



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 35225 B1** (51) Cl. internationale : **C08J 5/00**
(43) Date de publication : **03.07.2014**

-
- (21) N° Dépôt : **35490**
(22) Date de Dépôt : **24.12.2012**
(71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE MOULAY ISMAIL, MARJANE 2, BP:298 MEKNES (MA)**
(72) Inventeur(s) : **BOUKHLIFI FATIMA**
(74) Mandataire : **RAFIK ERRAKHI**

-
- (54) Titre : **ELABORATION D'UN NOUVEAU NANOCOMPOSITE EN UTILISANT UN NOUVEAU RENFORT**
(57) Abrégé : La présente invention consiste dans un premier temps à la synthèse d'un nanocomposite à matrice organique polymère de la maîtrise plastique et à charge particules de carbonate de calcium, provenant des coquilles extraits des déchets solides et dans un second temps à l'étude des effets des paramètres relatifs au renfort et à la qualité de la dispersion de suspensions du renfort organophile en milieu organique. La caractérisation par IR et MEB, a montré que les propriétés du polymère ont beaucoup changé en fonction du pourcentage du renfort. Les dites particules ayant des dimensions inférieures à 100 µm et représentant de 1 à 10 % du poids total, et ledit polymère étant un polymère utilisé comme matière plastique.

TITRE : Elaboration d'un nanocomposite par recyclage des coquilles

ABREGE :

La présente invention consiste dans un premier temps à la synthèse d'un nanocomposite à matrice organique polymère de la matière plastique et à charge particules de carbonate de calcium, provenant des coquilles extrait des déchets solides et dans un second temps à l'étude des effets des paramètres relatifs au renfort et à la qualité de la dispersion de suspensions du renfort organophile en milieu organique.

La caractérisation par IR et MEB, a montré que les propriétés du polymère ont beaucoup changé en fonction du pourcentage du renfort. Les dites particules ayant des dimensions inférieures à 100 μm et représentant de 1 à 10 % du poids total, et ledit polymère étant un polymère utilisé comme matière plastique.

FR 2 2 5
03 JUIL 2014**DESCRIPTION DE L'INVENTION**

La présente invention a pour objet un nanocomposite contenant des particules de carbonate de calcium provenant des déchets des coquilles d'œuf dispersées au sein d'une matrice polymère. On sait que les coquilles d'œuf ont été largement exploitées comme catalyseur, matériau d'adsorption, dentifrices et matériaux de traitement des eaux usées (voir par exemple les brevets MA 33624, CN101913675, JP9117661, CN1857313, DE19925244, US 3.739.773 et 3.867.190, et les brevets FR 2.364.644 et 2.439.003), ou encore en pharmacie pour la réalisation de système de libération contrôlée de principes actifs (voir par exemple le brevet FR-2.070.153). Dans le brevet FR 2.460.657, on a décrit l'utilisation de carbonate de calcium, notamment sous la forme de pièces massives, dans la réalisation d'implants biodégradables utilisables comme pièces de prothèse osseuse. La majorité des brevets utilise le carbonate de calcium commerciale ce pendant l'étude sur les déchets des coquilles d'œuf comme source de carbonate de calcium n'a jamais été évoqué dans les matières plastiques. le carbonate de calcium extrait des coquilles d'œuf sera utilisé comme renfort, additif et adjuvant pour la matière plastique.

La présente invention porte d'une part sur la synthèse par polymérisation in-situ d'un nouveau nanocomposite à matrice organique et à renfort minéral extrait des coquilles d'œufs et d'autre part sur la valorisation des déchets des coquilles d'œuf dans les matières plastiques. La caractérisation physico-chimique du nouveau nanocomposite a été entreprise. L'étude de l'effet de l'additif sur les propriétés du polymère a montré que certaines propriétés du polymère ont été beaucoup modifiés. Exemple la dégradation du matériau sous l'effet des rayons UV-Visible qui a été beaucoup diminuée en présence du renfort .

Le renfort est la poudre des coquilles d'œufs. Cette poudre est préparée à partir d'un procédé très simple. Le procédé de préparation commence par l'isolement de la partie molle de la partie dure de la coquille. La partie dure est rincée en agitant par l'eau distillée dans un cristalliseur. Cet opération est répétée 2 ou 3 fois puis elle est séchée à l'étuve à 80°C pendant 24 h. les coquilles séchées sont broyées et tamisées pour avoir des granulométries inférieures à 100µm. La poudre obtenue est stocké pour l'utilisation.

