



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Echahid Hamma Lakhdar-EL-Oeud
Faculté de la Technologie
Département de Génie des Procédés et Pétrochimie

MÉMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de
MASTER ACADEMIQUE

Spécialité : Pétrochimie

THEME :

SYNTHESE DE CARBONE NANO STRUCTURES ET SON APPLICATION DANS L'ÉTUDE DE LA QUALITÉ DE PÉTROLE BRUT

Préparé par :

Dehbi abdelhakim

Khechekhouche Abdelhamid

Méchara Nacer Eddine

Soutenu le :

Devant le jury:

Dr : berani Djamel
Dr : Boudiaf moussa
Dr : Ben Mya Omar

MAA
MCA
MCA

Président du jury
Examineur
Encadreur

-Année universitaire 2018/2019-

Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu tout puissant de nous avoir donné la force, le courage, la persistance et nous a permis d'exploiter les moyens disponibles à fin d'accomplir ce modeste travail.

Merci de nous avoir éclairé le chemin de la réussite.

D'abord nous exprimons nos sincères remerciements à notre encadreur « **Omar Ben maya** » pour mener ce travail, la confiance et la liberté qui nous est donnée, pour sa disponibilité, et nous apporter l'aide nécessaire, tant sur le plan scientifique que moral. Nous tenons également à le remercier pour avoir relu attentivement ce manuscrit et pour le temps qu'il a consacré à donner de la rigueur à cet écrit.

Nous tenons également à remercier tout le personnel de laboratoire de département génie des procédés et pétrochimie ainsi que le Laboratoire de biologie pour toute l'aide et les conseils précieux qu'ils nous ont donné. Nous voudrions également remercier tous les professeurs qui nous ont étudiés pendant cinq ans..

Nos derniers remerciements vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au succès de ce travail

Dédicace

Je dédie ce modeste travail en guise d'amour, de respect et de reconnaissance :

*Aux deux être les plus chers au monde, ma mère et mon père,
pour leurs soutien, sacrifice, patience, ainsi pour leurs conseils dont ils ont fait
preuves pour m'avoir à la première réussite dans ma vie, que dieu les protèges et
les entoure de sa bénédiction.*

*A mes très chers frères et sœurs
votre soutien réserve et vos encouragements m'ont permis d'affronter beaucoup
d'épreuves.*

*A tous mes proches et mes amis sans exception
A ce que j'aime et qui m'aiment et qui me sont très chers.*

Nacer Eddine

Dédicace

Je dédie ce modeste travail en guise d'amour, de respect et de reconnaissance :

*Aux deux être les plus chers au monde, ma mère et mon père,
pour leurs soutien, sacrifice, patience, ainsi pour leurs conseils dont ils ont fait
preuves pour m'avoir à la première réussite dans ma vie, que dieu les protèges et
les entoure de sa bénédiction.*

*A mes très chers frères et sœurs
votre soutien réserve et vos encouragements m'ont permis d'affronter beaucoup
d'épreuves.*

*A tous mes proches et mes amis sans exception
A ce que j'aime et qui m'aiment et qui me sont très chers.*

Abdelhamid

Dédicace

Je dédie ce modeste travail en guise d'amour, de respect et de reconnaissance :

*Aux deux être les plus chers au monde, ma mère et mon père,
pour leurs soutien, sacrifice, patience, ainsi pour leurs conseils dont ils ont fait
preuves pour m'avoir à la première réussite dans ma vie, que dieu les protèges et
les entoure de sa bénédiction.*

*A mes très chers frères et sœurs
votre soutien réserve et vos encouragements m'ont permis d'affronter beaucoup
d'épreuves.*

*A tous mes proches et mes amis sans exception
A ce que j'aime et qui m'aiment et qui me sont très chers.*

Nacer Eddine

SOMMAIRE

Liste De Figure

Liste De Tableau

Introduction Générale01

Chapitre I : Pétrole brut

1.PETROLE BRUT.....03

1.1.Le pétrole.....03

1.2.Origine du pétrole brut.....03

1.3.Formation du pétrole et de gaz.....03

1.4.Composition chimique du pétrole brut.....04

1.4.1.Hydrocarbures paraffinés.....04

1.4.2.Hydrocarbures cycliques saturés.....05

1.4.3.Hydrocarbures aromatiques.....05

1.4.4.Hydrocarbures mixtes.....06

1.4.5.Autres composés présents dans le pétrole brut.....06

1.5.Caractéristiques physicochimiques des bruts pétroliers.....07

1.5.1.Caractéristiques générales.....08

1.5.2.Teneur en constituants léger.....08

1.5.3.Distillation TBP.....08

2.FLUOROPHORES DU PETROLE.....09

2.1.Nature et classification.....09

2.2.EFFICACITÉ DE FLUORESCENCE.....11

2.2.1.Inhibition et réabsorption.....11

3.La caractérisation rapide des bruts et la classification des pétroles.....11

3.1.L'analyse fine des constituants du pétrole.....12

Capitre II Les nano carbone

1. Introduction.....14

1.1.Définition.....15

1.1.1Forme allotropique de nano-particules de carbone.....15

1.1.1.1.Diamant.....15

1.1.1.2.Graphite.....16

1.1.1.3 .Fullerène.....17

1.1.1.4.Carbone amorphe.....17

2.Propriétés des nanocarbones.....17

2.1.Propriétés thermiques.....17

2.2.Propriétés mécaniques.....18

2.3.Propriétés optiques.....19

SOMMAIRE

2.4. Propriétés électriques.....	19
3. Synthèse des nano particules de carbone.....	20
3.1. Synthèse à haute température.....	20
3.1.1. Ablation laser.....	20
3.1.2. Combustion.....	20
3.2. Synthèse à moyenne température.....	21
3.2.1. Elaboration par le dépôt chimique en phase vapeur CVD.....	21
3.2.2. Elaboration par PECVD.....	22
3.2.3. Elaboration par LCVD.....	23
3.3. Importance de nano particule de carbone.....	23
3.3.1. En astrophysique.....	24
3.3.2. En industrie.....	24
Chapitre III Méthode et conception.....	
1. Synthèse de nano carbone.....	25
1.1. Produits.....	25
1.2. Matériel.....	25
1.3. Etapes de synthèse.....	25
2. Caractérisation.....	26
2.1. Diffractométrie de rayon X sur poudre.....	26
2.1.1. Dispositif et conditions expérimentales.....	26
2.1.2. Principe de la méthode en poudre.....	27
3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR- TF) :.....	29
3.1. Principe.....	29
3.2. Application des non carbones dans l'étude de pétrole brute.....	30
3.2.1. Procédé expérimental.....	30
3.2.2. Rappel sur la spectroscopie UV-Vis.....	
3.2.2.1. Principe.....	31
3.2.2.2. Allure des spectres UV-visible.....	32
CHAPITRE IV Résultats et discussions.....	
1. Etude par DRX.....	36
2. Etude par Spectroscopie IR.....	37
3. Exemple d'application.....	38
conclusion.....	42
Conclusion générale.....	43
Référence bibliographique.....	44

Résumé

LISTE DES FIGURES

Figure	Titre	PAGE
Chapitre I		
I.1	Les étapes de formation du pétrole	04
I.2	Quelques fluorophores du pétrole et position de la bande 0,0 (en nm) observables en fluorescence par excitation synchrone.	10
Chapitre II		
II.1	Structure cristalline du diamant	16
II.2	Schéma de synthèse par dépôt chimique	22
Chapitre III		
III.1	Produits et matériel utilisés	25
III.2	Matériel utilisé et produit final	26
III.3	Diffractométrie de rayon X sur poudre	27
III.4	Construction d'Ewald	28
III.5	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR- TF)	30
III.6	échantillons de brute de différentes concentrations	31
III.7	Transition électronique	32
III.8	Le spectre de la lumière	32
III.9	caractéristiques d'une bande d'absorption	32
III.10	cuve en verre ou quartz.	33
Chapitre IV		
IV.1	DRX du nano carbone et du charbon actif pur	37
IV.2	IR-TF du Nano carbone et du Charbon actif pur	38
IV.3	Densité optique en fonction de la longueur d'onde à différentes concentrations avant l'ajout du nano carbone	38

LISTE DES FIGURES

IV.4	Densité optique en fonction de la concentration du pétrole à différentes longueurs d'ondes avant l'ajout du nanocarbone.	39
IV.5	DO en fonction de la longueur d'onde à différentes concentrations après l'ajout du nanocarbone.	40
IV.6	DO en fonction de la concentration de brut à différentes longueurs d'onde	40
IV.7	DO en fonction de la concentration de brut avant et après l'ajout du nanocarbone (400nm)	41
IV.8	DO en fonction de la longueur d'onde avant et après l'ajout du nano carbone (0.4ml/l)	41

LISTE DU TABLEAU

Liste du tableau

Chapitre III		
III 1	Le brute à différentes concentrations avec et sans nano-carbone.	30

Introduction générale

Lors d'une conférence en 1959, le physicien Richard Feynman déclare : "Les principes de la physique, pour autant que nous puissions en juger, ne s'opposent pas à la possibilité de manipuler des choses atome par atome". Par cette déclaration, le physicien américain suggérait à la communauté scientifique d'explorer l'univers de l'infiniment petit. Le terme « nanotechnologie » fut utilisé pour la première fois en 1974 par Norio Tanigushi. Dans les années 1980, avec la découverte du microscope à effet tunnel, puis celle du microscope à force atomique, le nanomonde s'ouvre réellement aux chercheurs. A partir de là, grâce à l'extrême précision de leurs outils, les scientifiques sont parvenus à manipuler les atomes un à un. La conception, la fabrication, et la manipulation d'objets, de matériaux, et de machines de dimensions nanométriques pouvaient alors démarrer[1].

Les matériaux nanocarbone ont atteint un intérêt scientifique considérable en raison de leurs propriétés physico - chimiques uniques. on peut trouver beaucoup moins de rapports sur le transfert des propriétés uniques de nanoparticules individuelles super-fortes comme les nanotubes de carbone et les nanoplaquettes de graphène dans les matériaux d'ingénierie de roulement de charge. après examen de la structure et des propriétés des propriétés nano - carbone, l'effet de taille régissant la réduction des propriétés mécaniques inhérentes lors du transfert dans des matériaux d'ingénierie macroscopiques est considéré. [2].

L'Algérie est un pays industriels dans le domaine des hydrocarbures. l'industrie pétrolière joue un rôle principal dans l'économie national, car l'industrie des hydrocarbure en Algérie présente environ 98% de produits exportés vers tous les pays du monde[3].

Le pétrole brut à une place considérable dans le monde et représente une source énergétique indispensable dans l'économie national. son rôle important est déterminé par sa composition en différents hydrocarbures qui permettent l'obtention des produits énergétique utilisés comme combustible dans l'industrie, et représentant la base pour le développement de la pétrochimie conduisant à fabrications des matières plastique, produit agricoles, produit pharmaceutiques et des millier d'autres produits[3].

L'objectif de ce travail est la synthèse du nano carbone à partir du charbon actif pur pour l'utiliser comme un identificateur du qualité de pétrole brut de Ghord El Bagel .

Chapitre I

PETROLE BRUT

1. PETROLE BRUT

1.1 Le pétrole

Le pétrole brut, liquide d'origine fossile, est composé d'un mélange d'hydrocarbures présents dans certaines strates rocheuses. Il peut être extrait et raffiné pour produire des combustibles comme l'essence, le kérosène, le diesel,etc.

Le mot pétrole vient du latin « Petra oléum », Petra: la pierre; oléum: huile, autrement dit « l'huile de pierre ». [4]

1.2 Origine du pétrole brut

Depuis sa découverte et son importance, plusieurs savants se sont penchés sur le problème de l'origine de cette source d'énergie. Pour cela de nombreuses théories étaient émises, mais seules deux d'entre elles étaient prises en considération.

La première, celle de l'origine minérale défendue autrefois par de notables savants tels que MOISSAN et SABATIER. Quant à la deuxième, la vraisemblable aujourd'hui, défendue autrefois par ENGLER et HOFER. En effet, ces deux savants ont réussi à obtenir au laboratoire des hydrocarbures à partir des végétaux et des poissons, ce qui a permis d'expliquer l'élaboration des immenses nappes de pétrole. [4]

1.3 .Formation du pétrole et de gaz

Le pétrole et le gaz naturel est un mélange de substance appelés hydrocarbures, ces hydrocarbures sont composés d'atomes d'hydrogène et carbone.

Chacun de ces hydrocarbures est constitué d'un nombre différent d'atomes de carbone et d'hydrogène et donc de molécules de taille et de structure différentes qui déterminent leur état physique (solide, liquide, gaz).

Les hydrocarbures aux molécules très lourdes contenant un grand nombre d'atomes de carbone et d'hydrogène, sont des solides tels que le goudron utilisé pour les routes et la cire. Les molécules légères sont des liquides tels que l'essence et les huiles de graissage. Enfin les molécules les plus légères sont les gaz. Le pétrole brut est donc un mélange de ces divers types d'hydrocarbures.

Les qualités du pétrole naturel (appelé pétrole brut, ou simplement brut) varient considérablement selon la prédominance des uns ou des autres produits qui le composent.

CHAPITRE 1 : PETROLE BRUTE

Le pétrole produit dans notre pays est de haute qualité, parce qu'il est composé essentiellement de produits légers, ce qui lui confère des propriétés chimiques intéressantes pour le raffinage.

Le gaz naturel, par contre, ne contient que des hydrocarbures très légers, son composant principal est le méthane (l'hydrocarbure le plus léger) [5].

