



UNIVERSITE KASDI MARBAH OUARGLA

Faculté des Sciences appliquée

Département de Génie des Procédés

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master Académique

En

Domaine : Sciences et Technologie

Filière: Génie des Procédés

Option: Génie de l'environnement



Par :

BEKKOUCHE Fatma et BASSOU Sadia

Thème :

***Etude du comportement électrochimique d'une série
des complexes poly dentés en vue d'élaborer des
capteurs des ions Nitrates***

Soutenu publiquement

Le : 26/05/2018

Devant le jury compose de:

**Mme. ZOBEIDI Naoual
Mr. TABCHOUCHE Ahmed**

**MC Président
Mr Examineur
Encadreur
Co- Encadreur**

**UKM Ouargla
UKM Ouargla
UKM Ouargla
UKM Ouargla**

Année universitaire 2017-2018

REMERCIEMENT

Nous tenons à remercier avant tout Dieu tout puissant de nous avoir donné le courage de terminer nos études.

Nous tenons à remercier en premier lieu et très chaleureusement notre encadreur Mr. TABCHOUCHE Ahmed

Pour avoir accepté de diriger notre travail, pour ses précieux conseils, pour son esprit d'ouverture et sa disponibilité.

Grâce à lui, notre travail s'est déroulé dans les meilleures conditions.

Et également les membres de jurys qui évaluent ce travail.

Il est également très agréable de remercier toutes personnes qui nous ont aidé dans ce travail Sara , Asma ,

Sans oublier notre Département de Génie des Procédés

Fatma et Sadia

Dédicace

Je tiens à dédié ce mémoire :

A ma chère mère et mon cher père, en témoignage de leur gratitude de leurs dévouements, de leur soutien permanent durant toutes mes année d'étude, leurs sacrifices illimités, leurs réconforts moral ils ont consentant d'effort pour mon éducation, mon instruction et pour me voire atteindre ce but pour cela tout et pour ce qui ne peut être dit, Mes affections sans limite.

A mes très chères soeurs Amira et sa famille, Ibrahim , Ismail , Hosine , khodier , Soad et Nadjate ..

Et en particulier mon mari Amor.

A toute ma famille sans exception.

A mes très chères amés sur tout: Latifa, Zinebe, Nadjat ,Fahima, souhire, saada et kaouter.

Et bien sur sans oublier mon binôme Sadia.

BEKKOUCHE Fatma

Table de matière

Liste des figures.....	6
Liste des tableaux	8
Introduction	1
Chapitre I: partie théorique	
I.A : Généralités sur Pate.....	3
I.A- 1- Définition.....	3
I-A-2- Synthèse du paraffine	3
I-A-3 Propriété chimiques de paraffine	4
I-A-4 Toxicité de pate	4
La paraffine a une certaine toxicité en absorption interne particulièrement chez l'enfant. [13]	4
I-A-5 Utilisations de paraffine.....	4
I-B : Généralité des ligands base de schiff et leurs complexes correspondent.....	6
I-B-1- Caractérisation des ligands	7
I-B-1-1- Synthèse :	8
I-B-1-2- La chromatographie sur couche mince :	8
I-B-1-3- La spectroscopie infrarouge :	8
I-B-1-4- La spectrophotométrie UV-Visible :	9
I-B-2- Le complexe NI (II) base de schiff L1, Ni (II) L1. :	10
I-B-2-1- Chromatographie sur couche mince :	11
I-B-2-2 Pectroscopie infrarouge :	11
I-B-2-3- La spectrophotométrie UV-Visible :	12
I-B-3- Le complexe de cobalt base de schiff OU (Co (II) L1)	12
I-B-3-1- la chromatographie sur couche mince :	13
I-B-3-1- la chromatographie sur couche mince :	13
I-B-3-3- La spectroscopie UV-Visible:	14
I-B-4- Le complexe de fer base de schiff ou (Fe (III) Cl- L1) :	15
I-B-4-1- La chromatographie sur couche mince:	16
I-B-4-2- la spectroscopie infrarouge :	16
I-B-4-3 La spectroscopie UV-Visible :	16
I-C - Comportement Electrochimique :	17
I-C-1- Montage électrochimique:	17

I-C-1-1- Electrode de travail:	18
I-C-1-2- Electrode de référence:	18
I-C-1-3 Electrode auxiliaire:	19

Chapitre II: Partie expérimentale

II.A : Préparation du pate de charbon	20
II-A-1- Modification chimique (synthèse de la pate)	20
II-A-2- Type modification chimique	20
II-A-2-1-Modification chimique sous complexes	20
II-A-2-2-Modification chimique avec complexes	20
II-B : Préparation Electrode modifie	20
II -B-1- Préparation électrode	20
II -B-1-1- Préparation l'électrode (charbon (1)+paraffine)	21
II-B-1-2-Préparation l'électrode (charbon (2) +paraffine) :	22
II -B-1-3-Préparation l'électrode (charbon(3) + paraffine)	23
II-B-1-4- Préparation l'électrode (charbon(1)+ paraffine+complexes (Fe; Ni; Co)) :	23
II-B-1-5- Préparation l'électrode (charbon(2)+ paraffine+complexes (Fe; Ni; Co)):	24
II-B-1-6- Préparation l'électrode (charbon(3)+ paraffine+complexes (Fe; Ni; Co))	24
II.C : préparation des solutions et voltamètre cyclique	25
II-B-1 Préparation la solution de PH =7	25
II-B-1-1- Réactifs et produit chimique	25
II-B-1-2- Calcule la masse NaOH	26
II-B-1-3- calcule la masse de KH ₂ PO ₄	26
II-B-1-3-Solution de 500ppm	26
II-B-2- Voltamètre Cyclique	27
II-D- résultat et discussion	28
II-D-1- Préparation de pate	28
II-D-2- Les courbes de voltamètre Cyclique:	31
Conclusion	36
Références Bibliographiques	37

Liste des figures

Figure 1 : Paraffine	3
Figure 2: Ordre de numérotation des atomes de carbone dans la Structure des ligands synthétisés.....	6
Figure 3: Mécanisme de formation des ligands base de Schiff pentadentates.....	7
Figure 4: Structure du ligand base de Schiff L ₁	8
Figure 5: Spectre infrarouge du ligand L ₁ base de Schiff.....	9
Figure 6 : Spectre électronique du ligand L ₁ (10 ⁻⁴ M) dans chloroforme CHCl ₃	10
Figure 7: structure du complexe de nickel base de Schiff Ni(II)-L ₁	10
Figure 8: spectre IR de complexe Ni (II) L ₁	11
Figure 9: Spectre électronique du ligand L ₁ base de Schiff et son complexe Ni (II)-L ₁	12
Figure 10: structure du complexe de Cobalt base de Schiff Co (II)-L ₁	12
Figure 11: spectre infrarouge du complexe de Cobalt Co (II) L ₁ dans le KBr.	14
Figure 12: Spectre électronique du ligand L ₁ et du complexe Co (II)-L ₁ (10 ⁻⁴ M) dans le chloroforme (CHCl ₃)	15
Figure 13: structure du complexe de Fer base de Schiff Fe (III) Cl- L ₁	15
Figure 14 : spectre infrarouge du complexe de Fer Fe (III)-Cl L ₁ dans le KBr.....	16
Figure 15: Spectre électronique du ligand L ₁ et du complexe Fe (III)-Cl L ₁ (10 ⁻⁴ M) dans Chloroforme (CHCl ₃).....	17
Figure 16: schéma d'une cellule électrochimique Classiquement à trois électrodes sont utilisées .[27].....	19
Figure 17: pate de charbon.....	20
Figure 18: Electrode modifié	21
Figure 19: montage du chauffant le paraffine.....	22
Figure 20: le pourcentage utilise pour pate de charbone 1	29
Figure 21: le pourcentage utilise pour pate de charbone 2	30
Figure 22: les pourcentage utilise pour pate de charbone 3.....	31
Figure 23: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon 1 dans d'un milieu aqueux 10 ⁻¹ M KNO ₃ à pH= 7 (solution buffer) et NO ₃	31
Figure 24: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon 1 dans d'un milieu aqueux 10 ⁻¹ M KNO ₃ à pH= 7 (solution buffer) et NO ₃ + complexe	32
Figure 25: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon 1+ complexes dans d'un milieu aqueux 10 ⁻¹ M KNO ₃ à pH=7 (solution buffer) et NO ₃ + les 3 complexes	32

Figure 26: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon 2 dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 33

Figure 27: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon 2 dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 + complexe33

Figure 28: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon 2 +complexes dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 + tous les 3 complexes.....34

Figure 29: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon (3) dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 + complexe34

Figure 30: Courbe de voltamètre cyclique du 30 ppm charbon (3) dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 + les 3 complexes35

Liste des tableaux

Tableau 1: Principales bandes caractéristiques de l'IR pour le ligand L ₁	8
Tableau 2: valeurs numériques de (λ_{\max} , Absorbance (A) et ϵ_{\max}) pour le ligand L ₁ base de Schiff.....	9
Tableau 3: bandes caractéristique des complexe de Nickel (II) L ₁ base de Schiff.....	11
Tableau 4 : valeurs numériques de (\square_{\max} , Absorbance (A) et $\square \square_{\max}$) pour le complexe Ni(II)-L ₁ base des schiff et leur ligand correspond L ₁	12
Tableau 5: Principales bandes caractéristiques de l'IR attribuées au complexe Co(II)-L ₁	13
Tableau 6: valeurs numériques de (λ_{\max} , Absorbance (A) et ϵ_{\max}) pour le complexe.....	14
Tableau 7: Principales bandes caractéristiques de l'IR attribuées au complexe Fe(III)Cl- L ₁ . .	16
Tableau 8: valeurs numériques de (λ_{\max} , Absorbance (A) et ϵ_{\max}) pour le complexe Mn (II)-L ₁ base des schiff et leur ligand correspond L ₁	17
Tableau 9: Les produits et propreté :	21
Tableau 10: le pourcentage utilise pour pate de charbone 1	28
Tableau 11: le pourcentage utilise pour pate de charbone 2.....	29
Tableau 12: le pourcentage utilise pour pate de charbone 3.....	30

Charbon (3) : Biochem chemopharma

Complexe (1): complexes de Ni(II)

Complexe (2): bases de Schiff, Co(II)

Complexe (3): bases de Schiff, Fe(II)

Introduction

Introduction

La modification chimique de la surface des électrodes nécessite une connaissance particulière la construction et la fabrication de matériaux moléculaires immobilisés. Les premiers pionniers de ce le génie chimique sont Lane, Hubbard, Murray et Miller [1-2].

Depuis plus de trois décennies, une vaste recherche a été consacrée à la conception de diverses formes d'électrodes matériaux incorporant un développement important dans ce domaine. Ainsi, l'utilisation de ces électrodes modifiés chimiquement comme outils de synthèse, d'analyse, d'électrocatalyse et de détection les biomolécules se sont avérées attractives et très intéressantes [3].

Les électrodes modifiées contenant des métaux de transition en tant que sites de catalyseurs, incorporés dans de la pytalocyanine, des porphyrines, Les bases de Schiff, etc., peuvent être utilisées comme membranes électrocatalytiques pour évaluer les concentrations de plusieurs espèces. Leurs performances catalytiques ont amélioré les avantages de l'immobilisation d'une molécule appropriée pour diverses applications [4-5].

Parmi ces matériaux d'électrode actuellement utilisé en électrochimie, l'électrode en pâte de carbone a été décrite dans la littérature depuis 1958 par Adams [8]. Ce domaine de recherche a été activement développé notamment dans le fabrication de nouvelles électrodes modifiées en pâte de carbone par immobilisation composés afin d'améliorer leurs performances électrochimiques dans de nombreuses applications telles comme dans l'analyse et les capteurs électrochimiques [6-7].

Le choix de ce matériau d'électrode peut être justifié par plusieurs avantages tels que la fabrication simple et facile, pas facilement empoisonné, surface renouvelable, prix bas avec une stabilité acceptable.

Les complexes de bases de Schiff métaux de transition sont également étudiés intensivement au cours de la dernière décennies dues à leurs diverses propriétés, efficacité catalytique et leur sélectivité versus la plupart des réactions organiques.