La synthèse du polymère qui est le polystyrène a été réalisée selon la méthode connue, mais en mélangeant intimement des pourcentages de 1 à 10 %de la poudre préparé avec le monomère avant de lancer le chauffage. Après avoir laissé le renfort dans une solution de monomère, on termine la préparation du nanocomposite suivant le mode d'emploi connu du polystyrène en commençant par l'ajout de l'amorceur (peroxyde des benzoyles).

La caractérisation du nanocomposite a été effectuée par la microscopie électronique à balayage et par la spectroscopie infrarouge. Le suivi de la variation des propriétés a été réalisé en mesurant la perte en masse et la température de fusion avant et après l'ajout des coquilles d'oeufs.

L'examen visuel du nanocomposite synthétisé a montré que le caractère transparent du polystyrène synthétisé disparaît en présence du renfort, plus le pourcentage passe de 1% à 10% plus le nanocomposite devient opaque. Ceci a été prouvé par le MEB. L'analyse (Figures 2, 3, 4, 4', 5, 5') a montré que le nanocomposite avec le renfort est opaque et la surface a changé d'allure avec le renfort à 10%. La dispersion de la poudre des coquilles est irrégulière dans la matrice organique.

En présence de cet additif l'insertion des particules du renfort a été effectuée sans interaction particulière, l'additif a été piégé par les chaînes de polymères au cours de la polymérisation. Ceci a été démontré par les spectres IR (Figure 1) ce qui est en parfait accord avec la bibliographie.

L'exposition d'une masse du nanocomposite et du polystyrène pur aux rayons UV-visible pendant 8 heures a montré que le polystyrène est rapidement déformé et passe à un état visqueux, il a changé de morphologie cependant le nanocomposite avec 5% et 10% de la charge a gardé la structure et la morphologie même après 3 jours d'exposition à UV-visible. La présence de cet additif renforce la résistance du polystyrène contre les rayons UV-Visible. On a découvert que, de façon surprenante, l'association des particules de carbonate de calcium des déchets des coquilles d'œuf encore rejetés au Maroc change les propriétés optiques et de vieillissement du polystyrène. En outre, les propriétés du nanocomposite, grâce à l'incorporation de particules de carbonate de calcium, sont notablement améliorées, comme cela est précisé dans la partie expérimentale (Figures 6 et 7). L'analyse de la dégradation thermique a montré que la présence du renfort a permis également une augmentation remarquable du point de fusion (tableau 1).

REVENDEICATIONS

1. Nanocomposite caractérisé en ce qu'il est constitué d'une matrice organique de la matière plastique particulièrement le polystyrène et un additif minéral constitué des carbonates de calcium extraits des coquilles d'œufs .
2. Nanocomposite obtenu selon la revendication 1 par une synthèse caractérisée en ce qu'elle est faite par une polymérisation in-situ en mélangeant intimement les molécules de monomères « styrène » et l'additif minéral avec la préparation du polystyrène selon la méthode connue de la synthèse de ce polymère.
3. nanocomposite, caractérisé en ce que ledit polymère se présente à température ambiante sous la forme d'un solide pâteux transparent avant l'ajout de l'additif.
4. nanocomposite préparé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ledit nanocomposite se présente à température ambiante sous la forme d'un solide pâteux opaque après l'ajout de l'additif avec une dispersion irrégulière du renfort.
5. Nanocomposite est caractérisé en ce qu'il a une couleur blanche claire, plus le pourcentage de l'additif augmente de 1% à 10% , plus la pâte est plus blanche.
6. Nanocomposite obtenu en renforçant le polystyrène par l'additif est caractérisé en ce qu'il possède une résistance aux rayons lumineux et principalement les rayons UV-Visible.
7. Additif pour matière plastique , contenant des particules de carbonate de calcium caractérisé en ce que son extraction est effectué à partir des coquilles, il est dispersé au sein d'une matrice polymère, lesdites particules ayant des dimensions inférieurs à 1µm et avec des pourcentages en poids représentant de 1%, 5% à 10%.
8. Additif selon la revendication 7 caractérisé en ce qu'il est obtenu à partir des coquilles d'œuf selon les étapes de préparation suivants :
 - a. Elimination de la partie molle de la coquille d'œuf
 - b. Lavage
 - c. Séchage
 - d. Broyage et Tamisage.
9. Additif selon la revendication 8 caractérisé en ce que le lavage se fait avec de l'eau distillée avec agitation suivi d'un séchage dans une étuve à une température de 80°C. ensuite le broyage de l'étape d se fait pour obtenir de fines particules suivi d'un tamisage à une granulométrie inférieure à 1 µm .