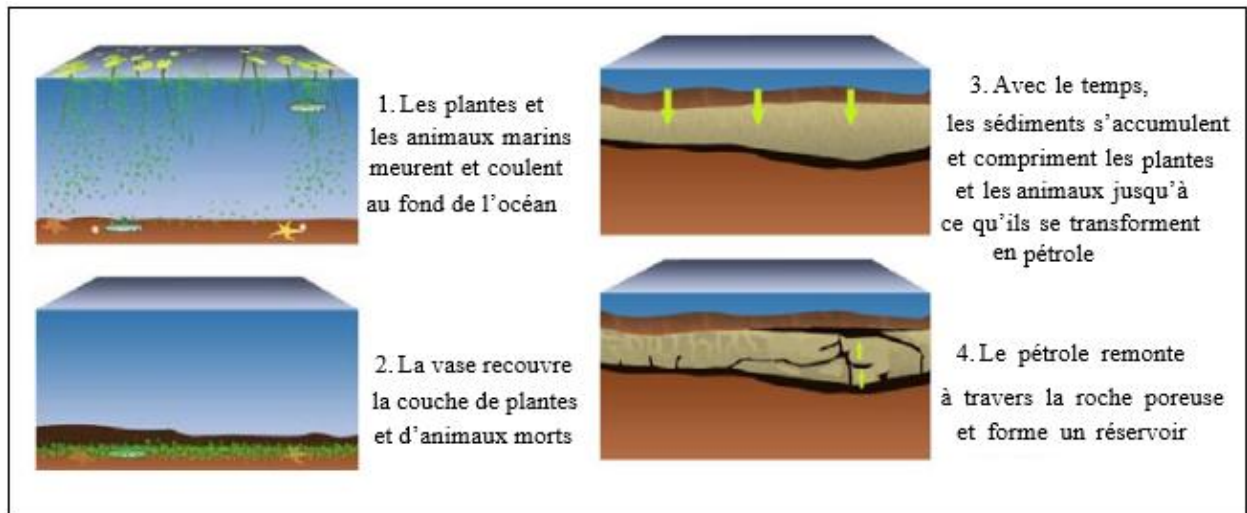


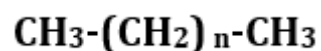
Figure I.1: Les étapes de formation du pétrole

1.4 .Composition chimique du pétrole brut

Dans le pétrole brut, on trouve surtout les trois classes d'hydrocarbures mentionnées ci-après :

1.4.1 Hydrocarbures paraffinés

Ils sont constitués d'un enchainement d'atomes de carbone. Chaque carbone est lié à quatre autres atomes (soit carbones soit hydrogène); leur formule générale est C_nH_{2n+2} . Ils peuvent être structurés en chaînes droites: ce sont les paraffines normales, de formule développée:



Leur point d'ébullition, leur masse volumique et leur poids moléculaire s'élèvent avec le nombre d'atome de carbone.

Le méthane CH_4 , premier de la série, l'éthane, le propane, le n-butane sont gazeux à la température ambiante ; n-pentane à n-cétane C_{16} sont liquides ; les molécules paraffinées normales de poids moléculaire supérieur sont solides et constituent la paraffine.

Un atome d'hydrogène (ou plusieurs) peut être substitué par un carbone ou une chaîne hydrocarbonée pour former les iso- paraffines. Ses branchements peuvent se situer à différents emplacements de la chaîne, d'où la possibilité d'avoir en nombre d'atomes de carbone égale des molécules différents appelées isomères. Plus le nombre d'atomes de carbone élevé, plus le nombre d'isomères possibles ne devient important.

Les iso-paraffines ont un point d'ébullition inférieur à celui des normales paraffines au même nombre d'atomes de carbone [6] .

1.4.2 Hydrocarbures cycliques saturés

Dans ces hydrocarbures, il y'a cyclisation de tout ou d'une partie du squelette carboné. La formation générale des naphthalènes comprenant un seul cycle c'est C_nH_{2n} . On trouve également des naphthalènes constitués de 2, 3, 4,..... cycles accolés.

Dans le pétrole brut, les cycles les plus fréquemment rencontrés sont ceux à cinq ou six atomes de carbone. Dans ces cycles, chaque atome d'hydrogène peut être substitué par une chaîne paraffinée droite ou ramifiée.

Les naphthalènes ont des températures d'ébullition et des masses volumiques supérieures à celles des alcanes aux mêmes atomes de carbone.

1.4.3 Hydrocarbures aromatiques

Ce sont des hydrocarbures cycliques polyin-saturés, présents en fort concentration dans les pétroles bruts. Ils sont caractérisés par le rapport C/H plus élevé à celui qu'on observe dans les autres hydrocarbures.

La présence dans leur formule d'au moins un cycle à trois doubles liaisons conjuguées, leur confère des propriétés remarquables. En effet, le benzène, le toluène et le xylène sont des matières fondamentales pour la pétrochimie. En outre, plusieurs cycles peuvent se condenser et donner des molécules lourdes.

1.4.4 Hydrocarbures mixtes

Les propriétés de la molécule mixte seront fonction de l'importance relative des noyaux et des chaînes dans la structure, ainsi par exemple le toluène ou méthyle benzène est considéré comme un hydrocarbure aromatique parce que la chaîne méthyle substituée est courte. Par contre si on substitue un noyau benzénique sur une chaîne droite à 26 atomes de carbone, la molécule résultante aura un caractère paraffiné [7].

1.4.5 Autres composés présents dans le pétrole brut

➤ Composés soufrés :

Le soufre est l'hétéro-élément le plus courant dans le pétrole brut. Sa concentration peut aller de 0.1% à plus de 0.8% en poids. Cette teneur est d'ailleurs corrélée avec la densité du brut (légère ou lourde).

Dans les fractions de bas point d'ébullition, on trouve l'hydrogène sulfuré H_2S , les mercaptans $R-SH$, disulfures $R-S-S-R$ et certains sulfures cycliques ayant quatre ou cinq atomes de carbone dans leur cycle.

Dans les fractions plus lourdes, on trouve des composés polycycliques, les plus importants sont les thiophènes et leurs dérivés.

Le soufre se trouve aussi dans certains pétroles sous forme élémentaire [7].

➤ Composés azotés :

On les trouve dans les pétroles de deux à dix fois moins que les composés soufrés. Comme les composés soufrés, on les rencontre essentiellement dans les fractions lourdes, on trouve l'azote sous forme:

- D'amides ; soit saturées, soit aromatiques.
- D'amines ; primaires, secondaires ou tertiaires.
- De carbazotes ou un cycle azoté est condensé à un ou plusieurs cycles aromatiques.
- De pyridines ou l'azote est incorporé dans un cycle hexagonal à trois doubles liaisons.

➤ Composés oxygénés :

Le pétrole brut contient généralement moins d'oxygène que le soufre. L'oxygène se trouve dans les pétroles sous forme d'acide carboxylique ($R-COOH$), d'esters ($R-COO-R$), de cétone ($R-CO-R$), de phénols formés par la substitution d'un hydroxyle (OH) à un hydrogène

d'un cycle aromatique et de composés du type furane et benzo furane dans lesquels un cycle oxygéné est condensé à un ou plusieurs cycles aromatiques.

➤ **Les métaux :**

Dans les fractions les plus lourdes, telles que les résines et les asphaltènes, se trouvent des atomes métalliques comme le nickel et le vanadium que l'on trouve sous forme de porphyrines où le motif de base est constitué par un ensemble de quatre cycles pyrroliques, le métal étant au centre de cet ensemble sous forme de Ni^{++} ou V^{+} .

On trouve aussi des traces de fer, zinc, chrome, cuivre, manganèse, et cobalt, leur concentration peut varier de 1ppm à 1000ppm.

La présence des métaux conduit à des problèmes de pollution, de corrosion et d'empoisonnement des catalyseurs.

➤ **Composés chimiquement mal définis :**

Vu la difficulté d'analyser les produits résiduels lourds, de nos jours, les analystes les séparent en différentes classes, conduisant à des définitions purement opératoires :

- **Les asphaltènes :** le pétrole renferme des composés non volatils solides et de masse moléculaire élevée qui, à la distillation se concentrent dans les résidus. Les asphaltènes sont obtenus au laboratoire par précipitation à l'heptane normal. La partie soluble dans l'heptane normale constitue les maltènes. Les asphaltènes sont des solides noirs et brillants, dont la masse moléculaire peut varier de 1000 à 100 000 g/mol. Ils sont constitués d'une accumulation de feuillets poly aromatiques condensés reliés par des chaînes saturées.
- **Les résines :** si on soumet les maltènes à une chromatographie liquide, les produits élués avec les solvants les plus polaires, sont appelés résines, Ce sont en général des molécules à caractère aromatique très marqué, renfermant des hétéros éléments (N, O, S, Ni, et V). Leur masse moléculaire peut varier de 500 à 1000 g/mol [8].

1.5 .Caractéristiques physicochimiques des bruts pétroliers

Nous donnons ci-après les caractéristiques contenues dans une analyse simplifiée du pétrole brut. Une telle analyse permet à l'acheteur potentiel d'avoir une première idée des qualités essentielles du brut et d'estimer grossièrement sa valeur. Les définitions de ces caractéristiques sont valables sur le plan international à quelques exceptions près [9].

CHAPITRE 1 : PETROLE BRUTE

1.5.1 Caractéristiques générales

Le pétrole brut, généralement, peut être caractérisé selon les normes suivantes :

- Densité à 15°C/4°C (15°C par rapport à l'eau à 4°C)
- Degré API (American Petroleum Institute)
- Facteur de caractérisation UOP
- Viscosité en températures cts à :
 - 0°C
 - 20°C
 - 37.8°C
- Point d'écoulement en °C
- Point de congélation
- TVR à 37,8°C en g/cm² (TVR= tension de vapeur Reid)
- Teneur en eau émulsionnée (en %vol)
- BS & W teneur eau et en sédiments (en % vol)
- Soufre total (en % poids)
- Soufre mercaptans (en % pds)
- Hydrogène sulfuré (en % pds)
- Indice d'acide en mg de KOH/g de brut
- Indice de base
- Cendres (en % pds)
- Sels totaux (en % pds)
- Paraffines (en % pds)
- Asphaltènes (en % pds)
- Nickel, Vanadium et Sodium (en mg/Kg)

1.5.2 Teneur en constituants léger

Exprimée en % pds et % vol : Méthane, Ethane, Propane, isobutane, n-butane, iso-pentane.

1.5.3 Distillation TBP

L'acronyme TBP provient de « True Boiling Point », terme anglais signifiant « point d'ébullition réel ».

Les coupes issues de la distillation TBP sont :

- Naphtas légers
- Naphtas lourds
- Coupes kérosène
- Coupes gasoil
- Distillats sous -vide
- Résidus atmosphériques et sous -vide

Pour chaque fraction distillée, on donne :

- La température de distillation (PI=Point Initial et PF=Point Final) en °C
- Le pourcentage de distillat en : % poids et en % volume

2.FLUOROPHORES DU PETROLE

2.1.Nature et classification

Pour être fluorophore (appelé "support fluorescent"), il doit d'abord être absorbé dans le domaine visible du rayonnement ultraviolet. Cette condition est remplie pour de nombreuses substances et aromatiques non satisfaits. Systèmes électroniques conducteurs, tels que trouvés dans les molécules.

D'autre part, il faut qu'il émette, et pour cela la première condition est de présenter un système carboné relativement rigide, pour que l'énergie absorbée ne soit pas dissipée sous forme de rotations ou de mouvements divers. Voyons plus précisément dans le cas du pétrole quelles sont les molécules susceptibles d'émettre de la fluorescence[10]. Les hydrocarbures saturés, ou paraffines, sont dépourvus d'électrons π . Ils n'absorbent que dans l'ultraviolet lointain et n'émettent pas. On peut considérer qu'ils servent de solvant pour les molécules fluorescentes. Celles-ci sont essentiellement constituées d'hydrocarbures aromatiques qui présentent à la fois le système électronique conjugué et la rigidité de structure nécessaire pour être fluorescents. Les cycles aromatiques peuvent être simples ou condensés. De manière générale, la longueur d'onde de la lumière émise est d'autant plus déplacée vers le rouge que le nombre de cycles augmente (Figure. 2). Ainsi, le benzène (un seul noyau) émet à partir de 269 nm, le naphthalène (2 noyaux) à partir de 312 nm, le phénanthrène et le pyrène (3 et 4 noyaux) autour de 346 et 372 nm, respectivement, et les composés plus condensés (5 noyaux ou plus) émettent dans le visible, au-dessus de 400 nm .La substitution

CHAPITRE 1 : PETROLE BRUTE

par des groupements alcane ou cycloalcane peut entraîner un léger déplacement du spectre vers le rouge[10].

Parmi les molécules polaires, on rencontre un certain nombre de composés aromatiques rigides et a priori susceptibles d'émettre. Cependant, il est difficile de prévoir les propriétés de fluorescence de ces composés. En effet, la présence dans le cycle d'un hétéroatome (soufre, azote ou oxygène) porteur d'une paire d'électrons libres introduit des niveaux d'énergie à partir desquels la molécule excitée a plus de chances de se désactiver sur un mode non radiatif (c'est-à-dire sans émission de lumière). C'est le cas par exemple pour le thiophène, la pyridine et le furanne. Par contre, d'autres molécules comme l'indole, la quinoline, le dibenzothiophène et le dibenzofuranne sont, elles, fluorescentes.