Par conséquent, ce travail étudie l'immobilisation de Pentadentate Schiff complexe de nickel de base, greffé de manière covalente sur le squelette de polystyrène sur une électrode en pâte de carbone éviter toute lixiviation des molécules électroactives induisant une amélioration significative de la signal électrochimique. Dans ce cas, il était communément connu que la meilleure liaison dans le la conception d'électrodes modifiées est le greffage covalent de la

molécule complexe sur le solide phase soit la pâte de carbone ou tous les autres matériaux chimiquement inactifs [8,9].

Dans l'un de nos récents documents récents, le polystyrène fonctionnalisé par des complexes de base de métaux de transition Schiff était signalé pour l'élimination et le piégeage des métaux lourds [10]

En continuation de ce travail, un nouveau matériau composite est obtenu à partir de p-chloré polystyrène où l'atome de chlore était substitué par la N, N'-bisalicylidènepropylènetriamine (H2L) conduisant à la formation du matériau contenant le ligand de base de Schiff (PS-H2L).

Après coordination métallique de ce ligand, le composé attendu (PS-Ni (II) L) a été obtenu.

Ce matériau polymère contenant des sites de nickel (II) a été mélangé avec du graphite donnant un nouveau matériau composite utilisé comme électrode modifiée pour oxyder le méthanol et ses analogues illustré par le schéma suivant 1.

Ainsi, les sites catalytiques Ni (II) sont greffés de manière covalente sur l'épine dorsale du polystyrène, assurant leur non lessivage à la solution et présentant une grande stabilité pour l'électrode modifiée.

À notre connaissance, cet exemple n'a pas été signalé précédemment dans la littérature.

Il est vrai que l'électro-oxydation du méthanol a fait l'objet de nombreuses études, mais notre contribution consiste à améliorer les performances électrocatalytiques par rapport à celles de la littérature.

L'objectif de cette étude est de préparer une électrode de la pâte de carbone paraffine et de détecter les ions nitrates trouvés dans l'eau par l'électrode de travail. Étudier son comportement électrochimique, en utilisant la méthode du voltamètre cyclique afin de développer l'utilisation d'une pâte dans le domaine de l'électrochimie et l'application de cette électrode dans plusieurs domaines, (la médecine et l'environnement....)

Ce travail comporte deux chapitres et une conclusion.

Dans le premier chapitre sont données les généralités et l'étude bibliographique sur la pâte de carbone paraffine et la modification chimique de cette pâte. Caractérisation de la pâte.

Le deuxième chapitre est consacré à la préparation d'électrode modifiée et au comportement électrochimique de cette électrode.

Enfin une conclusion sera présentée pour commenter les résultats obtenus.

Chapitre I :
Parti théorique

I.A : Généralités sur Pate

I.A- 1- Définition

Le mot paraffine vient du latin parum affinis, « qui a peu d'affinité ». Il s'agit, non pas d'un distillat du raffinage du pétrole comme on peut le lire parfois, mais un produit extrait des résidus solides du pétrole d'où la dénomination de « graisse minérale » ou « graisse ozocérite ». L'extraction a lieu à basse température, avec du propane liquide additionné aux goudrons qui n'ont pas distillé lors du raffinage. La paraffine peut être également extraite du lignite, de schistes bitumineux et de la tourbe. En raison d'une demande mondiale croissante, les chercheurs et industriels essaient de développer de la paraffine d'origine végétale, à base de lipides. [11]



Figure 1 : Paraffine

I-A-2- Synthèse du paraffine

Elle fut découverte en 1830 par le chimiste allemand, Karl von Reichenbach (1788-1869). Ses propriétés lui ont permis notamment de supplanter la glycérine dans la fabrication des bougies.

Si le terme est tombé en désuétude dans le domaine de la chimie (on parle d'alcane ou hydrocarbures saturés), il persiste néanmoins dans d'autres domaines ou sciences, comme la cosmétique.

Les paraffines, car on en distingue plusieurs types, sont des alcanes, à savoir des molécules linéaires d'hydrocarbures saturés à chaîne non cyclique, et dont la formule brute est C_nH_{2n+2} ,

où la valeur de n se situe entre 18 et 32, celle de la masse molaire se situe entre 275 et 600 g/mol.[12]

On distingue les paraffines constituées d'alcanes linéaires (n-alcanes) et celles constituées d'alcanes ramifiées (iso-alcanes), soit :

les paraffines liquides ou fluides (paraffinum perliquidum), (n = 8 à 19) dont la viscosité est de 25 à 80 mPa.s ;

les paraffines huileuses ou pâteuses (paraffinum subliquidum), dont la viscosité est de 110 à 230 mPa.s ;

les paraffines solides (paraffinum solidum), cires (n = 20 à 40) dont la température de figeage (solidification) se situe entre 50 et 62 °C.

L'hydrocarbure C₃₁H₆₄ est un composant typique de la cire de paraffine. [12]

I-A-3 Propriété chimiques de paraffine

- Formule brute : C_nH_{2n+2}
- Masse molaire : entre 275 et 600 g/mol
- I-3-2- Propriétés physiques
- T fusion : 50 à 57 °C¹
- Masse volumique : 0,90 g·cm⁻³

I-A-4 Toxicité de pate

La paraffine a une certaine toxicité en absorption interne particulièrement chez l'enfant. [13]

I-A-5 Utilisations de paraffine

Industrie:

Quasiment dès sa découverte, la paraffine est utilisée au XIX^e siècle pour la conservation de la viande.

Avec le chlore, la paraffine a donné les chloroalcanes. Ceux à chaînes courtes qui étaient très utilisés, pour des raisons de toxicité, sont substitués et sont maintenant interdits.

Ceux à chaînes plus longues sont moins toxiques (C₁₄-C₁₇) et les plus longs ne sont pas toxiques: graissage du cuir; lubrifiant d'usinage; plastifiant du PVC et du caoutchouc; retardateur de flamme de certains textiles; imperméabilisants; mastics et peintures.

Les paraffines sont utilisés dans la fabrication d'allume-feu pour barbecue. La paraffine solide est employée pour imperméabiliser le papier (alternative à la gomme sandaraque) et pour les panneaux de bois de construction hydrofuges (OSB3 et 4 par exemple). [14]

Médecine:

- En usage interne, la paraffine liquide est employée depuis le xix^e siècle comme laxatif
- En usage externe, elle entre dans la composition de nombreuses préparations dermatologiques et cosmétiques, en qualité d'excipient ou comme émollient.
- L'huile de paraffine est utilisée comme bouillotte médicale.
- Mélangée à des argiles boueuses, utilisation à des fins paramédicales et thérapeutiques.

Art

- Peintures, crayons de couleur et cire à colorier.

Utilisation à des fins photographiques, notamment l'explosion de paraffine au contact de l'eau⁴. [14]

Sport:

- Utilisation comme fart, revêtement spécifique appliqué sous les skis ou les planches à neige afin d'en améliorer soit le glissement soit l'adhérence.
- Utilisée comme anti-dérapant sur la surface des planches de surf (wax) alimentaire utilisée dans la transformation des produits alimentaire. De façon plus particulière est servent :
- De protection contre la rouille et la corrosion pour les couteaux et les tables de coupe utilisée pour préparer les aliments
- D'agents de démoulage pour les moules et les plaques de four
- De plastifiants
- D'enduits résistant à l'humidité pour les matériaux de conditionnement des aliments
- De dépoussiérants
- D'agent nettoyant pour l'acier inoxydable

Elle sert aussi de conservateur alimentaire dans les confitures. Elle est également utiliser pour les confiseries pour son effet brillant et antiadhésif. [14]

I-B : Généralité des ligands base de schiff et leurs complexes correspondent

Nous avons procédé à la préparation de trois ligands pentadentates et leurs complexes de Ni(II)- bases de Schiff, Co(II)- bases de Schiff, Fe(II)- bases de Schiff selon la méthode proposée par Coleman et Coll. [15] et dont les structures sont schématisés ci-dessous .

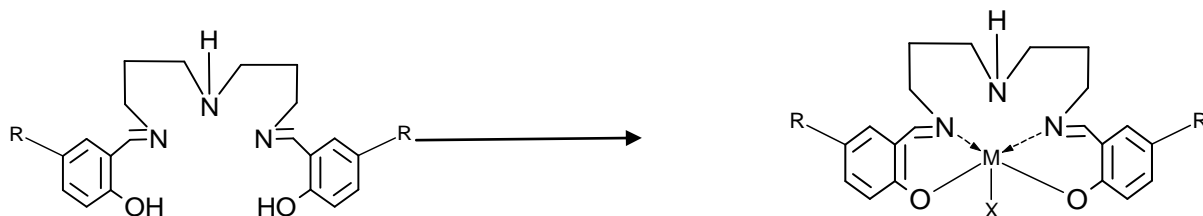


Figure 2: Structure des ligands et complexes synthétisés.

Tableau 1 : Structure des ligands et complexes synthétisés.

	Ligand	M (metal)	X	Sels métalliques	Complexe base de schiff
R= H	L ₁	M = Fe	X = Cl	Fe (Cl) ₃ .6H ₂ O	Fe(III)-L ₁
		M = Co	X = -	Co(OAc) ₂	Co (II)-L ₁
		M = Ni	X = -	Ni(OAc) ₂ .4H ₂ O	Ni (II)-L ₁

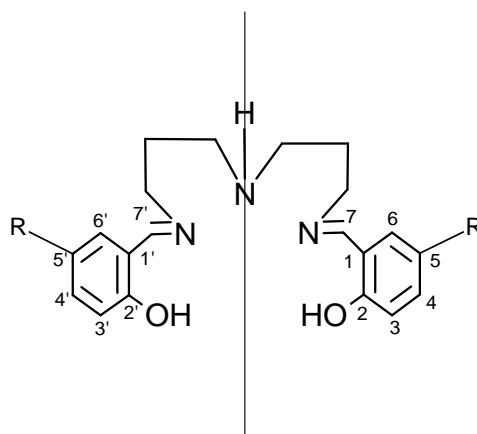


Figure 3: Ordre de numérotation des atomes de carbone dans la Structure des ligands synthétisés.

La réaction d’addition de l’amine Bis (3-aminopropylamine) sur les salicylaldéhydes utilisés a été réalisée suite à une attaque nucléophile sur le carbonyle du salicylaldéhyde suivie par la transposition d’un hydrogène à partir de l’azote, cet intermédiaire libère par la suite une molécule d’eau selon la séquence réactionnelle suivante [16] :

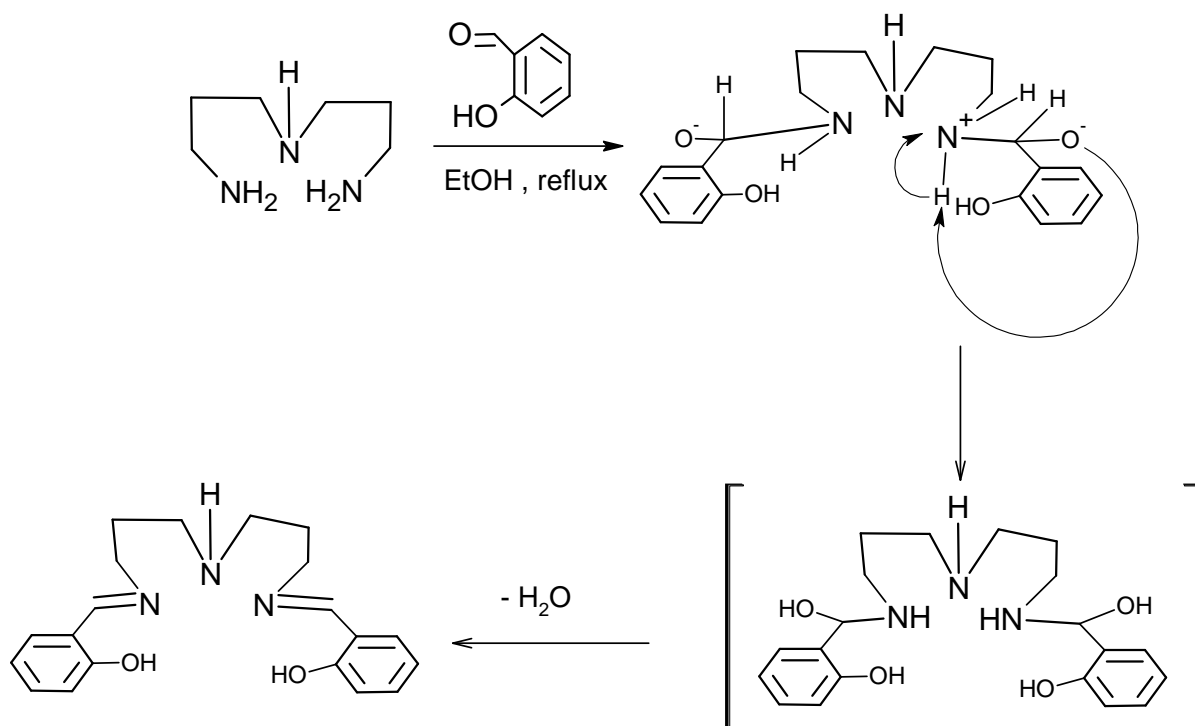
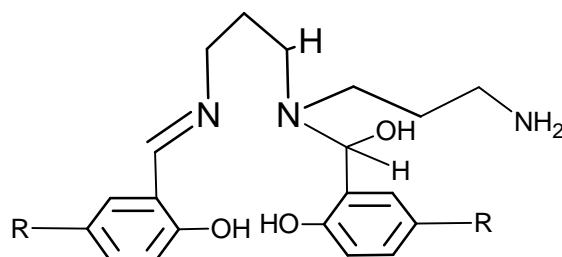


Figure 4: Mécanisme de formation des ligands base de Schiff pentadentates.

