23.</b> Spectre DRX de la suie traité par le logiciel Igor.....	47
<b>Figure 24.</b> Spectre observé (bleu), spectre obtenu après affinement ( en noir) et spectre différence (en bas).....	49
<b>Figure 25.</b> Spectre IR des particules de suie lavées avec de l'eau.....	50
<b>Figure 26.</b> Spectre IR des particules de suie lavées avec de l'acétone.....	51
<b>Figure 27.</b> Spectre IR des particules de suie lavées avec de l'éthanol.....	51
<b>Figure 28.</b> Spectre IR des particules de suies lavées avec le mélange (Acétone + éthanol).....	52
<b>Figure 29.</b> Spectre IR des particules de suies lavées avec le mélange + eau.....	52
<b>Figure 30.</b> Spectre IR des particules de suies lavées avec l'eau + mélange.....	53
<b>Figure 31.</b> Spectre IR des suies lavées et non lavées.....	55
<b>Figure 32.</b> Spectre IR de l'eau après le lavage.....	58
<b>Figure 33.</b> Spectre IR de l'éthanol après le lavage.....	59
<b>Figure 34.</b> Spectre IR du mélange après le lavage.....	60
<b>Figure 35.</b> Spectre IR de l'eau + mélange L après le lavage.....	61
<b>Figure 36.</b> Spectre IR des particules du mélange + eau.....	62
<b>Figure 37.</b> Spectre superposé de l'eau avec le mélange + eau.....	62
<b>Figure 38.</b> Particules de suies lavées avec de l'eau vue sous le MEB à 100µm.....	65
<b>Figure 39.</b> Particules de suies lavées avec l'eau vue sous le MEB à 50 et à 20 µm.....	66
<b>Figure 40.</b> particules de suies lavées avec le mélange Acétone + éthanol vue sous le MEB à 20 µm ,50 µm et 100 µm.....	66
<b>Figure 41.</b> Image MEB de particules de suies lavées avec l'eau puis avec le mélange vue sous le MEB.....	67
<b>Figure 42.</b> comparaison des particules de suies lavées avec l'eau+ mélange (à gauche) et lavées avec l'eau (à droite).....	67

## LISTE DES TABLEAUX

### *Chapitre I*

Tableau 1. Composition des particules de suie Diesel (pourcentages massiques).....	8
--	---

### *Chapitre II*

Tableau 2. Les propriétés chimiques des solvants .....	21
--	----

### *Chapitre IV*

Tableau 3. Bandes Infrarouge des spectres des suies lavées et non lavées.....	56
Tableau 4. Bandes IR des plages spectrales des solvants utilisés pour le lavage. ....	64



# SOMMAIRE

Citation	
Dédicace	
Remercîment	
Liste des abréviations	
Listes des figures	
Listes de Tableaux	
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
Section I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....	2
Chapitre I : LA SUIE ET LES BOUGIES.....	3
INTRODUCTION.....	4
I-1/Généralités sur la combustion d'une Bougie :.....	5
I-1-1/ Composition d'une bougie:.....	5
I-1-2/ Flamme de bougie:.....	5
I-1-3/ Définition d'une flamme de diffusion d'une bougie:.....	5
I-1-4/La couleur de la flamme .....	6
I-2/ Généralité sur la suie:.....	7
I-2-1/ Composition de la suie :.....	7
I-2-2/ formation des particules de suie dans une flamme de bougie: .....	8
I-2-3/ Morphologie et structure cristalline des particules de suie :.....	9
I-2/ Généralité sur les nanoparticules de carbone:.....	10
I-2-1/ Définition des nanomatériaux :.....	10
I-2-2/Les formes traditionnelles du carbone :.....	10
Chapitre II : TRAITEMENT DE LA SURFACE DE LA SUIE (SOLVANT ET ADSORPTION).....	15
INTRODUCTION.....	16
<i>Partie A : Les Solvants</i> .....	17
II-A-1/ Définition d'un solvant : .....	17
II-A-2/ Les Propriétés physico-chimiques des solvants :.....	17
II-A-3/ Les classes de solvants : .....	19

II-A-4/ Famille des solvants : .....	20
II-A-5 /Propriétés des solvants utilisés :.....	21
<i>Partie B : Adsorption</i> .....	22
II-B-1/Définition de l'adsorption : .....	22
II-B-2/Principe de l'adsorption :.....	22
II-B-3/Système poreux : solide poreux : .....	24
II-B-4/ Propriétés physico-chimiques d'un adsorbant: .....	25
II-B-5/Les facteurs influençant l'adsorption : .....	26
II-B-6/Caractérisations empiriques de l'adsorption :.....	27
II-B-7/Les réactions à la surface de la suie : .....	28
<i>Partie C : Vieillessement des suies</i> .....	30
Section II : PARTIE PRATIQUE .....	32
Chapitre III : PROTOCOL EXPERIMENTAL ET TECHNIQUES D'ANALYSES.....	33
INTRODUCTION.....	34
III-1/Extraction des particules de suies à partir d'une bougie.....	35
III-1-1/Choix de la bougie :.....	35
III-1-2/Mode opératoire.....	35
III-2/Nettoyage et purification des particules de suies : .....	36
III-2-1/Choix des solvants :.....	36
III-2-2/Procédé de purification :.....	37
III-3/Microscopie Électronique à balayage " MEB":.....	38
III-3-1/Principe de fonctionnement du MEB :.....	38
III-3-2/Formation de l'image :.....	39
III-4/Diffraction des Rayons X "DRX" :.....	39
III-4-1/Principe de la DRX : .....	40
III-4-2/ La loi de Bragg :.....	40
III-5/ La Spectroscopie Infrarouge: .....	41
III-5-1/ Principe :.....	42
III-5-2/ Appareillage :.....	42

Chapitre IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS.....	43
INTRODUCTION.....	44
IV-1/ Caractérisation des particules de suies non lavées:.....	45
IV-1-1/Analyse des suies non lavée par FTIR : .....	45
IV-1-2/Description des particules des suies par imagerie MEB :.....	46
IV-1- 3/ Analyses par Diffraction à Rayon X (DRX) : .....	47
IV-2-1-1/ Caractérisation des particules de suies lavées:.....	50
IV- 2-1-2/ Interprétation des spectres des suies lavées : .....	53
IV-2-1-3/ Analyse et interprétations des spectres IR des solvants après le lavage de la suie :.....	57
IV-2-2/ Analyses par Microscopie Electronique à Balayage .....	62
IV-2-2-1/Description des particules des suies lavées avec de l'eau après analyse avec le MEB :.....	62
IV-2-2-2/ Description des suies lavées avec un mélange (acétone + éthanol) :.....	63
IV-2-2-3/ Description des particules de suies lavées avec l'eau puis avec le mélange (acétone +éthanol) :.....	64
CONCLUSION.....	68
REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE.....	69
ANNEXE	



## INTRODUCTION GENERALE

Inventée par Alfred le grand au XI<sup>ème</sup> Siècle pour servir à mesurer le temps, la bougie a vu sa fonction changer au fil du temps, utilisée aujourd'hui comme source de lumière de dépannage ou objet de décoration, elle ne reste pas moins indispensable pour la science.

La bougie est une source de carbone, effectivement la fumée noire qu'elle dégage, appelée «suie» contient des nanoparticules de carbone, qui sont d'une importance capitale en vue de leurs propriétés multiples, le but de cet humble travail consiste à essayer de purifier des nanoparticules de carbone à partir d'une source accessible, afin de synthétiser d'autres formes de carbone telle que les nanotubes de carbone ou les nanofeuillets de graphène pour cela nous allons d'abord aborder le mécanisme de la formation des suies tout en définissant leur structure et morphologie, ceci en nettoyant et purifiant nos nanoparticules.

Pour accomplir ce travail, nous allons traiter nos échantillons avec de différents solvants afin d'observer les différentes réactions qui peuvent avoir lieu sur la surface et les phénomènes d'adsorption lors du lavage de nanoparticules de carbone et nous essayerons de voir quel solvant est adéquat pour leur traitement

Dans l'autre partie de ce mémoire nous procéderons à l'analyse des nanoparticules de carbones lavées avec de différentes méthodes instrumentales telle que l'infrarouge, la diffraction à rayon X et la microscopie électronique à balayage pour pouvoir les caractériser et observer le changement enregistré.

En dernier lieu, on effectuera une analyse et interprétation de nos résultats tout en expliquant les différents phénomènes et modification ayant été enregistrée.

**Section I :**  
**REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

**Chapitre I :**  
**LA SUIE ET LES BOUGIES**

## *CHAPITRE I : La bougie et les suies*

Matière carbonée noire et épaisse, emportée par la fumée, la suie résulte d'une combustion incomplète de bougie qui est considérée comme combustible fossile. La suie peut notamment résulter d'une combustion incomplète d'un combustible biomasse comme le bois.

Leurs mécanisme de formation dans une flamme de bougie est très complexe et mal identifié, dans ce chapitre nous allons dans un premier lieu expliquer comment une bougie diffuse une lumière et comment à partir de cette flamme les particules de suies sont-elles formées. Nous établirons également la relation qui existe entre la bougie et les suies, comment les suies sont-elles faites qu'elle est leur structure et morphologie.

Et enfin, à partir de leurs compositions, qui sont essentiellement le noir de carbone, nous verrons les différentes formes allotropiques de carbone et leurs propriétés.

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

### I-1/Généralités sur la combustion d'une Bougie :

#### I-1-1/ Composition d'une bougie:

Les bougies utilisées dans ce travail sont faites d'un bâton de cire solide constitué de cire de paraffine dont le centre est traversé par une mèche en fil de coton tressé imbibé d'acide borique [1]

#### I-1-2/ Flamme de bougie:

Une flamme typique est la flamme d'une bougie, dans un premier temps celle-ci brûle grâce à la flamme apportée par une allumette sur sa mèche;

En présence de chaleur, la cire, à proximité de la mèche allumée, fond et le liquide formé, monte dans la mèche par capillarité. Il se vaporise sous l'effet de la chaleur, mais le gaz chaud n'a pas le temps de se disperser dans l'atmosphère car la mèche est imprégnée de cire chaude fondue et l'air subira une convection de bas en haut dans la zone confinée autour de la mèche et contenant la vapeur de cire. La réaction entre la cire et l'oxygène de l'air peut donc s'effectuer sur et au voisinage de la mèche : il y a combustion.

Dans un deuxième temps, la combustion est la source de chaleur qui permet le maintien de la fusion de la cire, la montée du liquide et sa vaporisation; d'autres part la mèche ne brûlerait pas longtemps en absence de cire, de ce fait la combustion est auto-entretenu aussi longtemps que la cire liquide chaude qui imprègne la mèche est au contact de l'air.

Le contact n'est plus possible et la combustion s'arrête lorsque la mèche n'est plus suffisamment longue ou qu'elle se recouvre de cire fondue plus froide; ça explique le comportement d'une bougie que l'on n'arrive pas à maintenir allumée, quand sa mèche est trop courte et surpasse à peine de la cire fondue. [1]

#### I-1-3/ Définition d'une flamme de diffusion d'une bougie:

La flamme de diffusion d'une bougie où l'air et le combustible ne sont pas préalablement mélangés, comprend plusieurs zones où les réactions diffèrent.

Dans la zone de pyrolyse (*en bleu*), les longues molécules d'hydrocarbures du combustible, se séparent en fragments lorsqu'elles sont portées à haute température. Certains se combinent et forment des anneaux carbonés, réactions où l'acétylène ( $C_2H_2$ ) et des radicaux carbonés (notés avec un point) jouent un rôle clef.

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

Dans la zone de formation de la suie (*en vert*), ces molécules se polymérisent et forment les particules précurseurs de la suie, quasi liquides et transparentes. Ces précurseurs grossissent dans la zone de croissance (*en jaune*), au fil des collisions et perdent une partie de leur hydrogène et forment des agrégats de particules solides absorbant la lumière. Ces structures continuent de croître *via* des réactions avec l'acétylène et des atomes d'hydrogène ( $H^{\bullet}$ ).

Dans la zone d'oxydation de la suie (*en orange*), elles se consomment et rétrécissent en réagissant avec l'oxygène de l'air ( $O_2$ ) et avec les différents radicaux, en particulier  $O^{\bullet}$  et  $OH^{\bullet}$ .

Les molécules de dioxyde de carbone ( $CO_2$ ) et d'eau ( $H_2O$ ) sont les produits de combustion émis par le front de la flamme (l'endroit le plus chaud) [2]

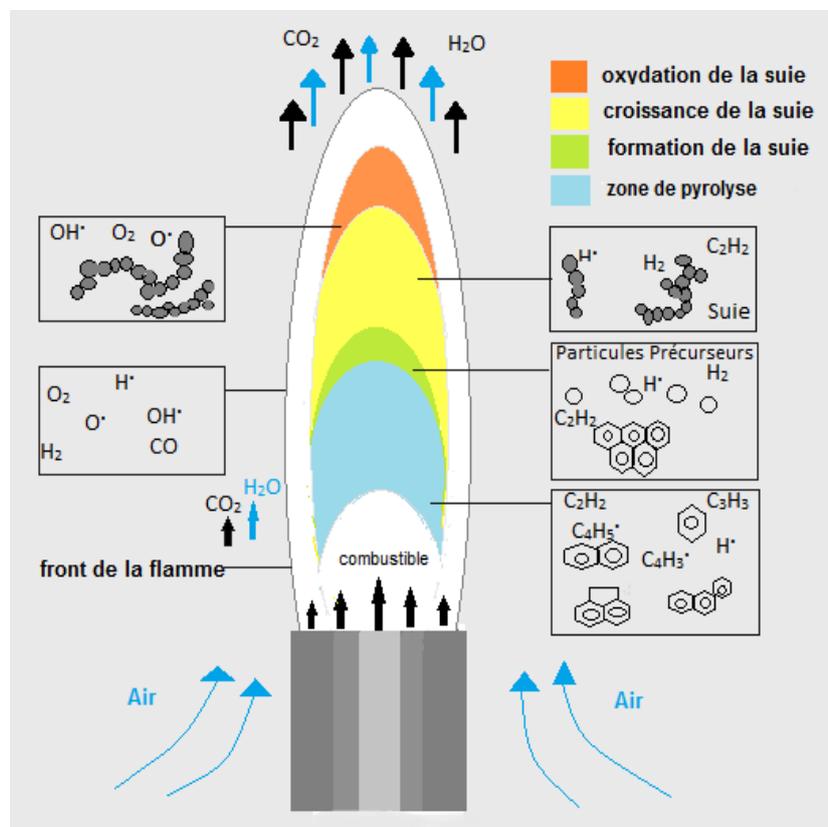


Figure 1 : Flamme de diffusion d'une bougie ICMM [2]

### I-1-4/La couleur de la flamme

Les flammes seraient bleues sans la suie. En laboratoire, on crée des flammes bleues en diluant le combustible avec de l'azote. Dans ces conditions, les produits de la réaction de combustion sont majoritairement des radicaux, des molécules ayant des électrons non appariés sur leurs couches externes.  $CH^{\bullet}$  est le radical principale qui émet de la lumière dans la partie bleue du spectre. C'est ce qui se produit dans les flammes des cuisinières à gaz.

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

Par contre, la lumière émise par la suie recouvre toutes les longueurs d'onde du spectre visible et se prolonge dans le proche infrarouge. La suie froide apparaît noire, mais au sein d'une flamme, la chaleur libérée par les réactions de combustion provoque l'incandescence des particules de suie, comme autant de minuscules filaments d'ampoule électrique.

Les molécules de gaz ne peuvent absorber ni émettre de telles quantités d'énergie sur toute une palette de longueurs d'onde. La qualité lumineuse si particulière de la plupart des flammes est donnée par la nature solide de la suie.

Les propriétés d'absorption de la lumière se modifient au cours de la formation de la suie, qui est aussi responsable de toutes les nuances de rouges et de jaunes d'une flamme.

La suie devient noire car elle absorbe toutes les longueurs d'ondes visibles, en effet les assemblages moléculaires précurseurs des particules de suie n'absorbent que les ultraviolets. Puis, au fil que les particules grossissent, elles absorbent les longueurs d'onde du domaine visible, voire jusqu'aux infrarouges. [2]

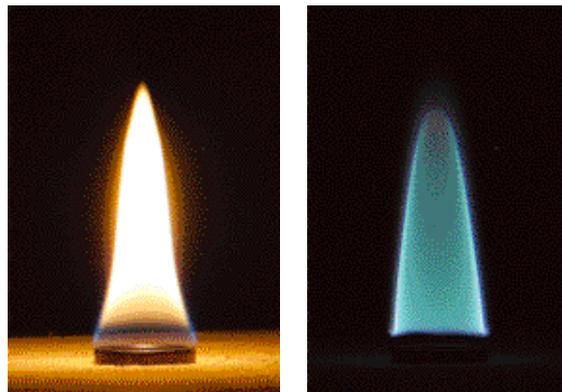


Figure 2 : Ces deux flammes ont été obtenues par combustion d'éthylène. L'éthylène de la flamme de droite a été dilué avec de l'azote, ce qui empêche la formation de la suie [2]

### I-2/ Généralité sur la suie:

#### I-2-1/ Composition de la suie :

La suie est un mélange complexe de particules composé essentiellement de carbone de suie aussi appelé carbone noir; ainsi d'autres éléments tels que l'hydrogène et l'oxygène sont également présents en faibles quantités.

La suie contient souvent une fraction organique soluble dont les composants incluent des hydrocarbures imbrûlés, des dérivés oxygénés (cétones, esters, aldéhydes, lactones, éthers, acides organiques) et des PAHs accompagnés de leurs dérivés nitrés, oxygénés, etc.

Des dérivés minéraux ( $\text{SO}_2$ , sulfates...) et métalliques sont également présents [3]

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

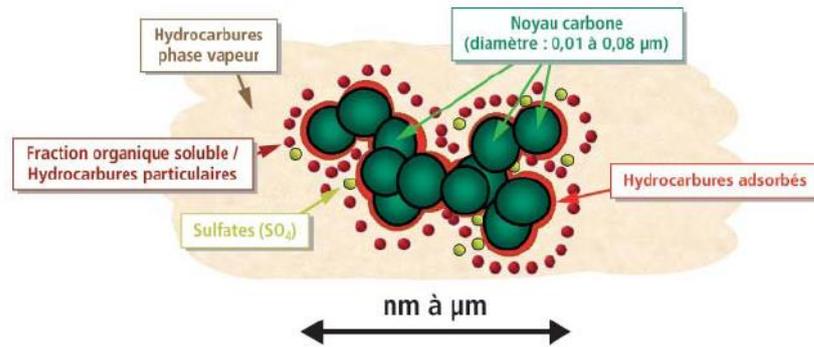


Figure 3 : Structure élémentaire d'une particule de suie automobile [3]

La composition d'une particule de suie est donnée dans le tableau suivant [4]

Élément	C	H	O	N	S
Suie Vierge	83,5	1,04	10,5	0,24	1,13
Suie Dégazée	83,8	0,85	10,7	0,22	0,1

Tableau 1: Composition des particules de suie Diesel (pourcentages massiques)

### I-2-2/ formation des particules de suie dans une flamme de bougie:

La fumée noire que dégage la bougie, laisse un dépôt noir ce sont des suies; leur processus de formation reste peu connu mais nous savons d'ores et déjà qu'une température de 1500°C et un excès de vapeur vis-à-vis de l'oxygène sont primordial pour leur formation, ces conditions sont établies dans la zone jaune-vert.

Portée à incandescence, la combustion des suies donne la couleur jaune, le fer chauffé au rouge est un bon exemple; elles émettent de la lumière, plutôt blanche à 1500°C au centre de la zone, et plutôt orange au sommet de celle-ci à 700°C

Certaines bougies sont fabriquées de sorte que la totalité des suies soient brûlées dans la flamme ce qui explique qu'elles ne fument pas. La zone sombre n'est pas lumineuse puisque l'oxygène y arrive avec plus de difficulté, la cire y brûle peu, et à une température assez faible pour que la suie ne soit pas formée.

Il n'y a pas de production de suie en bas de la flamme c.à.d. là où la couleur n'est pas jaune, effectivement à cet endroit la vapeur de la bougie n'est pas en excès par rapport à l'oxygène qui arrive en permanence par le mouvement de l'air environnant ( l'air chauffé monte), en plus, la zone est à 1200 °C, trop faible pour former de la suie.

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

Lorsque deux paires d'atomes très instables carbone-carbone et carbone-hydrogène interviennent dans les réactions de combustion et se recombinent avec d'autres composés chimiques elles donnent une lumière plutôt bleue, qui est la couleur dominante. [5]

### I-2-3/ Morphologie et structure cristalline des particules de suie :

Une fois leurs processus de formation terminé, les particules de suie se présentent sous forme d'agrégats qui sont composés d'éléments presque sphériques : " les sphérules".

Ces agrégats peuvent contenir jusqu'à 4000 sphérules, dont chacune d'elles contient environ  $10^5$  atome de carbone et un nombre d'hydrogène sensiblement plus faible, la taille des sphérules dépend du mode de combustion ( turbine, moteur diesel, ou flamme de laboratoire ) elle peut varier de 10 à 80nm de diamètre mais elle se situe généralement entre 15 et 50nm, exception faite des systèmes pyrolytiques où elles peuvent atteindre 500nm

Chaque sphérule de la particule de suie est formée d'un assemblage de cristallites orientées de façon aléatoire excepté aux bords où les plans des cristallites sont parallèles à la surface des particules. La diffraction des rayons X montre que les atomes de carbone des particules de suie sont situés dans des structures hexagonales, généralement dénommées "plaquettes".

Ces dernières sont disposées en couches pour former des cristallites qui contiennent de deux à cinq plaquettes distantes de 0,34 à 0,36 nm par cristallite. L'espace inter-couche moyen d'une plaquette est de 3,55 nm, légèrement supérieur à celui observé dans le graphite l'épaisseur des cristallites est d'environ 12 nm et environ 100 cristallites composent les particules primaires de suie. [3, 6]

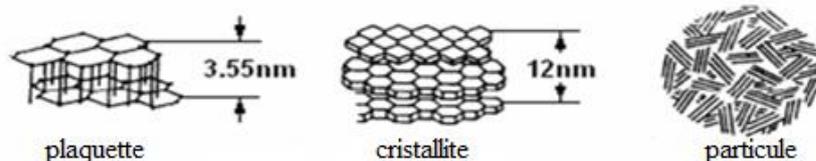


Figure 4 Sous-structure d'une particule de suie ICMM. [3]

## I-2/ Généralité sur les nanoparticules de carbone:

### I-2-1/ Définition des nanomatériaux :

Les matériaux nanostructurés sont des matériaux constitués de grains contenant au plus quelques dizaines de milliers d'atomes et dont les dimensions varient entre 1 et 100 nanomètres leur conférant ainsi des propriétés physico-chimiques tout à fait particulières.

Ainsi le mot « nanoparticule » désigne toute particule nanométrique c.à.d. d'ordre  $10^{-9}$ . [7]

### I-2-2/Les formes traditionnelles du carbone :

#### 1) Le graphite :

Le graphite a une structure lamellaire composée d'un empilement de feuillets. Les atomes de carbone qui constituent chaque feuillet (ou plan de graphène) sont hybridés en  $sp^2$  constituant un réseau hexagonal de paramètre de maille 0,246 nm dont la longueur de liaison C-C de 0,141nm. Il existe deux manières d'empiler les plans de graphène sur eux-mêmes; résultant en deux formes cristallines différentes de graphite.

Le graphite hexagonal est la forme cristalline stable, les plans de graphène sont assemblés comme sur la figure 5 et la distance inter-feuillets est de 0,355nm. Le graphite rhomboédrique possède aussi la même distance inter-feuillet, c'est d'ailleurs l'autre forme cristalline possible. C'est la phase métastable du graphite hexagonal, ses plans sont empilés, mais chaque plan est décalé d'une longueur de liaison par rapport au plan précédent.

Hormis que la croissance monocristal macroscopique soit possible, il est rare que le graphite soit sous la forme monocristal. Et le graphite le plus courant est le polycristal (celui des mines de crayon) formé de cristallites de graphite hexagonal orienté de façon aléatoire [8].

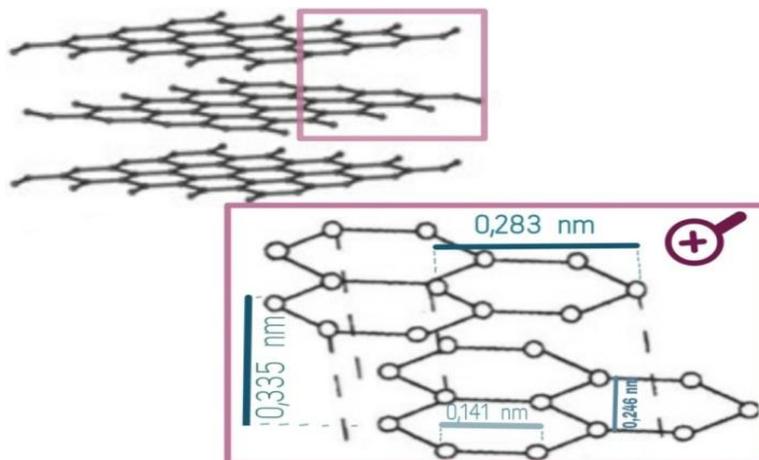


Figure 5 : Représentation schématique de la structure du graphite ICMM [9-11]

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

### 2) Le diamant :

Le diamant est la forme allotropique tridimensionnelle du carbone ayant que des carbones hybridés en  $sp^3$  (figure 6). La longueur entre les liaisons C-C est de 1,514 Å. Les principales sortes de diamant sont naturelles et fabriqué par CVD.

Tout comme le graphite, le diamant possède aussi une autre forme cristalline hexagonale métastable appelée lonsdaléite.

Le diamant est le matériau naturel plus dur que l'on connaisse, sa dureté est de 10 sur l'échelle Mohs et il a trouvé de nombreuses applications en tant qu'abrasif de haute performance. Il possède la plus haute conductivité thermique connue parmi les solides à température ambiante. Et lorsque son réseau est dopé avec de faibles quantités de lithium, bore, azote ou phosphore c'est un excellent semi-conducteur. Il a enfin un haut indice de réfraction et transmet la lumière depuis l'infrarouge lointain jusqu'à l'ultraviolet. [12]

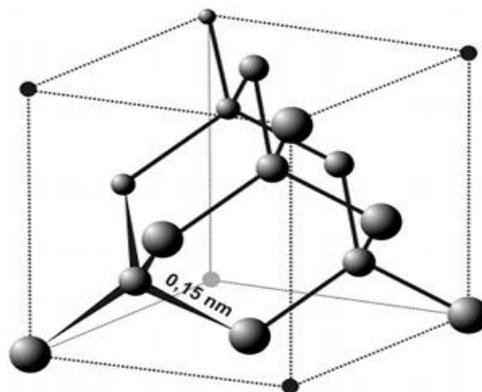


Figure 6 : Structure du diamant [13]

### 3) Le carbone désordonné :

Le carbone peut exister sous une très grande variété de structures, en effet il n'est pas toujours cristallin, et peut être désordonné c'est le cas du carbone amorphe, il s'agit d'un réseau désordonné d'atomes de carbone hybridés en  $sp^2$  et  $sp^3$ .