10. Additif du nanocomposite de l'invention caractérisé en ce qu'il peut contenir le carbonate de calcium sous forme cristalline (aragonite et/ou calcite). Le carbonate de calcium qui représente un additif ou adjuvant ou renfort dans les différents étapes de la préparation des matières plastiques est obtenu à partir des déchets solides.

LES FIGURES

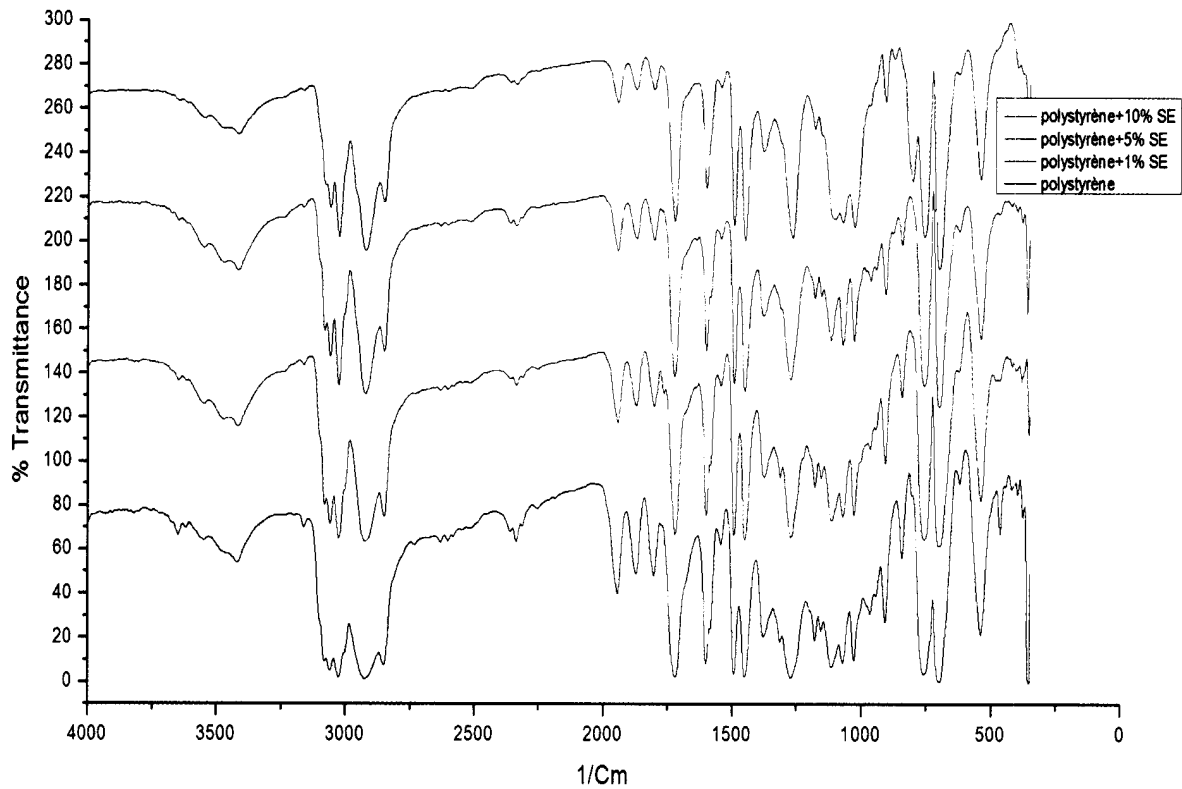
Résultats de l'infrarouge :

Figure 1 : spectres IR du polystyrène pur et du nanocomposite avec les différents pourcentages d'additif