En théorie, cette réaction pourrait fournir une autre forme de ligand selon le même mécanisme déjà mentionné sans pour autant libérer totalement l'eau de la molécule. Ce ligand non désiré est réalisable seulement si les sites électrophiles des deux salicylaldéhydes utilisés sont attaqués par les groupements (NH) et (NH₂).

Le ligand attendu dans ce cas est :

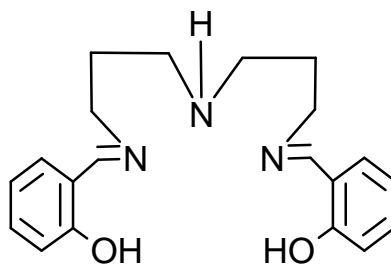


En fait ce produit, dans le brut réactionnel obtenu, n'a pas été observé. Par ailleurs, les travaux rapportés dans la littérature sur la réalisation de ce type de ligands n'ont jamais mentionné la présence de ces sous produits.

I-B-1-Characterisation des ligands

Le ligand (L₁) base de Schiff N, N'-bis-(salicylidène) bis-(3-aminopropylamine)

M= 339 g/mole

Figure 5: Structure du ligand base de Schiff L₁.**I-B-1-1-Synthese :**

On dissout 1mmole (0.131g) de bis (3-aminopropyl) amine dans 5ml de éthanol absolu, que l'on place dans un ballon de 100 ml à trois tubulures. Cette solution est soumise à une agitation magnétique. Ensuite, on ajoute 0.244g (2mmole) d'aldéhyde salicylique dissout dans 10ml de éthanol absolu. Avec une pipette pasteur on l'ajoute goutte à goutte au diamine. Dès que le contact des deux composés est réalisé, on observe une coloration jaune. Ensuite, le montage est porté au reflux pendant une heure. Après on élimine l'éthanol par évaporation sous pression réduite. Ainsi le ligand résultant est obtenu sous forme d'une huile visqueuse de couleur jaune. Le rendement de la réaction a été estimé à 74%.

I-B-1-2- La chromatographie sur couche mince :

La pureté du ligand L₁ a été contrôlée par chromatographie sur couche mince (C.C.M) en utilisant des plaques en gel de silice, l'éluant étant un mélange dichlorométhane / méthanol avec un rapport de 9 / 1 (V / V), une tache jaune concentrée relative au ligand L₁ est observée avec facteur de rétention de 0,58.

I-B-1-3- La spectroscopie infrarouge :

Le spectre du ligand L₁, expose les principales bandes caractéristiques de vibration représentées au niveau du (Tableau I.3). Une large bande d'intensité moyenne dans l'intervalle de 3338-3580 dû à la liaison intramoléculaire (OH.. . NH). La vibration de groupe azométhine du ligand L₁ est observée à 1632 nm. [17].

Tableau 2: Principales bandes caractéristiques de l'IR pour le ligand L₁.

Fonction	Bande d'absorption $\nu(\text{cm}^{-1})$	Intensité
NH, OH	3330	M
CH aromatique	3050	F
CH aliphatique	2934	M
C=N	1632	F
C=C	1580	M
C-N	1460	M
C-O	1149	M

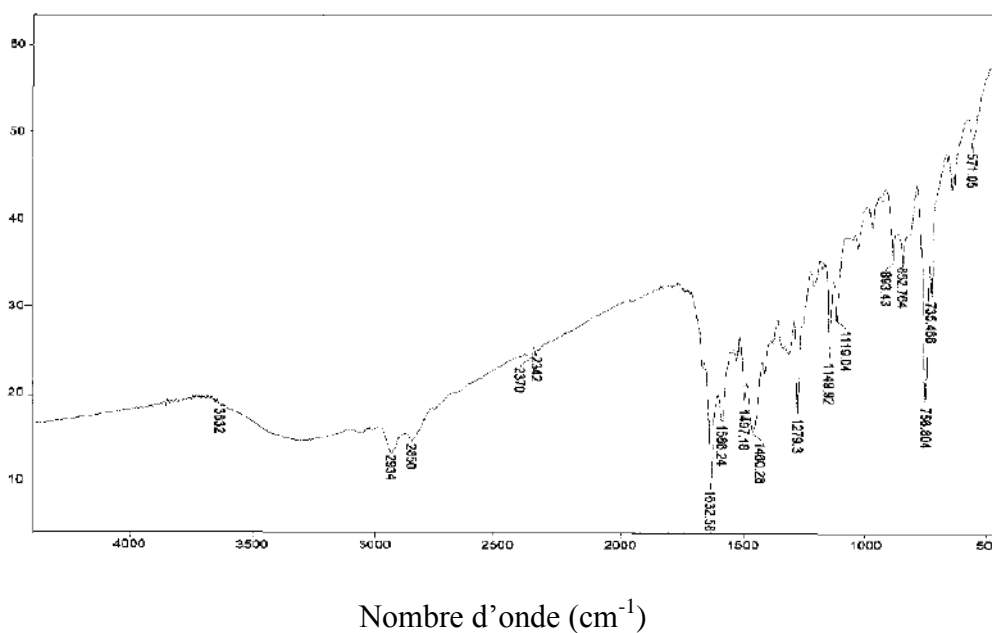


Figure 6: Spectre infrarouge du ligand L_1 base de Schiff.

I-B-1-4- La spectrophotométrie UV-Visible :

L'étude de la spectrophotométrie ultraviolette a montré une bande d'absorption large de groupe azométhine (C=N) à 314 nm [18], qui caractérise le ligand L_1 dont l'absorbance est de ($A=1.070$) est ce qui est montré au niveau de la figure .

Tableau 3: valeurs numériques de (λ_{\max} , Absorbance (A) et ϵ_{\max}) pour le ligand L_1 base de Schiff.

	λ_{\max} nm	Absorbance	ϵ_{\max} (mole ⁻¹ L cm ⁻¹)
Ligand L_1	316	1.070	10700

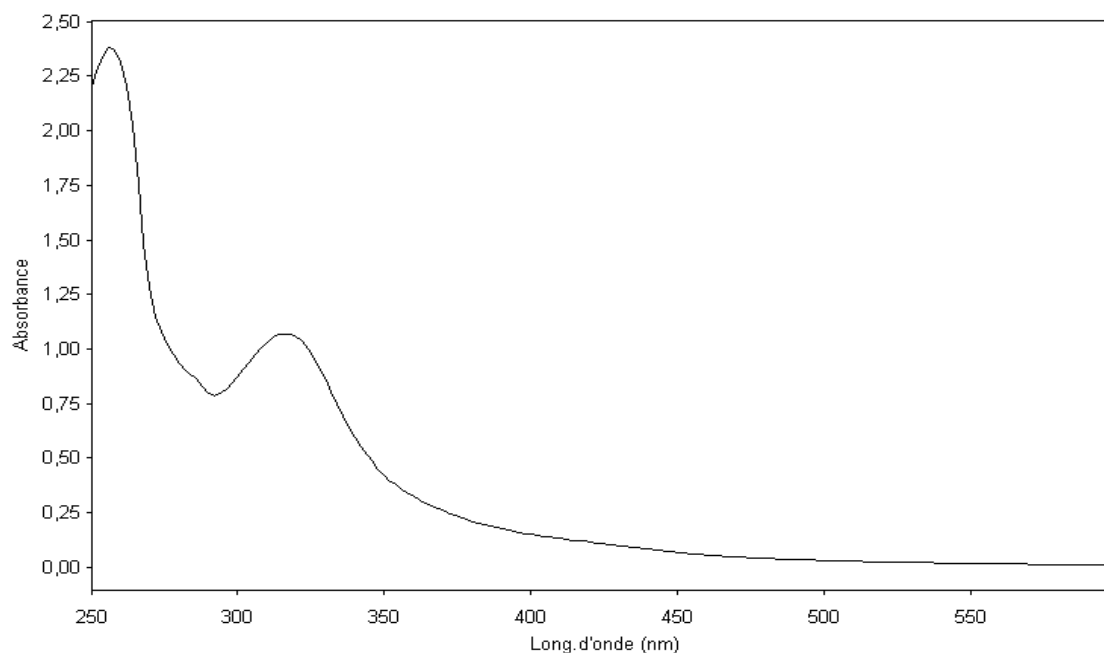


Figure 7 : Spectre électronique du ligand L_1 ($10^{-4}M$) dans chloroforme $CHCl_3$.

I-B-2- Le complexe NI (II) base de schiff L_1 , Ni (II) L_1 :

$$M = 395 \text{ g/mole}$$

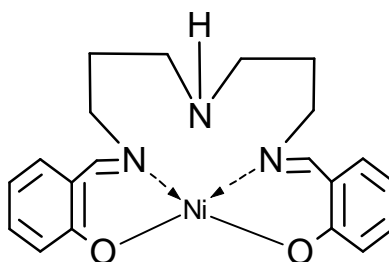


Figure 8: structure du complexe de nickel base de Schiff $Ni(II)-L_1$

Synthèse :

On dissout 1mmole (0.131g) de bis(3-aminopropyl)amine dans 5ml de éthanol absolu, que l'on place dans un ballon de 100 ml à trois tubulures. Cette solution est soumise à une agitation magnétique. Ensuite, on ajoute 0.244g (2mmole) de aldéhyde salicylique dissout dans 10ml de éthanol absolu Avec une pipette pasteur on l'ajoute goutte à goutte au diamine, après 4 h, on ajoute goutte à goutte un 1mmoles (0.248g) de $Ni(OAc)_2 \cdot 4H_2O$, il y a coloration verte de solution, on met le système au reflux pendant 4h. Après on filtre le précipité vert, et on le met dans le dessiccateur, le produit obtenu sous forme des cristaux verts clairs est de rendement 95.3 %.

I-B-2-1- Chromatographie sur couche mince :

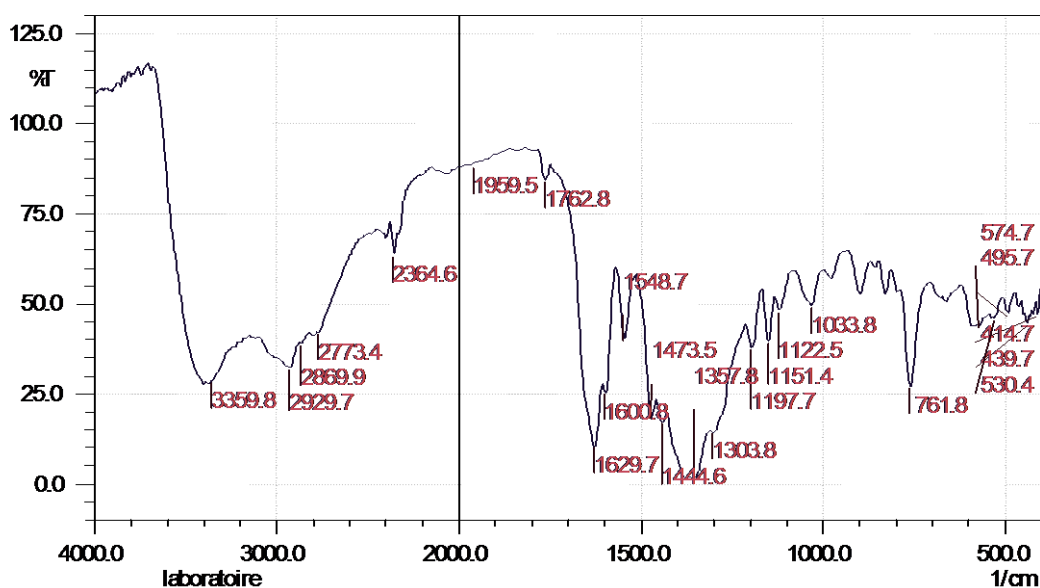
La chromatographie sur couche mince effectuée en utilisant le même éluant précédent, nous a permis d'évaluer la valeur du facteur frontal à 0,39 de la tache verte relative au complexe Ni (II) L₁.