Enfin, les porphyrines sont des composés très colorés dont beaucoup émettent dans le rouge, au-delà de 600 nm

APPLICATION DE LA SPECTROSCOPIE DE FLUORESCENCE À L'ÉTUDE DU PÉTROLE : LE DÉFI DE LA COMPLEXITÉ

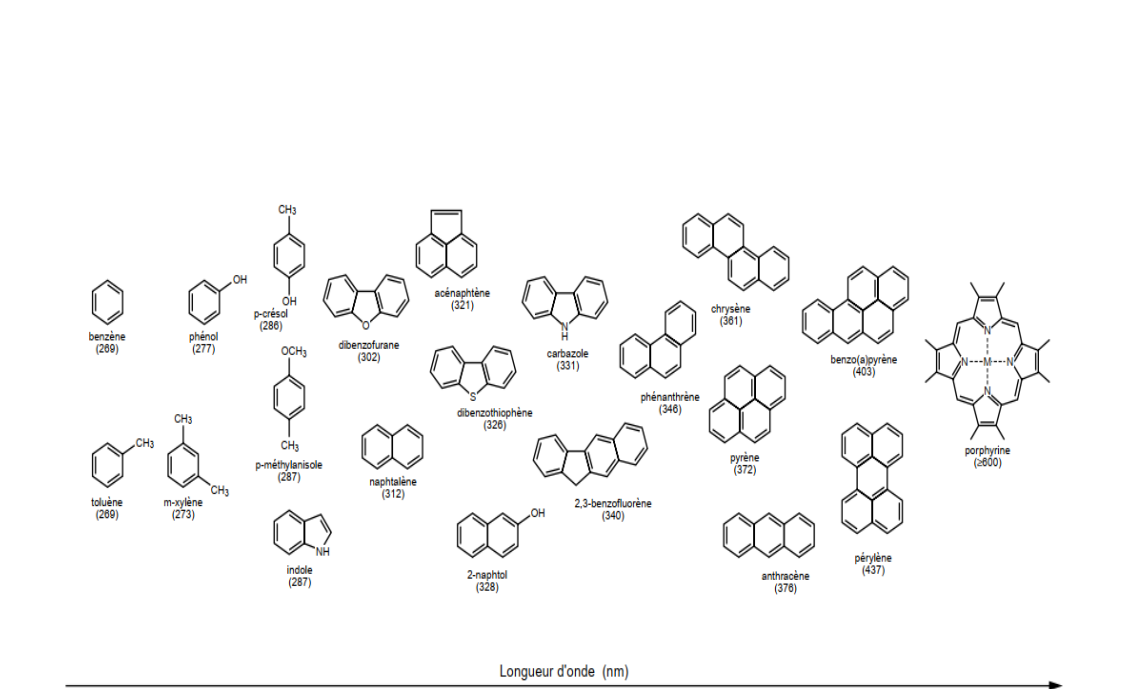


Figure I.2 : Quelques fluorophores du pétrole et position de la bande 0,0 (en nm) observables en fluorescence par excitation synchrone.

2.2.EFFICACITÉ DE FLUORESCENCE

2.2.1.Inhibition et réabsorption

L'efficacité du processus de fluorescence (chiffrée par le rendement quantique ϕ = nombre de photons émis/nombre de photons absorbés) est très variable d'une molécule à l'autre. De plus, les propriétés de fluorescence d'une molécule isolée n'ont rien de comparable avec celles de la même molécule en solution concentrée, où des interactions peuvent avoir lieu avec d'innombrables voisins. Quand une molécule excitée rencontre une autre molécule, elle peut lui transférer son énergie. La deuxième molécule disperse à son tour cette énergie selon son propre mode de désactivation. Il se peut aussi que la molécule excitée utilise son énergie pour échanger électrons ou protons avec une autre molécule ou un ion et qu'il n'y ait donc pas émission de lumière. On parle alors d'inhibition de la fluorescence. Ces processus ont été très bien étudiés dans le pétrole par Mullins et al., en faisant varier la concentration des échantillons ou la température [11]. En fait, il a été montré que les complexes jouent un rôle important dans les huiles brutes et dans les asphaltènes, même à très basse concentration [12]. Les fluorophores du pétrole sont également très sensibles à la présence d'oxygène [13].

Les processus collisionnels d'inhibition affectent en priorité les molécules qui restent longtemps à l'état excité. Est-ce à dire que seules les molécules à courte durée de vie ont une chance d'être fluorescentes ? Ce serait oublier que la radiation émise peut très bien être réabsorbée par une autre molécule.

Malgré tout, le pétrole brut est très fluorescent. Mais comme on peut s'y attendre, le rendement quantique augmente notablement quand on dilue l'échantillon [14].

3.La caractérisation rapide des bruts et la classification des pétroles

On peut considérer que le problème de la pollution n'est qu'un cas particulier et que l'obtention d'une « empreinte digitale » permettant d'identifier une huile brute ou un dérivé du pétrole est d'un intérêt général pour des applications très variées. Les spectres d'émission et d'excitation ont été utilisés à cet effet et les résultats obtenus par différents auteurs ont été amplement discutés dans la revue de Frank [15]. Malgré sa lourdeur, la fluorescence totale a donné des résultats intéressants [15] permettant même de faire une corrélation entre la position du spectre et le degré de maturation thermique de l'huile brute [16].

En ce qui concerne la méthode de fluorescence par excitation synchrone, elle a été introduite

dans ce domaine par Lloyd [17] afin de caractériser des traces de dérivés du pétrole trouvées en criminologie. La même technique a été utilisée plus tard pour identifier des échantillons d'essence et de gazole, montrant un haut degré de corrélation entre les échantillons testés et certaines références [18]. Elle a même été appliquée avec succès pour retrouver l'origine de lubrifiants formulés à partir de dérivés du pétrole et utilisés dans le cas d'agressions sexuelles [19] ! Ces exemples, non exhaustifs, permettent d'illustrer la fiabilité de cette méthode, qui a été amplement utilisée pour caractériser des huiles brutes ou raffinées [20-21].

Il faut noter que les durées de vie [22] et les spectres d'émission résolus dans le temps [23] donnent aussi une signature intéressante de l'échantillon. Comme pour les autres méthodes, un effort récent est fourni pour développer l'observation à distance [24].

3.1.L'analyse fine des constituants du pétrole

La nécessité d'obtenir des informations détaillées et précises sur la composition du pétrole est liée à un renforcement du contrôle de la qualité des bruts et des produits dérivés, et au besoin de réduire les risques de pollution. La spectroscopie de fluorescence s'est révélée fort utile pour approcher la structure de différents constituants mal connus du pétrole. Prenons comme exemple celui de la détermination de la structure des asphaltènes.

Les asphaltènes, qui constituent la fraction la plus lourde des huiles brutes, ont une grande importance économique. Leur présence accroît les difficultés de production, de transport et de raffinage des bruts. D'un autre côté, associés aux résines, ils sont largement utilisés dans les revêtements des chaussées et le calfatage. Cependant, la structure chimique exacte des asphaltènes n'est toujours pas définie, quoiqu'une meilleure compréhension de cette dernière permettrait probablement de pallier les inconvénients liés à leur présence et d'accroître leur domaine d'utilisation.

Des asphaltènes isolés ont été examinés par Ralston et al. à l'aide de la spectroscopie de fluorescence stationnaire et dynamique [25]. Cette étude a montré que les asphaltènes contiennent peu d'aromatiques légers à 1, 2 ou 3 cycles. Le spectre d'émission correspond à des molécules plus lourdes, comportant entre 4 et 10 cycles accolés. À partir d'une estimation du poids moléculaire moyen, il a été établi que chaque molécule d'asphaltène comporte au plus deux sous-unités aromatiques.

Chapitre II

LES NANO CARBONE

1. Introduction

Le carbone est un mot d'origine latine " carbo " qui signifie charbon. Le carbone était déjà connu dans l'Antiquité sous la forme de charbon, mais ce n'est qu'à la fin du XVIIIème siècle que le carbone a été identifié sous d'autres formes, telles que le diamant ou le graphite.

A la fin du XXème siècle, il est apparu sous la forme de nouvelles variétés allotropiques, fullerènes et nanotubes. Et pourtant, cet élément qui existe depuis des milliards d'années n'a pas fini de nous surprendre. En effet, au début du XXIème siècle, il a fait la une des journaux scientifiques avec la publication des propriétés inattendues du graphène.

Les nanosciences sont une discipline qui étudie les objets à l'échelle nanométrique. Ce qui caractérise particulièrement les objets nanométriques des autres matériaux massifs, c'est que d'une part ils peuvent être le siège d'effets de confinement qui change leurs propriétés et d'autre part la proportion des atomes de surface est fortement augmentée, donnant à ces matériaux une réactivité chimique et particulièrement leurs propriétés physico chimiques exceptionnelles.

Actuellement, il existe plusieurs morphologies de nanoparticules de carbone (mono- et multi-graphéniques) qui peuvent être synthétisées par différentes voies qu'on peut classer en deux groupes : les méthodes chimiques et les techniques à hautes températures, parmi celle-ci on trouve, le dépôt chimique en phase vapeur (CVD), l'ablation laser, l'arc électrique...

Les suies sont des particules de couleur noire qui proviennent de la réaction incomplète de la combustion de matériaux combustibles (essence, bois, gazole. . .) ou de flux de biomasse.

Elle est constituée essentiellement des ensembles de composés chimique riche en carbone, dont la composition varie selon la nature du combustible et les conditions de la combustion.

Les particules de suie peuvent avoir un effet direct sur la chimie de l'atmosphère et un effet sur le climat par le biais du transfert radiatif à cause de leurs capacités très élevée d'absorber et de diffuser la lumière d'une part et leurs réactivité chimique avec les autres molécules de l'atmosphère d'autre part.

Les études expérimentales présentées dans ce mémoire s'inscrivent dans ce contexte. Nous nous intéressons à l'étude de la réactivité des chaines de carbone avec d'autres molécules en général et l'oxygène en particulier, ainsi que la caractérisation de ces nanoparticules de carbone

issue de la combustion de bougies. Dans ce mémoire, nous avons décomposé notre Nanoparticules de carbone

1.1.Définition

Le carbone est un élément chimique non métallique de la famille des cristallogènes et de symbole C, le sixième élément le plus abondant dans l'Univers et le 14^{me} élément le plus abondant sur Terre. Il se trouve à l'état naturel dans de nombreux composés chimiques (hydrocarbures, carbonates, molécule organique) [26].

Le carbone présente un cas particulier, il possède 6 électrons dont la configuration électronique est $1s^2s^22p^2$, où 4 électrons sont dans la couche de valence. Ceci lui permet de former diverses structures à l'état solide et peut former des liaisons simples, doubles et triples [27].

L'hybridation est la réorganisation des orbitales pour la stabilité de l'atome par la liaison du carbone à d'autres atomes, soit deux, trois ou quatre liaisons.

Pendant la plus grande partie de la vie nucléaire d'une étoile, l'hydrogène est transformé en hélium dans le cœur du réacteur stellaire. Puis les réactions de fusion de l'hélium mènent à la formation du carbone, qui se trouvera plus tard dans le milieu interstellaire sous forme de molécules et de poussières.

Les nano-particules de carbone sont des particules de taille nanométrique qui ont au moins une de leurs dimensions spatiales inférieure à 100 nm. Elles sont caractérisées par une large proportion d'atomes en surface par rapport à ceux en volume. C'est une catégorie intermédiaire entre l'atome et le massif, elles ont des propriétés physiques et chimiques différentes [28,29].

1.1.1.Forme allotropique de nano-particules de carbone

1.1.1.1.Diamant

Le diamant très connu dans la joaillerie, c'est un cristal formé uniquement de carbone. Il se cristallise dans une structure qui porte son nom, la structure diamant. C'est une structure métastable dans les conditions de température et de pression normales [30]. Le réseau du diamant (Figure1) peut être vu comme deux structures cubiques à faces centrées (cfc) décalées l'une par

rapport à l'autre d'un quart de diagonale du cube, avec le motif à deux atomes en (000) et $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$ [31].

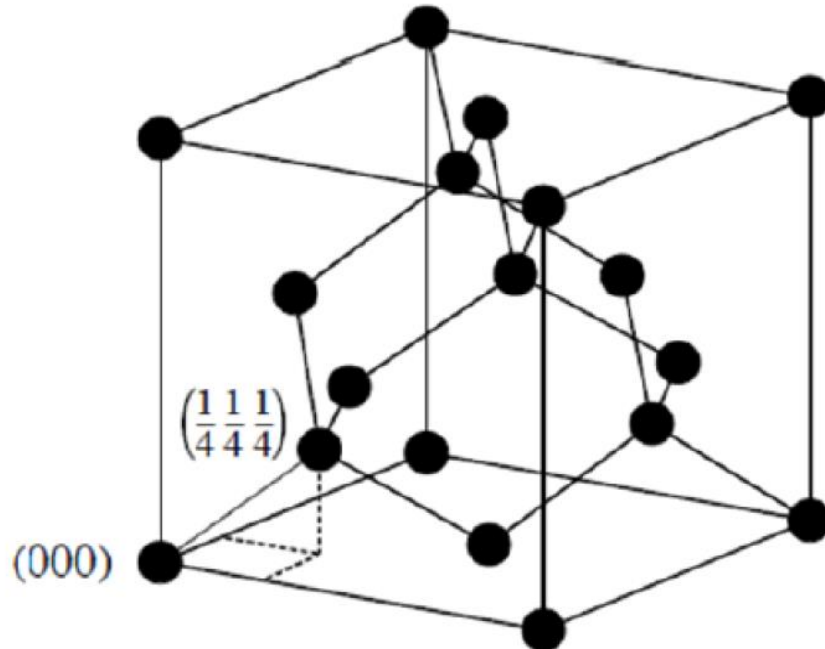


Figure II.1 : Structure cristalline du diamant

Le diamant pour lequel le carbone est en configuration sp^3 est connu pour sa dureté et sa conductivité thermique élevée [32-33], où chaque atome est lié de façon tétraédrique à quatre autres atomes de carbone avec des liaisons covalentes pour compléter sa couche extérieure.