Le carbone amorphe est rare à l'état naturel, il se trouve dans les poussières d'étoiles, qui sont des particules des couches extérieures de l'atmosphère des étoiles froides, mais là aussi le carbone amorphe n'est présent que dans les poussières d'étoiles carbonées, qui sont des étoiles à la composition chimique anormale où le carbone est en quantité plus importante que celle de l'oxygène.

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

Le carbone amorphe est synthétisé sous forme de couches minces, obtenues généralement par dépôt plasma. Il sert de revêtement, apportant une tenue mécanique supplémentaire à des pièces industrielles.

Il permet d'être utilisé en tant que couche de protection grâce à son caractère hydrophobe.

[8, 14]

### 4) Les noires de carbone :

#### a) composition et structure du noir de carbone:

Les noirs de carbones appartiennent à la classe des carbones aromatiques turbostratiques c.à.d. les couches qui les composent sont des graphènes empilés parallèlement avec un désordre par rotation (voir figure 7) dont les températures de formation sont comprise entre 70°C et 2500°C, ils sont constitués de matériel graphitique partiellement amorphe dont une fraction substantielle des particules élémentaires est de dimension nanométrique généralement de 20 à 70nm; Ces particules, majoritairement sphériques, sont regroupées en agrégats qui interagissent fortement entre eux et forment des agglomérats pouvant atteindre 500 nm;

Les particules et agrégats mettent en jeu des liaisons fortes de type covalente, l'organisation en agglomérats résulte de liaisons de type Van Der Waals.

Les noires de carbones ne sont pas seulement constituées de carbone pur mais ils sont aussi constitués d'autres éléments comme le soufre, l'oxygène, l'hydrogène ou l'azote, leurs quantités dépendent du procédé de fabrication et de la matière première utilisée [15,16]

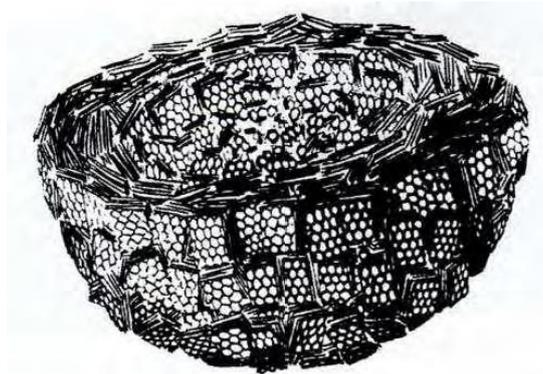


Figure 7 : Modèle représentant la structure en coupe d'une particule de noir de carbone composée de microcristallites

[16]

## CHAPITRE I : La bougie et les suies

### b) Les propriétés physiques :

- Les noirs de carbones se présentent sous l'aspect de poudres inodores formées de carbone élémentaire (>79%).
- La surface spécifique des noirs de carbone s'étend de 10m<sup>2</sup>/g (noir thermique) à 300m<sup>2</sup>/g (noir de fourneau)
- Ils sont insolubles dans l'eau ainsi que dans les solvants organiques.
- Masse molaire : 12 g/mol
- Point de fusion : environ 3550 °C
- Point d'ébullition : 4200°C
- Densité ( $D_4^{20}$ ): 1,8 à 2,1 [17]

### c) les propriétés chimiques :

Le noir de carbone peut réagir avec des oxydants forts comme les chlorates, les bromates et les nitrates;

Lors de sa combustion, il se forme essentiellement du monoxyde et du dioxyde de carbone et les oxydes de soufres et d'azote en toute petite quantité. [17]

### d) propriété spectrale :

La figure ci-dessous exprime la propriété spectrale du noir de carbone obtenu par spectroscopie Raman.

En abscisse, on porte la longueur d'onde exprimée en *nm* et en ordonnée, on porte l'intensité relative exprimée en unité arbitraire (*u.r.*).

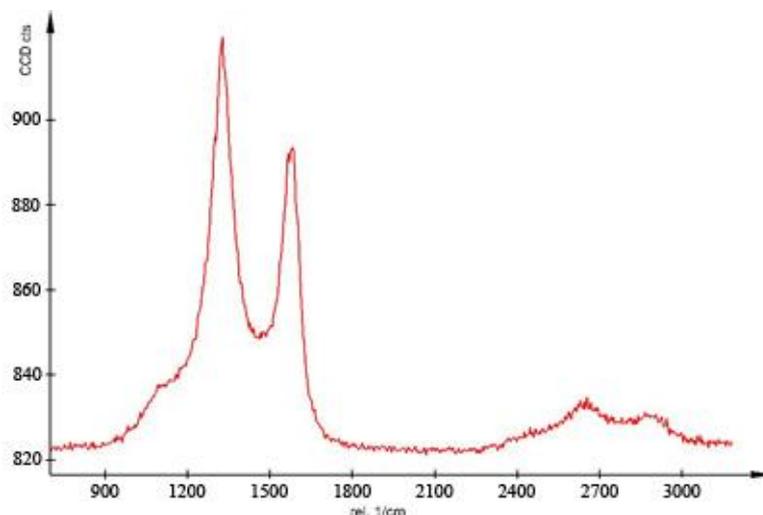


Figure 8 Spectre Raman du noir de carbone [18]

## *CHAPITRE I : La bougie et les suies*

### *f) Utilisations :*

- Le noir de carbone est utilisé principalement dans l'industrie des pneumatiques comme agent de renforcement dans les produits en caoutchouc (pneus, boyaux câbles...) :  
Il est utilisé en apport aux élastomères, il permet une augmentation de la résistance à la rupture et à l'usure, l'une de ces importantes particularités des noirs influent sur les propriétés finales des élastomères.
- Le noir de carbone est également utilisé comme charge pour les plastiques, mélangé à eux il assure les propriétés suivantes : protection aux UV, la profondeur du noir, opacité et renforcement.
- Il est utilisé comme pigment noir dans les encres d'imprimeries, lithographie et de photographie ainsi que dans les peintures, les laques, les vernis et les enduits.
- Le noir de carbone est aussi employé dans l'apprêtage du cuir, dans la fabrication de piles sèches, des électrodes, de balais de carbone, de conducteur électriques, de blindages électromagnétiques.[17]

## **Chapitre II :**

# **TRAITEMENT DE LA SURFACE DE LA SUIE (SOLVANT ET ADSORPTION)**

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

Afin de traiter notre suie et de la nettoyer nous avons eu recours à de différents solvants (acétone, eau, éthanol) mais avant de les utiliser il nous est essentiel de connaître les effets des solvants.

Il s'agit dans ce qui va suivre de définir les solvants et de voir de plus près leur potentiel sur les diverses réactions qui peuvent intervenir sur la surface afin de purifier nos nanoparticules de carbone, on déterminera par ailleurs pourquoi pour une réaction donnée on privilégiera un solvant à un autre.

Nous verrons notamment dans la deuxième partie de ce chapitre les différents phénomènes nécessaires à l'étude de l'adsorption, afin d'établir des images à partir d'éléments concrets relatifs à l'adsorption tout en abordant une large description de l'adsorbat et de l'adsorbant utilisé durant notre travail.

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

### **Partie A : Les Solvants**

#### II-A-1/ Définition d'un solvant :

Un solvant est une substance qui a le pouvoir de dissoudre et de diluer d'autres substances avec affinité chimique pour former une phase homogène et ceci sans les modifier chimiquement et sans se modifier lui-même.

Dans la plupart des cas il joue un rôle transitoire en facilitant un processus ou en réalisant une tâche pour être ensuite évacué du procédé.

Ils sont utilisés pour la mise en solution, l'extraction et la dissolution ainsi que la suspension des substances habituellement insoluble dans l'eau ou modifier les propriétés physique d'un matériau. [19]

#### II-A-2/ Les Propriétés physico-chimiques des solvants :

Ce sont les propriétés physico-chimiques qui déterminent le domaine d'application des solvants et de prévoir une partie de leur comportement environnemental.

##### **1) Densité :**

Le poids spécifique d'un liquide est le rapport du poids d'un volume quelconque du liquide à 25°C au poids d'un volume égal d'eau à 4°C, les substances possédant un poids spécifique inférieur à l'unité sont plus légères que l'eau et flottent sur l'eau si elles n'y sont pas miscibles.

À l'exception des solvants halogénés la plupart des solvants ne peuvent être étouffés par l'eau, ceux-ci étant plus légers que l'eau et y étant insolubles. [19]

##### **2) Point d'ébullition :**

Le point d'ébullition permet une première évolution de la volatilité d'un solvant, il permet notamment d'évaluer son recyclage possible par distillation (un point d'ébullition élevé peut nécessiter une distillation sous vide pour éviter la dégradation thermique). [19]

##### **3) Paramètres de solubilité :**

Le paramètre de solubilité est une mesure des forces d'attraction entre les molécules d'une substance

La capacité de solubilisation d'un solvant pour un soluté est une donnée essentielle d'un solvant, un solvant dissout bien un soluté lorsque les paramètres de solubilité sont identiques ou très proches, ce paramètre peut être fractionné en trois parties :

- La composante de dispersion ou forces non polaires d'attraction intermoléculaire ( $\delta_d$ )

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

- La composante polaire ( $\delta_p$ )
- La composante des ponts hydrogène ( $\delta_h$ )

Le paramètre de solubilité totale est donné par l'équation suivante :  $\delta_t = (\delta_d^2 + \delta_p^2 + \delta_h^2)^{1/2}$

Lorsque les trois composantes de deux solvants sont proches, le pouvoir de solubilisation sera proche et ceci permet d'optimiser la recherche de solvant de substitution. [19]

### 4) Moment dipolaire :

Le moment dipolaire caractérise le dipôle du solvant, on l'obtient par  $\mu = q \times r$

Où  $q$  est la différence de charge (en C)

Et  $r$  est la distance entre les deux atomes (en m)

La formation et le maintien des charges sont favorisés quand le moment dipolaire des molécules du solvant est élevé. Il augmente son pouvoir ionisant. [20]

### 5) Constante diélectrique :

Le constant diélectrique caractérise la permittivité du solvant, sa capacité à stocker une énergie potentielle électrique sous l'influence d'un champ électrique.

Plus la constante diélectrique du solvant est élevée, plus le solvant favorise la séparation des atomes voire empêche les molécules de réagir. On dit qu'elle augmente son pouvoir dissociant. [19, 20]

### 6) Tension de vapeur :

La pression exercée par la vapeur d'un solvant lorsqu'elle est à l'équilibre avec le liquide est appelé la tension ou pression de vapeur saturante, son unité de mesure est exprimée en kilopascal (kPa) même si le millimètre de mercure est encore souvent utilisé.

La pression de vapeur saturante est souvent rapporté à 25°C, plus la tension de vapeur est grande plus le solvant a tendance à s'évaporer, on peut évaluer à partir la vapeur saturante à une température donnée la concentration maximal de vapeur que le solvant peut atteindre (celle qui est au-dessus de la phase liquide), il suffit de multiplier la tension de vapeur en mmHg par 1300, ou celle en kPa par 10 000, pour obtenir la concentration de vapeur saturante en ppm. [19]

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

### 7) Polarité et proticité :

Pour classer les solvants on utilise plutôt les termes de polarité et de proticité :

*Les solvants polaires* : sont des solvants portant des atomes porteurs de charges électriques différentes plus ou moins marquées au sein de leurs molécules tels que les liaisons OH. La transformation du couple atomique en dipôle est due au partage inéquitable des charges. Ainsi ils peuvent se lier plus ou moins fortement à des produits, eux-mêmes ayant des charges, comme les sels minéraux, les acides, les bases, certains composés métalliques, certains sels organiques dans le cas contraire ils sont dit solvant apolaire.

Il existe aussi certains solvants qui peuvent être à la fois polaire et une partie apolaire dans leur molécule, ils sont appelé solvants amphiphiles ou tensio-actifs. Ils sont souvent utilisés pour dissoudre dans un milieu des produits non compatibles avec le milieu en question. [21]

*Un solvant* est dit *protique* s'il peut former des liaisons hydrogène (sinon il est dit aprotique) ou de protoner des anions. [21, 22]

Nous verrons ceci plus en détail dans les paragraphes suivants :

#### II-A-3/ Les classes de solvants :

##### **Solvants aprotiques apolaires :**

Incapables d'établir des liaisons hydrogènes, ces solvants sont dans l'incapacité de créer des ions par rupture de liaison (peu ionisants) et d'enrober des charges (peu solvants) Les dérivés halogénés R-X qui s'y dissolvent peuvent former des paires d'ions que l'on appelle agrégat (R<sup>+</sup>, X<sup>-</sup>)<sub>n</sub>. La valeur de n dépend du solvant utilisé.

Les solvants aprotiques apolaires n'influencent pas ou alors influencent très peu la réaction et sont généralement insolubles dans l'eau. [20,22]

##### **Solvants aprotiques polaires :**

Ces solvants possèdent un fort pouvoir ionisant et un pouvoir séparateur élevé, ils peuvent former des liaisons hydrogène, ils solvate très bien les cations mais très peu les anions On les utilise quand il s'agit de mettre en œuvre des réactions organiques peu polaires avec des réactifs polaires ou qui doivent engendrer des nucléophiles anioniques [20, 22]

##### **Solvants protiques :**

Ces solvants peuvent former des liaisons hydrogène ou de protoner les anions. Ils sont très ionisants. On choisit de préférence un solvant protique lorsqu'il effectue une addition électrophile sur un alcène, ou lorsqu'il induit une réaction de substitution de type SN<sub>1</sub> [22]

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

### Solvants aprotiques dipolaires :

Ces solvants sont incapables de former des liaisons hydrogènes, mais leurs molécules agissent comme des dipôles. On constate que des charges opposées apparaissent par mésomérie et qu'ils ont un fort moment dipolaire et une constante diélectrique élevée. [20]

### II- A- 4 /Famille des solvants :

Les solvants organiques peuvent être classés dans quelques grandes familles chimiques déterminées par la nature de leur structure moléculaire. Dans ce qui va suivre, nous allons énumérer les différentes familles des solvants et nous attardé beaucoup plus sur les solvants que nous avons utilisés (alcool, cétone) : [19]

### Hydrocarbures :

- Les hydrocarbures aliphatiques,
- Les hydrocarbures aromatiques
- Les mélanges pétroliers complexés. [19]

### Oxygénés :

*Alcools:* Les alcools résultent de la substitution de l'hydrogène sur un hydrocarbure R-H par la fonction -OH pour donner R-OH (excepté le cas d'un hydrogène sur un cycle aromatique qui donne un phénol), les alcools sont considérés comme étant des solvants oxygénés de synthèse caractérisé par la fonction hydroxyle. Cette fonction hydroxyle génère une augmentation considérable du point d'ébullition et de la viscosité de l'hydrocarbure correspondant en raison de la présence de liaisons hydrogène. Solubles dans l'eau, cette solubilité décroît en fonction de la masse moléculaire de l'alcool.

Les alcools possèdent une large gamme de taux d'évaporation et un excellent pouvoir solvant pour divers solvants et résines, et leurs densités et tensions superficielles sont semblables à plusieurs cétones aliphatiques. [19]

*Cétones:* Les cétones sont des solvants à haut pouvoir de dissolution, ils sont caractérisés par la fonction carbonyle à laquelle se lient deux chaînes carbonées. Les cétones à faibles masses moléculaires sont solubles dans l'eau, cette solubilité devient presque nulle à partir de C<sub>5</sub>. En général elles possèdent des densités plus faibles que celles des autres solvants oxygénés et elles ont également de faibles tensions superficielles, ces propriétés sont intéressantes pour la formulation de revêtements à hauts pourcentages de solides.

Les cétones donnent une large palette de taux d'évaporation, de faibles viscosités et sont miscibles avec les hydrocarbures peu coûteux.

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

Les cétones les plus connues sont l'acétone ce que nous avons d'ailleurs utilisé, butanone et le méthylisobutylcétone, qui sont des solvants très volatils et inflammables

- Glycols
- Hydrocarbures halogénés
- Esters
- Ethers
- Ethers de glycol [19]

### II-A-5 /Propriétés des solvants utilisés :

#### **Eau :**

L'eau est un solvant capable d'hydrater les espèces chargées grâce à ses propriétés électrostatiques. Les propriétés comme solvant de l'eau (solvant polaire donc ionisant) sont déterminés par la forme coudée de la molécule d'eau ainsi que les deux doublets libres de l'atome oxygéné.

L'eau possède une permittivité relative élevée ( $\epsilon_r \sim 80$ ), ainsi les forces de Coulomb entre ions sont divisées par environ 80 par rapport à ce qu'elles sont dans l'air, les ions se dispersent alors individuellement plus aisément.

En comparaison, l'eau ne se combine que peu avec tous les produits dérivés des pétroles, l'ajout de surfactants qui sont des molécules organiques possédant une ou plusieurs têtes hydrophiles et une ou plusieurs extrémités hydrophobes permet dans certains cas de mieux solubiliser dans l'eau.

D'autres surfactants permettent de diminuer la quantité d'eau nécessaire à la solubilisation comme dans le cas superplastifiants pour les bétons. [23]

Solvants	Classe	Formule chimique	Point d'ébullition	Constante diélectrique	Masse volumique	Moment dipolaire
Eau	Solvant polaire protique	H-O-H	100°C	78,5	1,000	1,74
Ethanol	Solvant polaire protique	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -OH	78 à 78,5C	24,3	0,789	1,69
Acétone	Solvant polaire aprotique	CH <sub>3</sub> -C(=O)-CH <sub>3</sub>	56,1°C	20.7	0,786	2,88

**Tableau 2 : Les propriétés chimiques des solvants [24-26]**

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

### **Partie B : Adsorption**

Cette dernière partie est consacrée à une présentation succincte du phénomène d'adsorption.

L'adsorption est un phénomène physico-chimique se traduisant en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles. L'adsorption phénomène de surface, est donc à distinguer de l'absorption, phénomène de profondeur.

#### **II-B-1/Définition de l'adsorption :**

L'adsorption est un phénomène qui est défini comme l'augmentation de la densité d'une substance dans le voisinage d'une interface entre deux phases (gaz-solide, gaz-liquide, solide-liquide, liquide-liquide, solide-solide). Elle tire son origine du fait que les atomes ou molécules constituant la surface d'une phase ont la propriété de fixer des ions ou des molécules de façon plus ou moins réversible à leur surface. Les adsorbants utilisés ont une structure poreuse leur procurant une grande surface spécifique.

Le matériau formant la surface (solide) et la substance qui s'y adsorbe (Liquide ou gaz) sont qualifiés d'adsorbant et d'adsorbat respectivement. [27-29]

#### **II-B-2/Principe de l'adsorption :**

Le phénomène rend compte de la fixation de molécules gazeuses (espèce adsorbable) à la surface d'un solide (adsorbant) sous l'effet de forces d'interaction entre les deux composés. Ce phénomène exothermique met en jeu deux types d'interaction :

- Les interactions adsorbant/adsorbat (entre le solide et les molécules adsorbées) ;
- Les interactions adsorbat/adsorbat (entre les différentes molécules adsorbées).

La notion d'adsorption a été disposée pour rendre compte de la condensation des gaz sur des surfaces libres (externe et interne) et la différencier de l'absorption qui se rapporte à la propriété qu'ont les solides et les liquides de retenir certains liquides ou gaz dans la totalité de leur volume.

Les forces de liaison intervenant dans le processus d'adsorption se manifestent par des interactions de natures physiques (liaisons moléculaires) et chimiques (liaisons covalentes). De cette distinction découlent respectivement les concepts de physisorption et de chimisorption. [30]

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

### 2-1/L'adsorption physique (physisorption) :

Dans le cas de la physisorption, l'énergie de liaison entre les molécules adsorbées et la surface présente une similitude du même ordre de grandeur que l'énergie de condensation de l'adsorbat qui est plus souvent de nature électrostatique. Elle est due à l'interaction entre le gaz ou liquide et le solide qui met en jeu des forces de Van der Waals. L'adsorption physique, peu énergétique, s'observe principalement aux basses températures, de plus, celle-ci ne nécessite pas d'énergie d'activation appréciable et aboutit généralement à un processus réversible rapidement établi

Ces liaisons n'impliquent généralement pas de changements dans la structure interne des molécules ou atomes en interaction. Remarquons que d'autres types de forces peuvent également intervenir dans l'adsorption physique, en particulier les interactions dipôle-dipôle et dipôle induit-dipôle. En général, l'adsorption physique donne lieu à la formation de plusieurs couches de molécules adsorbées. [28, 29]

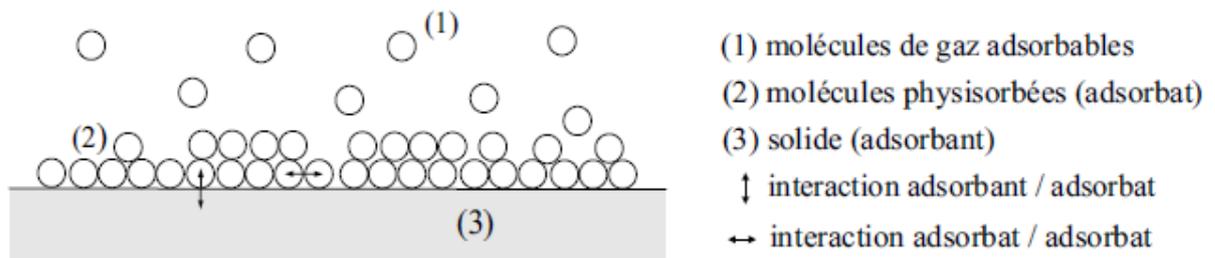


Figure 9 Schéma de l'adsorption physique d'un gaz sur un solide [31]

### 2-2/L'adsorption chimique (chimisorption) :

Dans le processus de chimisorption, l'adsorbat se lie généralement à l'adsorbant par le biais de liaisons covalentes ou ioniques dont la liaison est assurée par un échange électronique entre les molécules adsorbées et les molécules de la surface adsorbante.

La chimisorption dégage une énergie plus élevée, ces forces sont de courtes portées et sont souvent attractives. Dans beaucoup de cas, la chimisorption est lente aux basses températures, et sa vitesse croit quand les températures augmentent. Elle correspond à la saturation des « valences libres » de la surface du solide.

Le processus essentiel implique la formation d'un composé chimique entre l'adsorbé et l'adsorbant.

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

Il existe un certain nombre de critères permettant de savoir si les molécules fixées sur une surface le sont physiquement ou chimiquement en raison de distorsions et de variations d'intensités dans les liaisons au cours du processus d'adsorption. [27]

Notons principalement que :

- Une molécule est adsorbée chimiquement si sa structure électronique est perturbée de façon significative par le processus d'adsorption. D'ailleurs l'énergie impliquée dans l'adsorption chimique est plus grande que celle impliquée dans l'adsorption physique ;
- L'adsorption chimique nécessite souvent une énergie d'activation et est généralement un processus irréversible, sous certaines conditions de température et de pression, on peut trouver des couches polymoléculaires de molécules physiquement adsorbées, tandis que la chimisorption se limite toujours à une seule couche de molécules adsorbées peut être formée au cours de ce processus ;
- Lors de l'adsorption physique la chaleur mise en jeu est du même ordre de grandeur que celle de la liquéfaction des molécules adsorbées, tandis que lors de la chimisorption la chaleur est voisine de celle de la réaction chimique correspondante ;
- L'adsorption physique, comme la condensation, est un phénomène général, et survient avec n'importe quel système gaz-solide pourvu seulement que les conditions de température et de pression soient appropriées. Par contre, la chimisorption n'a lieu que si le gaz est susceptible de former une liaison chimique avec les atomes de la surface ;
- Une couche physiquement adsorbée peut facilement être enlevée de la surface de l'adsorbant en réduisant la pression, tandis que dans le cas de la chimisorption il faut utiliser un chauffage à température élevée et parfois même un bombardement d'ions positifs. [27, 28]

### II-B-3/Système poreux : solide poreux :

Les solides poreux présentent, par définition, un certain nombre de cavités dans leur structure qui dépendent essentiellement de la géométrie et de la taille des pores ainsi que de leur distribution. Le spectre de pores peut être déterminé soit à l'aide d'un porosimètre à mercure, ou encore à partir de l'isotherme d'adsorption de l'azote.

Cette porosité leur confère une très grande surface spécifique, c'est-à-dire l'existence d'une large surface interne accessible par masse de solide. Cette surface spécifique leur permet, lorsqu'ils sont mis en contact avec une phase fluide, de présenter des interfaces solide-gaz ou solide-liquide extrêmement étendues. La surface spécifique est mesurée selon la méthode Brunauer, Emmet et Teller (BET) qui consiste à établir l'isotherme d'adsorption

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

Les propriétés d'adsorption de fluide dans les matériaux poreux sont de ce fait la superposition d'effets d'interface et de confinement, et se révèlent prometteurs en vue d'applications industrielles (catalyse, séparations de gaz, stockage, ...).

Il existe une très grande variété de solides poreux, présentant des caractéristiques et des propriétés bien distinctes. On distingue trois classes de pores d'un matériau d'après la classification de l'IUPAC :

- Les macropores : diamètre des pores  $> 50$  nm
- Les mésopores :  $2 \text{ nm} < \text{diamètre des pores} < 50$  nm
- Les micropores : diamètre des pores  $< 2$  nm. [29,31]

### II-B-4/ Propriétés physico-chimiques d'un adsorbant:

L'adsorption ne dépend pas uniquement de la nature chimique des deux phases en présence, elle varie également en fonction de la structure de l'adsorbant. L'adsorbant se caractérise par des propriétés physiques et chimiques inhérentes présentées de manière non exhaustive.