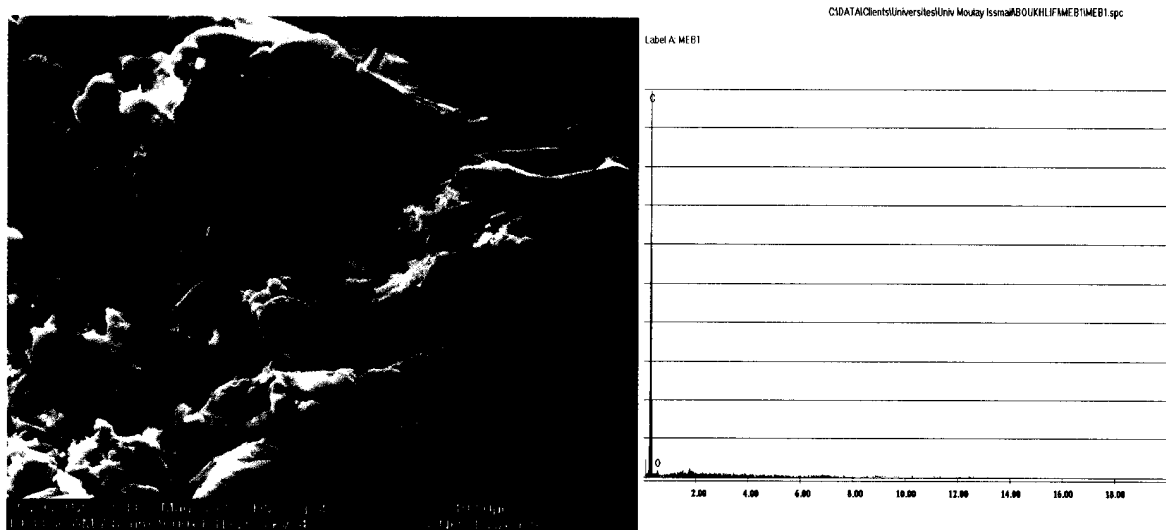


Figure 2 : (a) image du MEB à 100 μ m du polystyrène sans renfort (b)_composition chimique du polystyrène sans renfort

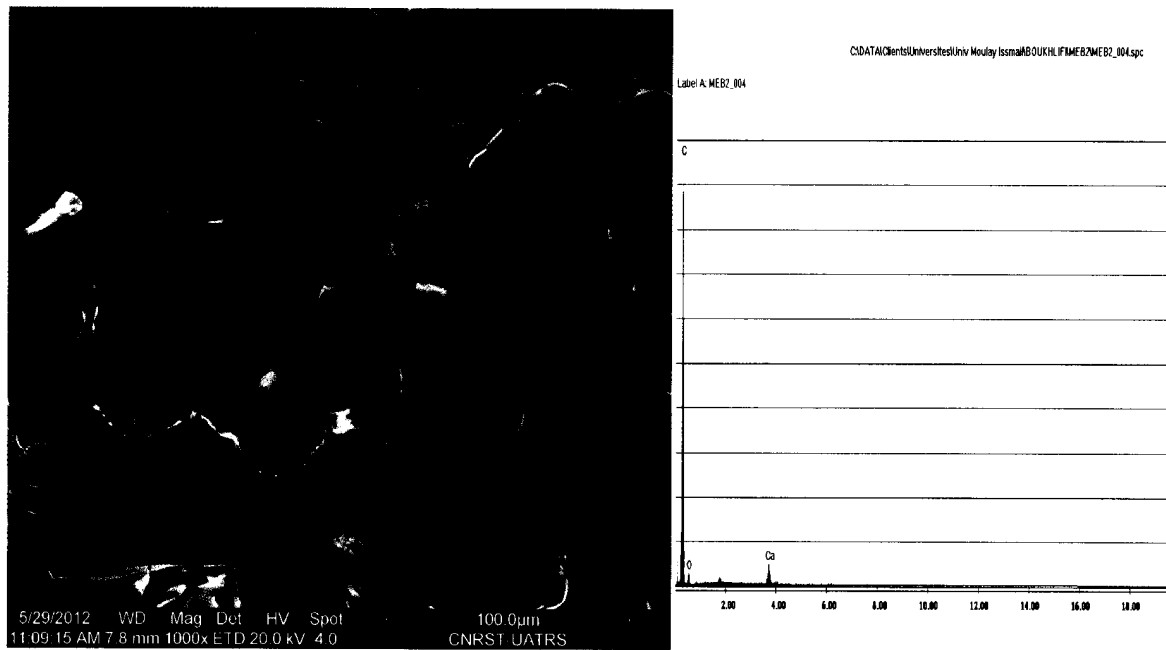


Figure 3 : (a) image du MEB à 100μm du polystyrène avec 1% d'additif, (b) composition chimique du polystyrène avec 1%