1.1.1.2. Graphite

Le graphite est constitué de plans parallèles de graphène sous forme de nid d'abeilles. Des atomes de carbone sont empilés successivement en plans (ABAB. . .) [30], et sont liés entre eux par des liaisons de Van Der Waals [26]. Sa structure cristallographique est hexagonale simple [33].

Une autre structure également bien connue de graphite, est la structure rhomboédrique faiblement métastable [27]. Elle diffère de la précédente par l'ordre d'empilement des plans de graphites ABCABC. . . [30]. Cette structure a les mêmes paramètres que la précédente, mais avec le paramètre c qui correspond à trois fois la distance inter-graphènes ($c = 10,1 \text{ \AA}$) [35].

1.1.1.3.Fullerène

En 1985, H. Kroto, R.F. Curl et R.E. Smalley découvrent une structure stable de 60 atomes de carbone [36]. Les fullerènes obéissent à des conditions de stabilités chimiques fortes.

Pour expliquer cette stabilité tout en respectant la valence du carbone, ils proposent un modèle de structure fermée sur elle-même comme une cage comparable à celle d'un ballon de football où les sommets sont occupés par des atomes de carbone. De cette structure similaire à celle du dôme géodésique de l'architecte Buckminster Fuller, ils désignèrent ce nouvel allotrope du carbone Buckminsterfullerène et nous nous référons maintenant à cette molécule en tant que fullerène. Cette découverte leur valut le prix Nobel de chimie en 1996 [26, 27]. Les fullerènes sous formes sphériques sont constitués d'atomes de carbone, liés à trois autres atomes en hybridation sp^2 . Les fullerènes sont ressemblants au graphite et sont composés de feuilles d'anneaux hexagonaux liés, ils sont contenant des anneaux pentagonaux et des fois heptagonaux, ce qui empêche la feuille d'être plate [37, 38].

Le premier fullerène découvert est le C_{60} . Il contient 60 atomes de carbone est composé de 32 faces, 12 pentagones et de 20 hexagones, chaque sommet correspondant à un atome de carbone et chaque côté à une liaison covalente [33, 39].

1.1.1.4.Carbone amorphe

Il existe deux types de structure de carbone ; le carbone cristallin comme le diamant, le graphite et des structures mal cristallisées. C'est le cas du carbone amorphe et sont des structures métastables. Il s'agit d'un réseau désordonné d'atomes de carbone qui peut former des liaisons présentant des états d'hybridation sp , sp^2 sp^3 [40].

2.Propriétés des nanocarbones

2.1.Propriétés thermiques

Les propriétés étonnantes des nanoparticules de carbone ne sont pas uniquement appliquées au domaine électronique mais aussi au domaine thermique. La conductivité thermique d'un matériau résulte de l'échange de phonons (générés par vibrations moléculaires) et du déplacement d'électrons dans le matériau. La structure cristalline du graphite et du graphène lui confèrent des

conductivités thermiques exceptionnelles, le déplacement d'électrons est le responsable de cette conductivité thermique [26].

La conductivité thermique des nanotubes de carbone monocouche, considéré comme un feuillet de graphène enroulé suivant l'axe de tube, est supérieure à celle du cuivre, et peut être comparée à celle du diamant. Sachant que, le diamant présente le meilleur conducteur thermique connu jusqu'à ce jour [26, 30, 31].

2.2. Propriétés mécaniques

Pour étudier les propriétés mécaniques d'un matériau, il est nécessaire d'étudier la dureté, conductivité thermique et l'élasticité de ce matériau. L'arrangement des atomes de carbone sur le réseau hexagonal et la nature covalente de leurs liaisons, c'est-à-dire l'énergie nécessaire pour dissocier une telle liaison (348 kJ. Mol^{-1}) [33], sont aussi les responsables de ses propriétés mécaniques exceptionnelles.

Aux 18ème siècle, Leonhard Euler est le premier à s'intéresser à l'étude de l'élasticité des couches et des tiges macroscopiques. Le comportement élastique, caractérisé par la réversibilité des déformations lors de la suppression des contraintes, ne se manifeste seul que pour des contraintes inférieures à une valeur limite, appelée limite d'élasticité. Au-delà de cette valeur, des déformations permanentes s'ajoutent aux déformations élastiques ou bien la rupture se produit. C'est la découverte de phénomène d'instabilité élastique [30].

Les nanotubes de carbone présentent une résistance à la rupture à la déformation selon leur axe très importante, sont modules de Young appelé aussi module d'élasticité et exceptionnellement élevés peut être entre 1 et 2 TPa, et un allongement de 10 %. Pour se rendre compte, ce qui fait de lui un matériau 20 fois plus résistant que l'acier avec un poids six fois plus petit.

Les liaisons covalentes entre les atomes de carbone donnent à la structure une grande résistance à la traction allant jusqu'à 150 GPa suivant l'axe de ces liaisons [37]. On peut dire que la structure du diamant rend le matériau naturel le plus dure et 56% plus élevé que celle de graphite. Aussi sous contrainte, la forme cylindrique d'un nanotube de carbone lui confère plus de stabilité structurelle. Les valeurs de résistances à la rupture sont comprises entre 13 et 52 GPa et sont plus importantes que celles de l'acier qui est environ 200 MPa [33].

2.3. Propriétés optiques

Les propriétés optiques et leur mesures expérimentales représentent un des plus importants efforts scientifiques dans l'histoire de la recherche sur matériaux. Une feuille de graphène absorbe la lumière d'un facteur constant et universel quelle que soit la longueur d'onde, qui est de l'ordre de 2,3 %, de la lumière reçue et ne réfléchissant qu'une partie négligeable de la lumière incidente dans le domaine visible [33]. Les films fins de graphite ont une transparence qui décroît linéairement avec la finesse du film.

Le graphène est donc un matériau conducteur et transparent, qui pourrait trouver de nombreuses applications dans les domaines nécessitant des électrodes transparentes [37].

Les chercheurs l'Université Rice autour du professeur Pulickel Ajayan, peuvent produire des nanotubes de carbone qui absorbent 99,9 % de la lumière et 3 fois mieux que celle de l'alliage nickel-phosphore le matériau le plus sombre connu, ce matériau a un indice de réflexion de 0,045 % et 30 fois plus sombre que le carbone.

Des chercheurs d'IBM ont indiqué avoir réussi à produire de la lumière infrarouge par des nanotubes de carbone. La production de courant par l'intermédiaire d'électrons (tension de grille négative) ou de trous (tension de grille positive) par des nanotubes non dopés et soumis à un champ électrique généré par une grille. Le transport de ce courant entre les électrons et par des trous à l'extrémité et émettre des photons par recombinaison de paire électron-trou [33].

2.4. Propriétés électriques

La conductivité électrique est l'aptitude d'un matériau à laisser les charges électriques se déplacer librement, autrement dit à permettre le passage du courant électrique sans grande résistance. Les propriétés électriques des nanotubes sont expliquées par leur hélicité et leur diamètre qui peuvent être soit métallique, soit semiconducteur [31].

Les plans de graphite sont liés entre eux par des liaisons faibles de Van der Waals, il n'existe pas de bande interdite (gap) qui sépare la bande de conduction saturée et la bande de valence vide malgré cela, un nombre négligeable d'électrons peut se déplacer le long des feuilles qui sont sensibles aux perturbations géométriques ou chimiques telles que des distorsions ou des dopages. Sa conductivité électrique très faible le classe alors dans la catégorie des semi-métaux [30].

Quand un plan du graphite est replié, il forme un nanotube qui a des propriétés électroniques intéressantes. Les nanotubes fermés peuvent être, selon le cas, soit métalliques ou semi-conducteurs. La densité des porteurs de charge dans un faisceau parallèle de nanotubes, très grande à celle d'un plan de graphite, et sa conductivité similaire à celle d'un bon métal [28]. La largeur de la bande interdite dans les semi-conducteurs dépend du diamètre des nanotubes et de l'hélicité, elle augmente avec la diminution du diamètre.

3.Synthèse des nano particules de carbone

3.1.Synthèse à haute température

3.1.1.Ablation laser

Pendant la dernière décennie, de nombreuses expériences sont menées démontrant clairement qu'une interaction d'une impulsion courte de laser avec une cible pleine ou liquide mène à la formation des nanoparticules. L'ablation laser est une bonne technique pour la fabrication des microstructures sur des surfaces de polymère, cette méthode a plusieurs avantages comparés à des techniques plus traditionnelles [36].

Elle permet de déposer une quantité d'énergie élevée sur un faible volume durant une petit laps de temps. Ce dépôt d'énergie dépend de la densité de puissance déposée, et la nature de matériau qui constitue la cible. La cible solide peut être chauffée, fondue ou vaporisée en fonction de la puissance ce faisceau [30].

Actuellement, il existe deux types de dispositifs pour la production de nanoparticules de carbone : les lasers pulsés (PLD) et les lasers fonctionnant en continu et généralement de la fluence plus faible.

La méthode d'ablation laser consiste à vaporiser une cible en graphite en présence d'un flux de gaz neutre (hélium ou argon) à haute densité qui se trouve dans un tube en quartz par irradiation laser à des températures élevées (entre 1000 et 20000C°) [37].

3.1.2.Combustion

La combustion est une réaction chimique exothermique d'oxydoréduction d'un combustible qui joue le rôle de réducteur durant la combustion, par un combustible qu'est l'oxydant.

Ce phénomène permet la décomposition de molécules composées en d'autres plus petites et plus stables, cette recombinaison se fait à haute température.

La combustion est une réaction qui consiste à produire une flamme par la combustion d'un mélange gazeux, la plupart du temps il s'agit de l'air ambiant et particulièrement la méthode solaire. En plus de la méthode d'ablation laser, d'arc électrique et de la combustion il existe une autre méthode qui s'appelle méthode solaire. Celle-ci était utilisée au début pour la production de fullerènes, et à partir de 1996, elle a permis la synthèse des nanoparticules de carbone en changeant certaines conditions expérimentales, notamment l'addition de catalyseurs.

Le principe de cette méthode consiste à vaporiser une cible en graphite en présence d'un flux de gaz neutre. Dans de telles expériences on peut atteindre une température de 2800 K avec un flux de 500 W/cm², suite à la focalisation des rayons du soleil sur une coupelle en graphite dans lequel sont mélangées des poudres de graphite et de catalyseurs métalliques.

Les nanoparticules obtenues sont absorbées par un flux de gaz inerte et ensuite, récupérées dans un filtre disposé dans la partie froide du réacteur [30].

3.2.Synthèse à moyenne température

3.2.1.Elaboration par le dépôt chimique en phase vapeur CVD

La méthode de dépôt chimique en phase vapeur abrégé CVD (Chemical Vapor Deposition) est utilisée pour la première fois par M.Endo, de l'Université Shinshu à Nagano, au Japon pour fabriquer des nanotubes de carbone [30].

La méthode de CVD consiste à faire réagir chimiquement un composé volatil d'un matériau à déposer, avec d'autres gaz pour produire un solide non volatil à déposer sur un substrat placé de manière appropriée. Le principe de cette technique simple est la décomposition d'un gaz ou d'un liquide carboné qui peut être un monoxyde de carbone, un hydrocarbure ou un alcool [26] sur une surface d'une particule catalytique nanométrique (Fe, Ni, Co) celui-ci joue le rôle d'un catalyseur dans un four entre 500 et 11000C° durant plusieurs heures, ensuite le système est refroidi jusqu'à température ambiante (Figure 2). Le carbone précipite ensuite sur les particules catalytiques entraînant la croissance des nanoparticules [37].



Figure II.2 : Schéma de synthèse par dépôt chimique

Les nanoparticules sont obtenues par réduction d'un composé organométallique comme le mélange ferrocène $Fe(C_5H_5)_2$ +xylène(C_8H_{10}) qui sont déposées sur un substrat généralement en silice [31].

Cette méthode donne un bon rendement mais avec une résistance dix fois plus faible que celle obtenue par arc électrique. Par ailleurs, le catalyseur, le gaz injecté et la température sont les trois paramètres essentiels influençant la croissance de nanoparticule de carbone [33].

3.2.2.Élaboration par PECVD

La voie chimique CVD accompagnée par plasma en anglais Enhanced Chemical Vapor Déposition (PECVD), est une méthode qui permet de produire des nanoparticules par dissociation hydrocarbures par les électrons du plasma assistées par une décharge électrique, qui est utilisé pour la première fois en 1998 [33].

On parle d'un plasma pour un gaz chargé (constitué d'un mélange d'ions chargés positivement et d'électrons chargés négativement), c'est l'état le plus abondant dans l'univers. Ce gaz est bien chauffé ou soumis à un champ électrique.

Le principe de cette technique consiste en la décomposition des hydrocarbures par des électrons du plasma à de faibles températures, il est aussi possible même à la température ambiante.

Le courant continu, les ondes radioélectriques ou les micro-ondes sont utilisés comme des sources de chaleur pour générer un plasma par ionisation d'un gaz réactif. Cette énergie peut aussi activer localement le catalyseur et aider à la structuration des nanotubes [26].

La technique de PECVD diffère de celle de CVD par la présence d'électrons libres de la phase gazeuse. Aussi par l'existence d'une énergie de dépôt, de la différence de potentiel entre le plasma et du potentiel appliqué au substrat en absence de collision de grain et d'autre part par l'existence d'un champ électrique au niveau de porte-substrat qui influence la croissance des nanoparticules [26].

3.2.3 Élaboration par LCVD

La méthode LCVD en anglais Laser Enhanced Chemical Vapor Deposition, est une méthode qui permet d'associer CVD (dépôt chimique en phase vapeur) et un faisceau laser.