L'adsorption est un phénomène de surface, d'où l'intérêt des structures poreuses. Les propriétés physiques d'un matériau adsorbant se rapportent essentiellement à la description de sa porosité. [32,33]

#### 4-1/Propriétés Physiques :

- Sous forme de poudres ou de granulés ; dimensions caractéristiques;
- Surface spécifique ;
- Distribution des diamètres de pores et leur volume poreux ;
- Densités ;
- Tenue en température. [32, 33]

#### 4-2/Propriétés Chimiques :

- Affinité polaire (hydrophile ou hydrophobe) ;
- Teneur en eau et en composés solubles;
- Propriétés catalytiques. [32, 33]

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

### **III-B-5/ Les facteurs influençant l'adsorption :**

Quand un solide est mis en contact avec une solution, chaque constituant manifeste une tendance à l'adsorption à la surface du solide. Il y'a donc une rivalité en surface entre deux adsorptions. [34]

La quantité adsorbée, dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont:

#### 5-1/ la température :

Une espèce adsorbée présente sur une surface à basse température peut rester presque indéfiniment dans cet état. Comme la température du substrat est augmentée, il viendra un moment où l'énergie thermique des espèces adsorbées est telle que l'une de plusieurs choses peuvent se produire:

- a- une espèce moléculaire peut se décomposer pour donner des produits soit en phase gazeuse ou d'autres espèces de surface.
- b- un adsorbat atomique peut réagir avec le substrat pour donner un composé de surface spécifique ou diffuse dans la masse de la matière solide sous-jacente.
- c- les espèces peuvent se désorber de la surface et de retour dans la phase gazeuse.

La dernière de ces options est le processus de désorption. En l'absence de décomposition des espèces désorption seront généralement la même que celle à l'origine adsorbée, mais ce n'est pas nécessairement toujours le cas. (Un exemple où l'on ne se trouve dans l'adsorption de certains métaux alcalins sur des substrats métalliques présentant une fonction de travail élevée où, à de faibles couvertures, l'espèce désorbe l'ion de métal alcalin, par opposition à l'atome neutre. D'autres exemples peuvent inclure certains Les réactions d'isomérisation). [35]

#### 5-2/ Nature de l'adsorbant :

Les composés de la solution pénètrent dans les capillaires de la substance. Ceci permet d'avoir une adsorption d'une substance donnée qui croît avec la diminution de la taille des particules de l'adsorbant, donc la subdivision de la particule du solide influe directement sur les pores de ce dernier ainsi que sur sa surface spécifique qui va être développée. [36]

#### 5-3/ Nature de l'adsorbat :

Il faut une affinité entre le solide et le soluté pour qu'il y ait une bonne adsorption. Habituellement, les solides polaires, adsorbent d'autres corps polaires. Par contre les solides non polaires, adsorbent des substances non polaires et l'affinité pour le substrat croît avec la masse moléculaire de l'adsorbat. [36]

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

### 5-4 /Orientation des molécules:

L'orientation des molécules adsorbées en surface, dépend des interactions entre la surface et les molécules adsorbées en solution. Il est parfois difficile de prévoir l'orientation des molécules d'adsorbat sur le solide. [36]

### 5-5 /Surface spécifique:

La surface spécifique est une donnée essentielle de la caractérisation des solides et des matériaux poreux, cette grandeur désigne la surface accessible rapportée à l'unité de poids d'adsorbant.

### II-B-6/ Caractérisations empiriques de l'adsorption :

Les courbes donnant les quantités adsorbées (exprimées en masse, en nombre de moles ou en volume T.P.N.) en fonction de la pression sont appelées *isothermes d'adsorption*.

Les isothermes d'adsorption/désorption fournissent des indications sur la nature des interactions adsorbant/adsorbat et adsorbat/adsorbat ainsi que sur les caractéristiques géométriques de l'adsorbant.

Elles sont répertoriées en six catégories d'après la classification de l'IUPAC. [31-33]

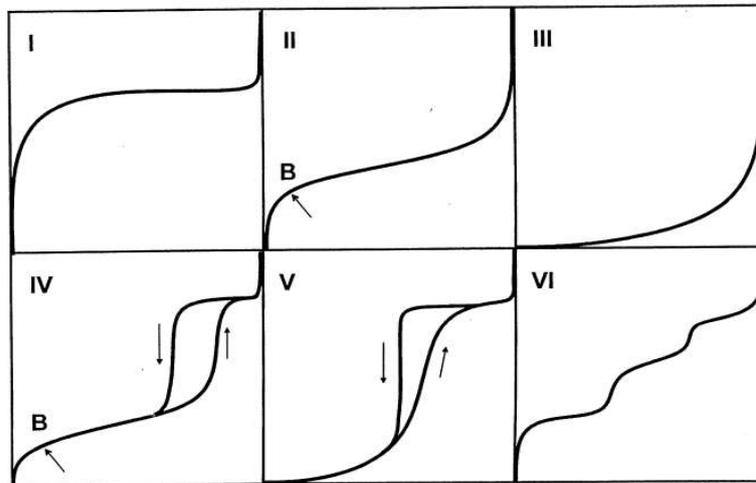


Figure 10 Classification IUPAC des isothermes d'adsorption [30]

- Les isothermes de type I : réversibles, sont caractéristiques d'une adsorption sur des adsorbants microporeux, où l'adsorption est limitée par effet d'encombrement stérique à une ou deux couches. La partie concave par rapport à l'axe des pressions relatives traduit des interactions adsorbat/adsorbant fortes, la quantité maximale adsorbée est limitée par le volume microporeux car aucune adsorption supplémentaire n'est observée après le palier.

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

- Les isothermes de type II et III : réversibles, sont représentatives de l'adsorption sur des solides non poreux ou à larges pores. Elles sont caractérisées par une adsorption monocouche/multicouche illimitée à saturation. Dans le cas de :

- L'isotherme de type II, le point d'inflexion de l'isotherme correspond à l'achèvement de la première monocouche.

- L'isotherme de type III peu répandue, est caractérisée par des interactions adsorbant/adsorbant faibles par rapport aux interactions adsorbant/adsorbant.

- Les isothermes de type IV et V : représente une l'adsorption sur des solides mésoporeux, de certains solides microporeux (type V), caractérisée par une adsorption multicouches, le processus d'adsorption est limité. Elles présentent une boucle d'hystérèse.

- Les isothermes de type VI : caractérise un système dans lequel les couches adsorbées se forment les unes après les autres, rendent compte d'une adsorption multicouche par paliers, sur une surface uniforme non-poreuse. La hauteur des paliers représente la capacité de chacune des couches adsorbées. [30, 31, 33]

### 6-1/Isotherme d'adsorption de la suie :

Les particules de suie produites d'une flamme sont issues de deux conditions extrêmes de combustion: la suie grise issue d'une flamme riche en carburant et la suie noire issue d'une flamme pauvre en carburant. Ces particules de suie ont été caractérisées par leur surface interne (mesure BET) et les résultats de cette analyse BET montrent que la suie noire possède une surface spécifique plus grande que la suie grise. Les isothermes d'adsorption et de désorption des différentes suies révèlent qu'ils appartiennent au type IV constitué principalement de mésopores. [36]

### II-B-7/Les réactions à la surface de la suie :

Les particules naissantes produites au cours de l'étape de nucléation peuvent subir un certain nombre de modifications chimiques. Ce sont des procédés hétérogènes, où la surface de la particule joue un rôle actif, et où l'adsorption et la désorption doivent être prises en considération. Pour cette raison, les hypothèses sur la structure de la surface de la suie sont devenues critiques.

Le principe de similitude chimique pour décrire la similitude de la surface de la suie à celle des grands HAP ont été évoqué. En d'autres termes, la surface des particules de suie est supposée être recouverte de liaisons C-H comme aux bords de HAP. Le principal avantage de

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

cette hypothèse est la possibilité de traiter les réactions de surface en termes de réactions chimiques élémentaires de manière analogue au cas des gaz PAH croissance / oxydation. L'abstraction d'atomes d'hydrogène de la surface forme des radicaux de surface. Les sites activés peuvent de cette manière réagir avec des espèces gazeuses, les hydrocarbures entrants qui propagent les agents de croissance et d'oxydation qui éliminent le carbone de la surface. Les principaux réactifs sont supposés être l'acétylène / HPA dans le cas de la croissance de la suie et les radicaux  $O_2$  / OH dans le cas de l'oxydation de la suie.

La croissance de la surface induit l'augmentation de la masse des particules sans changer leur nombre total. En outre, un taux de croissance élevé de surface est responsable de la forme sphérique des particules de suie primaires. Ce processus détermine la quantité de masse de carbone accumulée sur la suie par dépôt de gaz en surface. En raison de l'absence de données précises, une approche phénoménologique décrivant la fraction volumique de la suie est généralement adoptée. La fraction volumique de la suie  $f_v$  est définie comme étant le volume de la suie par unité de volume:  $f_v = \frac{V_{suie}}{V}$

Dans les cas de flammes pré-mélangées, l'évolution dans le temps est généralement décrite par une équation différentielle de premier ordre:  $\frac{df_v}{dt} = k_{sg} (f_v^\infty - f_v)$

Où  $k_{sg}$  est la température tributaire de la croissance de la surface dépendant uniquement des conditions expérimentales de la flamme.  $f_v$  est un paramètre ajusté représentant la fraction volumique totale de la suie formée. Il convient de noter que la croissance de la masse augmente à une valeur asymptotique, à savoir la croissance de la suie se rapproche d'un état d'équilibre final. En raison de sa nature même phénoménologique, l'ancienne équation ne contient pas de dépendance à l'égard des concentrations des espèces en phase gazeuse.

Un exemple du débat en cours sur la nature du processus de croissance de surface est le rôle de l'acétylène et de HAP comme le principal responsable de la croissance de la surface. Car la croissance de la surface se produit dans des environnements d'abondance de l'acétylène, une extension du modèle HACA à la surface des réactions semble simple. L'hypothèse sur laquelle se fonde la surface HACA est la similitude chimique, qui postule que les réactions chimiques qui se produisent sur la surface de la suie sont analogues à celles des grands HAP. La surface ainsi définie HACA est cohérente avec un modèle simplifié décrivant l'évolution de la fraction volumique de la suie pour un copolymère éthylène / flamme air pré-mélangé, dans lequel le taux de croissance de la masse de suie est uniquement proportionnelle à la concentration en phase gazeuse d'acétylène:

## CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)

$$\frac{df_v}{dt} = k_{C_2H_2} P_{C_2H_2} S$$

Où :

$f_v$  est la fraction volumique de la suie,

$P_{C_2H_2}$  est la pression de l'acétylène en phase gazeuse

$S$  est la surface de la suie totale,

Cependant, Benish et ses collègues ont supposé que la croissance HAP était l'effet net de l'addition d'acétylène aux HAP et les HAP plus de suie, tandis que la croissance de la suie résulte de l'addition de l'acétylène et de HAP.

L'oxydation des particules de suie est le processus hétérogène en concurrence directe avec la croissance de la surface. Les réactions d'oxydation ont lieu à la surface des particules de suie, ce qui diminue leur masse sans changer leur nombre total et la conversion du carbone retiré de CO et de CO<sub>2</sub>. A la différence de la croissance de la surface de la suie, ce qui se produit dans une étape de combustion bien délimité, l'oxydation des suies se prolonge pendant toute la durée de la formation de suie. Les principaux réactifs d'oxydation sont des groupes OH, O et O<sub>2</sub>.

En particulier, Neoh et co-travailleurs et Lucht collègues ont noté la fraction volumique de la suie diminue lorsque l'on augmente la concentration OH en phase gazeuse, et a conclu que OH est le réactif oxydatif limitant dans la condition riche en combustible. [37]

### **Partie C : Vieillessement des suies**

Le vieillissement de la suie est un terme nommant tous les changements physico-chimiques responsables de la conversion de la suie jeune en particules matures trouvés dans les gaz d'échappement.

Au cours de cette étape, les croissances de Surface baissent de taux et les particules primaires ont tendance à agréger. Les agrégats formés au cours de cette étape sont chimiquement et morphologiquement très différentes par rapport aux étapes précédentes de croissance, puisque la croissance de la surface se produit à un taux négligeable.

Les particules ne se coagulent plus, mais plutôt s'entraident formant ainsi des agrégats de type chaîne et des structures ouvertes caractérisées par la géométrie fractale. Le phénomène le plus pertinent se produisant au cours du vieillissement de la suie est la graphitisation progressive de la suie, qui est, d'un point de vue, la réduction du nombre de sites actifs capables de soutenir l'ensemble du processus de croissance chimique.

## *CHAPITRE II: Traitement de la surface de la suie (solvant et adsorption)*

L'élimination du groupe fonctionnel, cyclisation, la condensation du cycle, la diminution du rapport H / C, et la croissance et l'alignement des couches polyaromatiques sont tous les processus ayant lieu au cours de cette étape de croissance finale. En particulier, la diminution des atomes d'hydrogène disponibles dans la phase gazeuse réduits la force d'entraînement cinétique de la HACA que le système se déplace vers l'équilibre. [37]

**Section II :**  
**PARTIE PRATIQUE**

**Chapitre III :**  
**PROTOCOL EXPERIMENTAL**  
**ET**  
**TECHNIQUES D'ANALYSES**

### *CHAPITRE III: Protocol expérimental et technique d'analyse*

Dans le Chapitre II, on présente les différentes méthodes et techniques d'analyse les plus usitées afin d'analyser et de caractériser les particules de suie issues de la combustion d'une bougie et d'évaluer leurs changements lors du lavage avec les différents solvants.

Dans le but de déterminer la morphologie des échantillons on utilise la microscopie électronique à balayage qui va permettre d'observer la surface des échantillons. Quant à la diffraction X, elle permet la caractérisation des matériaux cristallisés massifs ou sous forme de poudre, mais également de suivre l'évolution des phases cristallines lors d'un traitement.

Les techniques de la spectroscopie infrarouge permettent d'obtenir des renseignements nombreux et précis concernant la nature et la structure des molécules dans leur état non perturbé et sur les perturbations auxquelles elles peuvent être soumises.

## CHAPITRE III: *Protocol expérimental et technique d'analyse*

### III-1/Extraction des particules de suies à partir d'une bougie

#### III-1-1/Choix de la bougie :

Afin d'être dans les mêmes conditions et d'obtenir des particules de suies semblables, nous avons sectionné méticuleusement nos bougies de sorte à ce qu'elles soient toutes homogènes.

Chaque bougie a les dimensions suivantes :

Diamètre : 1.8cm

Longueur : 14cm

Poids : 0,1g

#### III-1-2/Mode opératoire :

Après avoir sélectionné nos bougies, on procède à la combustion d'une bougie à la fois (ce qui peut prendre 4h). On la dépose sur un dispositif réglable afin de la maintenir stable et horizontale. Le bout de la flamme est aussi maintenu à une même distance constante de la lame de verre (moins de 1cm) et ceci malgré sa taille qui diminue au cours de la combustion (*Figure 11*).

On prend soins de nettoyer les lames de verre utilisées pour éviter toute contamination lors de la collecte des suies.



Figure 11 : Combustion d'une bougie

Ces particules de suies qu'on récupère grâce à la fumée que dégagent les bougies adhèrent facilement à la lame de verre.

Une fois la lame de verre noircie, c'est-à-dire chargée de suie, on procède à la récupération des particules en grattant la lame avec une spatule (*Figure 13*). La suie récupérée est mise dans un bécher qui lui-même est mis dans un dessiccateur sous vide à 600 mmHg (*Figure 12*).



Figure 13 Récupération de la suie sur la lame de verre



Figure 12 Becher contenant les particules de suies dans un dessiccateur sous vide

### **III-2/Nettoyage et purification des particules de suies :**

#### III-2-1/Choix des solvants :

Afin de nettoyer nos particules de suies, de multitudes de solvant s'offrent à nous. Pour déterminer lequel est le plus efficace, nous avons choisi trois, l'eau, l'acétone et l'éthanol, ce choix n'est pas dû au hasard mais due à leurs propriétés.

L'eau étant courante et abondante dans la nature et n'a pas besoin d'être synthétisée, quant à l'Acétone et l'Ethanol, ce sont des solvants qu'on trouve dans tous les laboratoires et sont peu coûteux, ils ont notamment une température d'ébullition assez basse, 56°C pour l'éthanol et de 79°C pour l'acétone, ce qui facilite le séchage et ne détruira pas donc nos particules de suies lors de cette étape.

Préparation des échantillons à nettoyer :

Pour chaque tube de 15mL, on pèse 1g de suie où en ajoute le solvant jusqu'au remplissage du tube.

### *CHAPITRE III: Protocol expérimental et technique d'analyse*

Tube 01 : 0,1g de suie + Eau Distillée

Tube 02 : 0,1g de suie + Acétone

Tube 03 : 0,1g de suie + Ethanol

Tube 04 : 0,1g de suie + Mélange (50% Acétone + 50% Ethanol)

Tube 05 : 0,1g de suie + Eau (1<sup>er</sup> lavage) + Mélange (2<sup>ème</sup> lavage)

Tube 06 : 0,1g de suie + Mélange (1<sup>er</sup> lavage) + Eau (2<sup>ème</sup> lavage)

#### III-2-2/Procédé de purification :

On prend le tube 01 contenant la solution préalablement préparée, et on procède à sa centrifugation durant 3x30mn à  $60 \cdot 10^2$  t/min. Après chaque 30mn on sépare le liquide transparent surnageant du dépôt noir (contenant la suie) et on renouvelle le solvant (l'eau). Cette opération est refaite 03 fois, le liquide récupéré est mis dans 03 tubes différents pour analyse.

Après avoir récupéré la suie, elle est portée à reflux à 50°C durant 3h dans une étuve afin d'éliminer les solvants.

On refait la même opération pour les 04 premiers tubes.

Pour le 5ème et 6ème tubes l'opération est presque la même sauf que le temps de la centrifugation est de 2x30mn. Pour le tube 05 on commence par le lavage avec l'eau durant la première demi-heure où on récupère l'eau, qu'on remplace avec le mélange puis on reprend la centrifugation. Pour le tube 06 c'est la même action mais en commençant le lavage avec le mélange. Une fois la suie récupérée on la porte à reflux à 50°C durant 3h.

## CHAPITRE III: Protocol expérimental et technique d'analyse

### III-3/Microscopie Électronique à balayage " MEB":

Le MEB est un microscope électronique qui permet de visualiser des objets en relief c'est une reconstruction de la surface d'un matériau à partir d'une image donnée par l'appareil après un balayage de la surface du matériau par un faisceau d'électron. [38]

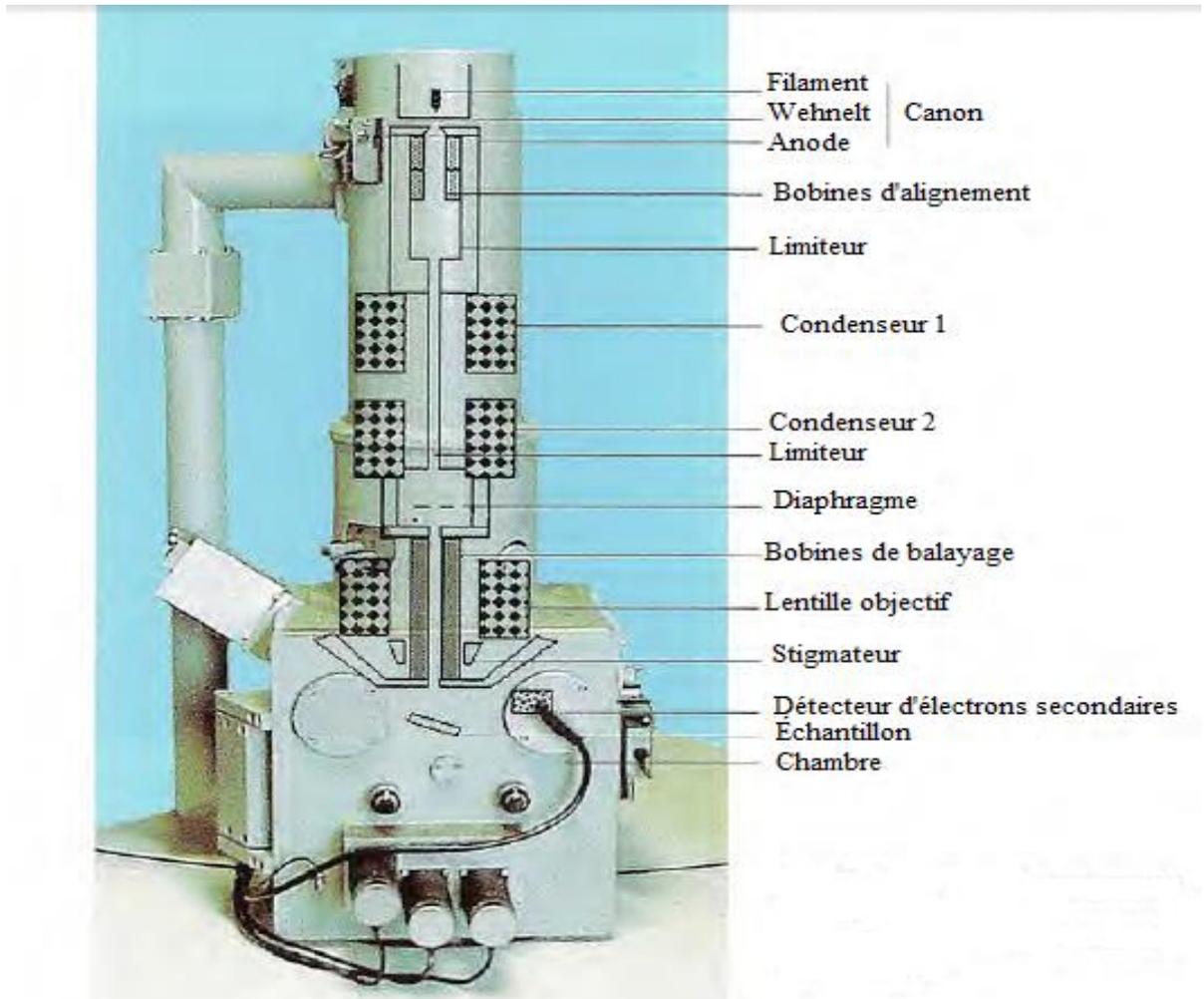


Figure 14 Ecorché de la colonne d'un microscope électronique à balayage [39]

#### III-3-1/Principe de fonctionnement du MEB :

Un faisceau d'électrons (sonde) balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Un détecteur récupère de manière synchrone un signal induit par cette sonde pour en former une image, cartographie de l'intensité de ce signal.

Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface.

### CHAPITRE III: Protocol expérimental et technique d'analyse

L'image est formée de façon séquentielle en balayant la surface de l'échantillon par un faisceau d'électrons et en recueillant :

- Les électrons rétrodiffusés : sont des électrons diffusés de manière élastique, i.e. en conservant leur énergie cinétique
- Les électrons secondaires : des électrons primaires qui cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes, provoquant l'ionisation de l'atome par l'éjection d'un électron. [40]

Seuls les électrons venant des couches superficielles ressortent de la matière car l'énergie des électrons secondaires est faible.

L'atome ainsi ionisé se désexcite, ce qui provoque soit l'émission d'un photon X (émission secondaire) soit d'un électron Auger. [42]

#### III-3-2/Formation de l'image :

Le faisceau d'électrons est focalisé sur l'objet par la lentille objectif. Un diaphragme au centre de la lentille module la profondeur de champ. Ces électrons incidents arrivant sur l'échantillon provoquent :

- L'éjection d'électrons secondaires (de faible énergie)
- L'émission de rayons X caractéristiques de la nature chimique de l'échantillon.
- Les électrons peuvent pénétrer l'échantillon et être déviés par certains atomes lourds, ils ressortent avec une énergie importante. [42]

#### III-4/Diffraction des Rayons X "DRX" :

La diffraction par les rayons X est la méthode de choix pour l'étude des systèmes cristallins.

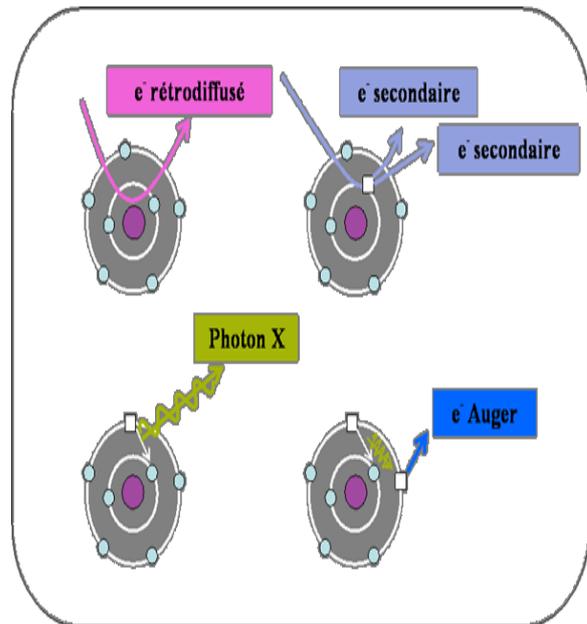


Figure 15 Interaction électrons/matière: rayonnements émis par les atomes sous un faisceau d'électron [41]

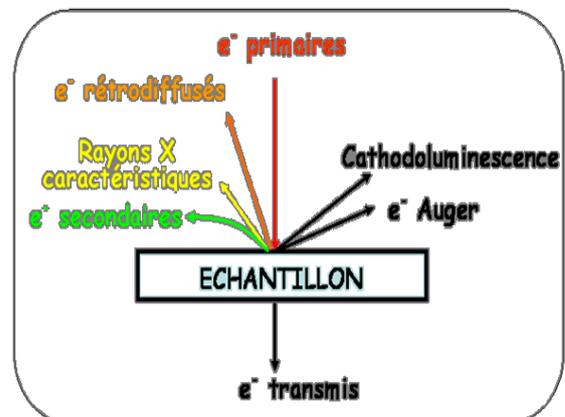


Figure 16 Interaction d'un électron primaire avec l'échantillon [41]

## CHAPITRE III: *Protocol expérimental et technique d'analyse*

### III-4-1/Principe de la DRX :

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques, qui interagissent avec le nuage électronique des atomes. Lorsque les rayons X arrivent sur la matière, ils sont diffusés par chacun des atomes de la cible. Ces rayons X diffusés interfèrent entre eux.

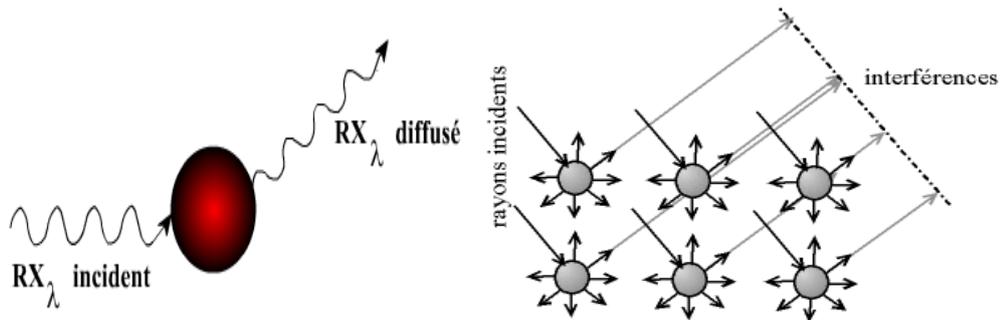


Figure 17 : Diffusion des rayons X [43]

Si les atomes sont ordonnés, c.-à-d. placés à des intervalles réguliers ceci caractérise les cristaux, alors ces interférences vont être :

- Constructrices dans certaines directions: les ondes s'additionnent,
- Destructrices dans d'autres: les ondes s'annulent.

Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction.

Donc, pour certains angles de déviation  $2\theta$  du faisceau, on détecte des rayons X (interférences constructives), ce sont les pics du diffractogramme; ces angles de déviation sont caractéristiques de l'organisation des atomes dans la maille cristalline. Dans les autres directions, on ne détecte pas de rayons X, c'est la ligne de base du signal. [44]

### III-4-2/ La loi de Bragg :

Un cristal peut être vu comme la répétition périodique tridimensionnelle d'éléments (atomes ou molécules), appelé nœud.

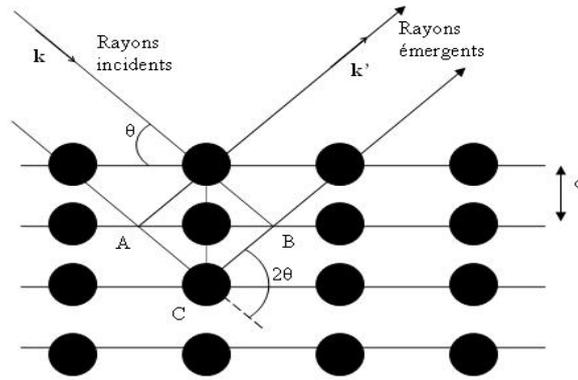


Figure 18 Réflexion des rayons X par une famille de plans réticulaires espacés d'une distance  $d$  [45]

Le schéma de la figure 19 représente une coupe de plans réticulaires passant par les centres de ces éléments, espacés d'une distance  $d$ . L'angle  $\theta$  détermine l'incidence d'un faisceau parallèle de rayons X sur ces plans réticulaires.

On note que  $\theta$  est le complémentaire de l'angle d'incidence usuel en optique. La différence de chemin optique entre les deux rayons lumineux particuliers représentés vaut  $AC + CB = 2 d \sin\theta$ .

Alors les interférences sont constructives si :  $2.d.\sin(\theta) = n.\lambda$  , C'est la loi de Bragg.

- Avec :
- $d$  : distance inter-réticulaire,
  - $\theta$  : 1/2 de l'angle de déviation,
  - $n$  : nombre entier appelé «ordre de diffraction»,
  - $\lambda$  : longueur d'onde des rayons X. [45]

### III-5/ La Spectroscopie Infrarouge:

La spectrométrie IR est une méthode de caractérisation rapide et sensible, elle est utilisée pour la caractérisation et l'identification des molécules organiques.

La spectroscopie IR étudie les vibrations des molécules dans le domaine de l'infrarouge : (0,8 et 1000  $\mu\text{m}$ )

Cette zone spectrale est divisée en :

- IR proche: 0,8-2,5  $\mu\text{m}$ .
- IR moyen : 2,5-25  $\mu\text{m}$ .
- IR lointain : 25-1000  $\mu\text{m}$ . [46]

## CHAPITRE III: Protocol expérimental et technique d'analyse

### III-5-1/ Principe :

La spectroscopie IR est basée sur l'interaction de la lumière IR avec le nuage électronique des liaisons chimiques. L'absorption d'énergie permet à un électron d'une liaison chimique de passer d'un état fondamental à un état excité.

Dans le cas de la spectroscopie d'absorption IR, le rayonnement émis par la source polychromatique n'est généralement pas assez énergétique pour entraîner des transitions électroniques, mais il induit des transitions entre les niveaux d'énergie vibrationnelle.[47]

### II-5-2/ Appareillage :

Il existe deux sortes de spectromètre IR: le spectromètre à balayage et le spectromètre à transformée de Fourier.

- Un spectromètre IR à balayage est le modèle le plus classique, semblable aux spectrophotomètres utilisés en spectroscopie UV-visible. [48]

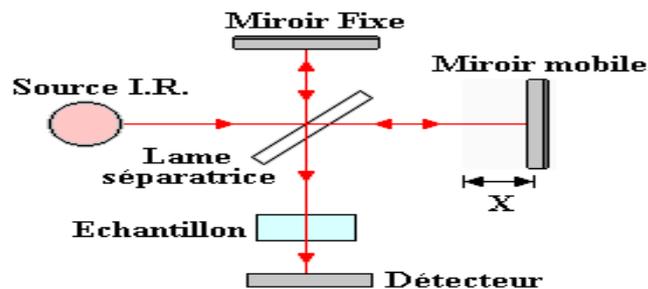


Figure 19 Principe de fonctionnement d'un spectromètre IR à balayage [49]

- Un spectromètre IR à transformée de Fourier (IRTF) est identique à un spectromètre à balayage dont le système dispersif est substitué par un interféromètre (de Michelson) où la position est ajustée par laser. [48]

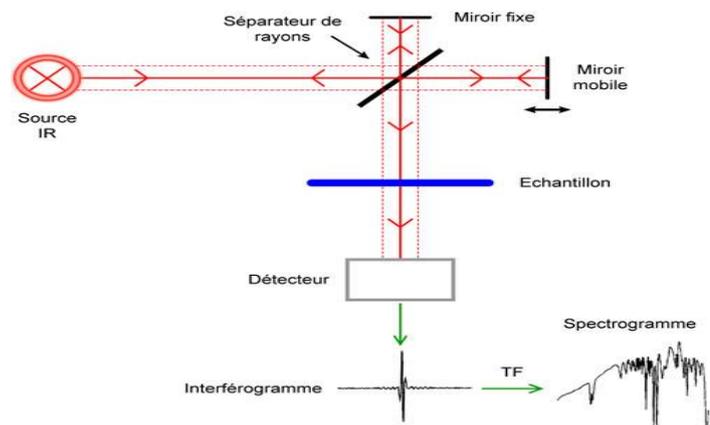


Figure 20 Un spectromètre IR à transformée de Fourier [48]

**Chapitre IV :**  
**RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## *CHAPITRE IV : Résultats et discussions*

Ce dernier chapitre traitera les caractérisations des particules de suies générés par la combustion de bougie et ayant subi différents traitement de purification et de nettoyage avec différents solvants

On donnera une interprétation et explications des résultats obtenus après avoir analysé nos échantillons avec de différentes méthodes instrumentales tels que l'FTIR, DRX et MEB traité par divers logiciels comme, Origin, IRsolution, X'pert HighScore et Panorama.

Nous allons aussi voir si les solvants ayant servi aux lavages ont été influencé par les suies et nous essayerons de définir qu'elle est le meilleur solvant pour le lavage de nos particules.

## *CHAPITRE IV : Résultats et discussions*

### **IV-1/ Caractérisation des particules de suies non lavée :**

Afin d'interpréter les spectres infrarouges et de pouvoir les exploiter nous avons eu recours à plusieurs tables de fréquences de vibrations moléculaires caractéristiques en IR.

Sachant que la combustion est celle d'un produit hydrocarboné et que cette combustion se fait à l'aire libre, nous affirmons facilement que ces espèces chimiques constituant les suies seront C, H, O et Cl, S, N en plus faible quantité.

N.B : les spectres non traités des suies lavées et non lavées sont dans l'annexe

#### **IV-1-1/Analyse des suies non lavée par FTIR :**

Les résultats de notre analyse IR des suies de bougies indiquent la présence des bandes d'absorptions à des nombres d'ondes  $796\text{ cm}^{-1}$  et  $1215\text{ cm}^{-1}$ ,  $1387\text{ cm}^{-1}$  qui correspondent respectivement à la déformation de la liaison C-H caractérisant les groupements en substitutions sur les noyaux aromatiques et la liaison C-C élongation à la déformation dans le plan de  $\text{CH}_2$  ou  $\text{CH}_3$  symétrique ou asymétriques. L'intensité de la deuxième bande est supérieure à la première.

On discerne que la bande d'adsorption à  $1101\text{ cm}^{-1}$  et  $1162\text{ cm}^{-1}$  indiquent la présence d'une liaison C-O d'un groupement hydroxyle d'alcool sur le carbone.

Une bande de faible intensité est remarquée à  $1583\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration de valence de la double liaison C=C.

Le spectre est caractérisé par l'apparition d'une bande large à  $3428\text{ cm}^{-1}$  qui est spécifique à la liaison O-H.

Nous constatons ensuite des bandes à faible intensité attribuées à l'élongation de la liaison  $\text{CH}_2$  asymétrique à savoir la bande à  $2918\text{ cm}^{-1}$  et symétrique pour la bande  $2851\text{ cm}^{-1}$  ainsi qu'à l'élongation de la liaison C=O qui correspond au groupement fonctionnel  $\text{CO}_2$  à  $2357\text{ cm}^{-1}$ . Les autres bandes sont des bruits de fond et des fluctuations aléatoires du signal.

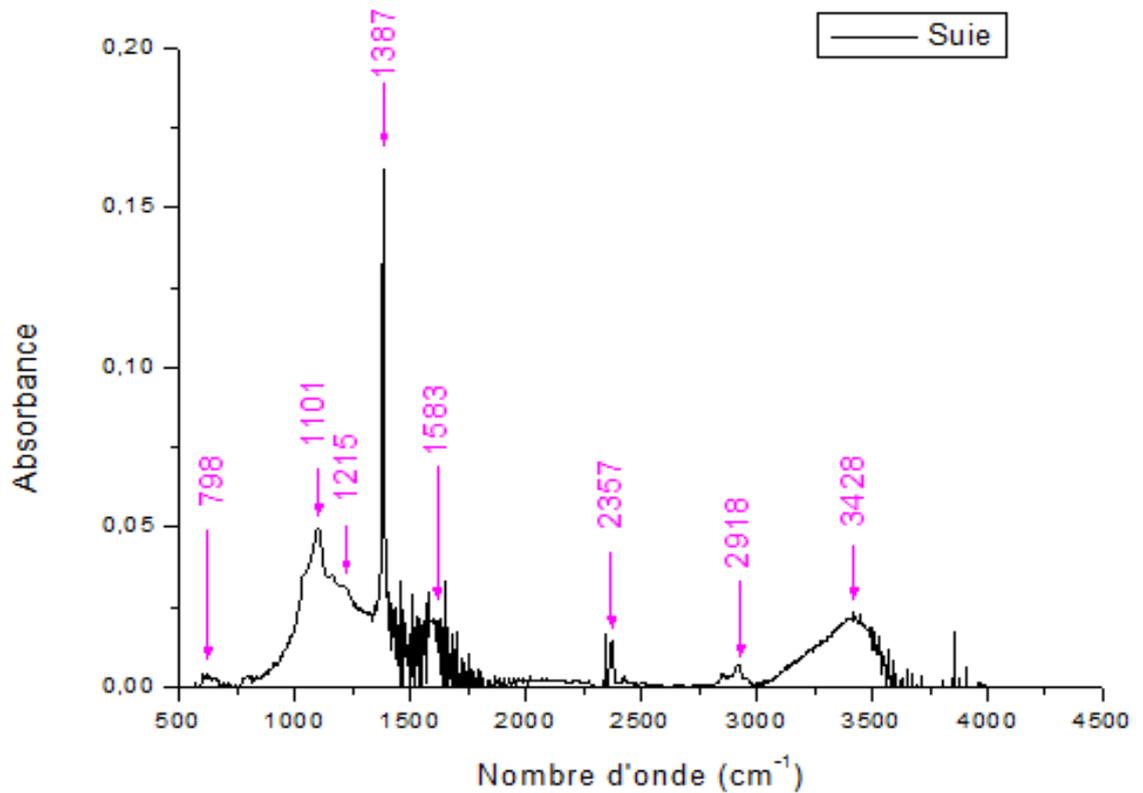


Figure 21 Spectre IR des particules de suies de bougie

IV-1-2/Description des particules des suies par imagerie MEB :

L'analyse des échantillons avec le MEB montre que les particules de suies sont assez grande, leur taille varie d'un grain à un autre (de 6,52  $\mu\text{m}$  à 200  $\mu\text{m}$ ), et ayant des formes plutôt arrondies avec une surface assez lisse. (Voir figure 22)

Si on regarde de plus près, on constate que les particules sont constituées d'une pile de feuillets superposés l'un sur l'autre, et de granulés, c'est les dépôts successifs de suies, qui est dû au transport de la matière par convection, une sorte de petit tourbillons qui font monter la matière vers le haut et cette matière est constituée de suie nanostructurés donc chaque petite convection apportera une couche et ainsi de suite.

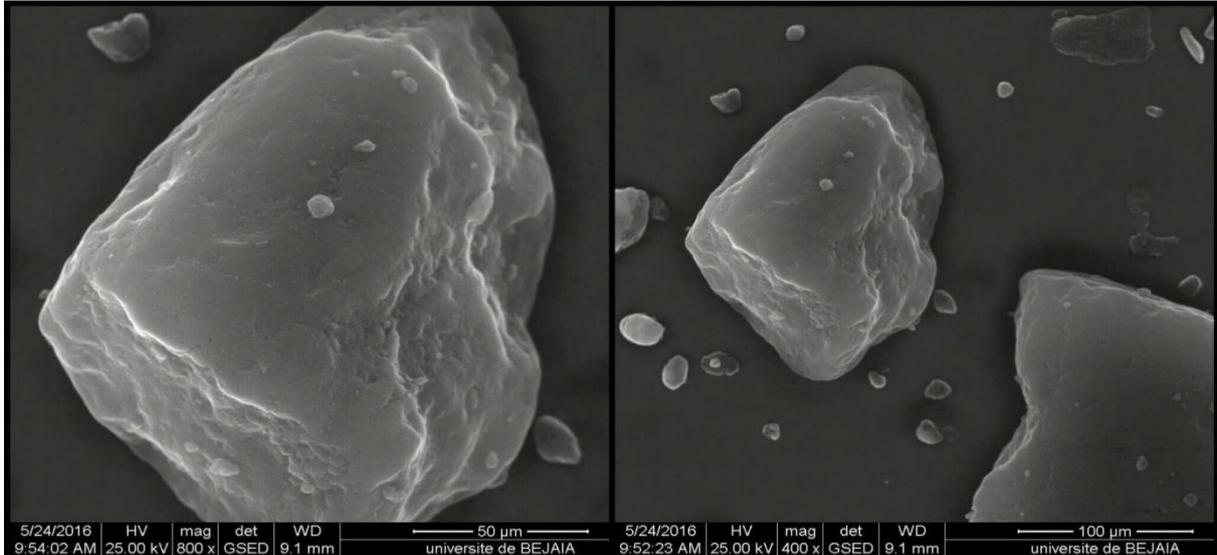
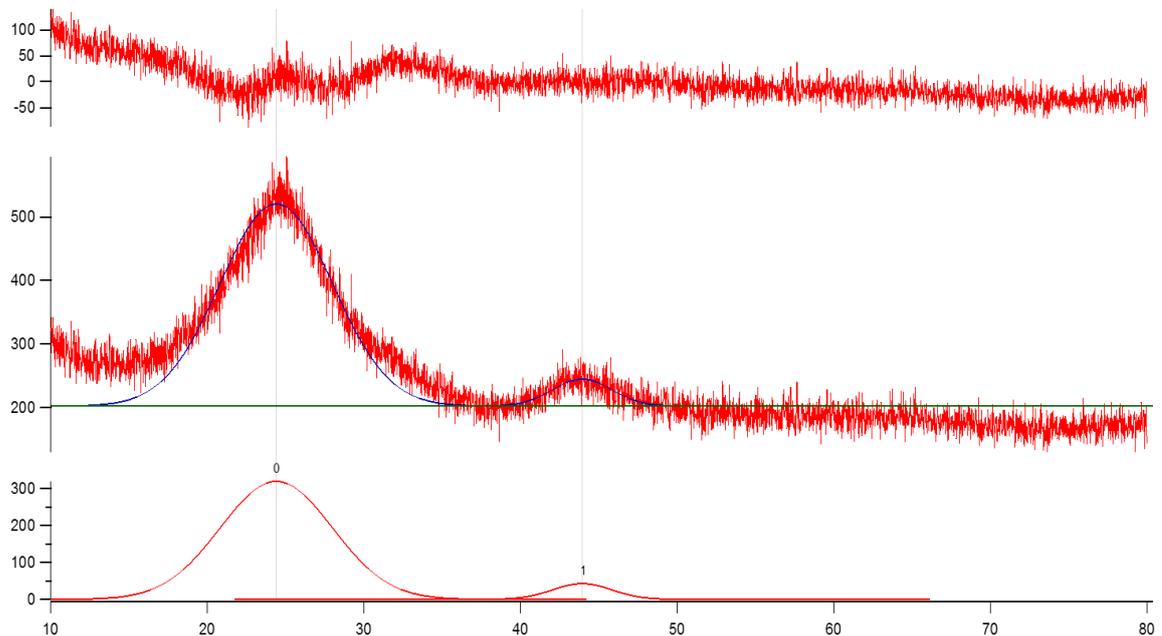


Figure 22 Particules de suie vues sous le MEB

IV-1-3/ Analyses par Diffraction à Rayon X (DRX) :

a) *Traitement du spectre par Igor :*

Nous avons déconvolué le spectre DRX de la suie de bougie par le logiciel Igor comme représenté sur la figure 23



▼	Peak Type	Location		Amplitude		Area		FWHM
Peak 1	Gauss	43.925	+/- 0.14732	42.755	+/- 2.9235	202.31	+/- 15.055	4.4452
Peak 0	Gauss	24.396	+/- 0.027188	319.12	+/- 1.9291	2865.4	+/- 17.321	8.4353

Figure 23 Spectre DRX de la suie traité par le logiciel Igor

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

Après la dé-convolution des spectres DRX de la suie de bougie par le logiciel Igor, nous avons remarqué la présence de deux pics de diffraction situés aux angles  $2\theta$  égale  $24,396^\circ$  et  $43,925^\circ$ . Ces deux pics sont larges et aplatis rappelant une structure amorphe correspond, respectivement, aux plans [002], [101]. Ce qui nous donne une structure turbostatique. [50-52]

Détermination de la taille des cristallites :

Nous avons utilisé la relation de *Debye-Scherrer* pour calculer la taille moyenne des cristallites présentes dans la suie à partir du spectre de diffraction des rayons X [53]

$$\langle D \rangle = \frac{0,9 \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

Avec :  $\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$ .

$\theta$ : angle de diffraction de Bragg (deg).

$\beta_{\text{deg}}$  : la largeur à mi-hauteur du pic (deg) =  $5,02^\circ$

$$\beta_{\text{(radians)}} = \frac{2\pi \cdot \beta_{\text{deg}}}{360}$$

Application numérique:

$$2\theta = 24,396^\circ \rightarrow \theta = 12,198^\circ$$

$$\beta_{\text{(radians)}} = \frac{2 \cdot 3,14 \cdot 5,02}{360} \rightarrow \beta_{\text{(radians)}} = 0,087$$

$$\langle D_{002} \rangle = \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,087 \cdot \cos(12,198)} \rightarrow \langle D_{002} \rangle = 1,63 \text{ nm}$$

La valeur de la taille des cristallites qu'on a calculées est de 1,63 nm ce qui concorde avec la taille moyenne des cristallites.

Pour l'identification de la distance entre les plans inter-réticulaire nous avons utilisé la relation de Bragg : [45]

$$d_{002} = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot \sin \theta}$$

Application numérique :

$$d_{002} = \frac{1 \cdot 0,154}{2 \cdot \sin(12,198)} \rightarrow d_{002} = 0,364 \text{ nm}$$

La valeur obtenue est 0,364nm, elle est élevée par rapport à celle du graphite pur qui est d'environ 0,3359 mais elle est proche de la distance inter-couche des plaquettes qui constituent les particules de carbone. [3, 6]

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

D'après la taille moyenne des cristallites et la distance inter-réticulaire entre les plans, on peut déterminer le nombre de feuillet de graphène :

$$\text{Nombre de feuillet} = \frac{\langle D \rangle}{d} + 1$$

On obtient donc 5 à 6 feuillets de graphène

### b) Traitement par X'PertHighScore :

Pour confirmer le résultat obtenu précédemment, nous avons traité notre spectre de DRX avec le logiciel X'PertHighScore et nous avons obtenu :

$$\Theta_{[002]} = 24,83^\circ \text{ et } \Theta_{[101]} = 43,93^\circ$$

La distance entre les plans réticulaire :  $d_{[002]} = 0,356 \text{ nm}$  et  $d_{[101]} = 0,205 \text{ nm}$

La taille de moyenne des cristallites est de 1,62 nm

Paramètres de maille:  $a = 2,448 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,152 \text{ \AA}$

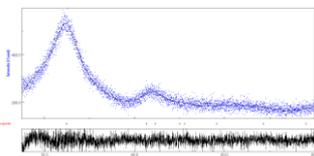


Figure 24 spectre observé (bleu), spectre obtenu après affinement ( en noir) et spectre différence (en bas)

D'après les résultats on peut donc confirmer que notre suie non lavée est de forme hexagonale et de taille comprise entre 0,34-0,36 nm donc il s'agit de plaquette. [3,6]

Donc il s'agit de la distance entre les plaquettes, ce sont les couches qu'on a pu observer avec l'analyse avec le MEB

**IV-2/ Caractérisation des particules de suies lavée :**

**IV-2-1-1/Analyse des suies lavées par FTIR :**

a) *Analyse du spectre IR des suies lavées avec de l'eau :*

Lorsque nous avons soumis les suies lavées avec de l'eau aux analyses IR nous avons obtenu un résultat qui montre la présence des bandes d'adsorptions à de nombres d'ondes  $798\text{cm}^{-1}$  et  $1383\text{cm}^{-1}$ , ce qui concorde à la déformation de la liaison C-H caractérisant les groupements en substituions sur les noyaux aromatiques pour la première bande et à la déformation dans le plan de  $\text{CH}_2$  asymétrique pour la seconde.

On observe des bandes d'adsorption à  $1097\text{ cm}^{-1}$  et  $995\text{ cm}^{-1}$  qui sont dues à la présence d'une liaison C-O d'un groupement hydroxyle d'alcool sur le carbone.

Nous constatons ensuite une bande de faible intensité attribuée à l'élongation de la liaison C=O qui correspond au groupement fonctionnel  $\text{CO}_2$  qui est situé à  $2357\text{ cm}^{-1}$ .

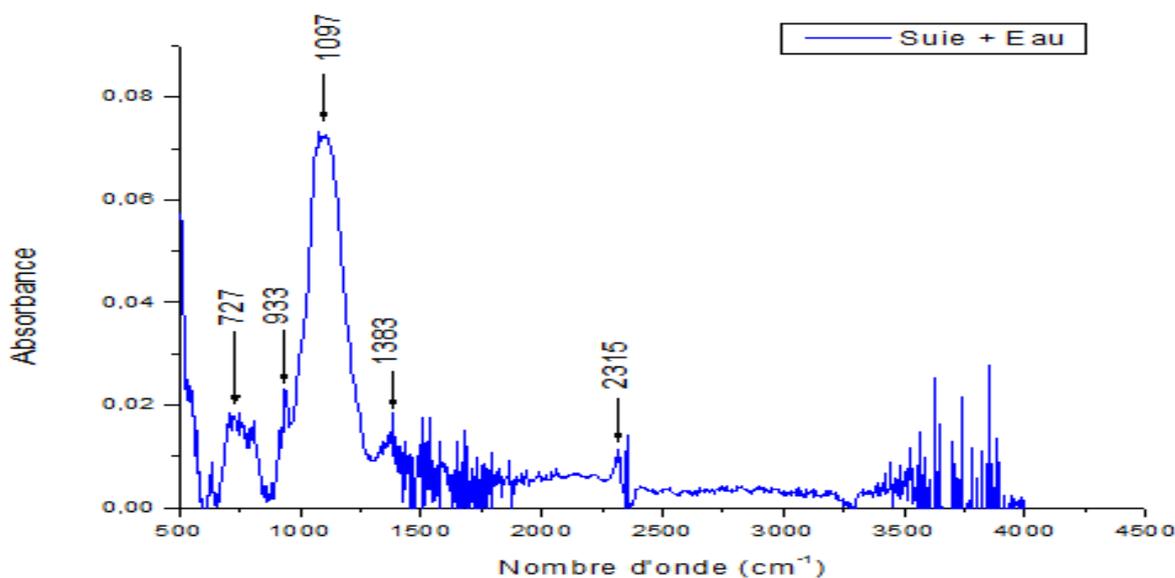


Figure 25 Spectre IR des particules de suie lavées avec de l'eau

b) *Analyse du spectre IR des suies lavées avec de l'acétone, l'éthanol et avec le mélange des deux :*

Les spectres obtenues après analyses IR des suies ayant subis trois lavages différents montrent l'apparition des mêmes bandes d'absorption qui correspondent à la liaison O-H aux alentours de  $3452\text{ cm}^{-1}$ , la liaison d'élongation C-H asymétrique à  $2920\text{ cm}^{-1}$  du groupement fonctionnelle  $\text{CH}_2$ , la liaison C=O du groupement fonctionnel  $\text{CO}_2$  aux alentours de  $2315\text{ cm}^{-1}$ , la double liaison C=C aux environs de  $1583\text{ cm}^{-1}$  ainsi que la liaison de déformation C-H à  $1384\text{ cm}^{-1}$ , la liaison C-C élongation à  $1216\text{ cm}^{-1}$  et notamment la liaison C-O à  $1165$  et à  $1103\text{ cm}^{-1}$ .

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

Ainsi on remarque la disparition de la liaison d'élongation C-H symétrique à  $2850\text{ cm}^{-1}$  et l'apparition de la liaison C-O élongation à  $995\text{ cm}^{-1}$  pour les suies lavées avec de l'acétone et des suies lavées avec le mélange, on aperçoit également l'apparition de la liaison de déformation C-H pour les suies lavées avec le mélange à  $789\text{ cm}^{-1}$ .