Label A: MEB3_003_SPOT_D_0.B

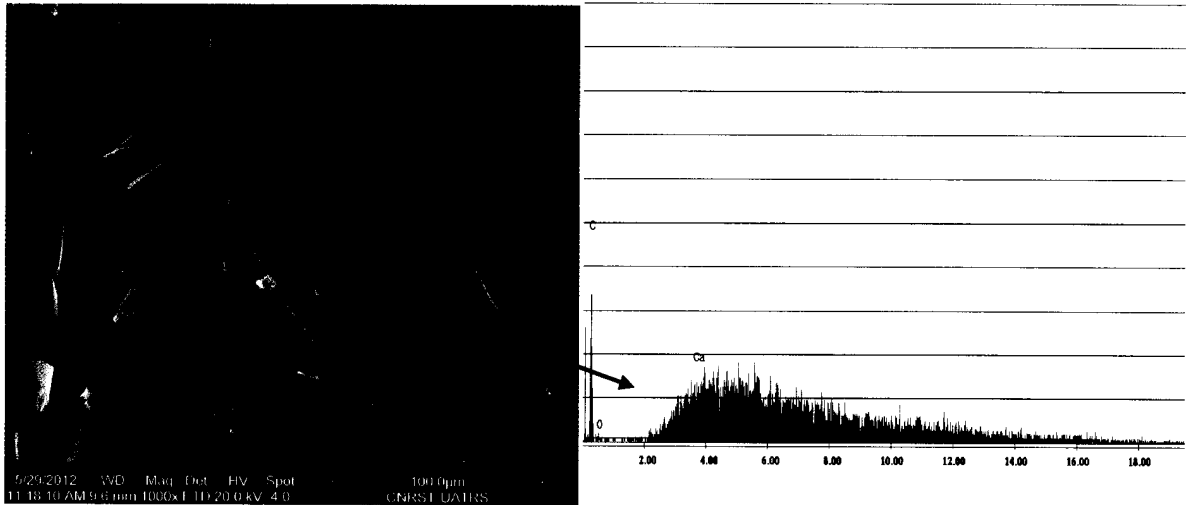


Figure 4 : image du MEB à 100µm du polystyrène avec 5% d'additif, (b) composition chimique du grain sur la structure du polystyrène avec 5% d'additif

Label A: MEB3_002

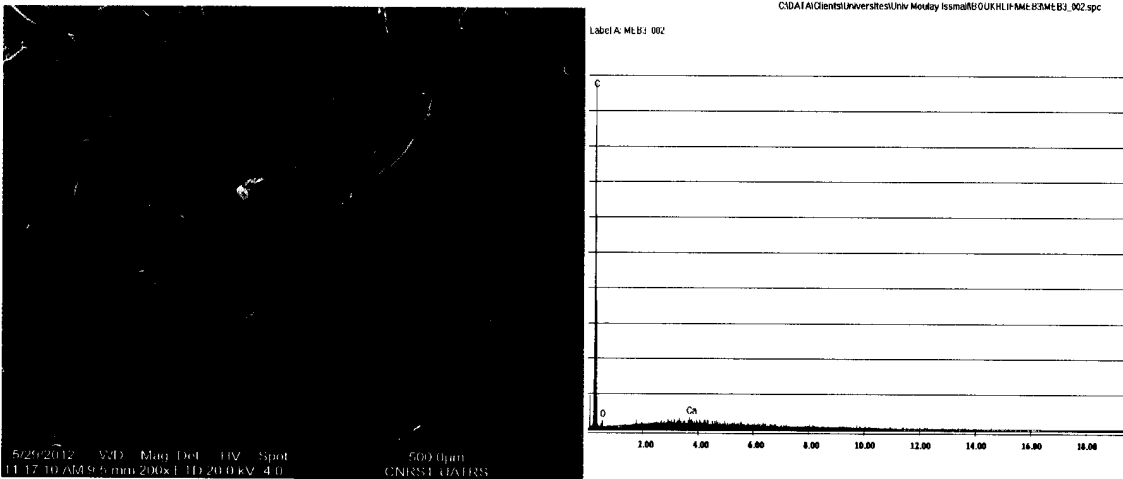


Figure 4': (a) image du MEB à 500µm du polystyrène avec 5% d'additif , (b) a composition chimique du polystyrène avec 5% d'additif