Cette technique est basée sur le dépôt de toutes sortes de matériau par le chauffage local d'une petite zone du substrat à la température nécessaire par un laser.

Le principe de cette méthode consiste en un dépôt sur l'interface gaz-substrat la réaction se produit quand la température augmente. Dans la direction du faisceau laser croît un grain au point d'impact du laser.

La méthode LCVD donne la possibilité de produire de nanoparticule en grande quantité avec un rapport de dépôt généralement plus grand et comparable à celui de CVD [26].

3.3. Importance de nano particule de carbone

Nous allons passer en revue les nombreuses propriétés exceptionnelles des nanoparticules présentent dans le milieu interstellaire et dans la vie quotidienne ainsi que les applications potentielles qui en découlent. Dans cette partie nous nous intéressons aux nanoparticules de carbone et particulièrement à leurs principales propriétés thermiques, mécaniques, optiques et électriques qui sont intéressantes et différentes et parfois beaucoup que celle des matériaux.

3.3.1 En astrophysique

Le milieu interstellaire (MIS) comme son nom l'indique, est le milieu qui s'étend entre les étoiles, c'est-à-dire la matière non incorporée (baryonique) aux les étoiles. La matière interstellaire est composée d'un mélange de gaz (99 %) et de poussières représentant 1% de sa masse. Le milieu interstellaire est composé des restes de supernovas et de nébuleuses planétaires. C'est un milieu froid, de quelques dizaines de degrés, favorable aux interactions électromagnétiques.

Il en résulte la formation d'atomes neutre à partir de noyaux et la combinaison de l'hydrogène avec des éléments lourds pour former des molécules complexes parmi lesquelles on distingue l'eau, l'ammoniac et d'autres molécules organiques [39].

3.3.2.En industrie

Le développement de nouveaux matériaux pour l'électroniques et l'optoélectroniques dépend non uniquement de machiner de matériaux à un niveau fonctionnel, mais également d'une très bonne compréhension et claire des propriétés des matériaux (propriétés optiques, propriétés thermiques, . . . etc.) et la science fondamentale derrière ces propriétés. L'utilité pour des applications de ces matériaux est déterminée par leurs propriétés.

Chapitre III

METHODES ET CONCEPTION

1. Synthèse de nano carbone

1.1. Produits

- Poudre de charbon actif pur
- Acide nitrique (60v. %)

1.2. Matériel

- Balance à précision
- Agitateur magnétique

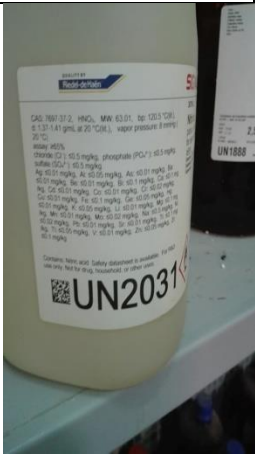
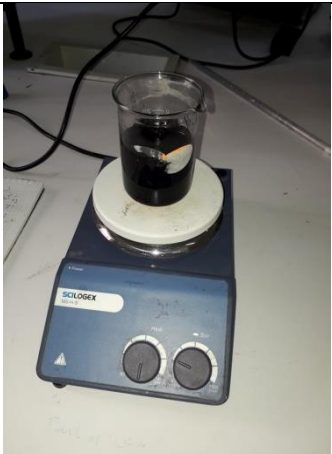
Balance à précision	Acide nitrique	Charbon actif pur	Agitateur +bécher
			

Figure III 1 : Produits et matériel utilisés

1.3. Etapes de synthèse

Les étapes de synthèse sont reportées dans un nouveau travail de recherche :

Etape 1

Nous prenons (5 g) de poudre de charbon de bois puis nous le plaçons dans le bécher et l'ajoutons l'acide d'azote (60%) , jusqu'à 150 ml, puis nous plaçons le mélange pendant 24 heures sur l'agitateur.

Etape 2

Après l'agitation pendant 24 h :

Le mélange hétérogène résultant est filtré par un papier filtre en suite on le fait sécher dans un four à 200C° pendant 3h, après ça on broie dans un mortier jusqu'à l'obtention d'une poudre fine (Figure 2).

Remarque : le poids d produit résultant est : **3,8 g**.

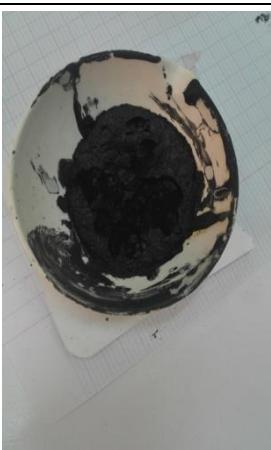
Balance	Filtration	Etuve de séchage	Produit
			

Figure III 2 : Matériel utilisé et produit final

pour confirmer l'existence des nano structures, et des liaisons inter atomiques nous avons lancé une caractérisation par Diffractométrie des rayons X et par spectroscopie infra rouge :

2.Caractérisation

2.1.Diffractométrie de rayon X sur poudre

2.1.1.Dispositif et conditions expérimentales

Diffractomètre de rayon X (DRX) type Benchtop(Fig 3) est facile à utiliser et fournit des résultats de mesure précis et fiables avec une vitesse similaire à celle des unités de laboratoire de taille normale. DRX Benchtop est équipé d'un puissant système hybride de détection de photons et de collecte de données. Collection optique faible en 3 minutes. Recueillez la haute précision en 15 à 30 minutes [41].



Figure III.3: Diffraction de rayons X sur poudre .

La diffraction des poudres Benchtop Proto AXRD constitue une alternative peu coûteuse à l'analyse par diffraction des rayons X où la précision de l'accès aux pics de FWHM les plus élevés :

$2\theta < 0.05^\circ$ et avec un pas de balayage estimé à $\Delta 2\theta < 0.02^\circ$.

L'appareil se caractérise par sa capacité à :

- L'identification de la phase - Rietveld - Taux de cristallisation - Taille et pression des cristaux - Analyse de la structure - Tranches minces et conditionnement.
- Étudier les résultats de l'analyse par rayons X

2.1.2. Principe de la méthode en poudre

Les méthodes de diffraction sur poudres sont aujourd'hui quotidiennement utilisées pour étudier les matériaux cristallisés. Ces méthodes permettent notamment de caractériser le matériau étudié, tant d'un point de vue qualitatif que d'un point de vue quantitatif sans nécessiter la synthèse de monocristaux.

Du point de vue qualitatif, les techniques de diffraction par des matériaux pulvérulents permettent :

- de déterminer la composition chimique de la poudre en comparant le spectre obtenu avec ceux contenus dans une base de données.
- de déceler la présence d'impuretés.
- de tester la cristallinité du matériau...

Du point de vue quantitatif, ces méthodes permettent d'étudier :

- les paramètres cristallins a , b , c , α , β , γ .
- dans les cas simples les positions atomiques et le groupe d'espace.
- des mélanges de poudres, des solutions solides.
- la présence d'un éventuel désordre structural.

Cette méthode a été inventée par P. Debye et P. Scherrer. Un pinceau **monochromatique** de rayons X est diffracté par un échantillon composé d'un grand nombre de microcristaux d'*orientations aléatoires*. La taille des microcristaux est de l'ordre de 0,01 à 0,001 mm. Étant donné le très grand nombre de microcristaux (de 10^7 à 10^{13}) contenus dans l'échantillon, il en existe toujours un grand nombre pour lesquels une famille de plans réticulaires (hkl) fait avec le faisceau incident l'angle θ défini par la relation de Bragg :

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

Chaque microcristal orienté convenablement donne alors un faisceau diffracté dévié de 2θ par rapport au faisceau primaire. L'ensemble des faisceaux réfléchis forme un cône d'ouverture 2θ dont l'axe est le pinceau incident. On peut aussi analyser le problème à partir de la construction d'Ewald. Il est possible de remplacer l'ensemble des microcristaux par un cristal unique tournant autour de O. le réseau réciproque tourne alors autour de I et chaque nœud réciproque N décrit une sphère centrée sur le nœud origine I (000), chacune de ces sphères découpe sur d'Ewald un cercle C normale au faisceau primaire (Fig 4)

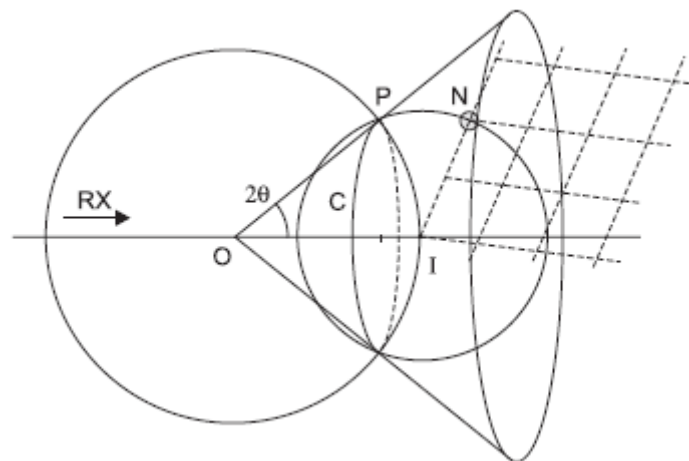


Figure III.4 : Construction d'Ewald

L'intersection de ces cônes avec un film plan normal au faisceau incident donne des anneaux circulaires. Il faut noter que si le nombre des microcristaux est insuffisant, les anneaux apparaissent ponctuels. À chaque valeur de d_{hkl} correspond un cône de diffraction et donc un

anneau sur le film. Le dépouillement de celui-ci permet d'établir la liste des distances interréticulaires de l'échantillon étudiée[42]

3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR- TF) :

3.1.Principe :

Quand on irradie une substance avec un faisceau infrarouge large bande, cette substance transmet un faisceau dont l'intensité est généralement plus faible que l'intensité du faisceau incident. Cette diminution d'intensité traduit le fait que la substance absorbe certaines fréquences infrarouges caractéristiques de sa composition moléculaire. Le graphe qui représente l'intensité transmise en fonction de la fréquence (exprimée en cm^{-1}) constitue le spectre d'absorption infrarouge caractéristique de la substance étudiée.

Donc, la spectroscopie infrarouge est une méthode d'identification basée sur l'absorption ou la réflexion, par l'échantillon, des radiations électromagnétiques. Cette technique peut donner des renseignements sur des particularités des structures puisque la fréquence de vibration cation-oxygène dépend de la masse du cation, de la forme de la liaison cation-oxygène et du paramètre de maille.

Les informations tirées des spectres sont de deux sortes [42]:

- **Qualitative :**

Les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupements chimiques présents dans le matériau analysé.

- **Quantitatives:**

L'intensité de l'absorption à la longueur d'onde caractéristique est reliée à la concentration du groupement chimique responsable de l'absorption. L'interprétation des spectres infrarouges des pérovskites ABO_3 cubiques a été faite en tenant compte des résultats d'un calcul théorique de vibrations normales effectué par Nakagawa et col. sur des pérovskites fluorées KNiF_3 , KMgF_3 , KZnF_3 . Les trois modes optiques Fu_1 ; n_1 , n_2 et n_3 sont actifs en infrarouge. Selon ces auteurs, le mode n_1 correspond à la vibration d'élongation BO, n_2 à une déformation de l'angle OBO mais entraînant également un déplacement du cation A et n_3 à une translation de l'ensemble des octaèdres BO_3 par rapport au réseau des cations A. Quant au mode n_4 inactif en infrarouge pour une pérovskite cubique, il correspond à une déformation des angles OBO et traduit donc le degré de distorsion de cette structure.

Dans ce travail nous avons utilisé un spectrophotomètre infra rouge de type : SHIMADZU 8400s, dont l'étendue est entre 400 et 4000 cm^{-1} (Fig5.)



Figure (III.5): Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR- TF)

3.2. Application des non carbones dans l'étude de pétrole brute

Les propriétés optiques des structures nano carbonées sont étudiée par analyse UV (voir chapitre suivant). La variation de la densité optique en fonction de la concentration de brute (Brute de Hassi Lagrab) sans et avec l'ajout de nano-carbone comme un ascenseur de la nanostructure est déterminée à partir de l'analyse UV-Visible. Les spectres d'UV des nano carbones sont enregistrés en faisant varier la longueur d'onde d'excitation de 350 à 500 nm avec un intervalle de 50 nm.

3.2.1. Procédé expérimental

Etape 1 : Sans Nanocarbone

Six échantillons de brute de différentes concentrations sont préparés en dissolvant le brute de Hassi Lagrab(Scorpion) dans le cyclo hexane comme solvant (Tableau 1)

Tableau III 1 : Le brute à différentes concentrations avec et sans nanocarbone.

Solution	1	2	3	4	5	6
Concentration : Pétrole/cyclohexane (ml/l)	0.5	1	1.5	2	2.5	3

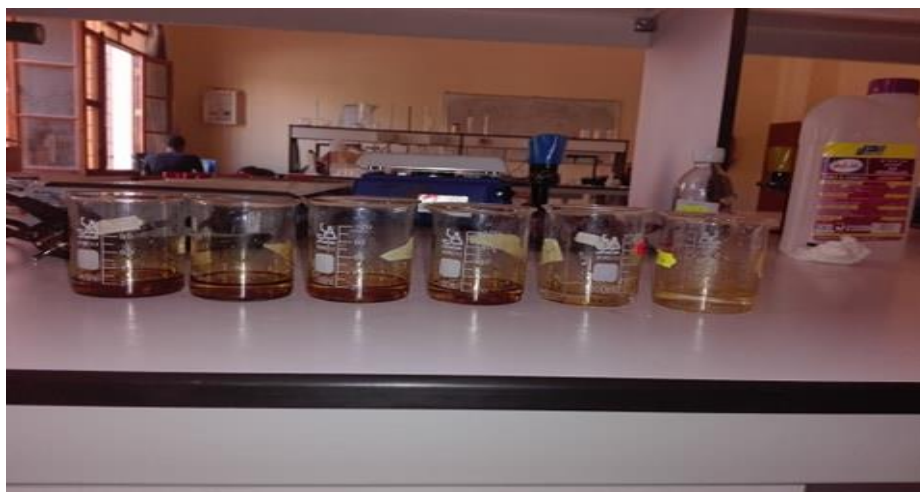


Figure (III.6): échantillons de brute de différentes concentrations.