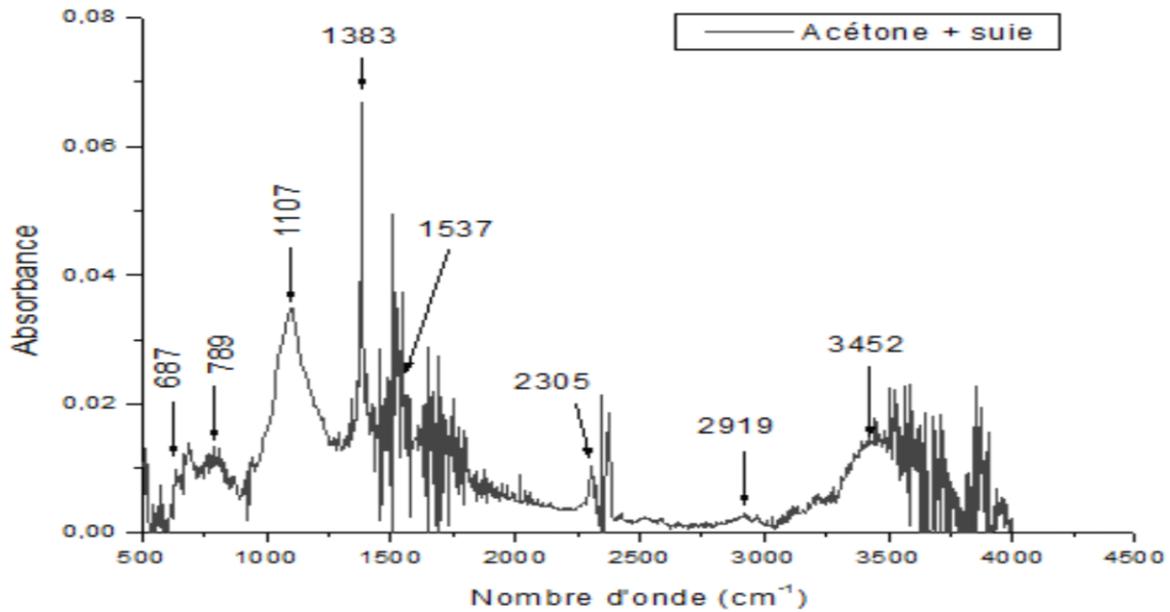


Figure 26 Spectre IR des particules de suie lavées avec de l'acétone

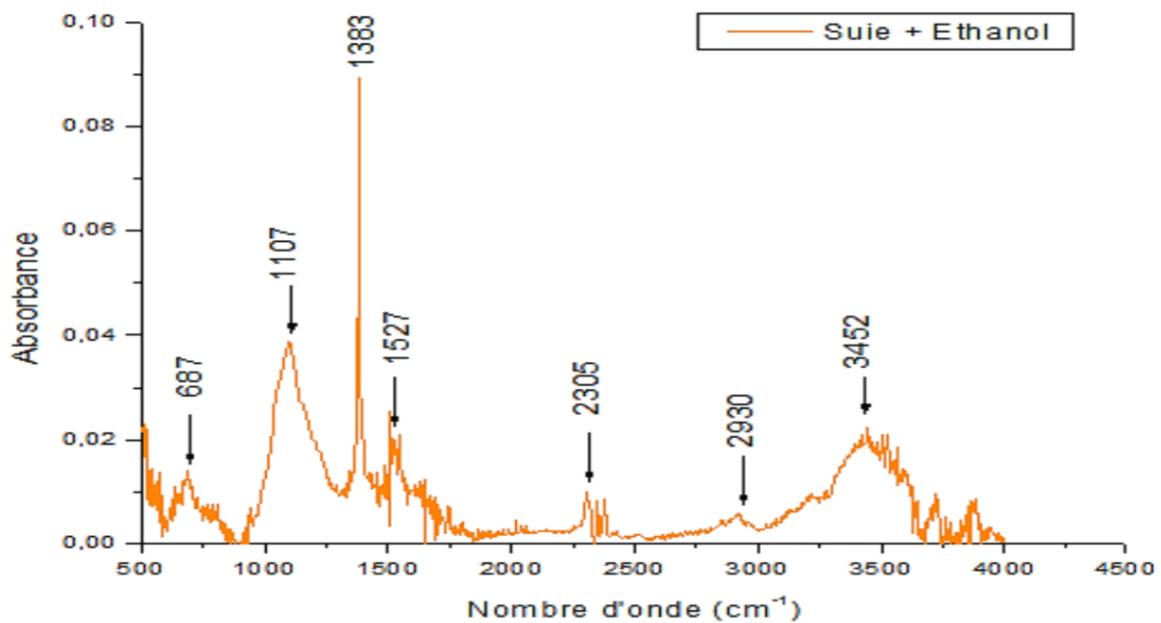


Figure 27 Spectre IR des particules de suie lavées avec de l'éthanol

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

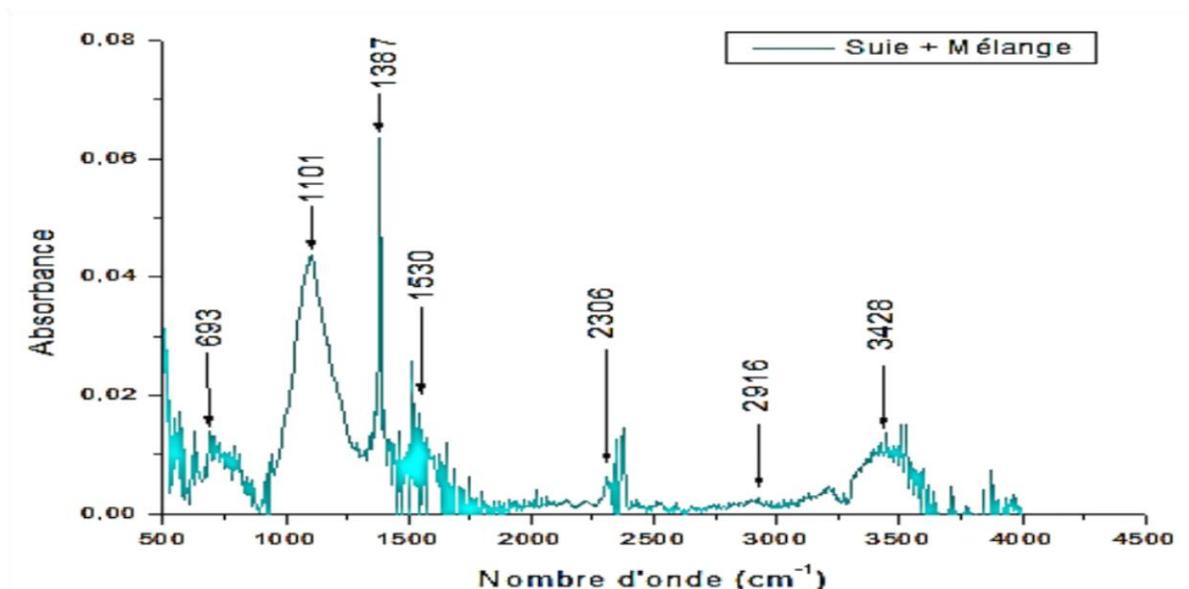


Figure 28 Spectre IR des particules de suies lavées avec le mélange (Acétone + éthanol)

c) Analyse du spectre IR des suies lavées avec le mélange puis l'eau et suies lavées avec de l'eau ensuite avec le mélange :

Les résultats obtenus après analyse IR montrent l'existence des mêmes bandes d'absorptions celles observées pour la suie mais avec la disparition de la bande d'absorption correspondante à la double liaison C=C élongation à  $1530\text{ cm}^{-1}$  ainsi que l'apparition de la liaison C-O élongation aux alentours de  $987\text{ cm}^{-1}$  dans le spectre Suie +Eau+ Mélange. L'autre différence enregistrée est l'intensité des spectres, celui des suies non lavées est bien plus intense que celui des autres spectres.

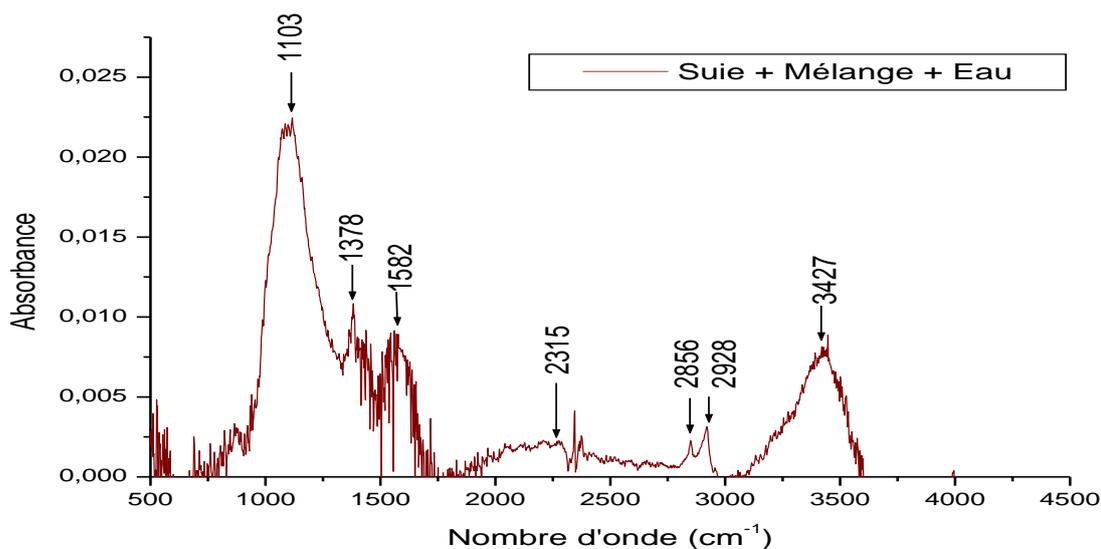


Figure 29 Spectre IR des particules de suies lavées avec le mélange + eau

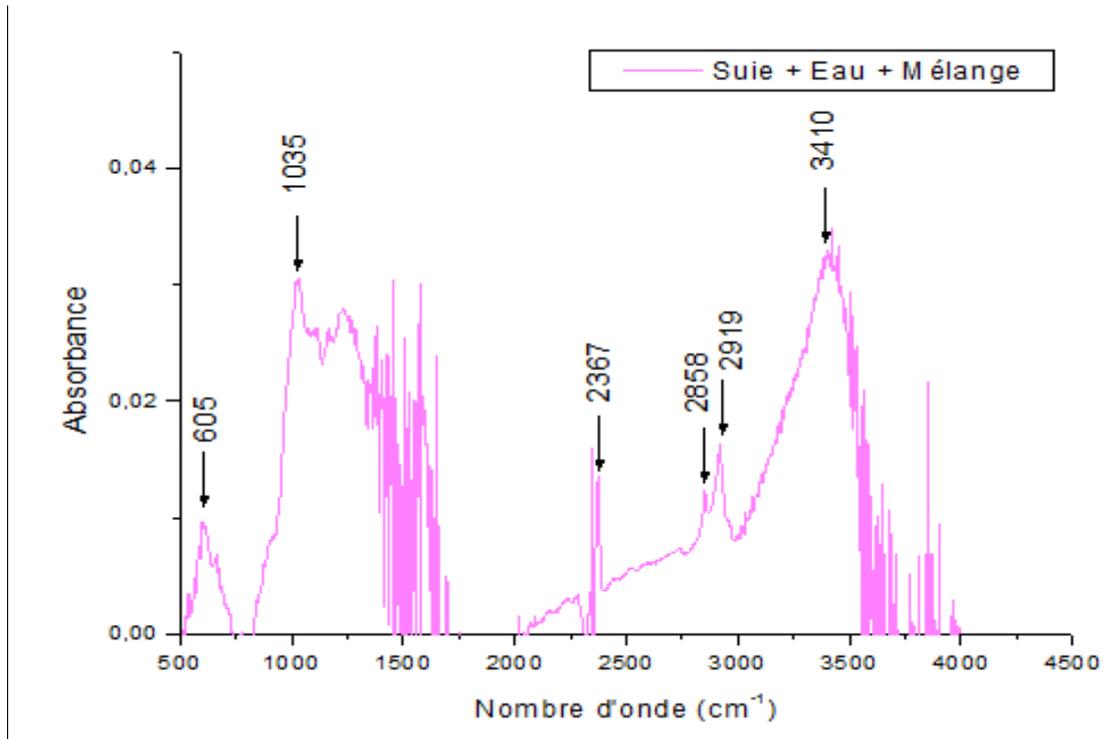


Figure 30 Spectre IR des particules de suies lavées avec l'eau + mélange

#### IV- 2-1-2/ Interprétation des spectres des suies :

##### *a) Interprétation du spectre Suie + Eau :*

En comparant le spectre eau + suie avec celui de la suie non lavée, on remarque un phénomène structural particulier se traduisant par :

Pour la suie n'ayant pas subi de séchage la bande OH dans le spectre IR est observée ce qui s'explique par la présence de l'eau à la surface c'est pour cela nous avons constaté la disparition de bande OH dans le spectre Suie + Eau lors du séchage donc l'eau s'est évaporée.

Dans le cas des bandes aux alentours de  $2920\text{cm}^{-1}$  et  $2850\text{cm}^{-1}$  qui correspondent à la liaison d'élongation C-H, elles disparaissent avec l'eau, ceci peut s'expliquer par la formation des liaisons covalente C-O du à la présence de groupement hydroxyle lié au carbone.

Tandis que l'augmentation de l'intensité de la bande à  $1100\text{cm}^{-1}$  du groupement hydroxyle avec l'apparition de nouvelle bande d'absorption à  $995\text{cm}^{-1}$  est aussi attribuée à la déformation C-O, indiquant que la suie subi une délocalisation électronique lors du lavage à l'eau. Ce décalage des nombres d'ondes vers de faible fréquence montre que la suie subi une substitution ce qui est permet de baisser l'énergie de l'interaction créée par la présence de charge

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

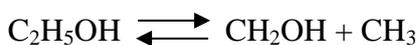
électronégative de l'oxygène ou bien à la longueur de chaîne carbonée ou à l'interaction de Van Der Waal entre les molécules.

b) *Interprétation de spectre de Suie + Acétone, Suie + Ethanol et Suie + mélange :*

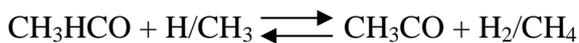
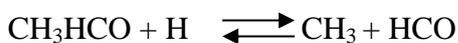
En comparant entre le spectre IR de la suie à ceux obtenus après lavage avec éthanol, acétone et mélange on remarque qu'il y a une variation de l'intensité des bandes de C-H à  $1380\text{cm}^{-1}$  et  $2920\text{cm}^{-1}$  qui correspondent respectivement à la déformation et l'élongation de type asymétrique ou bien symétrique de la liaison C-H provenant de la liaison aliphatique liée au noyaux aromatiques.

Cette variation peut être due aux réactions de cyclisation provoquant ainsi la perte de groupement  $\text{CH}_2$  linéaire ou la rupture de chaîne aliphatique.

La présence de l'alcool améliore la formation de la liaison C-O et procède à des réactions de décomposition qui conduisent à cette liaison mais il peut suivre également d'autres formations des radicaux voir H et O-H (eau), comme le montre les réactions suivantes :



Alors  $\text{CH}_2\text{OH}$  conduit à la formation C-O



Il y a aussi la possibilité de formation de  $\text{CO}_2$  (la présence de la 3<sup>ème</sup> bande de  $\text{CO}_2$  dans le cas de l'éthanol, l'acétone et le mélange par rapport à celle de la suie), qui peut également apparaître dans les prochaines réactions suite à l'interaction du au CO avec OH, CO.

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

Dans le cas du spectre IR du mélange on constate clairement qu'il ressemble aux spectres éthanol et acétone, mais plus proche de celui de l'éthanol car la présence de l'alcool baisse la concentration de l'acétone.

c) *Interprétation de spectre de Suie + Mélange + Eau et Suie + Eau + Mélange :*

Dans les deux spectres IR de Suie + Mélange + Eau et Suie + Eau + Mélange, on remarque l'existence de deux processus distincts celui induit par l'eau et celui due au mélange mais dans les deux cas il y a l'influence de l'eau.

- Afin d'observer les différents pics et intensité de chaque bande d'absorption relative aux suies lavées et non lavée nous les avons disposé dans le spectre suivant :

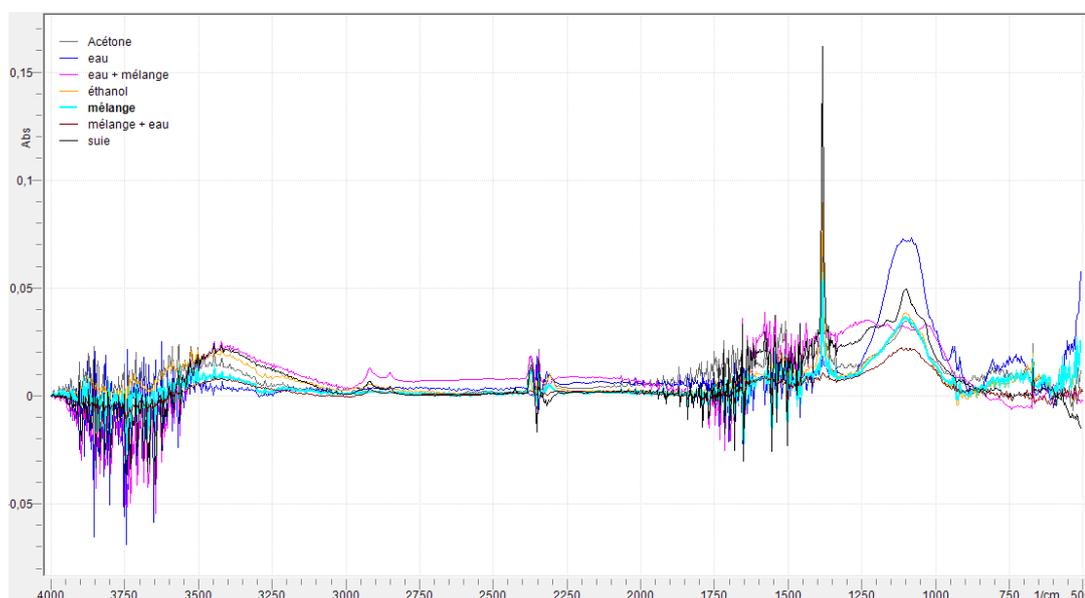


Figure 31 Spectre des suies lavées et non lavées

- Le récapitulatif de nos résultats de comparaison des bandes d'absorptions IR des liaisons chimiques des principaux groupements fonctionnels de suie, suie+ l'eau, suie+ éthanol, suie+ acétone, suie +mélange, suie+ eau + mélange et suie +mélange + eau, sont donnés dans le tableau suivant :

Suie		Suie + eau		Suie + éthanol		Suie+ acétone		Suie+ mélange		Suie+ mélange +eau		Suie +eau+mélange	
Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )
$\bar{\nu}$ (O-H)	3428	-	-	$\bar{\nu}$ (O-H)	3452	$\bar{\nu}$ (O-H)	3427	$\bar{\nu}$ (O-H)	3452	$\bar{\nu}$ (O-H)	3487	$\bar{\nu}$ (O-H)	3410
$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub>	2918	-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub>	2930	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub>	2928	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub>	2919	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub>	2916	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub>	2919
$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>s</sub>	2851	-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>s</sub>	2851	-	-	-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>s</sub>	2850	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>s</sub>	2850
$\bar{\nu}$ (C=O)	2357	$\bar{\nu}$ (C=O)	2315	$\bar{\nu}$ (C=O)	2305	$\bar{\nu}$ (C=O)	2315	$\bar{\nu}$ (C=O)	2375	$\bar{\nu}$ (C=O)	2306	$\bar{\nu}$ (C=O)	2367
$\bar{\nu}$ (C=C)	1583	-	-	$\bar{\nu}$ (C=C)	1527	$\bar{\nu}$ (C=C)	1582	$\bar{\nu}$ (C=C)	1537	$\bar{\nu}$ (C=C)	1530	-	-
$\delta$ (C-H) <sub>s</sub> dlp	1387	$\delta$ (C-H)	1383	$\delta$ (C-H)	1383	$\delta$ (C-H)	1384	$\delta$ (C-H)	1384	$\delta$ (C-H)	1383	$\delta$ (C-H)	1381
$\bar{\nu}$ (C-C)	1215	-	-	$\bar{\nu}$ (C-C)	1216	$\bar{\nu}$ (C-C)	1211	$\bar{\nu}$ (C-C)	1216	$\bar{\nu}$ (C-C)	1213	$\bar{\nu}$ (C-C)	1218
$\bar{\nu}$ (C-O)	1162	-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	1165	$\bar{\nu}$ (C-O)	1162	$\bar{\nu}$ (C-O)	1167	$\bar{\nu}$ (C-O)	1160	$\bar{\nu}$ (C-O)	1165
$\bar{\nu}$ (C-O)	1101	$\bar{\nu}$ (C-O)	1097	$\bar{\nu}$ (C-O)	1107	$\bar{\nu}$ (C-O)	1103	$\bar{\nu}$ (C-O)	1097	$\bar{\nu}$ (C-O)	1101	$\bar{\nu}$ (C-O)	1035
-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	995	-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	992	$\bar{\nu}$ (C-O)	995	-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	987
$\delta$ (C-H)	796	$\delta$ (C-H)	798	-	-	-	-	$\delta$ (C-H)	789	-	-	-	-

**Tableau 3 :** Bandes infrarouges des spectres des suies lavées et non lavées

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

dlp : dans le plan

$\bar{\nu}$  : Élongation ;

$\delta$  : Déformation ;

a : asymétrique ;

s : symétrique ;

↗ : Augmentation de l'intensité par rapport à celle de la suie ;

↘ : Diminution de l'intensité par rapport à celle de la suie.

IV-2-1-3/ Analyse et interprétations des spectres IR des solvants après le lavage de la suie :

a) *Analyses et interprétations des spectres IR de l'eau :*

La molécule d'eau ( $H_2O$ ) est composée de trois atomes et est de géométrie coudée, elle possède par conséquent trois modes propres de vibration.

$3656,65\text{ cm}^{-1}$  : vibration d'élongation symétrique, les longueurs des liaisons OH varient en phase ( $\bar{\nu}_s$ ).

$3755,79\text{ cm}^{-1}$  : vibration d'élongation asymétrique, les longueurs des liaisons OH varient en opposition de phase ( $\bar{\nu}_{as}$ ).

$1594,59\text{ cm}^{-1}$  : vibration de déformation, fait varier l'angle HOH. [54]

Cependant, la molécule d'eau est symétrique, et qu'elle ne possède qu'un seul type de vibrateur (OH), mais réellement chaque élongation OH n'est pas isolée, comme l'atome de l'oxygène est commun et que les fréquences associées aux deux élongations O-H sont identiques alors elle subit l'influence de l'autre élongation OH, dans ce cas-là on parle de couplage.

A l'état liquide ces couplages n'existent plus à cause de la formation des liaisons hydrogène qui décalent les fréquences vers le rouge, la liaison hydrogène a pour effet d'allonger la liaison OH ce qui revient à diminuer la fréquence de vibration, ou en d'autre terme à diminuer la constante de raideur  $k$  de la liaison OH.

Sur le spectre enregistré, on repère des bandes d'absorptions significatives qui correspondent aux vibrations actives de l'eau ; les deux bandes d'absorptions  $3452\text{ cm}^{-1}$  et  $3268\text{ cm}^{-1}$  correspondent à la vibration d'élongation asymétrique et la vibration d'élongation symétrique respectivement. La bande d'absorption  $1637\text{ cm}^{-1}$  est spécifique à la déformation OH ( $\nu_d$ ) (bending), la bande  $687\text{ cm}^{-1}$  distingue une vibration rotation OH libre ( $\nu_r$ )

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

Comme on peut considérer la bande d'absorption  $193\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de translation ( $\nu_t$ ). Et enfin la vibration d'association  $\nu_a = \nu_d + \nu_r - \nu_t$  correspond à celle observée à  $2069\text{ cm}^{-1}$ . [54]

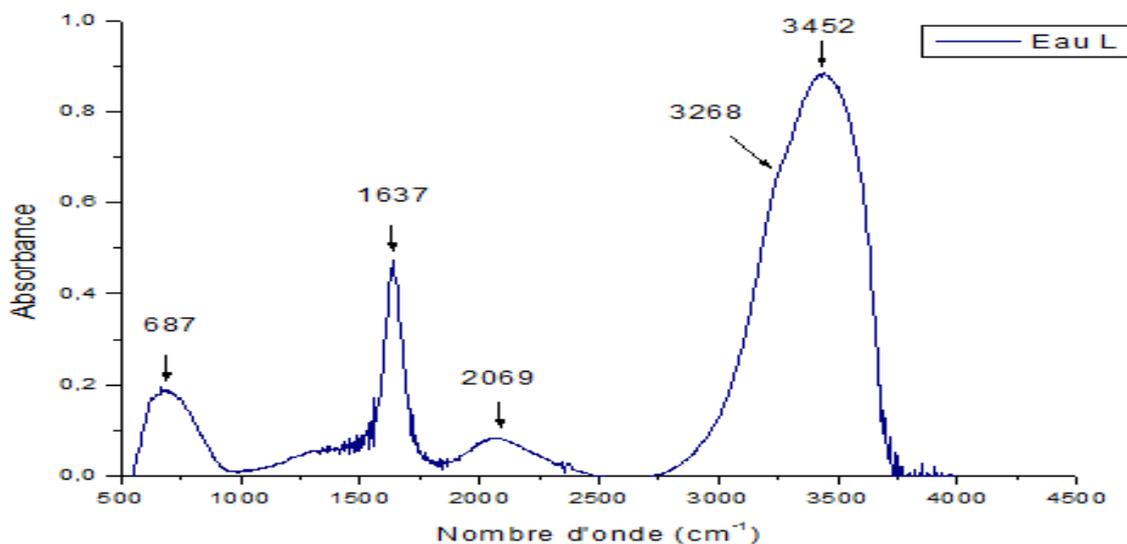


Figure 32 Spectre IR de l'eau après le lavage

### b) Analyse et interprétation des spectres IR de l'éthanol :

La liaison OH de l'éthanol se manifeste par une bande d'absorption forte et large qui se situe à  $3350\text{ cm}^{-1}$ , les liaisons hydrogènes établies entre les molécules d'alcool affaiblissent les liaisons covalents OH et conduisent à l'abaissement du nombre d'onde et à l'élargissement de la bande, la liaison OH dans ce cas est dite associée.

En comparant un spectre IR de l'éthanol et notre spectre IR de l'éthanol ayant servi pour le lavage, on remarque la concordance des pics propres à l'éthanol notamment la liaison OH, nous avons également remarqué quelques différences dans l'intensité pour certains pics comme  $1097\text{ cm}^{-1}$  et  $881\text{ cm}^{-1}$ . Il n'y a pas eu de changements dans le spectre car la suie et notre solvant ont les mêmes groupements fonctionnels.