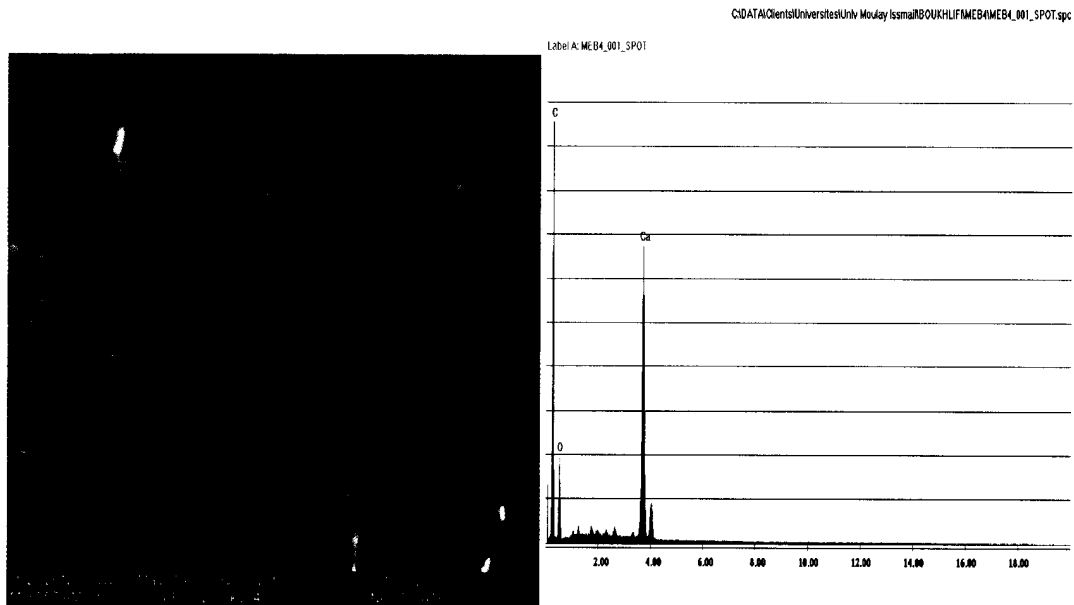


Figure 5 : (a) image du MEB à 100µm du polystyrène avec 10% d'additif, (b) composition chimique du grain sur la structure du polystyrène avec 10% de l'additif

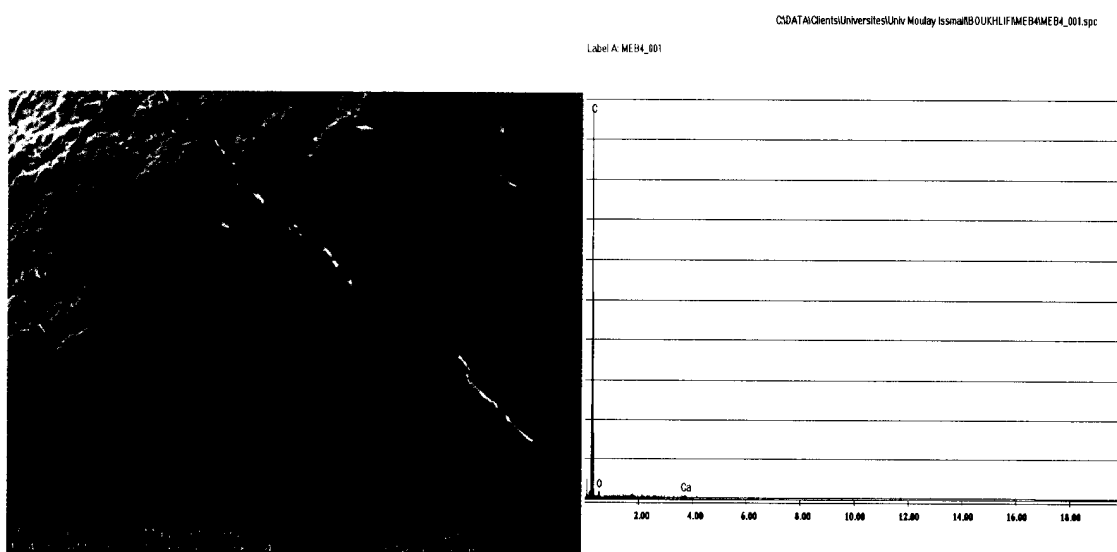


Figure 5': (a) image du MEB à 500µm du polystyrène avec 10% d'additif (b) composition chimique du polystyrène avec 10% d'additif