I-B-2-2 Pectroscopie infrarouge :

Le spectre infrarouge représenté dans la figure, montre les principales bandes caractéristiques de Ni (II) L₁. La bande de groupe azométhine (1629 cm⁻¹) est déplacé vers les fréquence les plus basses, du à la coordination du doublet d'électrons libres de l'atome d'azote à l'ion métallique. Ainsi la bande de (C-O) a subi un déplacement vers les nombres d'ondes les plus élevés (1304cm⁻¹) par apport au ligand (1149cm⁻¹) comme nous l'avons montré dans l'étude de complexe de manganèse Mn (III) L₁. [19]

Tableau 4: bandes caractéristique des complexe de Nickel (II) L₁ base de Schiff.

Fonction	Bande d'absorption $\nu(\text{cm}^{-1})$	Intensité
NH	3359.8	M
CH aliphatique	2929.7	F
C=N	1629	M
C=C	1548.7	M
C-O	1304	F



Nombre d'onde

Figure 9: spectre IR de complexe Ni (II) L₁.

I-B-2-3- La spectrophotométrie UV-Visible :

La complexation de l'ion Nickel par le ligand L_1 est confirmée par la disparition de la bande d'absorption qui apparaît vers 314nm ($\epsilon=2.146$) attribuée au ligand L_1 et la formation d'une autre bande d'absorption localisée à 364nm ($A =0.642$), permet de déduire que la coordination du ligand L_1 avec le Nickel [20] .

Tableau 5 : valeurs numériques de λ_{\max} , Absorbance (A) et ϵ_{\max} pour le complexe Ni(II)- L_1 base des schiff et leur ligand correspond L_1 .

	λ_{\max} (nm)	Absorbance	ϵ_{\max} (mole ⁻¹ L cm ⁻¹)
Complexe Ni(II)- L_1	364	0.642	6420
Ligand L_1	316	1.070	10700

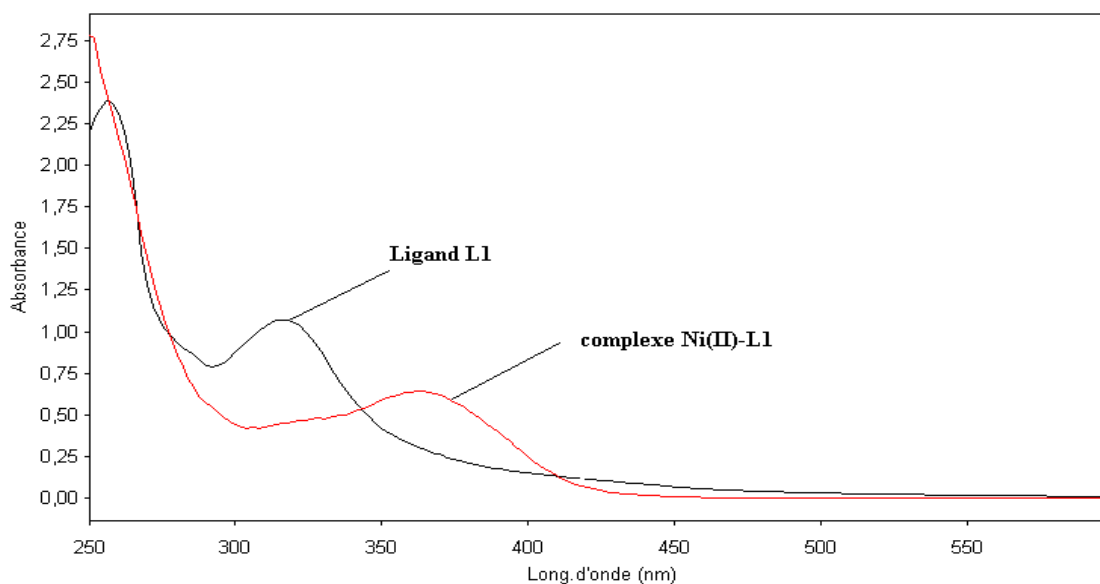


Figure 10: Spectre électronique du ligand L_1 base de Schiff et son complexe Ni (II)- L_1 .
($10^{-4}M$) dans le $CHCl_3$

I-B-3- Le complexe de cobalt base de schiff OU (Co (II) L1)

$M = 396$ g/mole

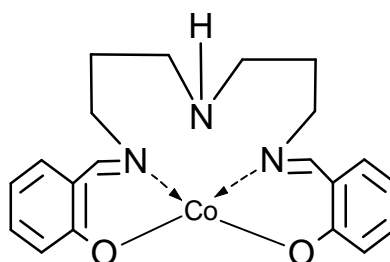


Figure 11: structure du complexe de Cobalt base de Schiff Co (II)- L_1

SYNTHESE :

On dissout (0.131g) de bis(3-aminopropyl)amine dans 5ml de éthanol absolu, et on met dans un ballon tricolore sous agitation, après on dissout (2mmole, 0.244 g) de aldéhyde salicylique dans 10ml de éthanol absolu, avec une pipette pasteur on l'ajoute goûte à goûte au diamine, on met le système au reflux sous atmosphère d'azote, après 1h, on ajoute goûte à goûte un 1mmoles (0.396 g) de Co (OAC)₂, il y a coloration marron de solution , on met le système au température ambiante 3h. Après on filtre le précipite marron, et on le met dans le dessiccateur, le produit obtenu de rendement 99.24 %.

I-B-3-1- la chromatographie sur couche mince :

En utilisant le même éluant précédent, La valeur facteur de rétention attribuée au complexe Co (II) L₁ est de 0,45

I-B-3-1- la chromatographie sur couche mince :

Le spectre infrarouge du complexe de Cobalt Co (II)L₁ montre un déplacement de la bande de groupement azométhyne (C=N) 1628 cm⁻¹ et vers les fréquences les plus basse par rapport au ligand L₁(C=N) 1636 cm⁻¹. Par contre la fréquence de la liaison C-O est déplacée vers les nombres d'ondes les plus élevés 1310 cm⁻¹, cela vient de la coordination de l'atome d'azote de groupe azométhyne au Cobalt. [21]

Tableau 6: Principales bandes caractéristiques de l'IR attribuées au complexe Co(II)-L₁.

Fonction	Bande d'absorption ν (cm ⁻¹)	Intensité
NH	3431.1	M
C-H aromatique	2854.4	F
C-H aliphatique	2925.8	F
C=N	1628	F
C=C	1541	M
C-O	1310	M

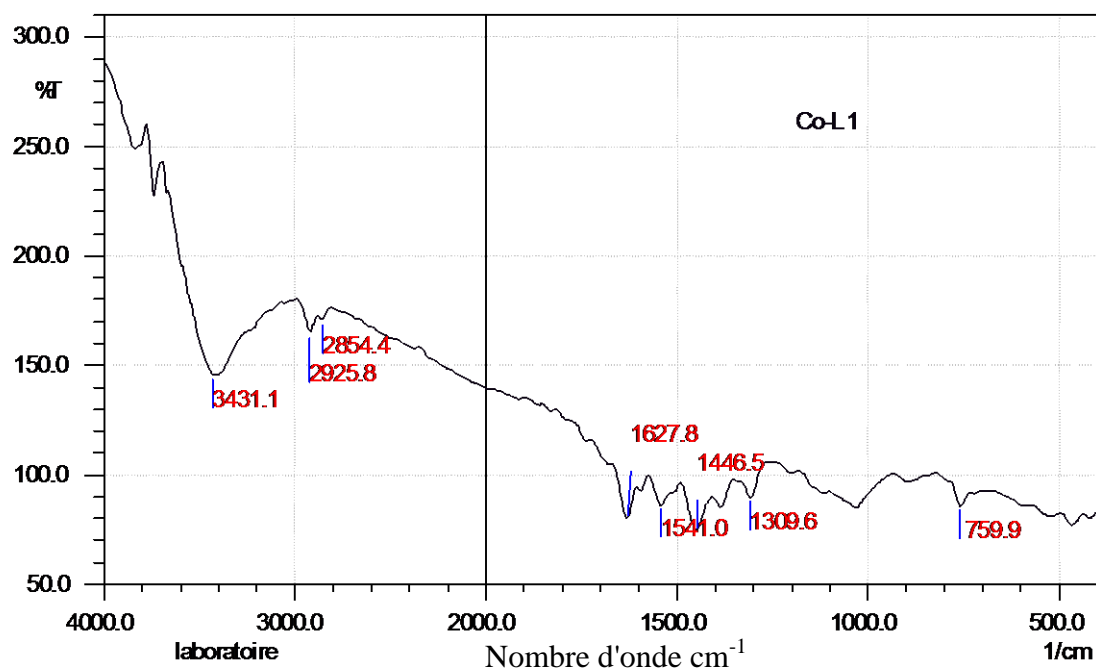


Figure 12: spectre infrarouge du complexe de Cobalt Co (II) L₁ dans le KBr.

I-B-3-3- La spectroscopie UV-Visible:

La disparition de la bande d'absorption $\lambda_{\max} = 316\text{nm}$, $A = 1.435$) de la fonction imine (C=N) attribuée au ligand L₁ et l'apparition d'une autre bande d'absorption localisée à ($\lambda_{\max} = 378\text{nm}$, $A = 0.406$), permet de déduire la complexation du L₁ en présence de Cobalt comme cela est élucidé dans la Figure .[22]

Tableau 7: valeurs numériques de (λ_{\max} , Absorbance (A) et ϵ_{\max}) pour le complexe

Co (II)-L₁ base des schiff et leur ligand correspond L₁.