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

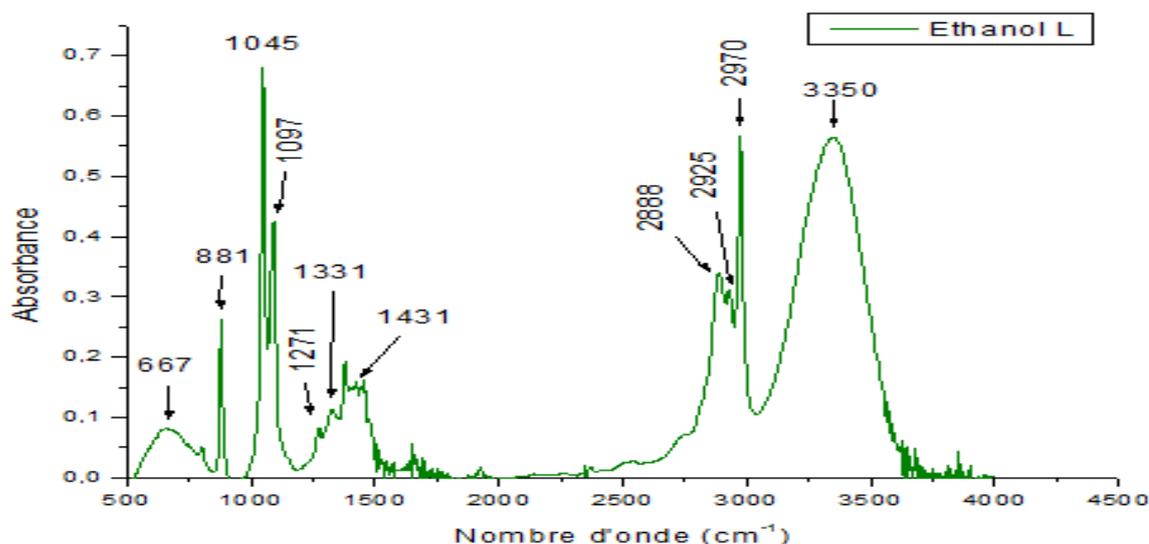


Figure 33 Spectre IR de l'éthanol après le lavage

### c) Analyse et interprétation des spectres IR du Mélange :

Le spectre IR de notre mélange comprenant Ethanol + Acétone met en évidence la liaison OH caractéristique de l'éthanol qui se situe à  $3350\text{ cm}^{-1}$ , ainsi que la bande à  $2925\text{ cm}^{-1}$  qui correspondent à l'élongation  $\text{CH}_2$  asymétrique et les deux bandes à  $2970\text{ cm}^{-1}$  et  $2888\text{ cm}^{-1}$  qui caractérisent l'élongation de type  $\text{CH}_3$  asymétrique et symétrique respectivement.

D'ailleurs en comparant les spectres, d'éthanol à celui du mélange nous remarquons que tous les pics présents dans celui de l'éthanol sont aussi présents dans celui du mélange mais avec des intensités différentes. Pour les pics aux alentours de  $1435\text{ cm}^{-1}$ ,  $1373\text{ cm}^{-1}$  et  $1269\text{ cm}^{-1}$ , elle a augmenté, et elle a baissé pour  $881\text{ cm}^{-1}$  et  $667\text{ cm}^{-1}$  (propre à la déformation C-H). Nous constatons notamment l'apparition d'un pic fin et intense à  $1701\text{ cm}^{-1}$  dans le spectre du mélange qui correspond au groupement carbonyle C=O de l'acétone, et un autre pic à  $2970\text{ cm}^{-1}$  qui appartient à C-H élongation qui est notamment moins intense que C=O malgré qu'il y ai plus de bande C-H par rapport à O=C=O. On se focalisant sur les différences entre les deux liaisons (C-H et C=O) hormis de la simple et double liaison, et de leurs masses, qui influence sur la fréquence d'élongation.

C'est la différence de la polarité des deux liaisons qui explique l'intensité des pics, la différence d'électronégativité entre le carbone et l'hydrogène étant faible ( $\Delta\text{EN}=0.4$ ), et celle entre le carbone et l'oxygène est bien plus grande ( $\Delta\text{EN}=1$ ) donc la liaison C=O est plus polaire que celle de C-H ce qui explique que la liaison C-H a une plus petite absorption que la liaison C=O qui est plus polaire. [55]

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

Malgré qu'on ait lavé notre mélange avec la suie, la composition du solvant n'a pas changé, on observe les mêmes structures spectrales

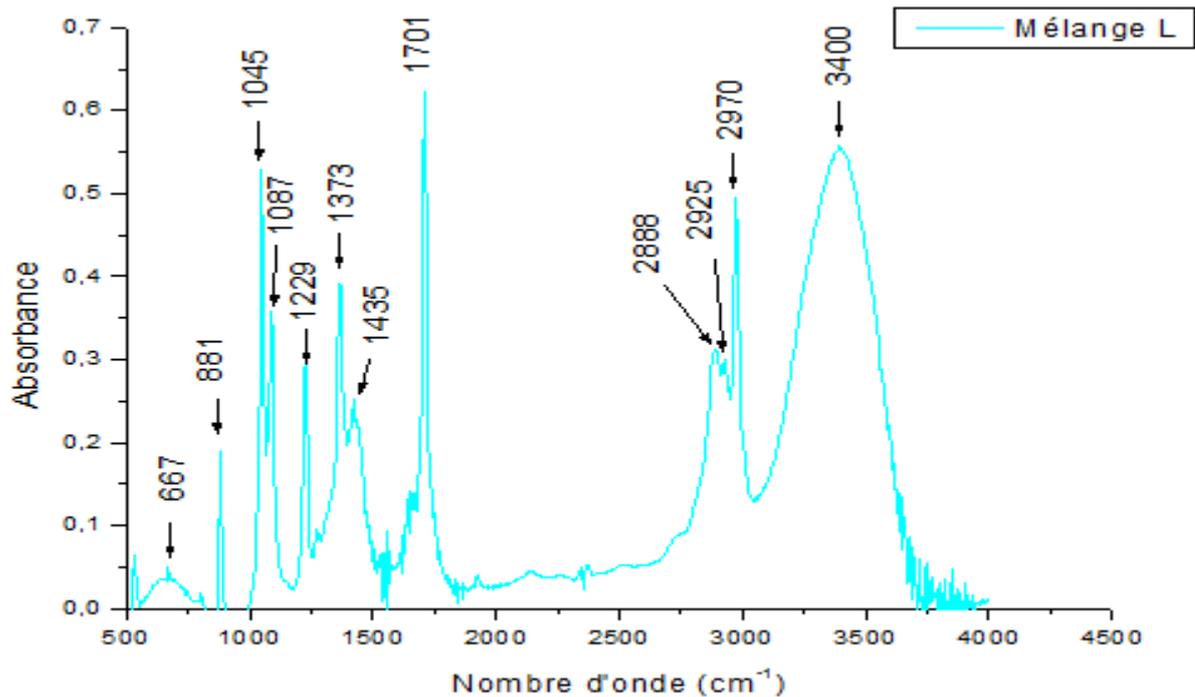


Figure 34 Spectre IR du mélange après le lavage

d) *Analyses et interprétations des spectres IR de l'eau + mélange :*

- En observant le spectre Eau + Mélange, la première chose qu'on remarque c'est la ressemblance avec le spectre de l'eau et le spectre du mélange. Le spectre IR de l'eau+ mélange regroupe toutes les caractéristiques des deux spectres, ayant enregistré :
- Les bandes d'absorptions significatives de l'eau qui correspondent aux bandes d'absorptions  $3452\text{ cm}^{-1}$  et  $3268\text{ cm}^{-1}$  dues à la vibration d'élongation asymétrique et la vibration d'élongation symétrique respectivement ainsi que la bande d'absorption  $1637\text{ cm}^{-1}$  qui est spécifique à la déformation OH, la bande  $687\text{ cm}^{-1}$  propre à une vibration rotation OH libre.
- Et les bandes d'absorptions de l'éthanol, celle de la liaison OH caractéristique de l'éthanol qui se situe à  $3350\text{ cm}^{-1}$ , ainsi que la bande à  $2925\text{ cm}^{-1}$  qui correspondent à l'élongation  $\text{CH}_2$  asymétrique et les deux bandes à  $2970\text{ cm}^{-1}$  et  $2888\text{ cm}^{-1}$  qui caractérisent l'élongation de type  $\text{CH}_3$  asymétrique et symétrique respectivement. Comme il a été vu précédemment (IV-3-1-3-b), on observe la bande  $1701\text{ cm}^{-1}$  propre à  $\text{C}=\text{O}$  de l'acétone.

En terminant le lavage avec le mélange, celui-ci n'a pas altéré les compositions de nos solvants.

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

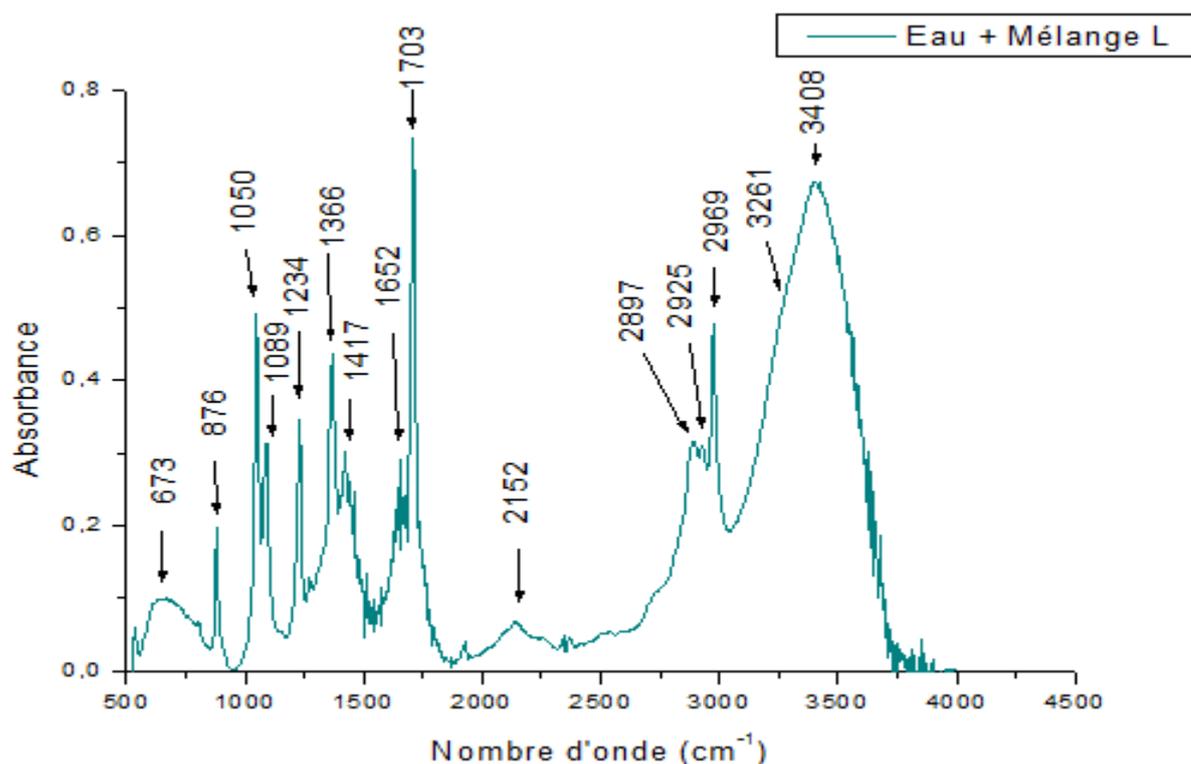


Figure 35 Spectre IR de l'eau + mélange L après le lavage

### e) Analyse et interprétation des spectres IR de Mélange + Eau :

Le spectre IR du mélange + eau est identique à celui observé avec l'eau, les bandes  $3452\text{cm}^{-1}$ ,  $3268\text{cm}^{-1}$ ,  $2090\text{cm}^{-1}$ ,  $1659\text{cm}^{-1}$  ; et  $697\text{cm}^{-1}$  ayant été observées précédemment sont toutes visible dans ce spectre. Par contre les bandes caractéristiques des mélanges n'apparaissent pas dans le spectre Mélange + Eau. Par contre on remarque que l'intensité du spectre Mélange + eau augmenté pour  $3452\text{cm}^{-1}$ ,  $3268\text{cm}^{-1}$  et  $2090\text{cm}^{-1}$  par rapport à celles du spectre de l'eau et la bande à  $679\text{cm}^{-1}$  a diminué. Cela-dit la bande à  $1659\text{cm}^{-1}$  n'a subi aucun changement d'intensité.

Ayant ajouté l'eau comme dernier solvant pour le lavage. Le spectre Mélange + Eau a intégré les bandes caractéristiques du spectre de l'eau qui est bien évidemment présent dans ce mélange.

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

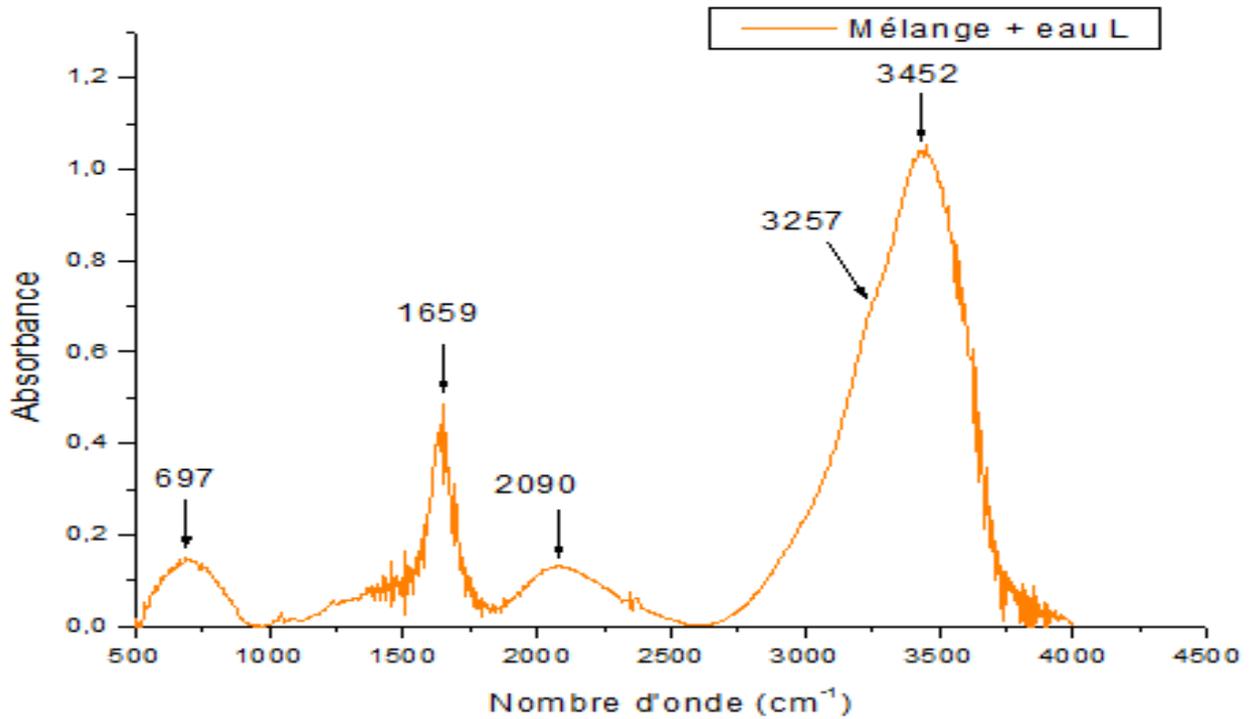


Figure 36 Spectre IR des particules du mélange + eau

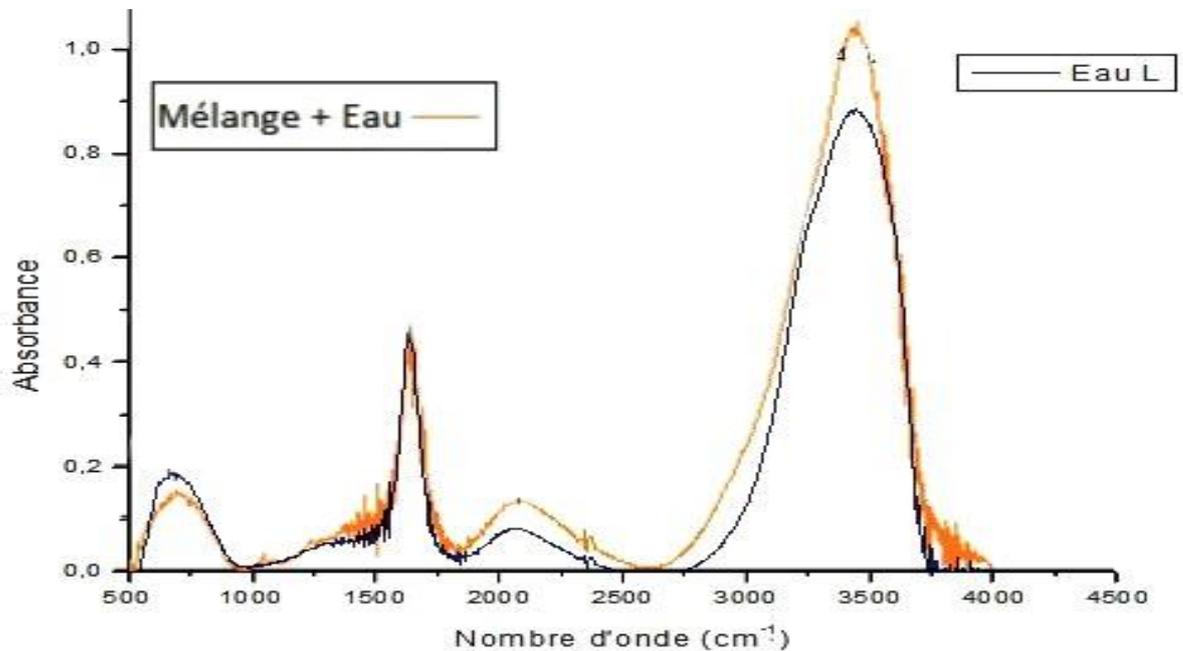


Figure 37 Spectre superposé de l'eau avec le mélange + eau

Le tableau suivant regroupe toutes les comparaisons des bandes d'absorptions IR des liaisons chimiques des principaux groupements fonctionnels de l'eau L, éthanol L, mélange L, eau + mélange L et mélange + eau L

*CHAPITRE IV : Résultats et discussions*

Eau L		Ethanol L		Mélange L		Mélange + eau L		Eau + mélange L	
Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Type de vibration et de liaison	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration et de liaison	Nombres d'onde (cm <sup>-1</sup> )
$\bar{\nu}$ (O-H) <sub>as</sub>	3452	$\bar{\nu}$ (O-H)	3350	$\bar{\nu}$ (O-H)	3400	$\bar{\nu}$ (O-H)	3452	$\bar{\nu}$ (O-H)	3408
$\bar{\nu}$ (O-H) <sub>s</sub>	3268	-	-	-	-	$\bar{\nu}$ (O-H) <sub>s</sub>	3257	$\bar{\nu}$ (O-H) <sub>s</sub>	3261
-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub> (CH <sub>3</sub> )	2970	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub> CH <sub>3</sub>	2970	-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub> CH <sub>3</sub>	2969
-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub> CH <sub>2</sub>	2925	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub> CH <sub>2</sub>	2925	-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>a</sub> CH <sub>2</sub>	2925
-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>s</sub> CH <sub>3</sub>	2888	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>s</sub> CH <sub>3</sub>	2888	-	-	$\bar{\nu}$ (C-H) <sub>s</sub> CH <sub>3</sub>	2897
$\bar{\nu}$ Association (O-H)	2060	-	-	-	-	$\bar{\nu}$ Association (O-H)	2090	$\bar{\nu}$ Association (O-H)	2152
-	-	-	-	$\bar{\nu}$ (C=O) Cétone	1701	-	-	$\bar{\nu}$ (C=O) Cétone	1703
$\delta$ (O-H)	1637	-	-	-	-	$\delta$ (O-H)	1659	$\delta$ (O-H)	1652
-	-	$\delta$ (C-H) <sub>a</sub> dans le plan	1431	$\delta$ (C-H)	1435	-	-	$\delta$ (C-H)	1417

*CHAPITRE IV : Résultats et discussions*

-	-	$\delta$ (C-H) dans le plan	1331	$\delta$ (C-H)	1373	-	-	$\delta$ (C-H)	1366
-	-	$\bar{\nu}$ (C-C)	1271	$\bar{\nu}$ (C-C)	1229	-	-	$\bar{\nu}$ (C-C)	1234
-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	1097	$\bar{\nu}$ (C-O)	1087	-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	1089
-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	1045	$\bar{\nu}$ (C-O)	1045	-	-	$\bar{\nu}$ (C-O)	1050
-	-	$\delta$ (C-H)	881	$\delta$ (C-H)	881	-	-	$\delta$ (C-H)	876
rotation OH libre	687	$\delta$ (C-H)	667	$\delta$ (C-H)	667	$\delta$ (C-H)	697	$\delta$ (C-H)	673

**Tableau 4 :** Bandes IR des plages spectrales des solvants utilisés pour le lavage.

## IV-2-2/ Analyses par Microscopie Electronique à Balayage

### IV-2-2-1/Description des particules des suies lavées avec de l'eau après analyse avec le MEB :

En comparant avec les suies non lavées à l'échelle de 100  $\mu\text{m}$  la première chose qu'on voit c'est le nombre de particule qui s'est proliféré et la diminution de leur taille. Le lavage avec l'eau et le séchage a disloqué les gros grains de suies en de petites particules de taille variant entre 11  $\mu\text{m}$  à 35  $\mu\text{m}$ . D'où l'impression que le nombre de particules a augmenté alors que ce

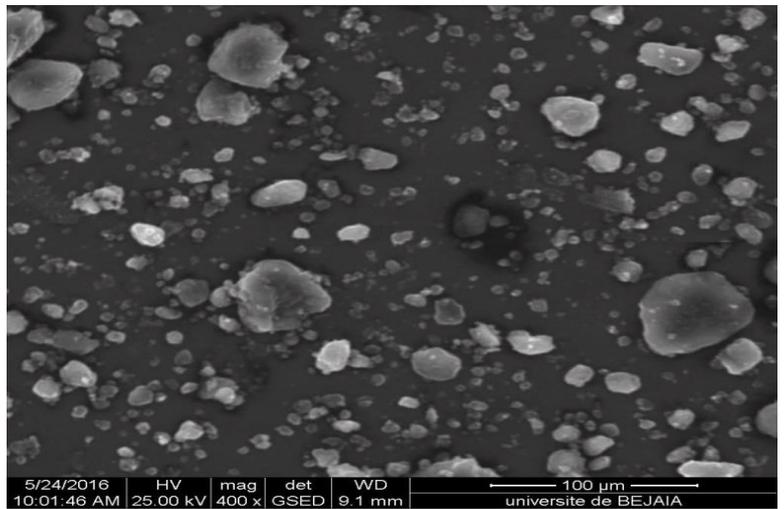


Figure 38 particules de suies lavées avec de l'eau vue sous le MEB à 100 $\mu\text{m}$

sont seulement les gros blocs qui se sont pulvérisés en de nombreux petit grains.

De plus leur morphologie a nettement changé, elle est plus hétérogène et plus sphérique voir circulaire suite à la technique de lavage par centrifugation, qui est assez importante, un lavage de  $60.10^2$  tours durant 3X30mn ce qui a provoqué ce changement, la centrifugation avec l'eau a comme attaqué la suie, nos grains de suies ce sont effrités.

À un agrandissement de 50  $\mu\text{m}$  la différence avec la suie non lavée est flagrante on ne voit pas la même chose, le diamètre a diminué, c'est assez remarquable d'un point de vue de taille.

De plus, la structure est devenue très irrégulière, ayant des petits bouts qu'on pourrait qualifier de grumeau, qui sont en réalité des agglomérats, qui sont dû à la collision et effritement

de particule de suie suite à la centrifugation

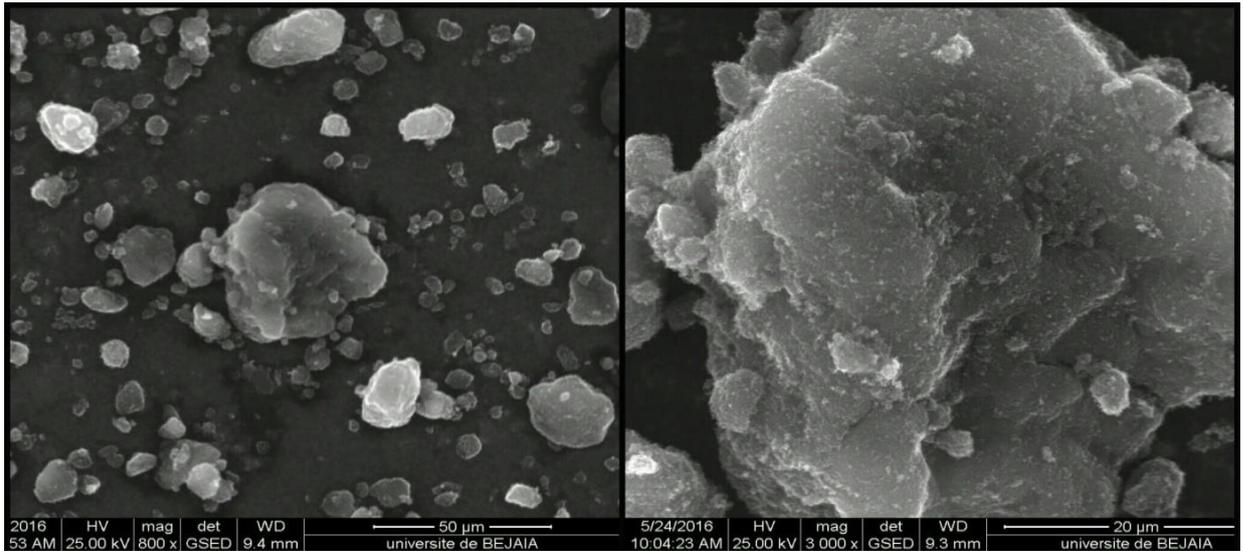


Figure 39 Particules de suies lavées avec l'eau vue sous le MEB à 50 et à 20 µm

IV-2-2-2/ Description des suies lavées avec un mélange (acétone + éthanol) :

Suite au lavage avec le mélange acétone + éthanol, la forme et la taille des particules de suies sont devenues petite et ceci a été causé par la centrifugation, les particules de suies se sont effrité et y a eu des collisions entre elles, quant à l'augmentation du nombre de particule par rapport à la suie non lavée ceci est dû au lavage avec le solvant. (figure 39)

En plus de la morphologie, même la structure a changé alors qu'elle était lisse elle ressemble à présent à la surface d'un coton, l'agrandissement à 20 µm le montre clairement. (figure 40)

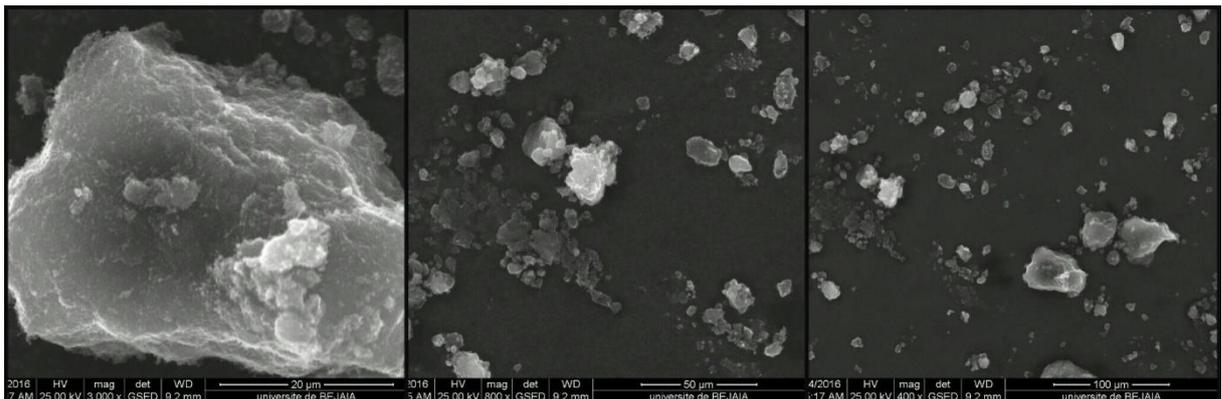


Figure 40 particules de suies lavées avec le mélange Acétone + éthanol vue sous le MEB à 20 µm ,50 µm et 100 µm

IV-2-2-3/Description des particules de suies lavées avec l'eau puis avec le mélange (acétone + éthanol):

Suite au lavage des suies avec le mélange acétone + éthanol notre suie a changé de forme par rapport à ce qu'elle était en passant d'une forme régulière à irrégulière mais en restant

## CHAPITRE IV : Résultats et discussions

toujours dans le géométrique en passant aussi d'un volume assez imposant à de petits morceaux, la forme et la morphologie de cette suie, suite au lavage nous fait penser aux éclats de verre.