3.2.2. Rappel sur la spectroscopie UV-Vis

3.2.2.1. Principe

L'interactions entre les rayonnements électromagnétiques et les électrons des orbitales moléculaires, et plus spécifiquement les électrons π et les paires libres. On appelle « chromophore » les groupes fonctionnels insaturés porteurs de tels électrons.

Longueur d'onde : **200 - 400 nm (U.V.)** et **400 – 800 (visible)** :

Lointain UV : 10 - 200nm

Proche UV : 200 – 400 nm

Visible : 400 - 800nm

Très proche IR : 800 – 1100 nm

L'absorption d'énergie est quantifiée : passage des électrons d'orbitales de l'état fondamental vers des orbitales d'un état excité d'énergie supérieur.

Il y a transition si $\Delta E = E_2 - E_1$ donc l'électron passe du niveau E_1 au niveau E_2 (Figure7)

Un photon a été absorbé de longueur d'onde : $\lambda_{12} = hc / \Delta E$

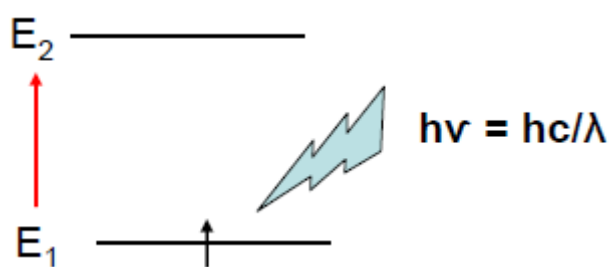


Figure III.7 : Transition électronique

Les longueurs d'onde étant plus faibles qu'en IR, donc les photons incidents sont plus énergétiques, les modifications dans les édifices moléculaires vont être plus importantes. L'absorption moléculaire dans l'UV visible dépend de la structure électronique de la molécule.

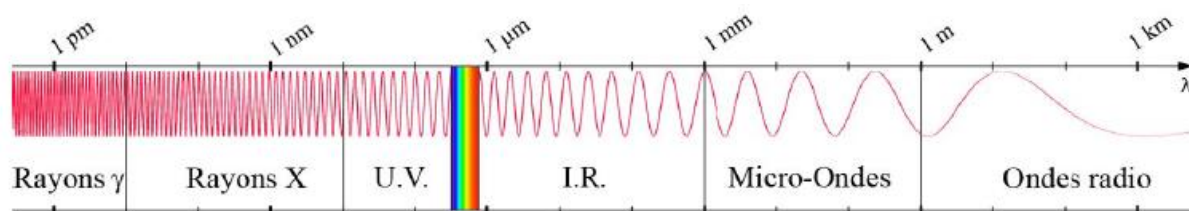


Figure III.8 : Le spectre de la lumière.

3.2.2.2. Allure des spectres UV-visible

Absorbance en fonction de la longueur d'onde λ .

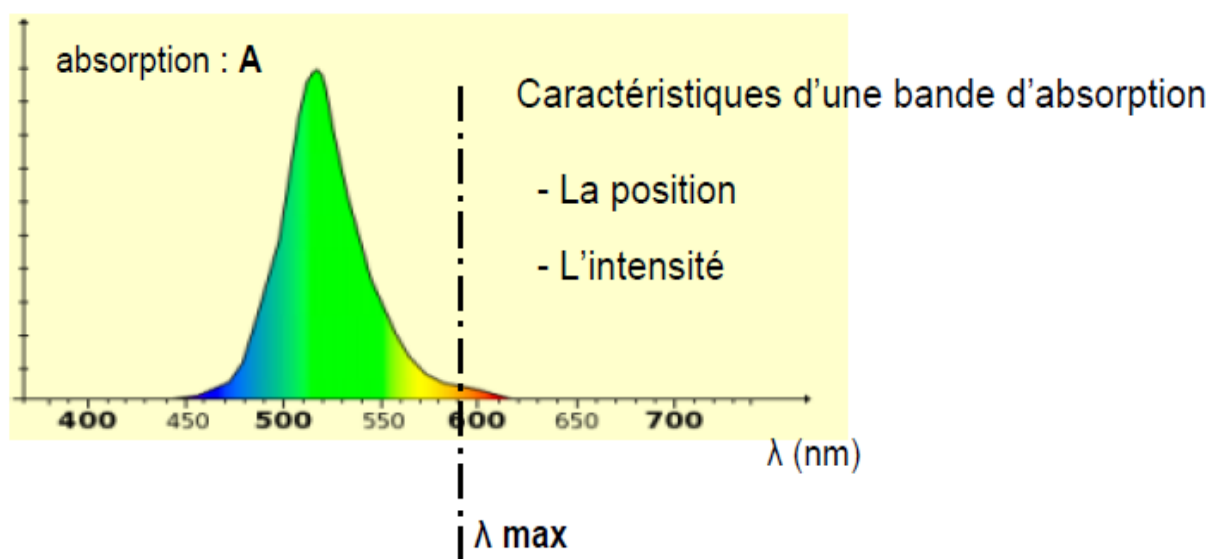


Figure III.9 : caractéristiques d'une bande d'absorption

* En phase liquide les bandes d'absorption sont larges

* En phase gazeuse avec un appareil haute résolution les spectres présentent une structure fine de raies.

Les spectres UV-visibles sont continus et constitués de bandes larges. Présentent un ou plusieurs maximum(s) d'absorbance, auquel correspond une longueur d'onde notée $\lambda_{\max}$, caractéristique d'un certain motif de délocalisation des électrons.

La spectrophotométrie UV- visible est largement appliquée à l'analyse quantitative. L'absorbance UV-vis, dans certaines conditions, est fonction de la concentration suivant la loi de Beer-Lambert :

$$A = \log (I_0 / I) = \varepsilon \cdot l \cdot c$$

Transmission: $T = I/I_0$

Absorbance: $A = \log_{10} 1/T = \log I_0 / I$

ε est le coefficient d'extinction à une longueur d'onde donnée, pour une famille de composés donnée.

l est le trajet optique.

C est la concentration de la solution étudiée

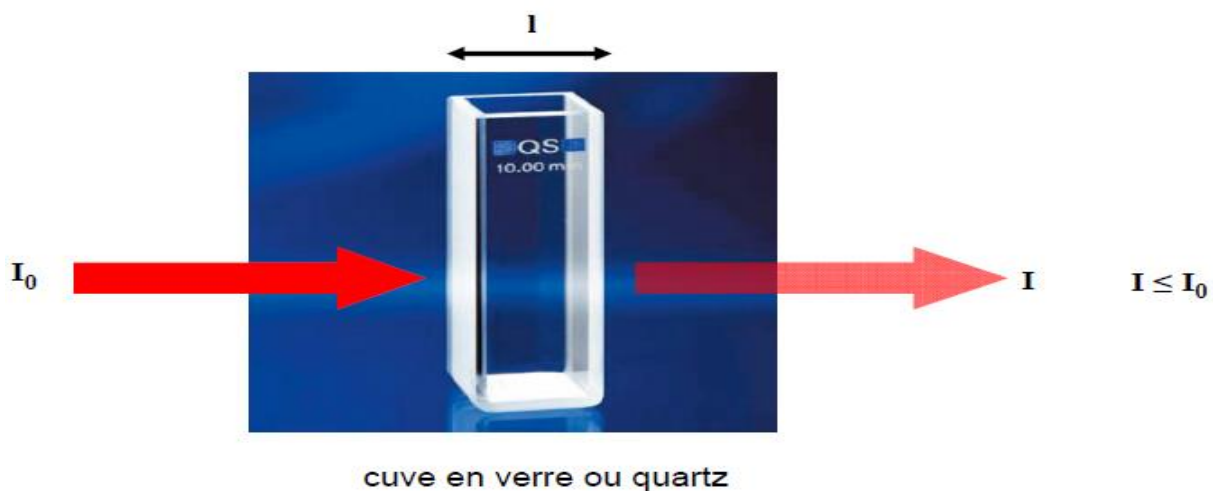


Figure III.10 : cuve en verre ou quartz.

* Cuve d'épaisseur l (cm)

* Concentration : C (mol.L^{-1}) ou (g.L^{-1})

* Absorptivité ϵ (en $\text{L.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$) : C en g.L^{-1}

* Absorptivité molaire ϵ (en $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$): C en mol.L^{-1}

Quand une onde électromagnétique est absorbée par un échantillon, l'intensité de l'onde absorbée est proportionnelle à **l'épaisseur de l'échantillon, au nombre de molécules absorbantes par unité de volume** et à **un coefficient propre à l'échantillon de matière**.

Cette relation de proportionnalité n'est vraie que dans certaines conditions :

- lumière monochromatique
- concentration pas trop élevée $< 0.01\text{M}$
- pas de fluorescence ni d'hétérogénéité
- la substance ne doit pas donner lieu à des réactions chimiques sous l'effet du rayonnement incident
- la substance ne doit pas donner lieu à des associations variables avec le solvant.

Chapitre IV

RESULTATS ET DISCUSSIONS

1. Etude par DRX

La figure 1 représente le diagramme de diffraction des rayons X des Carbon-Nanoparticules (C-NP) produits par la carbonisation thermique en une étape. Pour les points C, une bande de réflexion sans relief centrée sur $2\theta = 21,68^\circ$ correspond à la diffraction de graphite [002] plans cristallins et un faible pic large à environ $2\theta = 44,22^\circ$ correspond à l'ensemble (100) et (101) des plans de cristal [43] de graphite. L'espacement entre les couches a été déterminé en utilisant l'équation de Bragg et a été trouvé à $4,32 \text{ \AA}$. La taille moyenne des cristallites, L_c a été déterminé pour la bande [002] à l'aide de l'équation de Scherrer :

$$L_c = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (1)$$

où :

λ : est la longueur d'onde des rayons X ($1,5405 \text{ \AA}$),

β : est l'élargissement du pic de diffraction mesuré à la moitié de son intensité maximale (Largeur à mi-hauteur)(en radians),

θ : est l'angle de diffusion

et K est la constante de Scherrer, qui varie avec la forme du cristallites, de 0,89 pour les particules sphériques à 0,94 pour les particules cubique [44]

Considérant que cette constante est fixée à 0,9 pour les particules de taille inconnue, le L_c a été estimé à $7,4 \text{ \AA}$ pour les points de carbone(C-dots).

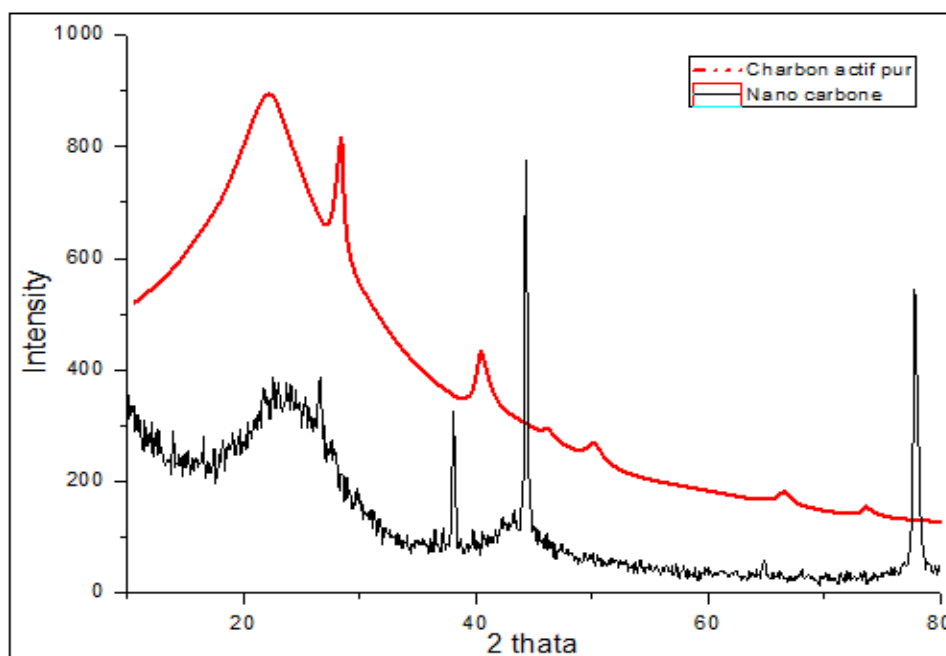


Figure IV. 1: DRX du nano carbone et du charbon actif pur

Le diagramme de diffraction montrait clairement que le pic intense du charbon pur [45] a disparu alors que de nouveaux pics apparurent. Nous avons attribué à l'aide du logiciel Match3 ! ce diagramme à la phase cubique de $C_{2N_2} Zn$ [COD-Inorg. REV214414 no. 96-411-9772].