	λ_{\max} (nm)	Absorbance	ϵ_{\max} (mole ⁻¹ L cm ⁻¹)
Complexe Co(II)-L ₁	378	406	4060
Ligand L ₁	314	1.070	10700

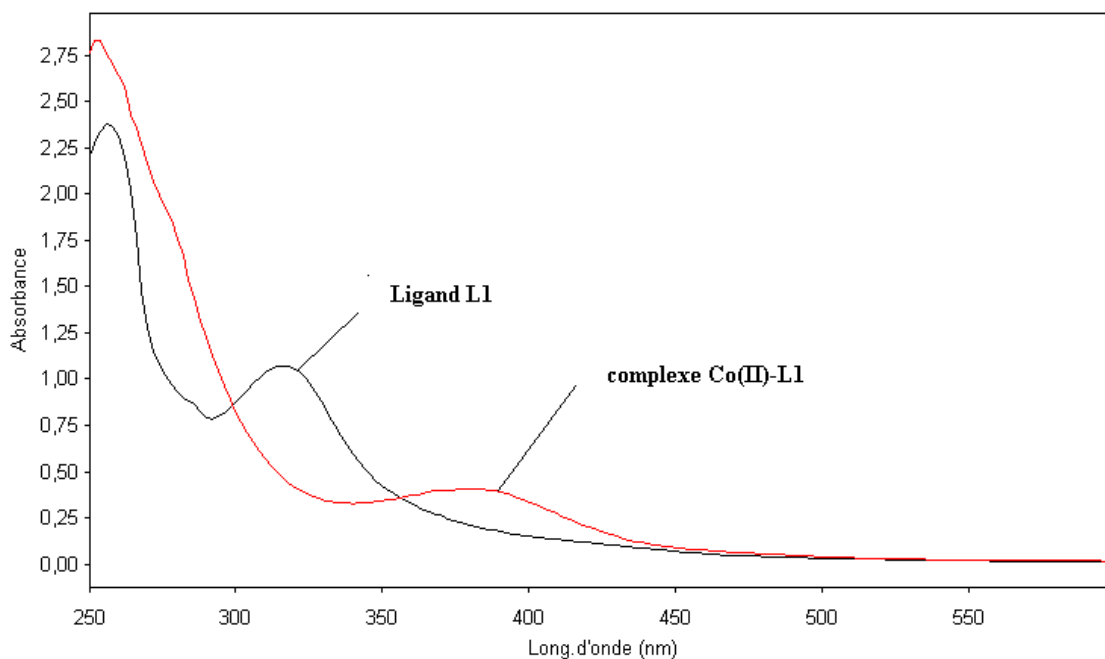


Figure 13: Spectre électronique du ligand L_1 et du complexe $Co(II)-L_1$ ($10^{-4}M$) dans le chloroforme ($CHCl_3$)

I-B-4- Le complexe de fer base de schiff ou (Fe (III) Cl- L_1) :

$M = 393$ g/mole

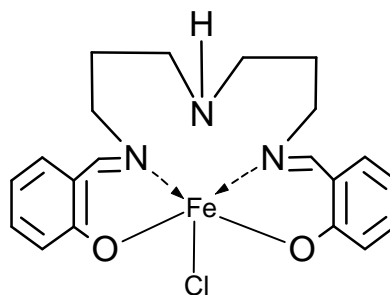


Figure 14: structure du complexe de Fer base de Schiff $Fe(III) Cl- L_1$

Synthèse :

On dissout (0.131g) de bis(3-aminopropyl)amine dans 5ml de éthanol absolu, et on met dans un ballon terricole sous agitation, après on dissout (2mmole, 0.244g) de aldéhyde salicylique dans 10ml de éthanol absolu, avec une pipette pasteur on l'ajoute goûte à goûte au diamine, on met le système au reflux sous atmosphère d'azote, après 1h, on ajoute goûte à goûte un 1mmoles (0.433 g) de $Fe(Cl)_3, 6H_2O$, il y a coloration violette de solution, on met le système au reflux pendant 3h. Après on filtre le précipité violette, suivi par une lavage avec le méthanol et on le met dans le dessiccateur, le produit obtenu de rendement 93.26 %.

I-B-4-1- La chromatographie sur couche mince:

En utilisant le même éluant précédent, La valeur facteur de rétention attribuée au complexe Fe (III)-Cl L₁ est de 0,38

I-B-4-2- la spectroscopie infrarouge :

Le spectre infrarouge du complexe de Fer Fe (III)-Cl L₁ voir figure (II.32), montre un déplacement de la bande de groupement azométhynique 4(C=N) 1628 cm⁻¹ et vers les nombres d'ondes les plus bas par rapport au ligand L₁ 1636 cm⁻¹. Par contre la fréquence de la liaison C-O est déplacée vers les nombres d'ondes les plus élevées 1304 cm⁻¹, cela vient de la coordination de l'atome d'azote de groupe azométhynique avec le métal de Fer. [23].

Tableau 8: Principales bandes caractéristiques de l'IR attribuées au complexe Fe(III)Cl- L₁.

Fonction	Bande d'absorption ν (cm ⁻¹)	Intensité
NH	3391	M
C-H aromatique	2847	F
C-H aliphatique	2926	M
C=N	1628	F
C=C	1535.	M
C-O	1304	M

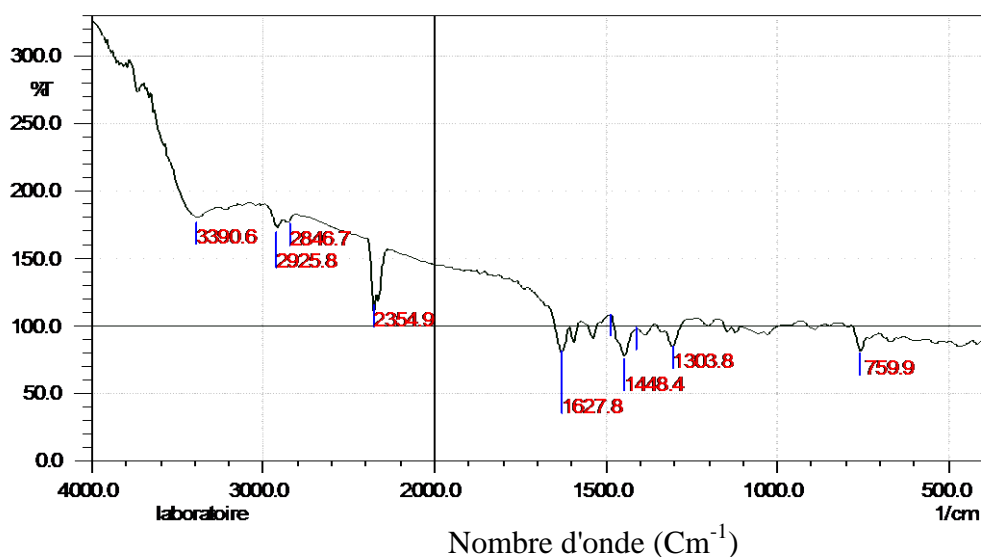


Figure 15 : spectre infrarouge du complexe de Fer Fe (III)-Cl L₁ dans le KBr.

I-B-4-3 La spectroscopie UV-Visible :

Le spectre électronique montre, la disparition de la bande d'absorption 316 nm ($\epsilon = 1.435$) de la fonction imine (C=N) attribuée au ligand L₁ et l'apparition d'une autre bande d'absorption

localisée à ($\lambda_{\max} = 378\text{nm}$, $A=0.406$)[24], permet de déduire la complexation du L_1 en présence de Fer comme cela est élucidé dans la Figure.

Tableau 9: valeurs numériques de (λ_{\max} , Absorbance (A) et ϵ_{\max}) pour le complexe Mn (II)- L_1 base des schiff et leur ligand correspond L_1 .

	(λ_{\max} (nm))	Absorbance	(ϵ_{\max} ($\text{mole}^{-1} \text{L cm}^{-1}$))
Complexe de Fe(III)Cl- L_1	378	0.406	4060
Ligand L_1	316	2.146	21460

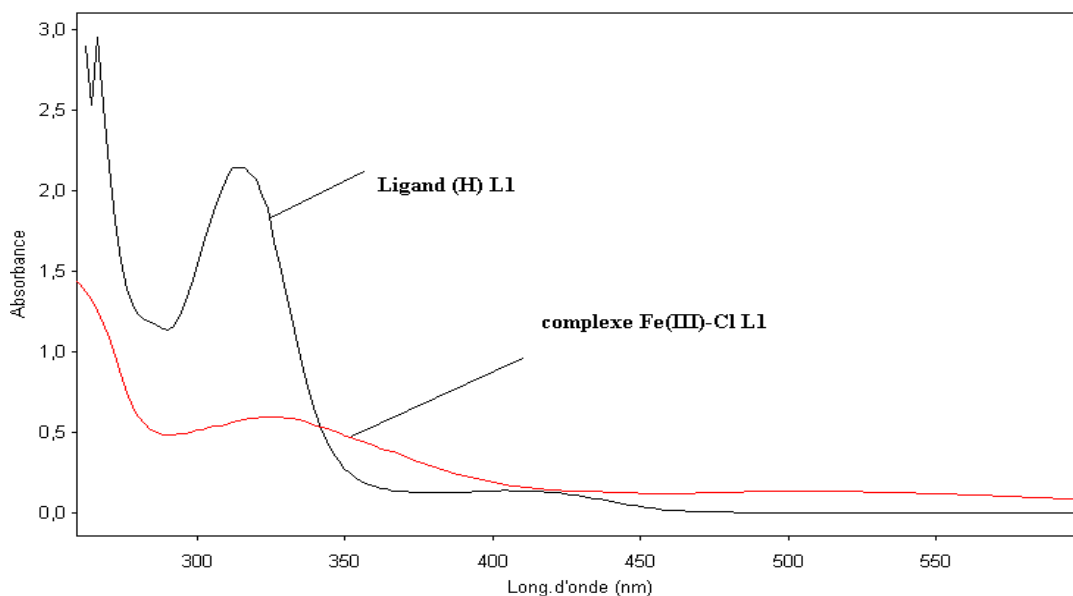


Figure 16: Spectre électronique du ligand L_1 et du complexe Fe (III)-Cl L_1 (10^{-4}M) dans Chloroforme (CHCl_3)

I-C - Comportement Electrochimique :

I-C-1- Montage électrochimique:

L'analyse électrochimique a été effectuée en utilisant un Potentiostat/galvano stat de type PGZ 301 (figure IV.1), ce qui permet d'imposer ou varier un potentiel sur l'électrode de travail qui représente l'acier au carbone XC70 et donc la mesure du courant circulant entre l'électrode de travail et le contre courant, associé avec un micro ordinateur et piloter par le logiciel Voltalab 4.

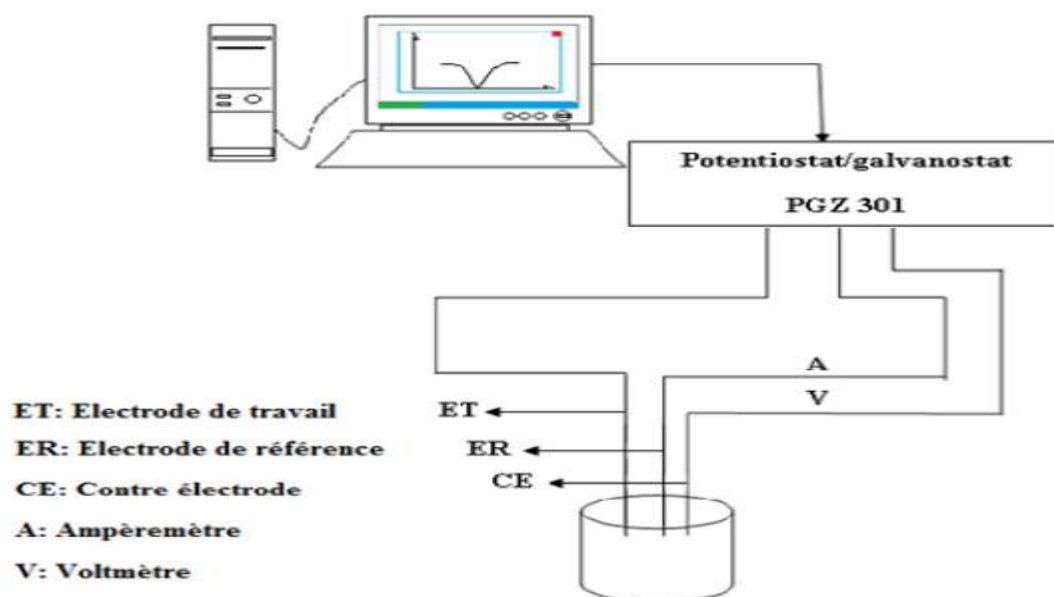


Figure I.C.1: Montage potentiostatique d'un système électrochimique [25]

I-C-1-1- Electrode de travaille:

Il est que nous allons étudier la possibilité de conductivité protonique dans sous travaille .il est fabriqué de 4 qualité (carbone1+paraffine), (carbone2+paraffine),(carbone3+paraffine),(la pate de carbone +paraffine +complexes)

I-C-1-2- Electrode de référence:

Celle la plus souvent utilisée en laboratoire est saturée en Chlorure de Potassium KCl. Elle est immergée dans une allonge qui communique avec l'électrolyte de la cellule par L'intermédiaire d'une fritte.



Figure I.C.2: Electrode de référence au calomel saturé. [26]

I-C-1-3 Electrode auxiliaire:

Assure le passage du courant électrique dans la solution (la pile) et sa mesure.

Elle est usuellement en platine (surface active 31.4mm²).



Figure I.C. 3 : Electrode auxiliaire de platine. [26]

Dans la présente étude on utilise la cellule électrochimique en verre pyrex à double paroi munie d'un couvercle à cinq ouvertures rodées, permettant de placer d'une façon fixe et reproductible les différentes électrodes.