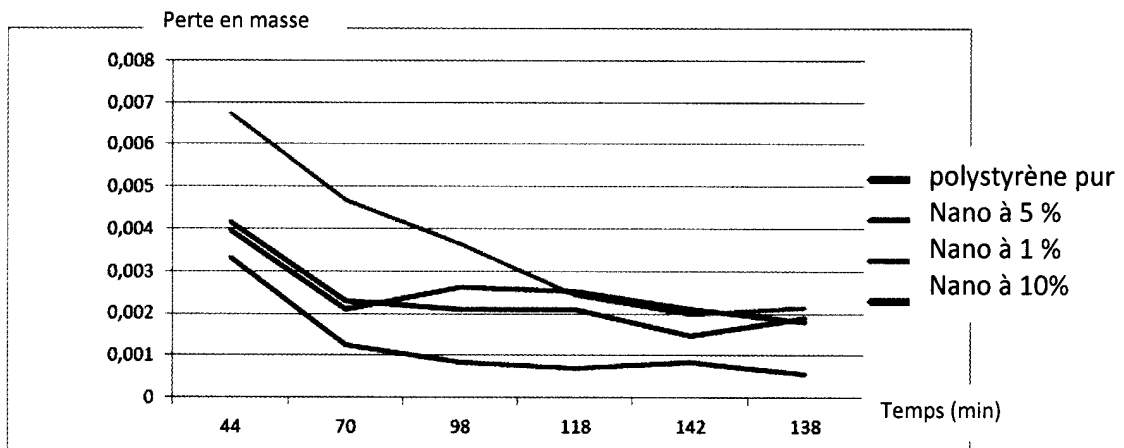


Figure 6: Evolution de la perte de masse du nanocomposite en fonction du temps sous l'effet de la lumière jaune

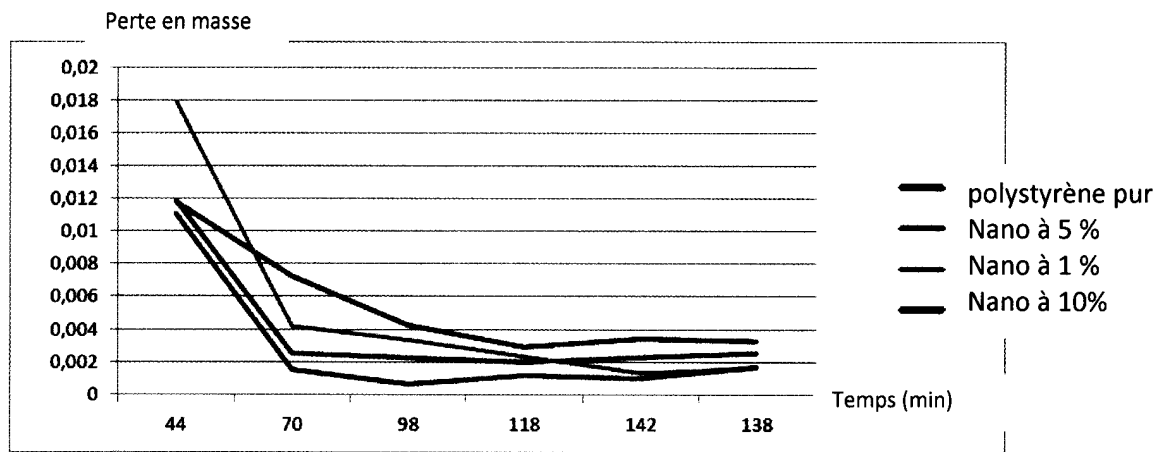


Figure 7: Evolution de la perte de masse du nanocomposite en fonction du temps sous l'effet de la lumière blanche

Point de fusion	250°C	280°C

Tableau 1: Evolution du point de fusion en fonction du pourcentage du renfort