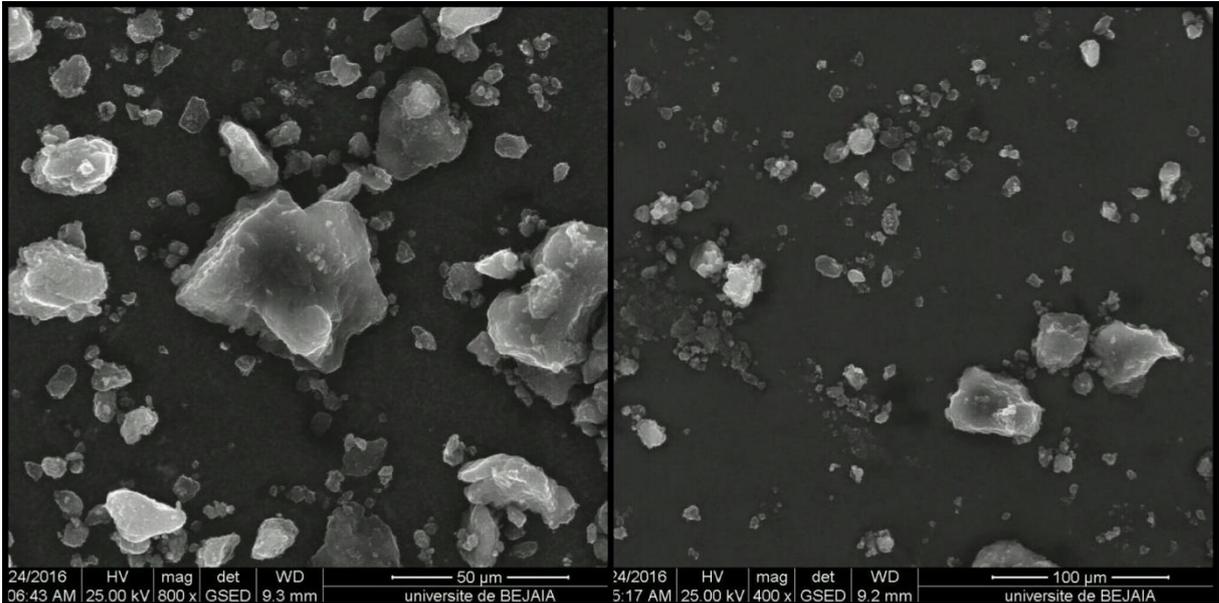


Figure 41 Image MEB de particules de suies lavées avec l'eau puis avec le mélange vue sous le MEB

Quant à la surface elle paraît se rapprocher beaucoup plus de la surface observé lors du lavage avec de l'eau mais en étant légèrement plus lisse la centrifugeuse a provoqué l'effritement et la collision entre les particules, ce qui a causé l'apparition des agglomérats sur la surface.

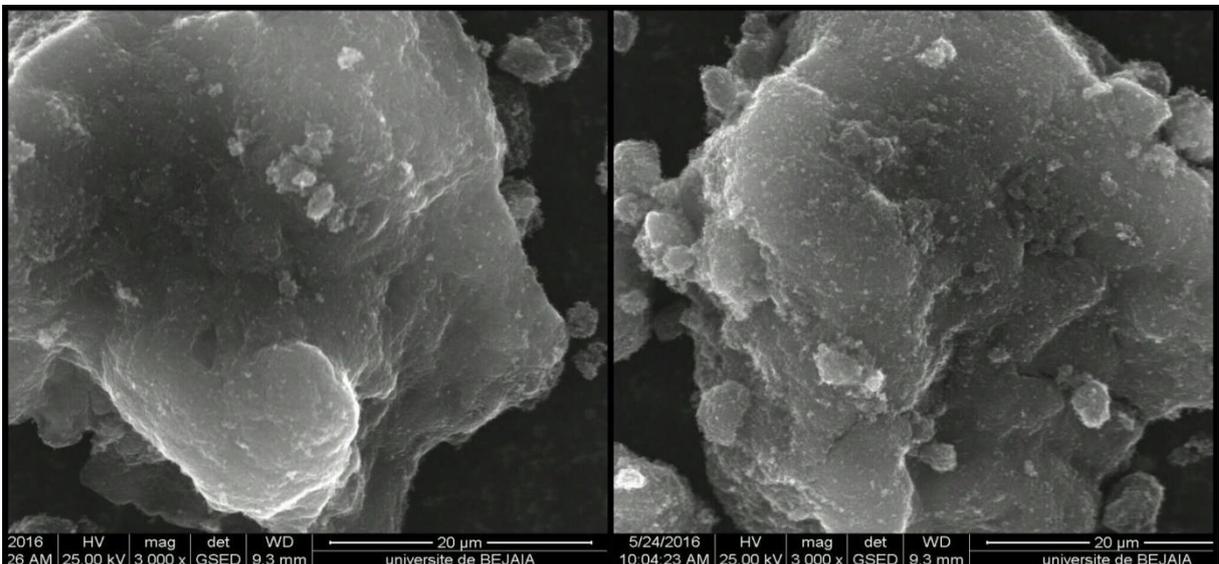


Figure 42 Comparaison des particules de suies lavées avec l'eau + mélange ( à gauche) et lavées avec l'eau à droite

## CONCLUSION

- L'analyse des particules des suies non lavées par FTIR ont montré l'existence de plusieurs liaisons telles que O-H, C-H, C=O ainsi que C-C et C-O ce qui indique la présence de plusieurs groupement fonctionnels à la surface de nos suies dont l'alcool, les groupements aromatiques et aliphatiques.
- Ces groupements sont soit liés chimiquement à la suie, ou alors appartiennent à des molécules adsorbées à la surface.
- Apparition et disparition de certain groupement fonctionnel on peut dire que la méthode de lavage utilisée a changé la topographie de la suie.
- Le MEB a montré que notre suie est sous forme de grains à l'échelle microscopique et est nanostructurée à plus petite échelle.
- Les couches observées avec le MEB sont alors des couches de dépôts des particules de suies, et est constituée de plaquettes de graphites de 1,62 nm.
- L'eau est le meilleur des trois solvants utilisés, car il a éliminé le plus de molécules adsorbées (C-H, C-O et O-H).

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1].ElIE Frédéric, (Novembre 2005), « Combustion d'une bougie ». Disponible sur <http://fred.elie.free.fr>
- [2]. SHADDIX Christopher et WILLIAMS Timothy, (Octobre 2007), « La suie piège...et source de lumière ». *American Scientist* n°360.
- [3].MARCHAL Caroline, (04 Décembre 2008), « Modélisation de la formation et de l'oxydation des suies dans un moteur automobile » Thèse de Doctorat en Energétique, *Universté d'Orélan*.
- [4].DJERRADA Seghira et KAFI Kenza, (2012-2013), « Détermination et caractérisation de la structure de la suie (amorphe-cristalline) issue d'une bougie », Thèse de Master, *Université Abderrahmane Mira Bejaia*.
- [5].CONSTANS Nicolas, (19 Mars 2012), Disponible sur <http://www.futurasciences.com/magazines/matiere/infos/dossiers/d/physique-experiences-physique-faire-chez-soi-1432/page/5/>
- [6].AYACHI Nacer, (1991), « Contribution à l'étude de la formation de la suie dans les milieux en combustion par les méthodes optiques basées sur la diffusion de la lumière », *école centrale de lion*.
- [7].GUERIN-ARAJUO DA SILVA. K, (Février 2013) « Nanocarbones : synthèse, fonctionnalisation, caractérisation et propriétés », *Institut de chimie de Clermont-Ferrand*.
- [8].BERNARD Charlotte, (30 Octobre 2007) « propriétés mécaniques des nanotubes de carbone en tant que nanosondes et leur fonctionnalisation par bio-nanoparticules », Thèse en Laser, Matière, Nanosciences, *Université de Bordeaux I*
- [9].REGIS Philippe, (30 novembre 2006), « Synthèse de nanotube de carbone multiparois par dépôt chimique en phase vapeur catalytique en lit fluidise », Thèse en chimie organométallique et de coordination, *Institut National Polytechnique de Toulouse*.
- [10].VAN LE Long, (Avril 2015), «Synthèse et applications de nouveau photocatalyseur à base de TiO<sub>2</sub>-CNT pour la désulfuration profonde de diesel commercial et traitement des eaux usées ». Disponible sur [www.reseachgate.net/figure/275349765\\_fig4\\_figure-4-Structure-du-graphite](http://www.reseachgate.net/figure/275349765_fig4_figure-4-Structure-du-graphite)

- [11]. Disponible sur [www.gemselect.com/french/other-info/diamond-graphite.php](http://www.gemselect.com/french/other-info/diamond-graphite.php)
- [12]. PIERSON.H.O, (1993), « Handbook of carbon, graphite, diamond and fullerenes properties, processing and applications », Noyes Publications, Park Ridge.
- [13]. CREDOU Julie, (Mars 2007), « pourquoi les diamants sont si dure ? », L'internaute. Disponible sur <http://www.linternaute.com/science/science-et-nous/pourquoi/07/diamant/diamant.shtml>
- [14]. ROBERTSON.J (2002), « diamond like amorphous carbon material science and engineering ».
- [15]. OSTIGUY Claude, ROBERGE Brigitte, WOODS Catherine et SOUCY Brigitte, (2010), « Les nanoparticules de synthèse, connaissances actuelles sur les risques et les mesures de prévention en SST 2<sup>ème</sup> Edition », Prévention au travail, *Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail*
- [16]. MORENO Maryline, (15 décembre 2006), « Synthèse en phase gazeuse de nanoparticules de carbone par plasma hors équilibre », Thèse en Energétique, *Ecole des mines de Paris*.
- [17]. Bonnard.N, Jargot. D, Miraval. S et Schneider. O, (2008), « Noir de carbone », Institut National de Recherche et de Sécurité.
- [18]. Disponible sur : <https://graphene-supermarket.com/Carbon-Black.html>
- [19]. BEGIN.D et GERIN.M, « les grandes familles de solvants organiques, utilisations et aspects physico-chimique ». *Editon Masson*. Disponible sur : [www.dsest.umontreal.ca/recherche\\_rayonnement/.../RR\\_SolvInd5\\_Chapitre2.pdf](http://www.dsest.umontreal.ca/recherche_rayonnement/.../RR_SolvInd5_Chapitre2.pdf)
- [20]. Les solvants et les effets du solvant. Disponible sur : <http://linternaute.com/science/science-et-nous/pourquoi/07/diamant/diamant.shtml>
- [21]. Disponible sur : <http://sante.travail.free.fr/smt6/communic/2010-2011/2011-05-10/EPP-Solvants-CARSAT.pdf>
- [22]. NICOUD Jean-François, « Les solvants en chimie organique », Faculté de chimie, Université de Strasbourg.
- [23]. THOMAS Pierre-François,(2006), « Cours et exercices, Précis de Physique-Chimie », Edition Bréal, Disponible sur : [https://books.google.dz/books?id=exwLinEGrv8C&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs\\_ge\\_summary\\_r&cad=0#v=onepage&q&f=false](https://books.google.dz/books?id=exwLinEGrv8C&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)

- [24]. GARETT Reginald H et GRISHAM CHARLES M.(1999), «Biochimie », Saunders College Publishing, Traduction DE BOECK, *Université S.A*, Disponible sur : [https://books.google.fr/books?id=qBHikj6nLwIC&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs\\_ge\\_summary\\_r&cad=0#v=onepage&q&f=false](https://books.google.fr/books?id=qBHikj6nLwIC&printsec=frontcover&hl=fr&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
- [25]. Disponible sur : <http://www.ethanol.fr/proprietes.html>
- [26]. INRS Santé et sécurité au travail, (2008) « Acétone », disponible sur : [http://www.inrs.fr/publications/bdd/fichetox/fiche.html?refINRS=FICHETOX\\_3&section=bibliographieAuteurs](http://www.inrs.fr/publications/bdd/fichetox/fiche.html?refINRS=FICHETOX_3&section=bibliographieAuteurs)
- [27]. SAVARY.A et ROBIN.S (25 Juin 1964), « Etude de l'adsorption physique par spectroscopie Infrarouge », Journal de Physique, Laboratoire De Spectroscopie, Faculté des sciences de Rennes.
- [28]. POIRIER Eric, (Décembre 2000), « Etude de l'adsorption sur des nanostructures de carbone », Maitrise en Physique, Université du Québec à Trois-Rivières.
- [29]. ZAJAC Jerzy, « mécanisme d'adsorption d'un gaz par un solide et concept de sites réactifs de surface », Plateforme d'Analyse et de Caractérisation, Fédération de Recherche de Chimie Balard.
- [30]. BERNARDET Veronique, (12 Décembre 2005), « Influence de la symétrie et de la taille de la molécule adsorbé sur le processus d'adsorption des composés éthyléniques sur une Zéolithe de topologie MF1 », Thèse de Doctorat en Chimie-Physique, Université de Bourgogne, Ecole doctorale Carnot
- [31]. BOUSQUET David, (24 Octobre 2013), « Modélisation de l'adsorption dans les matériaux nanoporeux flexibles », Thèse de Doctorat en Chimie-Physique, Université Pierre et Marie Curie.
- [32]. INRS ; MARSTEAU Stéphanie, (Novembre 2006), « Traitement des gaz dangereux captés sur les lieux de travail », Institut national de recherche et de sécurité pour la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles.
- [33]. MOUTON-CHAZEL Valérie, (5 Octobre 1994), « Analyses des processus d'adsorption à l'interface solide-gaz par l'étude du phénomène de polarisation », Thèse de Doctorat en Chimie Théorique-Physique analytique, Université de Montpellier II Sciences et techniques du Languedoc.
- [34]. BOUGDAH Nabil (2007), « Etude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite », Mémoire de Magister en Pollution chimique et environnement, Université 20 Août 1955 Skikda.
- [35]. Disponible sur : [http://www.chem.qmul.ac.uk/surfaces/scc/scat2\\_6.htm](http://www.chem.qmul.ac.uk/surfaces/scc/scat2_6.htm)
- [36]. NGOUABE THOKOTCHA Christophe Noël, (2003) ; « Etude de l'adsorption des sulfates sur la suie de combustion produite au laboratoire.

- [37]. FACCINETTO Alessandro, (14 décembre 2009), « High sensitivity detection of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons desorbed from soot particles using Laser Desorption/Laser Ionisation/Time of Flight Mass Spectrometry. An approach for studying the soot growth process in flames, These en Science en Matière, Radiation and environment, *Université Lille 1 Science et technologie*
- [38]. BOUKERROUI Abdelhamid, (2015), « Cours de Microscopie électronique à balayage » Méthode d'analyses I, *Université Abderrahmane Mira*.
- [39]. L. Beaunier et S. Borensztajn, (2000), « La Microscopie électronique à balayage : une loupe puissante ». », *Institut National de Recherche et de Sécurité*.
- [40]. GARFIA Arbia et HOSDEZ Jérôme, « Identification de système de glissement dans un matériau HCP », *Ecole polytechnique ParisTech*.
- [41]. M. Perrin, « Cours de Microscopie électronique à balayage et microanalyse ». Disponible sur [http://www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe\\_MEB.html](http://www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe_MEB.html)
- [42]. FERNANDEZ Béatrice et QUELLARD Nathalie, « La microscopie électronique : le microscope électronique à balayage ».
- [43]. BOUR. Ivan, « Diffraction des rayons X par les cristaux - Indices de Miller », TP Cristallographie et minéralogie UFR Sci. Terre, Orsay.
- [44]. MOUTARLIER Virginie, (2009), « diffractomètre de rayons X DRX », *Institut UTINAM*
- [45]. ARONICA Christophe, SIMAND Catherine et JEANNEAU Erwann, (28 Octobre 2009), « Diffraction des rayons X : Techniques et études des structures cristallines ».
- [46]. BOUROUINA Mustapha, (2013), « cours d'analyses spectroscopiques », *Université Abderrahmane Mira*.
- [47]. MOUNI Lotfi, « cours de spectroscopie Infrarouge », *Laboratoire de recherche LGVRNAQ*.
- [48]. M. BORELLA, (24 novembre 2006), « Contrôle de la fonctionnalisation de surface de revêtements obtenus par PECVD à partir d'un composé organosilicié cyclique », thèse en science et ingénierie des matériaux, *INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE de LORRAINE – NANCY*.
- [49]. Disponible sur : <http://nteserveur.univlyon1.fr/pfcp/lcp/commun/ir/interfanim.gif>

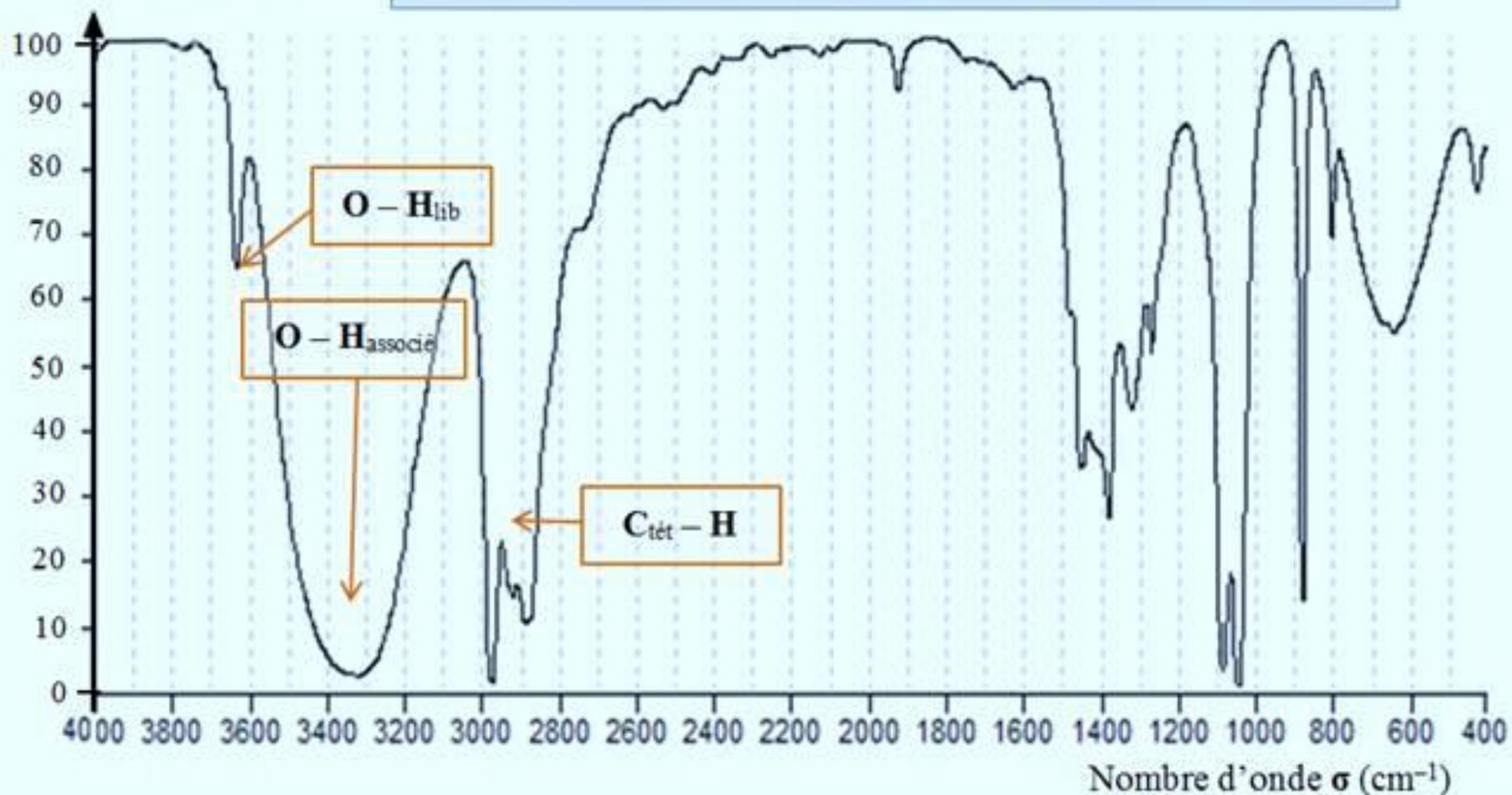
- [50]. Pengwan Chen, Fenglei Huang, Shourong Yun, (2003), «Characterization of the condensed carbon in detonation soot». *National Key Lab of Explosion and Safety Sciences, School of Mechatronics, Beijing Institute of Technology, Beijing, China.*
- [51]. Aleksandra s. Ivanova\*, Galina s. Litvak, Vladimir V. Mokrinskii, Lyudmila M. Plyasova, Vladimir I. Zaikovskii, Vasilii V. Kaichev, Aleksandr s. Noskov, (2009), «The influence of the active component and support nature, mixture composition on physicochemical and catalytic properties of catalysts for soot oxidation», *JBpreskov Institute of Catalysis, Russia.*
- [52]. Guilei Sun , Xiaojie Li, Yandong Qu, Xiaohong Wang. H'onghao Yan, Yueju Zhang, (2007), «Preparation and characterization of graphite nanosheets from detonation technique», *Dalian University of Technology, China.*
- [53]. B. D. Hall, D. Zanchet and D. Ugarte, (2000), «Estimating size from diffraction measurements», *Journal of Applied Crystallography*, Volume 33, Part 6.
- [54]. Thierry RICHARD, 5 décembre 2006, « Etude infrarouge et isotopique de l'eau adsorbée et confinée », Thèse de doctorat en sciences, *Université de Paris-Sud XI.*
- [55]. EL-ASHGAR Nizam. M, ( 04 Avril 2006), « Infrared Spectroscopy », *Islamic University of Gaza*, Disponible sur :  
[http://bcs.whfreeman.com/hardinger/content/cat\\_020/ch16.pdf](http://bcs.whfreeman.com/hardinger/content/cat_020/ch16.pdf)

# ANNEXE

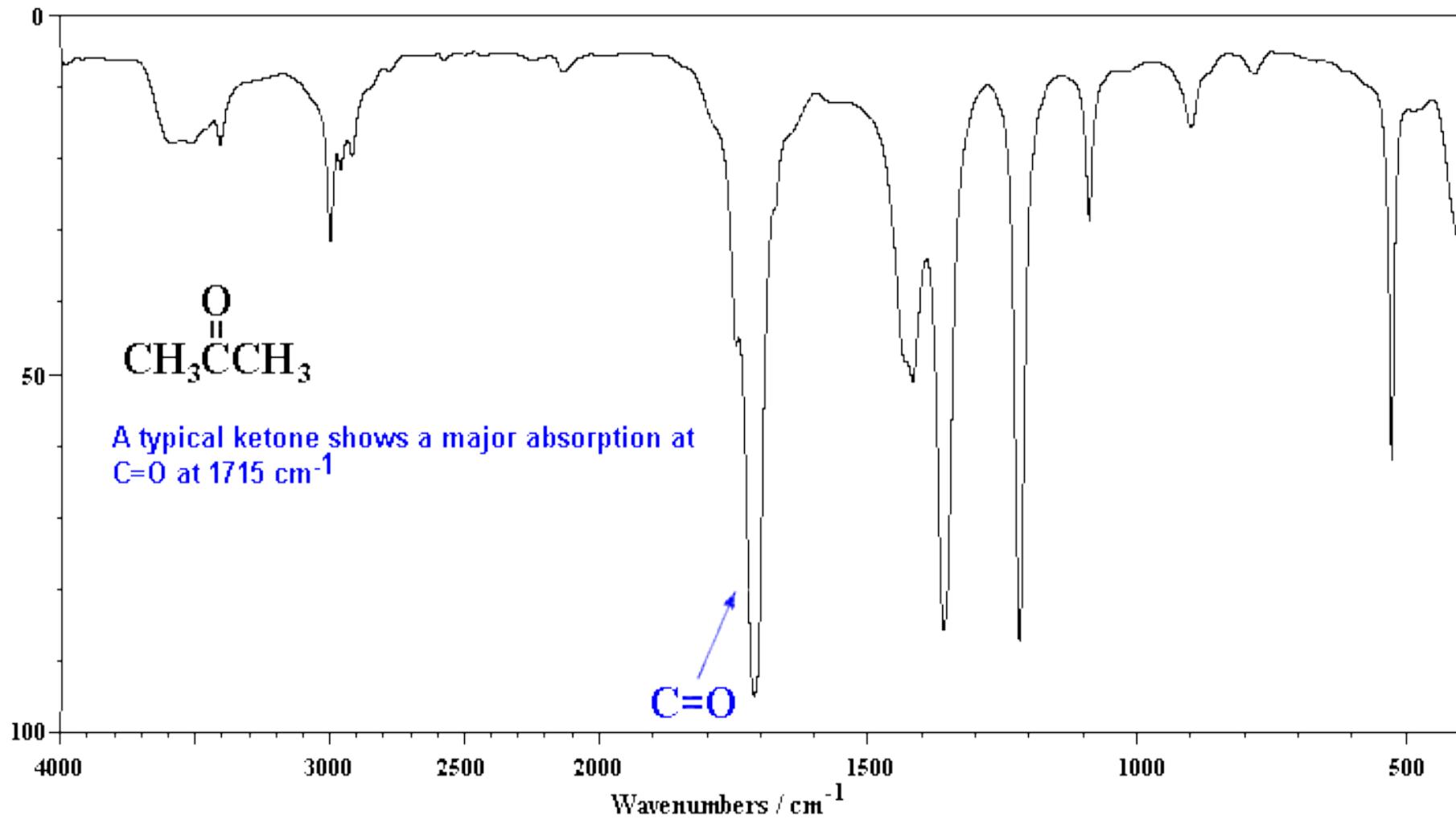
<b>Fréquence (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Assignment possible</b>
3350-342	OH élongation
≈2960	CH <sub>3</sub> élongation asymétrique
≈2925	CH <sub>2</sub> élongation asymétrique
≈2870	CH <sub>3</sub> élongation symétrique
≈2850	CH <sub>2</sub> élongation symétrique
2300-2400	C=O
1637-1659	Déformation O-H
1580	C=C élongation aromatique
1430	Déformation C-H asymétrique
1380	Déformation C-H dans le plan
1215-1234	C-C élongation
1110-1220	C-O élongation alcool tertiaire
1050-1160	C-O élongation alcool secondaire
1000-1080	C-O élongation alcool primaire
995	C-O élongation
881	Déformation C-H aromatique
796	Déformation C-H aromatique
687	Rotation OH libre
667	Déformation C-H aromatique