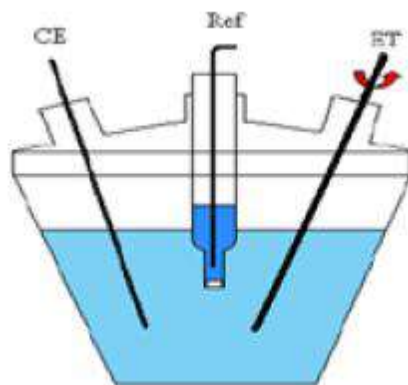


Figure 17: schéma d'une cellule électrochimique Classiquement à trois électrodes sont utilisées .[27].

Chapitre II :
Partie expérimentale

II.A : Préparation du pate de charbon

II-A-1- Modification chimique (synthèse de la pate)

on utilisent pourcentage de carbone et pourcentage de paraffin , obtenons une pate homogène et conductivité .

II-A-2- Type modification chimique

Nous avons deux types de modification chimique de la pate carbone paraffine :

II-A-2-1-Modification chimique sans complexes

Peser quantité de carbone ajoute de paraffine puis mélangée bien a l'aide de l'agitateur magnétique et puis laisser le mélange reposée pour la précipitation , finalement obtenir la pate de carbone paraffine.

II-A-2-2-Modification chimique avec complexes

Modification de la pate carbone paraffine à été réalisée selon la méthode adaptée de la littérature de la pate a été placé dans un verre monter, le mélange chauffer 24h à 25°C .



Figure 18: pate de charbon

II-B : Préparation Electrode modifie

II -B-1- Préparation d'électrode

Préparation une injection et mettez un crayon dans cette injection et remplir le vide par le coton à sous forme



Figure 19: Electrode modifié

Pour préparer l'électrode nous avons besoin des produits suivants et sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 10: Les produits et propriétés :

Propriété / Réactifs	Charbon active (1)	Charbon actif(2)	Charbon actif (3)	Paraffine
Formule brute		/	/	C_nH_{2n+2}
Masse molaire $M(g/mol)$		$T^{\circ}ébullition$ $^{\circ}C$	/	/
$T^{\circ}fusion$ $^{\circ}C$		/	/	50à57
Solubilité	/	/	/	Ether-chloroforme
Densité	/	/	/	/
L'état physique	Solide	Solide	Solide	Solide
Couleur	Noire	Noire	Noire	Blanche
La marque	/	/	Biochem chemopharma	Riedel-dehaén

II -B-1-1- Préparation d'électrode (charbon (1)+paraffine)

- On remplit le fond de la seringue par la pâte et utilise la paraffine comme solvant
- Répéter le travail pour toutes les qualités de pâte .

➤ **Mode opératoire :**

Nous avons travaillé avec de nombreux pourcentages de carbone et de paraffine pour obtenir une pâte de mélange très cohérente et nous avons acquis le bon pourcentage : 65% de paraffine et 35% de carbone comme ça :

- Mélange : 100%
- Paraffine : 65 %
- Charbon (1) : 35 %

II-B-1-2-Préparation d'électrode (charbon (2) + paraffine) :

➤ **Matériels :**

Plaque chauffante ; spatule ; balance analytique ; verre de montre

➤ **Mode opératoire:**

Nous prenons une quantité de 1g de mélange de carbone + paraffine

Nous avons essayé beaucoup de pourcentages de PVC et de paraffine pour obtenir une pâte de mélange très cohérente et nous avons acquis le bon pourcentage : 47% de paraffine et 53% de carbone comme suit :

- Mélange : 100%
- Paraffine : 47 %
- Charbon (2) : 53 %

Peser la quantité de paraffine $m = 0.47$ puis chauffer cette quantité à l'aide d'une plaque chauffante comme le montage suivant :



Figure 20: montage du chauffage de la paraffine

Jusqu'à ce qu'il devienne la paraffine est liquide et ajoutée la quantité se carbone $m_2=0.53g$ agitée bien jusqu'à obtenir une pâte pour rempliée le fonde de la seringue même toucher le file dans l'électrode

II –B-1-3-Préparation l'électrode (charbon(3) + paraffine)

➤ **Matériels :**

Plaque chauffons-spatul- balance analytique- verre de montre

➤ **Mode opératoire :**

Nous prenons quantité de 1g de mélange charbon (3) +paraffine.

Nous avons essayé beaucoup de pourcentage de carbone et paraffine pour obtenir une pâte de mélange est très cohérent et nous avons acquis le bon pourcentage est 52⁰/₀ paraffine et et

48⁰/₀ charbon (1) comme ça :

- Mélange = 100⁰/₀
- Paraffine =52⁰/₀
- Charbon (3) =48⁰/₀

Peser la quantité de paraffine $m_1=0.52g$ puis chauffée cette quantité à l'aide de plaque chouffant

Jusqu'à ce qu'il devienne la paraffine est liquide et ajoutée la quantité se carbone $m_3=0.48g$ agitée bien jusqu'à obtenir une pâte pour rempliée le fonde de la seringue même toucher le file dans l'électrode .

II-B-1-4- Préparation l'électrode (charbon(1)+ paraffine+complexes (Fe; Ni; Co)) :

➤ **Matériels:**

Plaque chauffons-spatul- balance analytique- verre de montre

➤ **Mode opératoire**

Nous prenons quantité de 100mg de mélange charbon (1) +paraffine.

Nous avons essayé beaucoup de pourcentage de carbone et paraffine pour obtenir une pâte de mélange est très cohérent et nous avons acquis le bon pourcentage est 65⁰/₀ paraffine et 30⁰/₀ charbon (1) et 5⁰/₀ de chaque complexes comme ça :

- Mélange 100⁰/₀
- Paraffine = 65⁰/₀

- Charbon (2) = 30 %
- Complexes = 5 %

Peser la quantité de paraffine $m_1=0.65\text{g}$ puis chauffée cette quantité à l'aide de plaque chauffant Jusqu'à ce qu'il devienne la paraffine est liquide et ajoutée la quantité se carbone $m_2=0.30\text{g} + 0.05\text{g}$ de chaque complexes agitée bien jusqu'à obtenir une pâte pour rempliée le fonde de la seringue même toucher le file dans l'électrode .

II-B-1-5- Préparation l'électrode (charbon(2)+ paraffine+complexes (Fe; Ni; Co)):

➤ Matériels :

Plaque chauffons-spatul- balance analytique- verre de montre

➤ Mode opératoire :

Nous prenons quantité de 100mg de mélange charbon (2) +paraffine.

Nous avons essayé beaucoup de pourcentage de carbone et paraffine pour obtenir une pâte de mélange est très cohérent et nous avons acquis le bon pourcentage est 47% paraffine et 42 % charbon (2) et 5 % de chaque complexes comme ça :

- Mélange = 100%
- Paraffine = 47 %
- Charbon (2) = 48 %
- Complexse = 5 %

Peser la quantité de paraffine $m_1=0.47\text{g}$ puis chauffée cette quantité à l'aide de plaque chouffant

Jusqu'à ce qu'il devienne la paraffine est liquide et ajoutée la quantité se carbone $m_2=0.48\text{g} + 0.05\text{g}$ de chaque complexes agitée bien jusqu'à obtenir une pâte pour rempliée le fonde de la seringue même toucher le file dans l'électrode .

II-B-1-6- Préparation l'électrode (charbon(3)+ paraffine+complexes (Fe; Ni; Co))

Matériels:

Plaque chauffons-spatul- balance analytique- verre de montre

➤ Mode opératoire :

Nous prenons quantité de 1g de mélange charbon (3) +paraffine.

Nous avons essayé beaucoup de pourcentage de carbone et paraffine pour obtenir une pâte de mélange est très cohérent et nous avons acquis le bon pourcentage est 52⁰/₀ paraffine et 42⁰/₀ charbon (3) et 5⁰/₀ de chaque complexes comme ça :

- Mélange = 100⁰/₀
- Paraffine = 52⁰/₀
- Charbon (3) = 42⁰/₀
- Complexes = 5⁰/₀

Peser la quantité de paraffine $m_1=0.52g$ puis chauffée cette quantité à l'aide de plaque chauffant Jusqu'à ce qu'il devienne la paraffine est liquide et ajoutée la quantité de carbone(3) $m_2=0.42g +0.05g$ de chaque complexes agitée bien jusqu'à obtenir une pâte pour remplie le fonde de la seringue même toucher le file dans l'électrode.

II.C : préparation des solutions et voltamètre cyclique

II-B-1 Préparation la solution de PH =7

II-B-1-1- Réactifs et produit chimique

Toute étude électrochimique impose que le milieu formé par le solvant et l'électrolyte support présente un domaine d'électro activité le plus large possible et une bonne conductivité.

Pour la préparation des solutions électrolytiques, on utilise les produits chimiques suivants:

Les solutions sont préparées avec de l'eau distillée(l'eau distillée utilisée une obtenais d'un opération de distillation).

Puisque les produits étudiés sont solubles dans l'eau, nous avons choisi l'eau distillée comme solvant qui répond à la plupart des applications quotidiennes.

L'électrolyte support est un sel ajouté en grande quantité dans une solution pour rendre négligeable le courant de migration des espèces électroactives étudiées. Toutes les expériences sont réalisées à température ambiante (25) Chaque mesure est répétée trois fois, la moyenne est calculée et présentée, les solutions isolant par papier Aluminium pour éviter la dégradation de monomère.

- La solution a été préparée à partir de deux composants:

II-B-1-2- Calcule la masse NaOH

$$m = C \cdot V_T \cdot M$$

$$= 0.1 \cdot 100 \cdot 10^{-3} \cdot 40 = 0.1164 \text{g}$$

$$98\% \longrightarrow 100$$

$$0.1164 \longrightarrow x$$

$$m_{\text{NaOH}} = 0.4082 \text{g}$$

II-B-1-3- calcule la masse de KH₂PO₄

$$m = C \cdot V_T \cdot M$$

$$= 0.1 \cdot 100 \cdot 10^{-3} \cdot 136.09$$

$$99.5\% \longrightarrow 100$$

$$1.3609 \longrightarrow x$$

$$m_{\text{KH}_2\text{PO}_4} = 1.3677 \text{g}$$

Lorsque le poids était 1.3677 de composé Potassium dihydrogène phosphate (KH₂PO₄) et poids était 0.4082g de composé Hydroxyde de Sodium (NaOH), Les deux ont été prolongés par l'eau distillée à 100 ml .

Nous avons pris 50 ml de KH₂PO₄ et 29.1ml de NaOH Et mélangez-les les uns aux autres pour obtenir une solution buffer à pH=7.

Ensuite nous avons pesé 0.75g de nitrates (NO₃) Et placer dans 150 ml de la solution préparée.

Nous avons effectué le processus d'extension avec différentes concentrations pour déterminer la plus faible concentration qui détecté les ions nitrates.

II-B-1-3-Solution de 500ppm

De notre loi d'extension est: $C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$

Le processus d'extension avec différentes concentrations:

$$500 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

Pour de 500ppm 20ml.

- Pour de 400ppm est; $V_1 = 400 \cdot 20 / 500 = 16 \text{ml}$
- Pour de 300ppm est; $V_2 = 300 \cdot 20 / 500 = 12 \text{ml}$
- Pour de 200ppm est; $V_3 = 200 \cdot 20 / 500 = 8 \text{ml}$
- Pour de 100ppm est; $V_4 = 100 \cdot 20 / 500 = 4 \text{ml}$
- Pour de 50ppm est; $V_5 = 50 \cdot 20 / 500 = 2 \text{ml}$
- Pour de 40ppm est; $V_6 = 40 \cdot 20 / 500 = 1.6 \text{ml}$
- Pour de 30ppm est; $V_7 = 30 \cdot 20 / 500 = 1.2 \text{ml}$

Tableau II.B.1 : les produits chimique quels sont utilisé dans notre travail

Tableau II.B.1: Les produits et propreté

Produits chimiques
Hydroxyde de Sodium 97% (NaOH) proceduction par (Biochem Chemopharma).
Potassium dihydrog phosphate 99.5%(KH ₂ PO ₄) proceduction par (solution ph=7)
L'eau 100% (H ₂ O) production par(solution ph=7)
Acide nitrique (kNO ₃) production par (Biochem Chemopharma).
chloride de Potassium 99,5% (KCl) production par (Biochem –Chemopharma).