2. Etude par Spectroscopie IR

La structure chimique a été confirmée par TFIR (Figure 2). Le groupe à $1500-1600\text{ cm}^{-1}$ provient des groupes de vibration d'étirement et de carbonyles conjugués $C=C$ présents dans les points de carbone, on pouvait voir une abondance de groupes fonctionnels en particulier $C-O$ et $C=O$ avec la bande $C=C$. L'analyse FT-IR confirme que le nano carbone contient une structure graphitique abondante avec hydroxyle et groupes fonctionnels carbonyle [46]. Le pic d'absorption relativement élevé correspondant à $C-H$ (2656.34 cm^{-1}) se retrouve dans les spectres de notre échantillon [47], La bande à 2334.89 cm^{-1} correspond à l'étirement $N-H$. De plus, la bande observée à 682.19 cm^{-1} est attribuée à vibration plane du groupe $O-H$ [48].

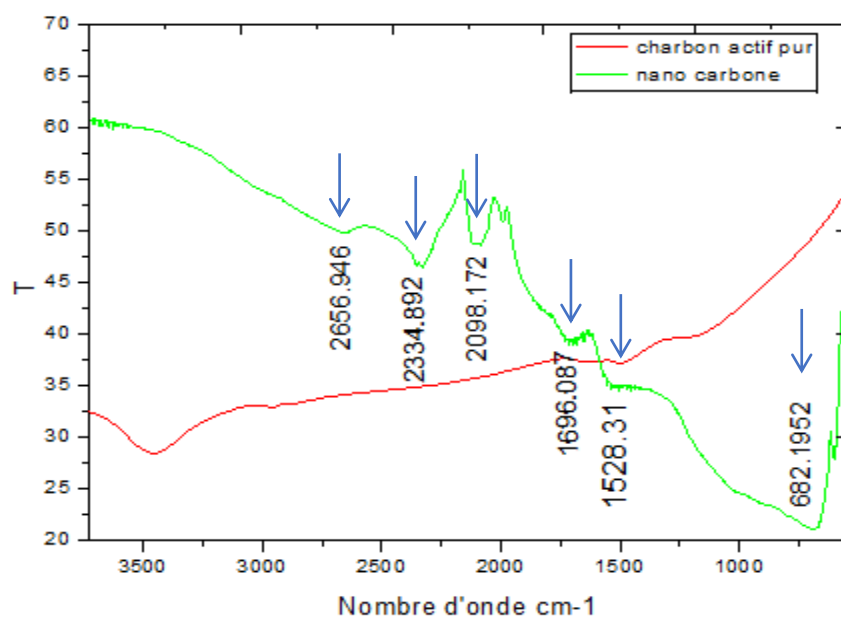


Figure IV. 2: TF – IR du Nano carbone et du Charbon actif pur

3.Exemple d'application

Les figures ci-dessous montre que le carbone nanostructures peut être utilisé comme un ascenseur pour l'évaluation de la qualité de pétrole brut. Il parait que la concentration de brut varie proportionnellement avec la densité optique (Figure 3) dans tous le domaine de l'UV-Vis.

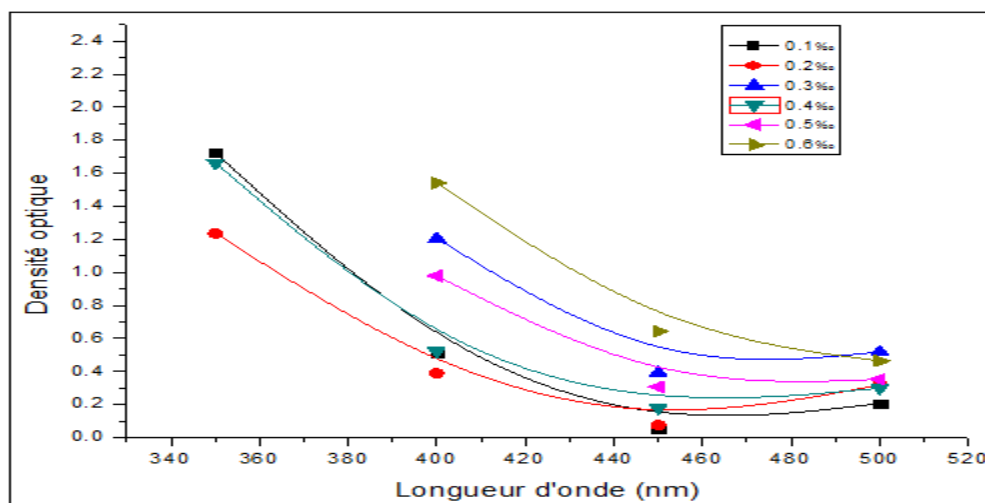


Figure IV. 3 : Densité optique en fonction de la longueur d'onde à différentes concentrations avant l'ajout du nano carbone

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'analyse montre aussi que les échantillons présentent une meilleure densité optique pour une valeur minimale de longueur d'onde (350nm) et ceci pour des concentrations inférieures ou égales 0.4 ml/l. Tandis qu'elle est moins intense pour les autres longueurs d'onde tout au long le domaine UV-Vis (Figure 4).

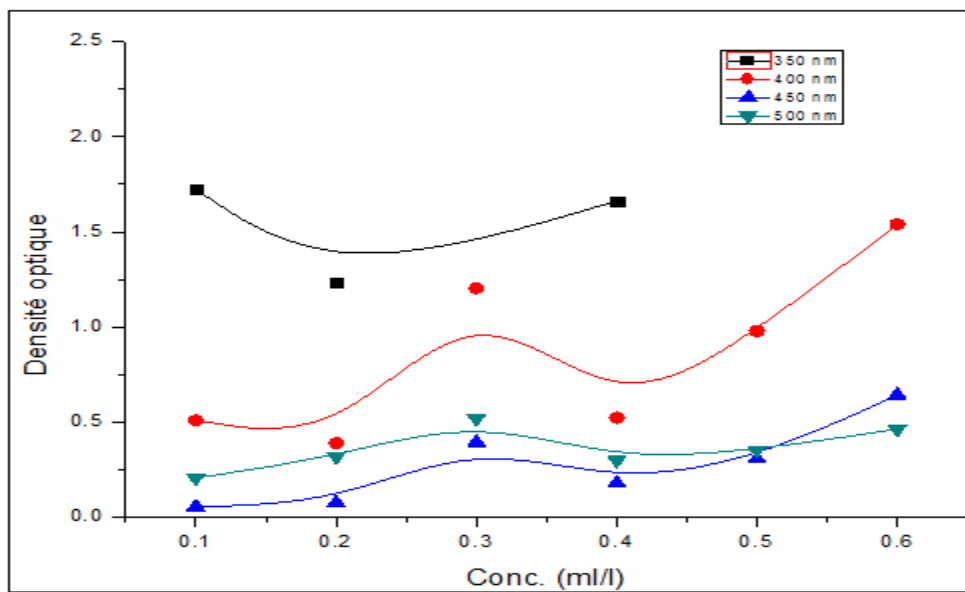


Figure IV .4 :Densité optique en fonction de la concentration du pétrole à différentes longueurs d'ondes avant l'ajout du nanocarbone.

Après l'ajout de nano carbone, la concentration 0.4 ml/l montre la meilleure DO (Figure 5) tout au long le domaine de l'UV-Vis.

A titre de comparaison, la DO augmente parfaitement en fonction de chaque concentration et dans tout le domaine.

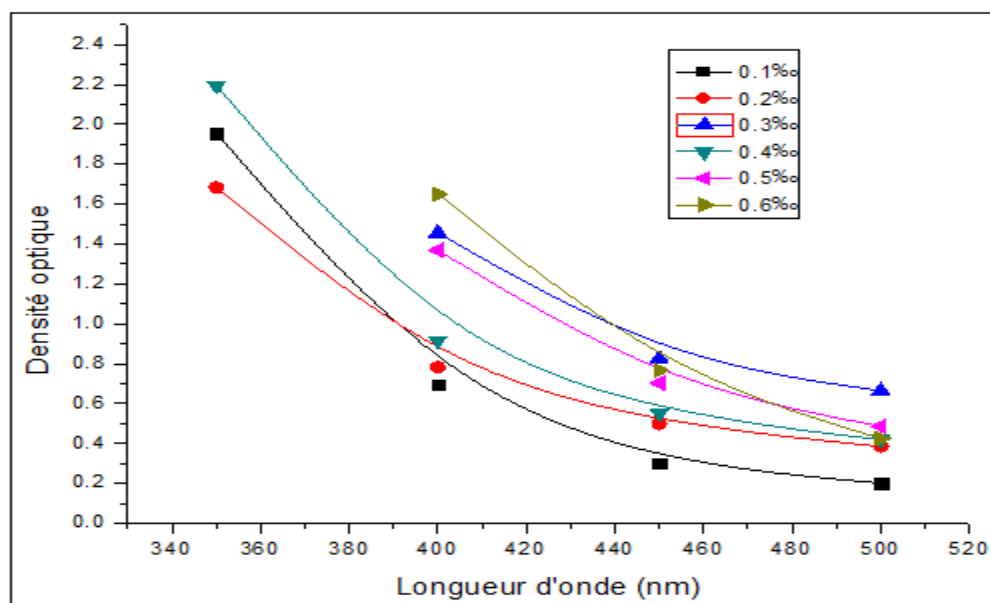


Figure IV.5: DO en fonction de la longueur d'onde à différentes concentrations après l'ajout du nanocarbone.

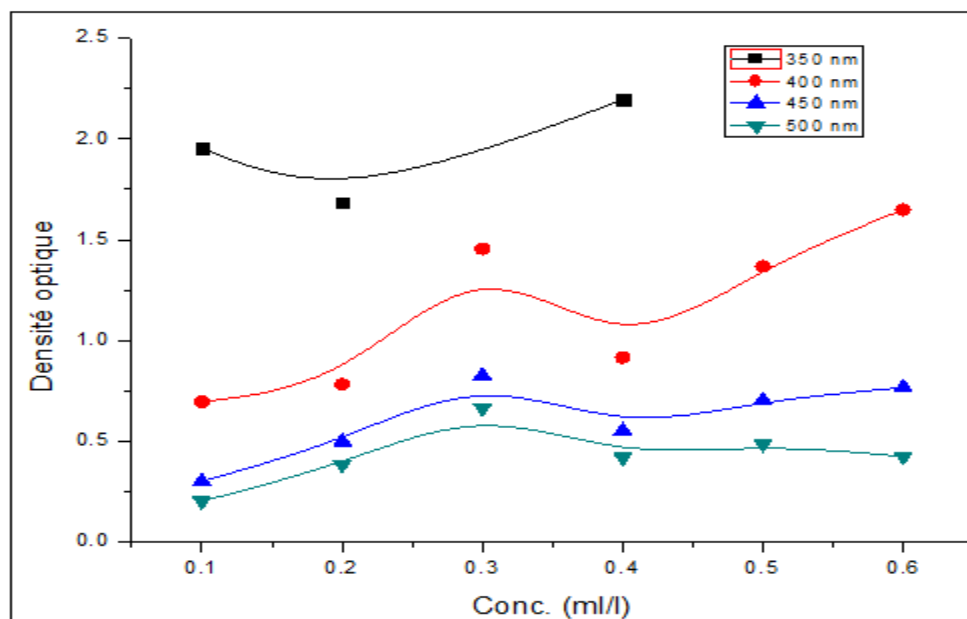


Figure IV.6: DO en fonction de la concentration de brut à différentes longueurs d'onde

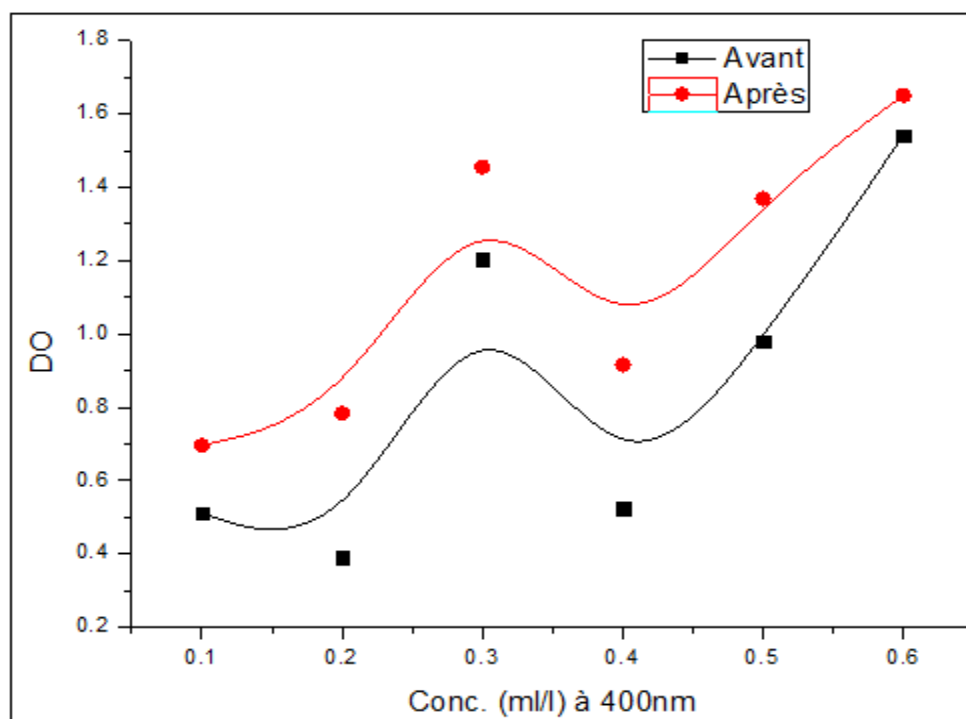


Figure IV.7 : DO en fonction de la concentration de brut avant et après l'ajout du nanocarbone (400nm)