Transmittance %

Spectre infrarouge de l'éthanol à l'état condensé (liquide)

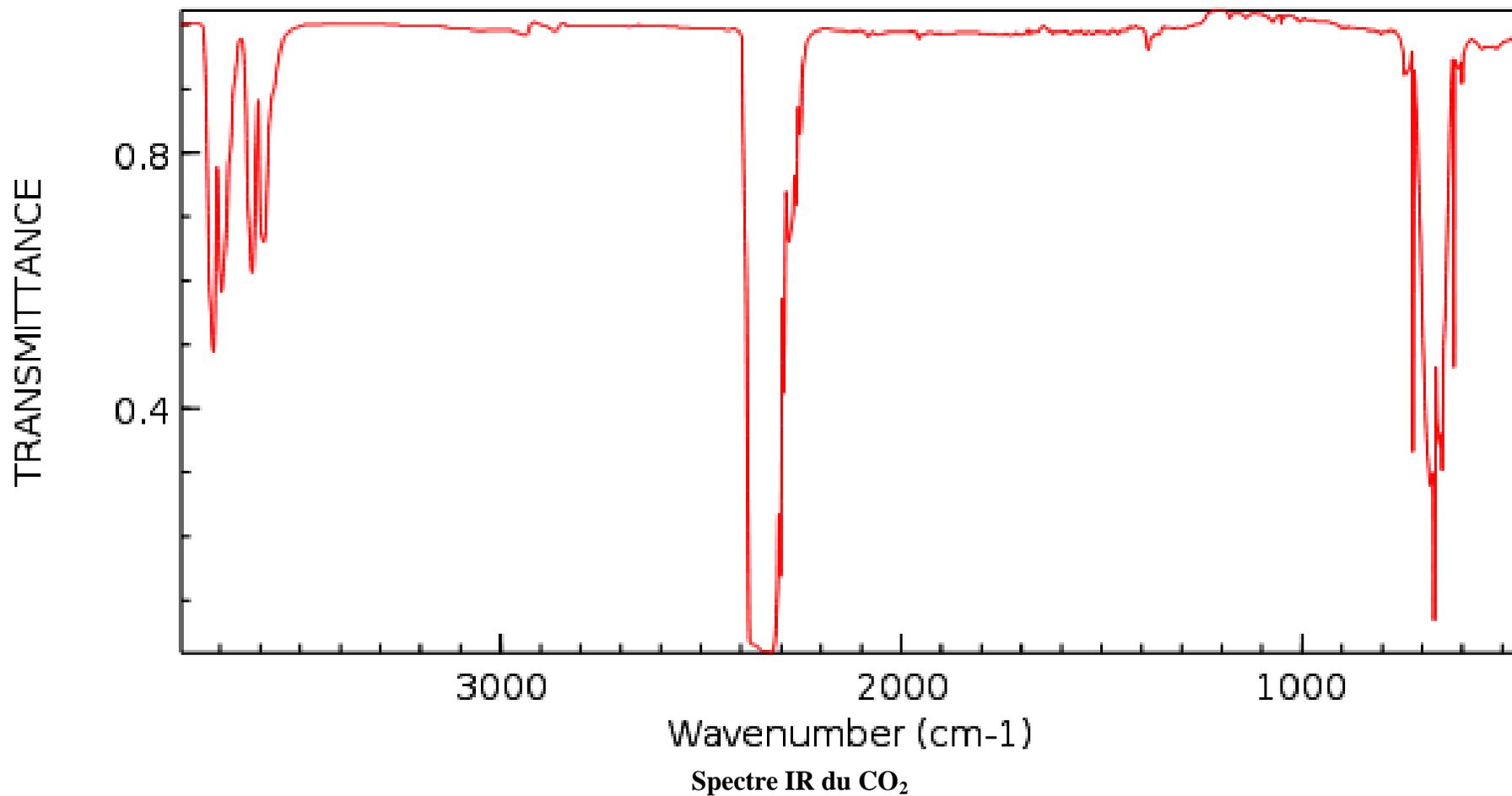


Absorbance / %



Spectre IR de l'acétone

CARBON DIOXIDE  
INFRARED SPECTRUM



Spectre IR des suies :

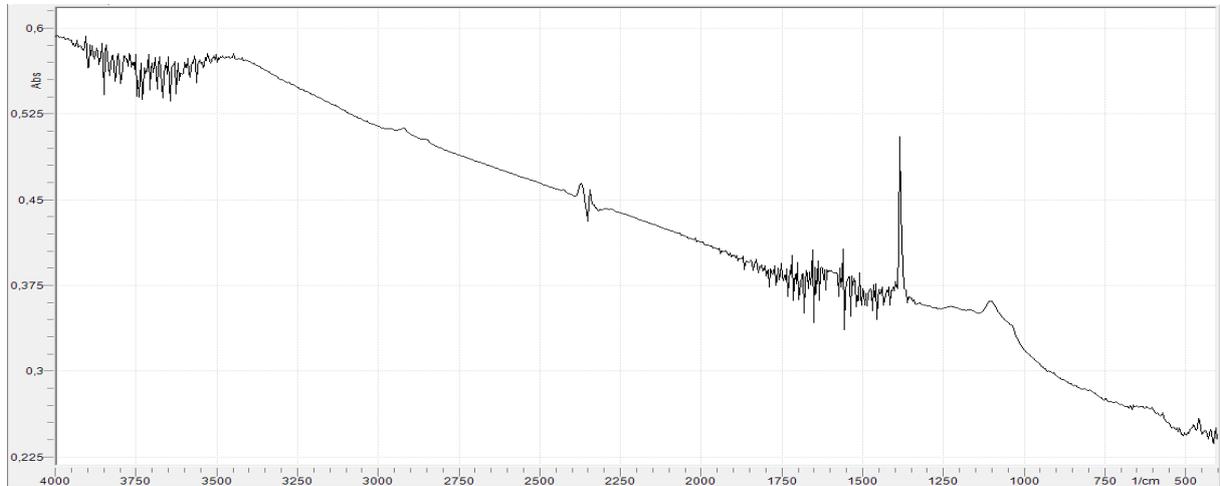


Figure 1 Spectre IR des Suies de bougie

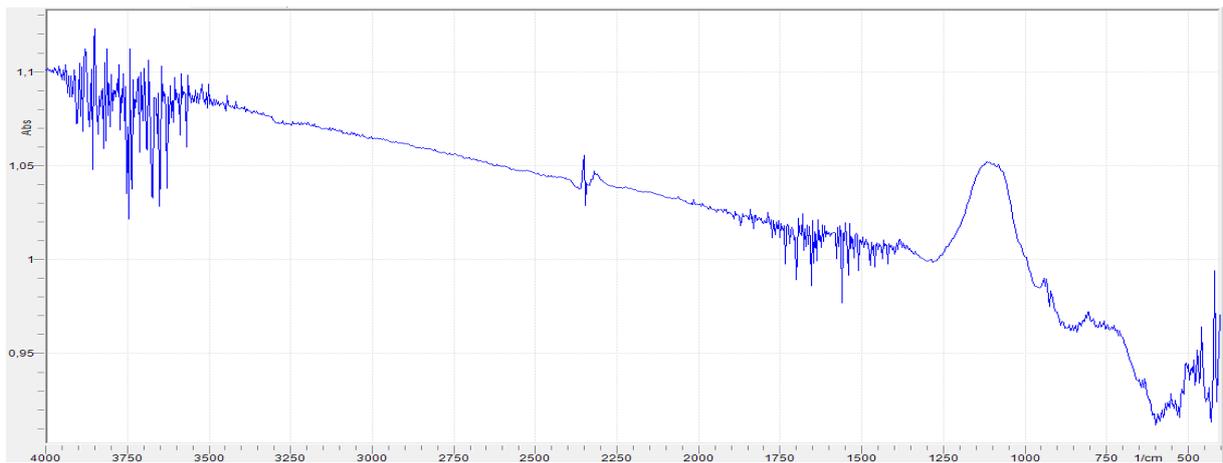


Figure 2 Spectre IR de Suie + eau

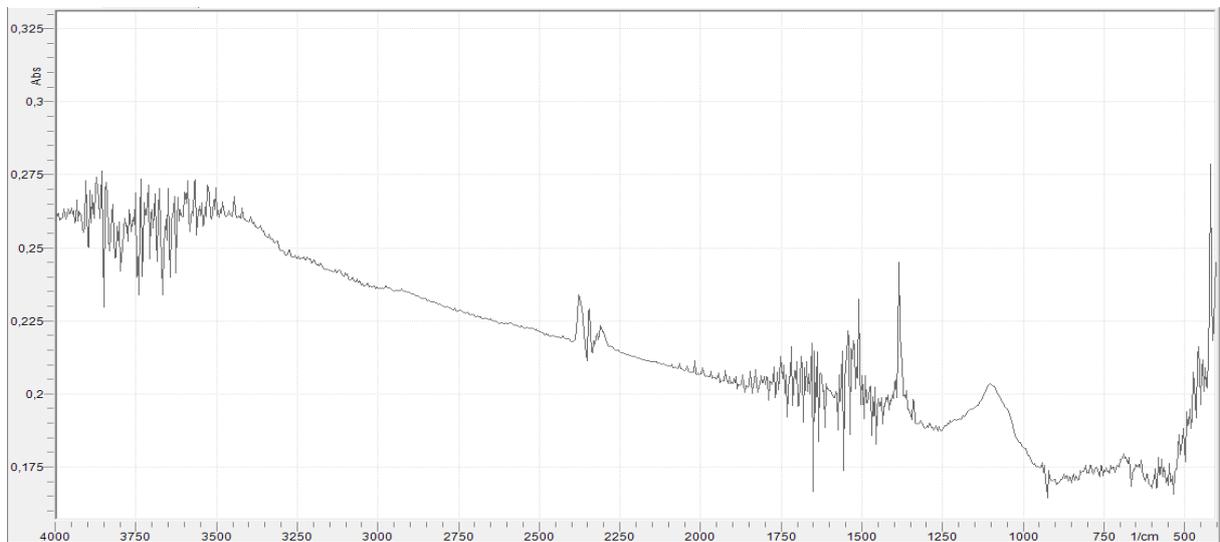


Figure 3 Spectre Suie + Acétone

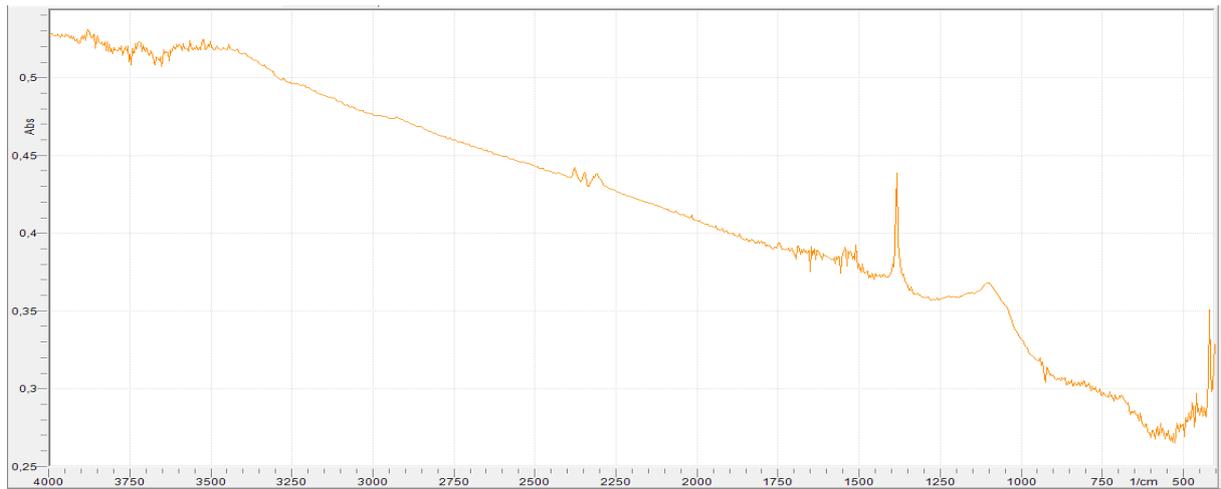


Figure 4 Suie + Ethanol

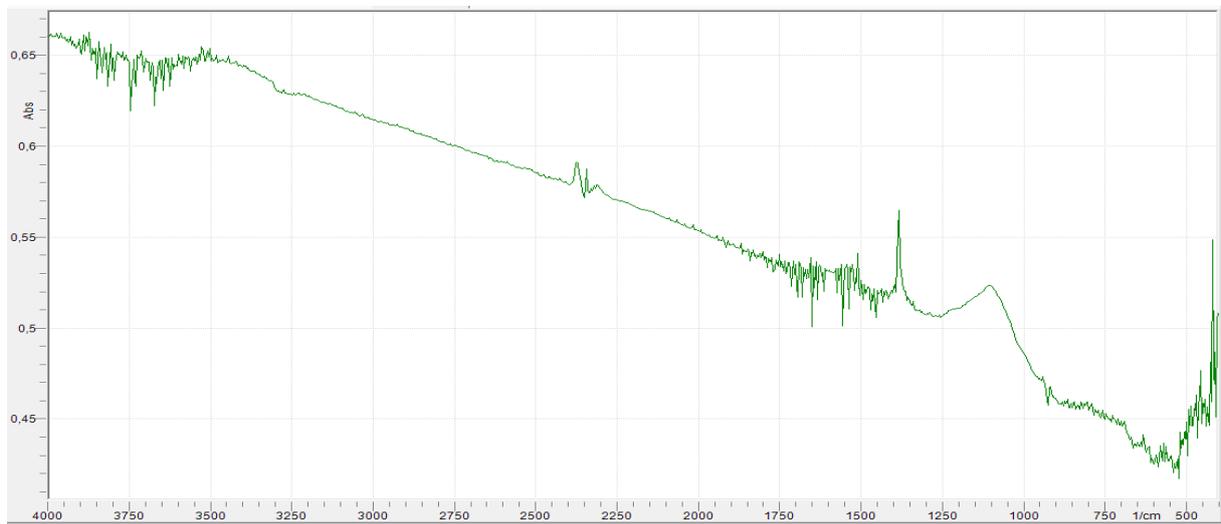


Figure 5 Suie + Mélange

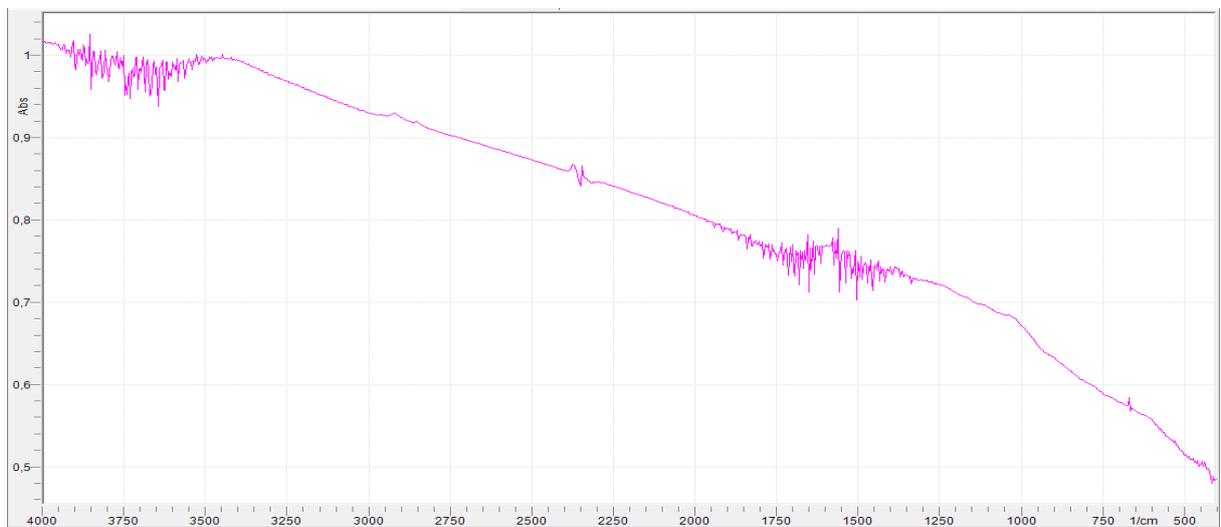


Figure 6 suie + eau + mélange



Figure 7 Suie + mélange + eau

Spectres IR des Solvants après le lavage :

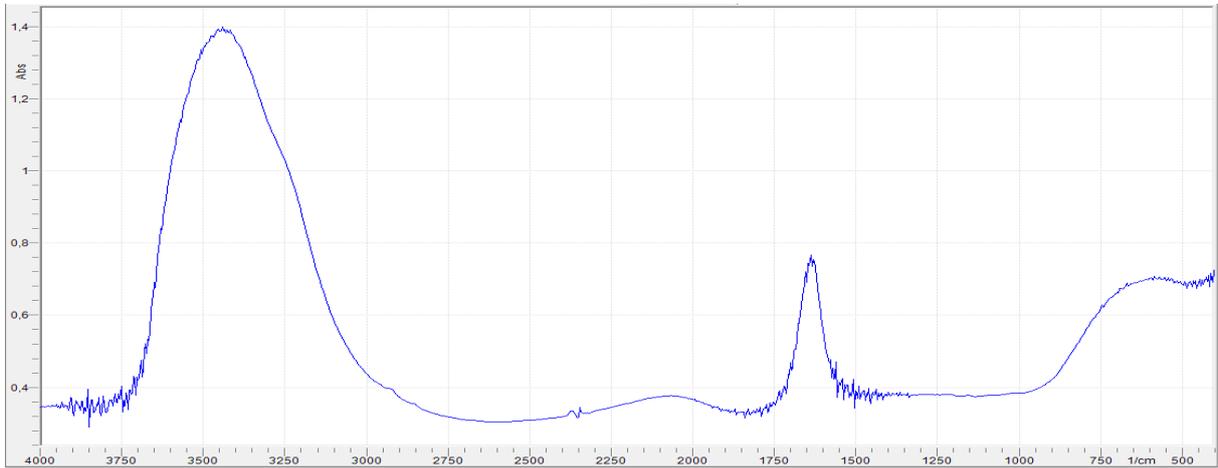


Figure 8 Spectre IR de l'eau après le lavage



Figure 9 Spectre IR e l'éthanol après le lavage

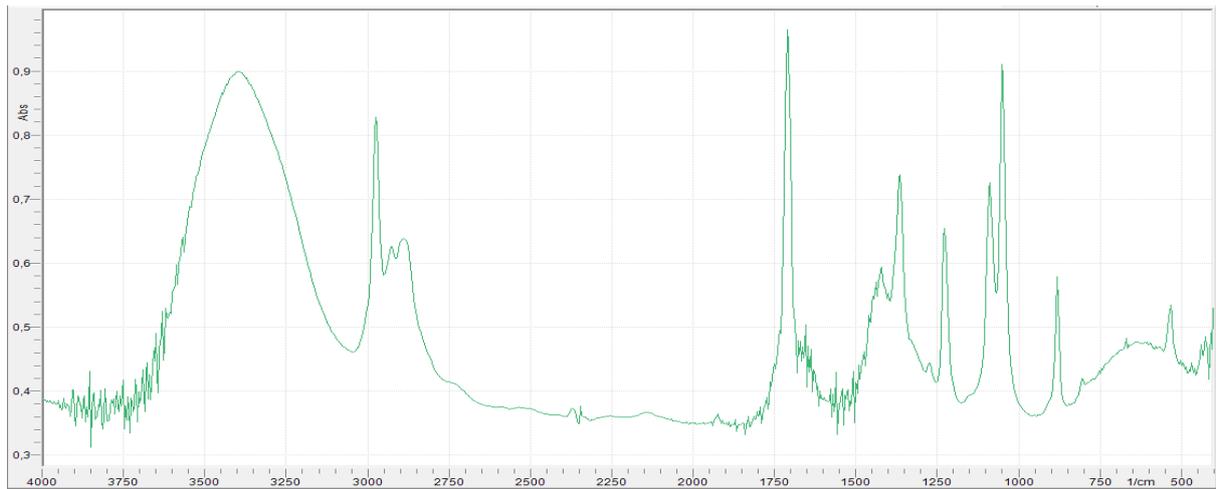


Figure 10 Spectre IR du mélange après le lavage

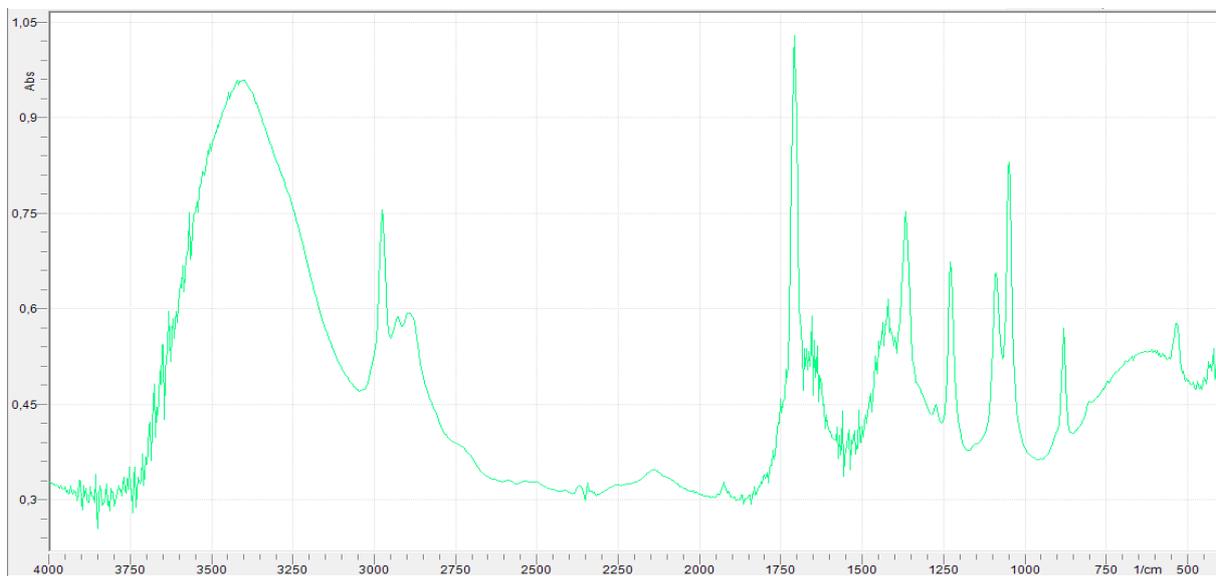


Figure 11 Spectre IR de l'eau + Mélange après le lavage

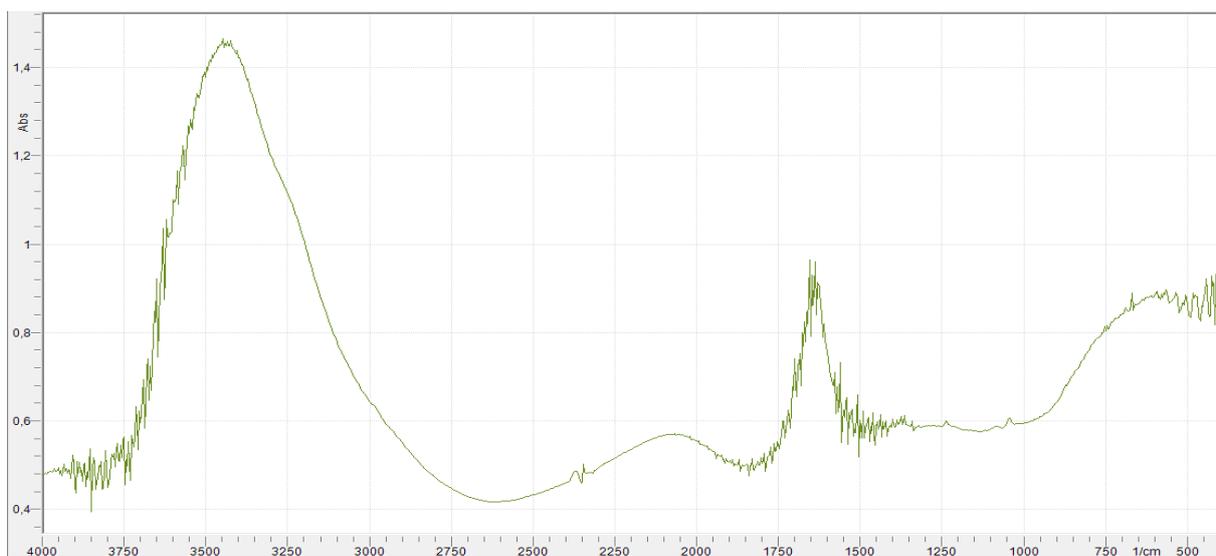


Figure 12 Spectre IR mélange + eau après le lavage