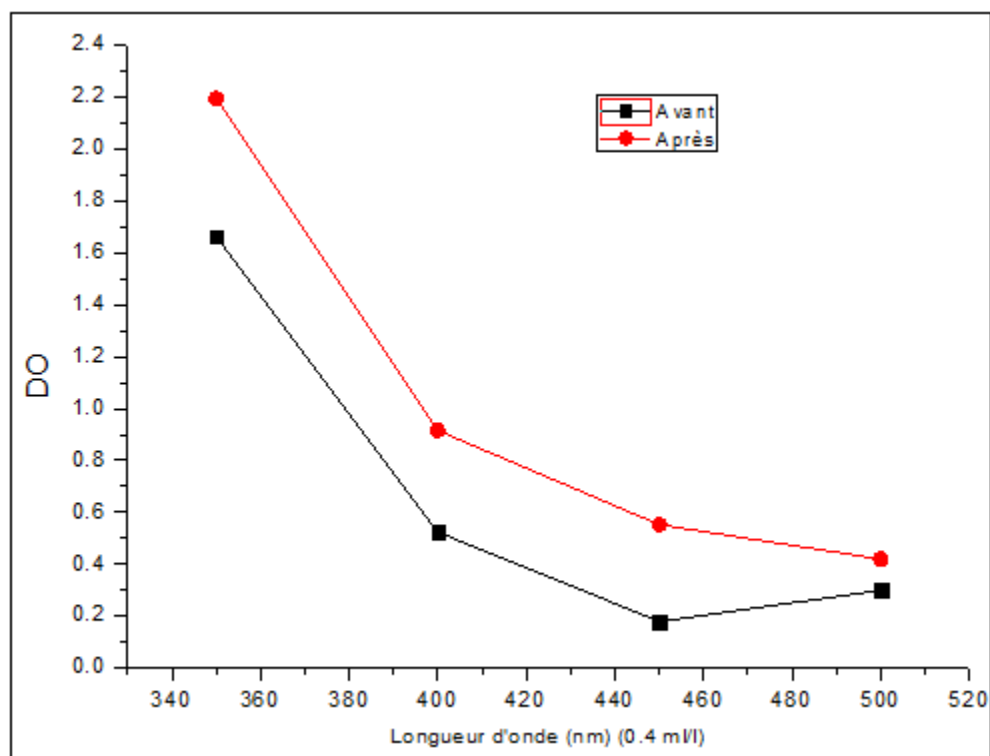


Figure IV.8: DO en fonction de la longueur d'onde avant et après l'ajout du nano carbone (0.4ml/l)

Conclusion

Après l'étude, il a été constaté que Le type de nano-carbone synthétisé est de nano points issus des liaisons entre C-C ,C-N et C-H et après lecture par le dispositif de spectroscopie UV-VIS il s'avère que: La meilleur concentration dans le domaine 400-500 nm est 0.6 ‰ mais cette dernière n'est pas le cas avant ce domaine mais avant cela le contraire.

Et si nous voulons être la densité optique optimum quel que soit la concentration de brut il faut appliquer longueur d'onde 400 nm . Quant à la fluorescence de brut a eu une augmentation en ajoutant du carbone nano point synthétisé.

Conclusion générale

Nous avons cloné cette idée par des tests sanguins en raison de similitudes dans les anneaux hexagonales dans le sang et les composés de pétrole .

dans ce travail, nous avons extrait le nano-carbone par le charbon actif, et pour nous assurer que sa formule a été entrée pour le dispositif IR et DRX , et après que les résultats ont été confirmés il a été constaté que Le type de nano-carbone synthétisé est de nano points issus des liaisons entre C-C ,C-N et C-H .

après l'étude par le UV-VIS avant et après l'ajoute de nano-carbone on a constaté que l'augmentation de fluorescence était le résultat d'un positionnement nano-carbone dans les cycles aromatiques .

Notre étude nous a permis de déterminer la qualité du pétrole en connaissant le ratio des composés aromatiques en augmentant la fluorescence après l'addition de nano-carbone.

Comme perspective de cette étude on a Boussois de comparé entre les brut de déférant bassins on utilisant ce pot de nano charbon .

- [1] Khanafer, Maher. Nanostructures métalliques organisées par auto-assemblage de polymère pour la détection d'espèces chimiques. Diss. Troyes, 2015.
- [2] El Sawi, I. (2010). Dispersion de nanotubes de carbone et intégration de la fonction de conductivité électrique dans les matériaux composites structuraux (Doctoral dissertation, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier).
- [3] Bouyacoub, A. (1997). L'économie algérienne et le programme d'ajustement structurel. *Confluences méditerranée*, 21, 81.
- [4] G. Rousselot, *Le Pétrole*, Le cavalier Bleu, p. 135.
- [5] B. TISSOT, «« PÉTROLE - Le pétrole brut »,» *Encyclopædia Universalis*, [En ligne]. Available: <http://www.universalis.fr/encyclopedie/petrole-le-petrole-brut/>. [Accès le 24 Mars 2019].
- [6] Wikipedia, «Classification des hydrocarbures liquides,» [En ligne]. Available: <https://fr.wikipedia.org>. [Accès le 24 Mars 2019].
- [7] J. P. Favennec, *Raffinage de Pétrole*, Tome 5, Paris: Technip, 1998.
- [8] N. Fadel, «Etude de l'influence de la température du fluide sur la performance d'un échangeur de chaleur de la raffinerie d'Alger,» Université Houari Boumediène, Alger, 2010.
- [9] M. Quentin, B. Damien et B. Donatien, «Etude scientifique du pétrole,» Lycée Hoche, Versailles, 2005-2006
- [10] Wang X. et Mullins O.C. (1994) *Appl. Spectr.*, 48, 977.
- [11] Zhu Y. and Mullins O.C. (1992) *Energy and Fuels*, 6, 545.
- [12] Sheu E.Y., Storm D.A., et De Tar M.M. (1991) *Non-Cryst. Sol.*, 131, 341.
- [13] Loehmannsroeben H.G., Kauffmann C. et Roch T. (1997) *Proc. SPIE-Int. Soc. Opt. Eng.*, 3107, 305.
- [14] Frank U. (1978) *Toxicol. Environ. Chem. Rev.*, 2, 163 et réf. citées.
- [15] Liu S. et Li L. (1986) *Shiyu Kantan Yu Kaifa*, 13, 24. CA 105: 175448.
- [16] Lloyd J.B.F. (1971) *J. Forensic Sci. Soc.*, 11, 83.
- [17] Alexander J., Mashak G., Kapitan N. et Siegel J.A. (1987) *J. Forensic Sci.*, 32, 72
- [18] Gugel J. et Siegel J.A. (1988) *J. Forensic Sci.*, 33, 1405.
- [19] Taylor T.A. et Patterson H.H. (1987) *Anal. Chem.*, 59, 2180.
- [20] Files L.A., Moore M., Kerkhoff M.J. et Winefordner J.D. (1987) *Microchem. J.*, 35, 305.

- [21] Tsuzuki N., Chaki K et Yamamura M. (1991) Sekiyu Gijutsu Kyokaishi, 56, 254. CA 117: 93308.
- [22] Fantasia J.F., Hard T.M. et Ingrao H.C. (1972) Inst. environ. sci., Tech. Meet., Proc., 18, 342.
- [23] Abu-Zeid M.E., Bhatia K.S., Marafi M.A., Makdisi Y.Y. et Amer M.F. (1987) Environ. Pollut., 46, 197.
- [24] Mc Gown L.B. et Kreiss D.S. (1988) Proc. SPIE-Int. Soc. Opt. Eng., 910, 73.
- 26Quinn M.F., Al-Otaibi A.S., Abdullah A, Sethi P.S., Al-Bahrani F. et Alameddine O. (1995) Instrum. Sci. Technol., 23, 201.
- [25] Picer M. et Hocenski V. (1994) Water Res., 28, 619.
- [26] E. GARRIDO, fonctionnalisation de nanotubes de carbone pour leur incorporation dans des matrices métalliques, thèse de doctorat, Ecole Doctorale des Sciences Chimiques, 2010.
- [27] C. BERNARD. Propriétés mécaniques des nanotubes de carbone en tant que nano sondes et leur fonctionnalisation par bio-nanoparticules, thèse de doctorat, Université Bordeaux1, école doctorale des sciences physiques et de l'ingénieur, 2007.
- [28] G. Schmid, Nanoparticles: From Theory to Application, Second Edition, p 2-6, 2004
- [29] : J. DARANLOT. Réactivité de l'azote atomique et du radical OH à basse température par la technique CRESU : Réactions d'intérêt pour l'astrochimie, École Doctorale des Sciences Chimiques Institut des Sciences Moléculaires, 2012.
- [30] : M. PACHECO PACHECO, Synthèse des nanotubes de carbone par arc électrique, thèse de doctorat, Université Paulsabatie, 2003.
- [31] : M. BOZLAR, Modification de surface des nanotubes de carbone par un polymère conducteur électrogénéré pour la réalisation de nanocomposites multifonctionnels, thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan, 2009.
- [32] : M. Dupeux, Aide-mémoire science des matériaux, 2ème édition, p 28.
- [33] : S. RIZK, Élaboration et caractérisation de nanostructures carbonées par procédé cvd assiste par plasma microonde, thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I, 2009.
- [34] : N. SBAI BENCHIKH, Couche minces nanostructures de carbone dopées ou alliées :Elaboration par ablation laser femtoseconde et caractérisations, thèse de doctorat, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 2013.
- [35] : K. Theuwissen, Etude de l'influence des impuretés et des éléments à l'état de traces sur les mécanismes de croissance du graphite dans les fontes, thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2013.

- [36] : L. Fulcheri, Nanostructures de Carbone par Plasma, thèse Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Perpignan , 2010.
- [37] : R. PHILIPPE, synthèse de nanotubes de carbones multi-parois par dépôt chimique en phase vapeur catalytique en lit fluidise, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse , 2006.
- [38] M. Pellarin, E. Cottancin, J. Lerme , J. L. Vialle, and M. Broyer, Coating and polymerization of C60 with carbon : A gas phase photodissociation study, JOURNAL OF CHEMICAL PHYSICS, V 117, p (3088-3093), 2002.
- [39] H. Keypour, M. Noroozi, and A. Rashidi , An improved method for the purification of Fullerene from fullerene soot with activated carbon, celite, and silica gel stationary phases, Journal Of Nanostructure in Chemistry, p (1-3), 2013.
- [40] M. Rybachuk, J.M. Bell, Electronic states of trans-polyacetylene, poly(p-phenylene vinylene) and sphybridised carbon species in amorphous hydrogenated carbon probed by resonant Raman scattering, Technology, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Germany, p (1-4).
- [43] Suárez-García, F., A. Martínez-Alonso, and JM Díez Tascón. "Pyrolysis of apple pulp: chemical activation with phosphoric acid." Journal of Analytical and Applied Pyrolysis 63.2 (2002): 283-301.
- [44] Smilgies, D-M. "Scherrer grain-size analysis adapted to grazing-incidence scattering with area detectors." Journal of applied crystallography 42.6 (2009): 1030-1034.
- [45] Tejada, Candelaria N., et al. "Characterization of activated carbon synthesized at low temperature from cocoa shell (Theobroma cacao) for adsorbing amoxicillin." Ingeniería y competitividad 19.2 (2017): 45-54.
- [46] Jiang, H. Chemical preparation of graphene-based nanomaterials and their applications in chemical and biological sensors. Small 7, 2413–2427 (2011).
- [47] Q. Hu, M.C. Paa, Y. Zhang, X. Gong, L. Zhang, D. Lu, Y. Liu, Q. Liu, J. Yao, M.M.F. Choi, Green synthesis of fluorescent nitrogen/sulfur-doped carbon dots and investigation of their properties by HPLC coupled with mass spectrometry, RSC Adv. 4 (35) (2014) 18065e18073.
- [48] Ahmed, Gaber Hashem Gaber, et al. "Facile synthesis of water-soluble carbon nano-onions under alkaline conditions." Beilstein journal of nanotechnology 7.1 (2016): 758-766.

Résumé

Résumé :

Le but de cette étude est de préparer le carbone nanostructures (CNS) à partir du charbon actif. Les CNS sont utilisés comme détecteur de glucose dans le sang. Et nous allons appliquer cette fonctionnalité pour déterminer la qualité du pétrole brut (brut de Ghord el-bagel). En utilisant les techniques de diffraction aux rayons X et la spectroscopie infrarouge pour assurer la qualité du nano carbone et la spectroscopie UV-Vis pour l'étude de la florescence dans le mélange brut/nano-carbone.

Mots clés: Carbon nanostructures; pétrole brut; Ghord Elbagal; florescence

Abstract :

The purpose of this study is to prepare carbon nanostructures (CNS) from activated carbon. CNS is used as a blood glucose detector. Also we will apply this feature to determine the quality of crude oil (Ghord El-bagel crude). Through the use of X-ray diffraction techniques and infrared spectroscopy, we want to ensure the quality of nano carbon and UV-vis Spectroscopy for the study of florescence in the crude/Nano-carbon mixture.

Key words: carbon nanostructures; crude oil; Ghord Elbagal; florescence.

ملخص

الغرض من هذه الدراسة هو اعداد نانوية الكربون من الكربون المنشط الذي يستخدم بدوره ككاشف جليكوز في الدم وسوف نطبق هذه الميزة لتحديد نوعيه النفط الخام (بترول غرد البازل). استخدام تقنيات الانكسار بالاشعه السينية والتحليل الطيفي للاشعه تحت الحمراء لضمان جوده الكربون النانويه والاشعه فوق البنفسجية الطيفية لدراسة التنوير في خليط النفط الخام/نانو الكربون.

الكلمات المفتاحية : نانوية الكربون – البترول الخام- غرد البازل- الاشعة فوق البنفسجية الطيفية