II-B-2- Voltamètre Cyclique

Le potentiel appliqué entre l'électrode de référence et l'électrode de travail est compris entre [-3000, +3000] mV avec une vitesse de balayage de 100 mV/s, le tracé de la courbe voir le comportement électrochimique de l'électrode de travail dans le milieu aqueux 10⁻¹ M KNO₃ à pH=7 (solution buffer)

II-D- résultat et discussion

II-D-1- Préparation de pate

➤ Pour charbone 1 :

Tableau 11: le pourcentage utilise pour pate de charbone 1

Pourcentage de paraffine %	Pourcentage de charbone %	masse de melange	masse de pâte (g)	Rendement (%)	conductivite de pâte
charbone (1)					
5%	95%	0.9958	0.0721	7.240409721	oui
10%	90%	0.9966	0.1348	13.52598836	oui
15%	85%	0.995	0.2213	22.24120603	oui
20%	80%	0.984	0.2913	29.60365854	oui
25%	75%	0.9866	0.3434	34.80640584	oui
30%	70%	0.9604	0.4331	45.09579342	oui
35%	65%	0.9924	0.5169	52.08585248	oui
40%	60%	0.9971	0.5266	52.81315816	oui
45%	55%	0.9847	0.6593	66.95440236	oui
50%	50%	0.972	0.7464	76.79012346	oui
55%	45%	0.9677	0.7017	72.51214219	oui
60%	40%	0.969	0.923	95.25283798	oui
61%	39%	0.9837	0.9138	92.89417505	oui
62%	38%	0.9889	0.9123	92.25401962	oui
63%	37%	0.9785	0.946	96.67858968	oui
64%	36%	0.971	0.9602	98.88774459	oui
65%	35%	0.98	0.98	100	oui
70%	30%	0.9645	0.9645	100	non
75%	25%	0.9865	0.9865	100	non
80%	20%	0.9782	0.9782	100	non
85%	15%	0.985	0.985	100	non
90%	10%	0.9987	0.9987	100	non
95%	5%	0.9718	0.9718	100	Non

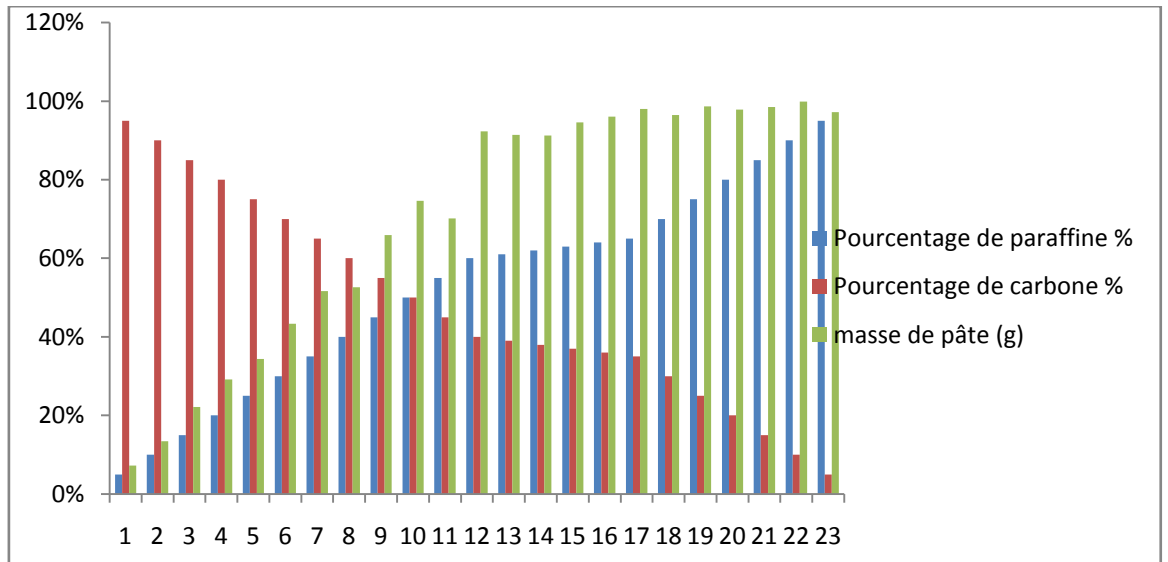


Figure 21: le pourcentage utilise pour pate de charbone 1

➤ **Pour charbon 2 :**

Tableau 12: le pourcentage utilise pour pate de charbone 2.

Pourcentage de paraffine %	Pourcentage de charbone %	masse de melange	masse de pâte (g)	Rendement (%)	conductivite de pâte
carbone (2)					
5%	95%	0.9939	0.09	9.055236945	Non
10%	90%	0.9937	0.1758	17.69145617	Non
15%	85%	0.9895	0.2693	27.21576554	Non
20%	80%	0.9549	0.3542	37.09288931	Non
25%	75%	0.9945	0.464	46.65661136	Non
30%	70%	0.999	0.6119	61.25125125	Non
35%	65%	0.9941	0.7311	73.54390906	Non
40%	60%	0.99	0.7648	77.25252525	Non
45%	55%	0.9856	0.8649	87.7536526	Non
46%	54%	0.9795	0.917	93.61919347	Oui
47%	53%	0.9645	0.9645	100	Oui
48%	52%	0.9812	0.9812	100	Oui
49%	51%	0.9764	0.9764	100	Oui
50%	50%	0.9922	0.9922	100	Non
55%	45%	0.9775	0.9775	100	Non
60%	40%	0.9629	0.9629	100	Non
65%	35%	0.9579	0.9579	100	Non
70%	30%	0.9671	0.9671	100	Non
75%	25%	0.9772	0.9772	100	Non
80%	20%	0.9666	0.9666	100	Non
85%	15%	0.9773	0.9773	100	Non
90%	10%	0.9848	0.9848	100	Non

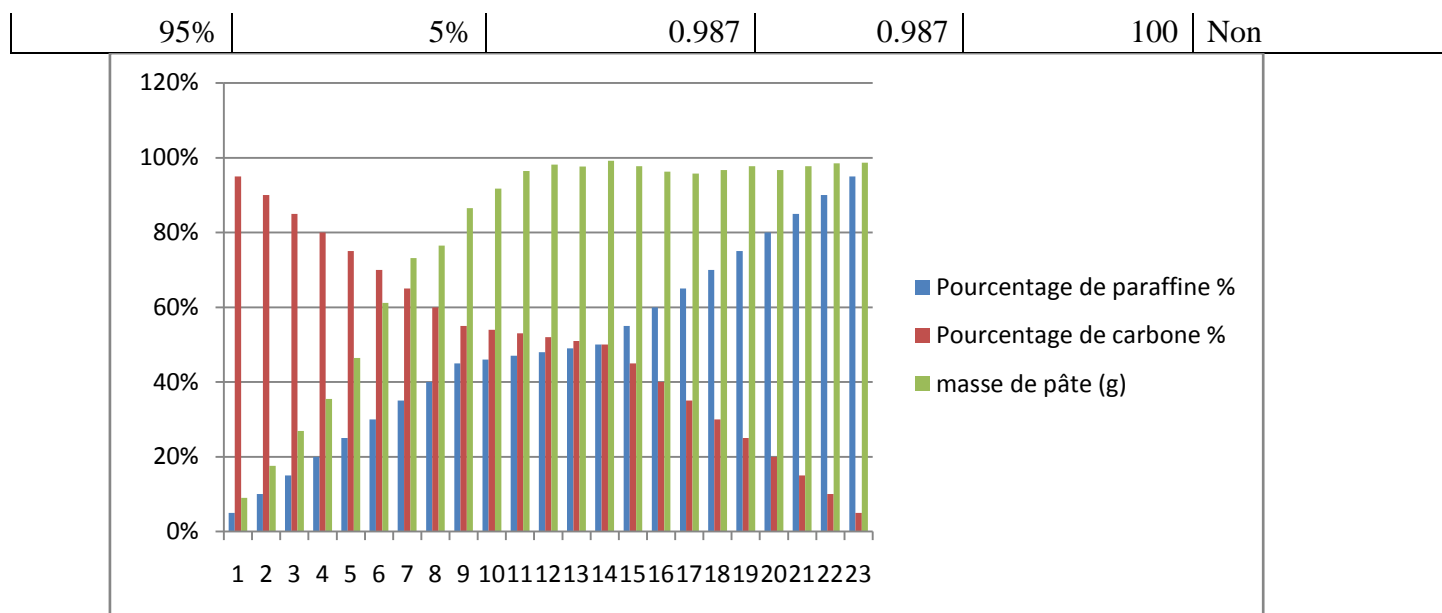


Figure 22: le pourcentage utilise pour pate de charbone 2

➤ **Pour charbon 3:**

Tableau 13: le pourcentage utilise pour pate de charbone 3.

Pourcentage de paraffine %	Pourcentage de charbone %	masse de melange	masse de pâte (g)	Rendement (%)	conductivite de pâte
carbone (3)					
5%	95%	0.9893	0.0534	5.397755989	Oui
10%	90%	0.9899	0.1641	16.57743206	Oui
15%	85%	0.9832	0.2407	24.4812856	Oui
20%	80%	0.9842	0.3329	33.82442593	Oui
25%	75%	0.9797	0.4444	45.36082474	Oui
30%	70%	0.9812	0.526	53.60782715	Oui
35%	65%	0.9757	0.6057	62.07850774	Oui
40%	60%	0.9721	0.6746	69.39615266	Oui
45%	55%	0.9708	0.7797	80.31520396	Oui
50%	50%	0.9758	0.8518	87.29247797	Oui
51%	49%	0.953	0.885	92.86463799	Oui
52%	48%	0.9883	0.9883	100	Oui
53%	47%	0.9813	0.9813	100	Oui
54%	46%	0.9802	0.9802	100	Oui
55%	45%	0.9739	0.9739	100	Oui
60%	40%	0.9505	0.9505	100	Oui
65%	35%	0.9704	0.9704	100	Non
70%	30%	0.9758	0.9758	100	Non
75%	25%	0.9766	0.9766	100	Non
80%	20%	0.9811	0.9811	100	Non
85%	15%	0.9609	0.9609	100	Non
90%	10%	0.9546	0.9546	100	Non
95%	5%	0.9635	0.9635	100	Non

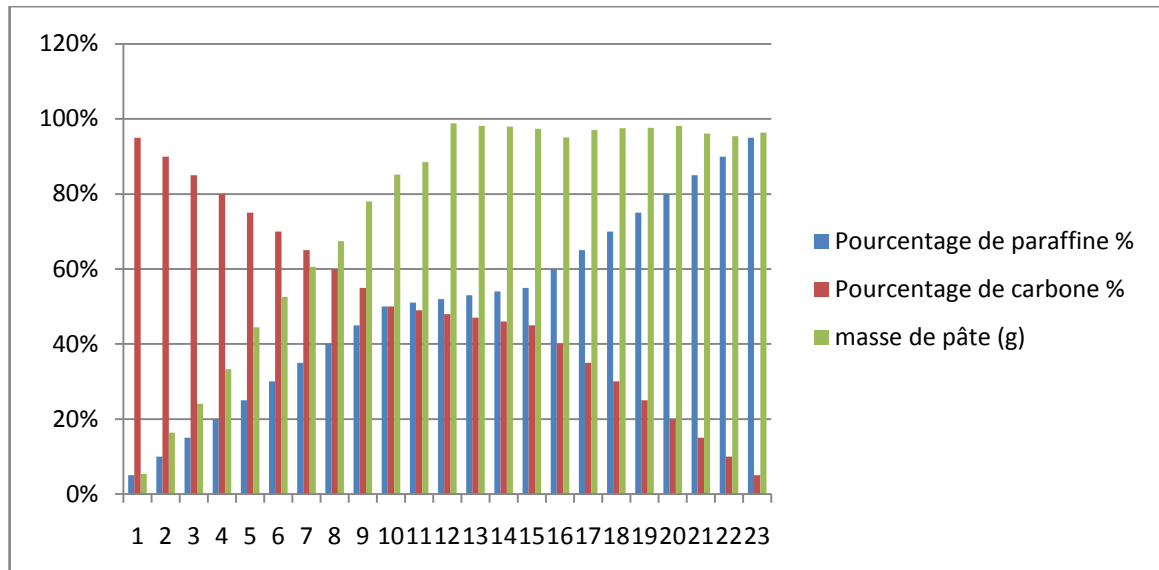


Figure 23: les pourcentage utilise pour pate de charbone 3

II-D-2- Les courbes de voltamètre Cyclique:

Les remarques et l'interprétation de cette remarque en qui concerne le comportement électrochimique d'électrode de la pâte charbone paraffine classifié comme suit :

➤ Pâte de charbone (1) :

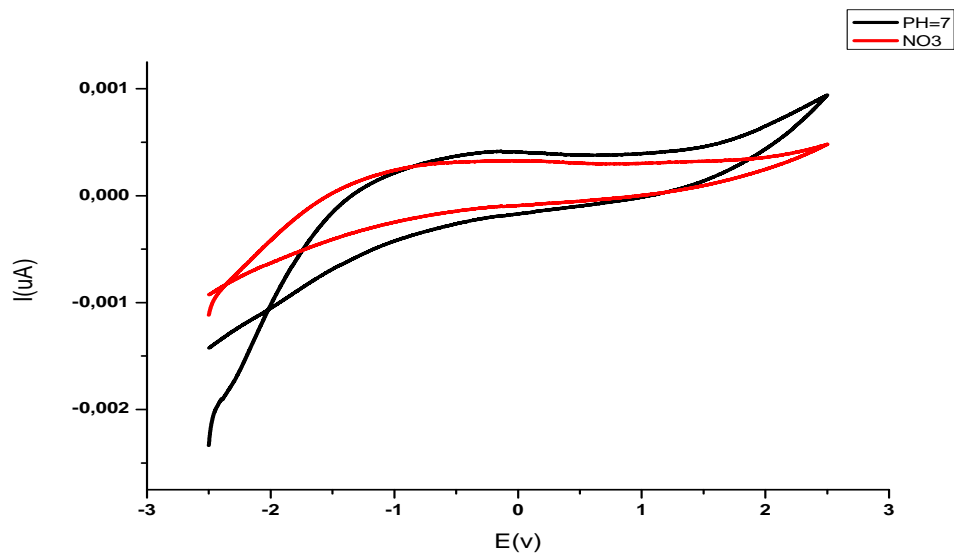


Figure 24: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée de carbone 1 le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH= 7 (solution buffer) et NO_3

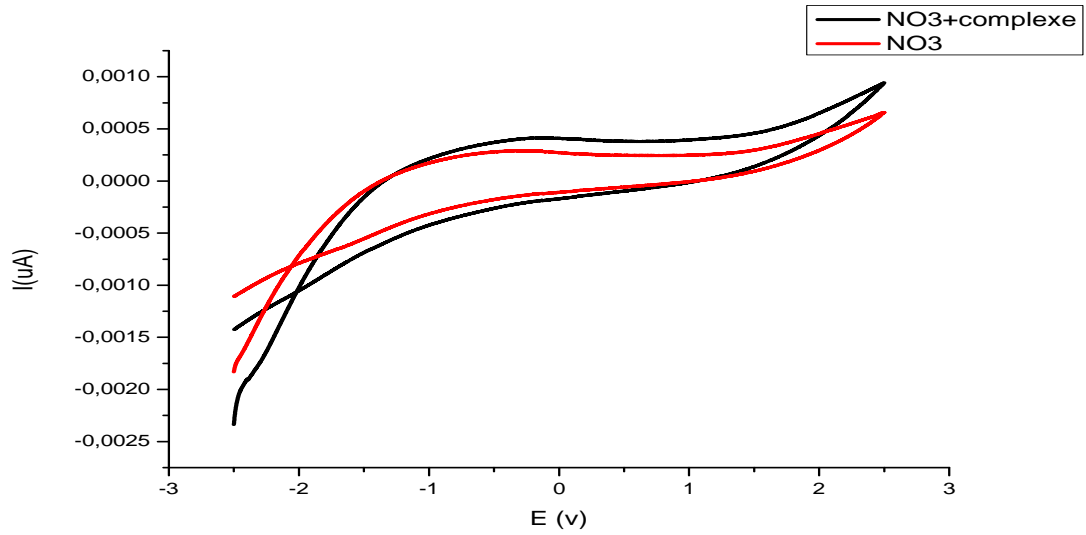


Figure 25: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée de charbon 1 le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH= 7 (solution buffer) et $NO_3 +$ complexe

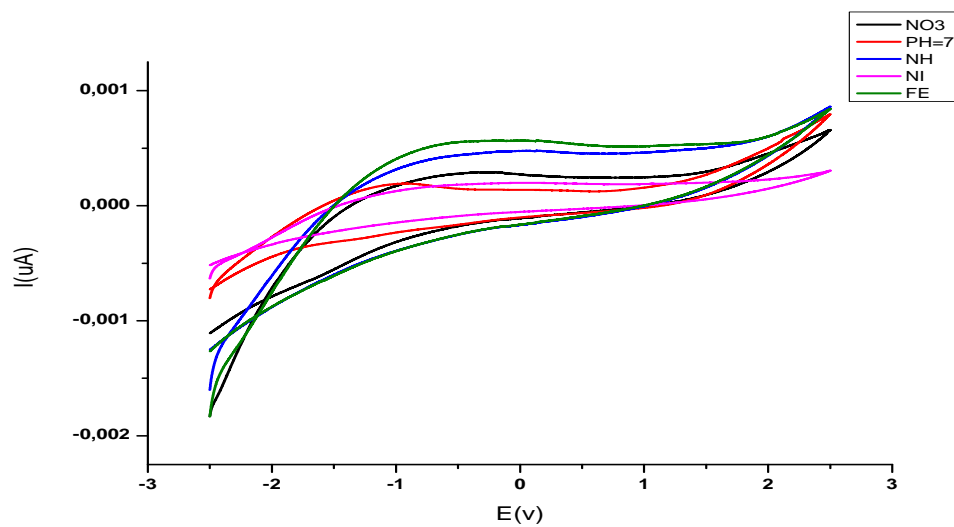


Figure 26: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée de charbon 1 le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm + complexes dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et $NO_3 +$ les 3 complexes

➤ Pate de charbon(2) :

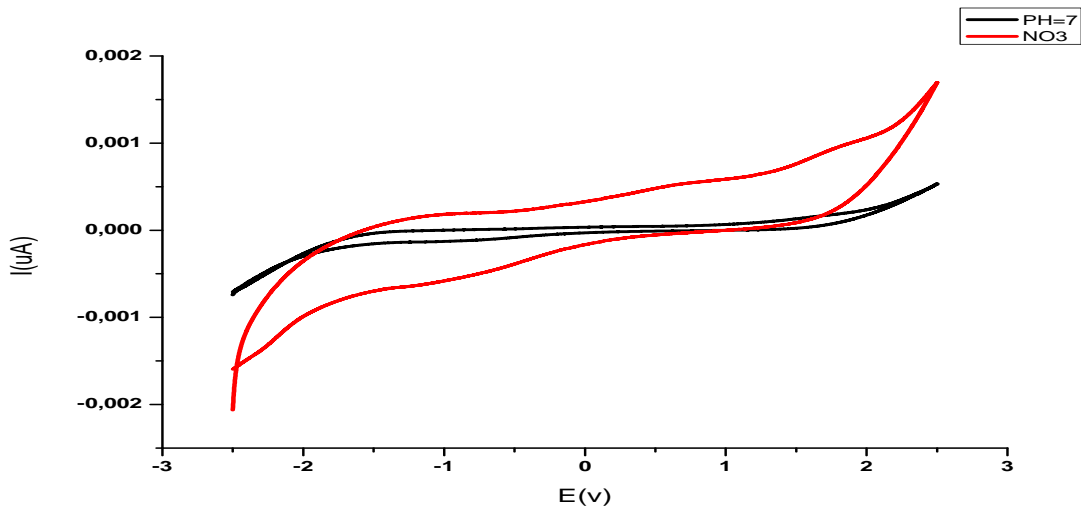


Figure 27: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée de charbon (2) le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 .

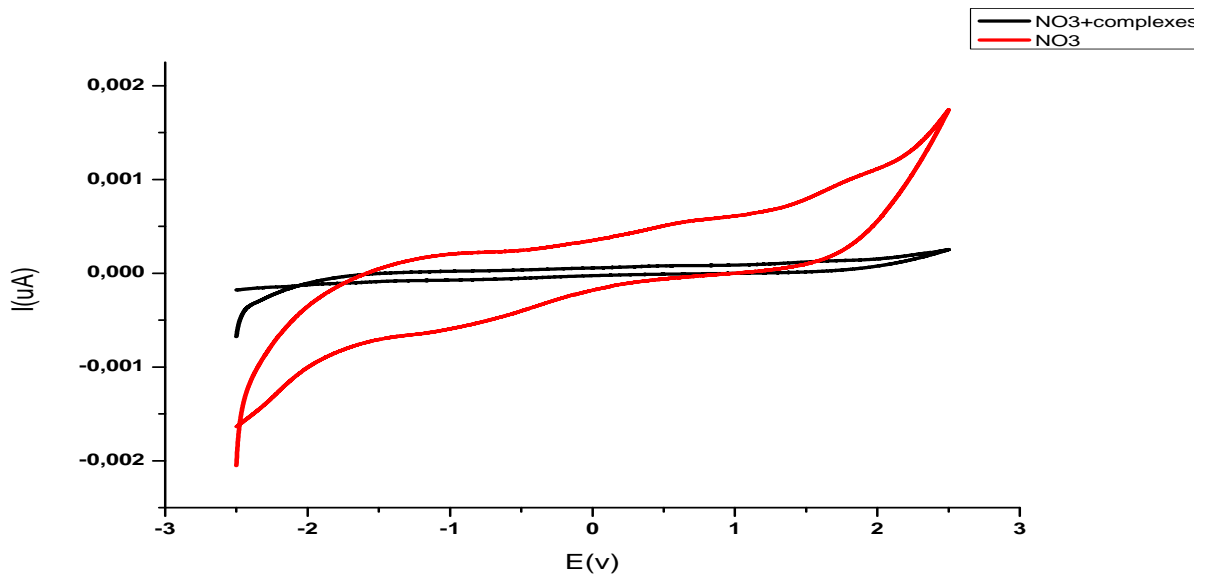


Figure 28: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée de charbon (2) le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 +complexe .

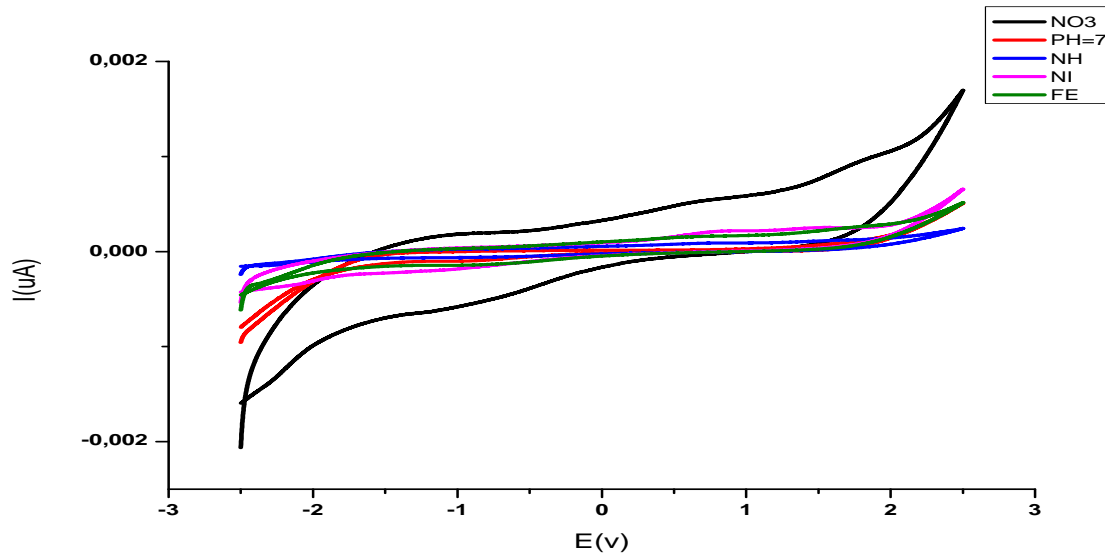


Figure 29: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm +complexes dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 + tous les 3 complexes.

➤ Pate de charbon(3) :

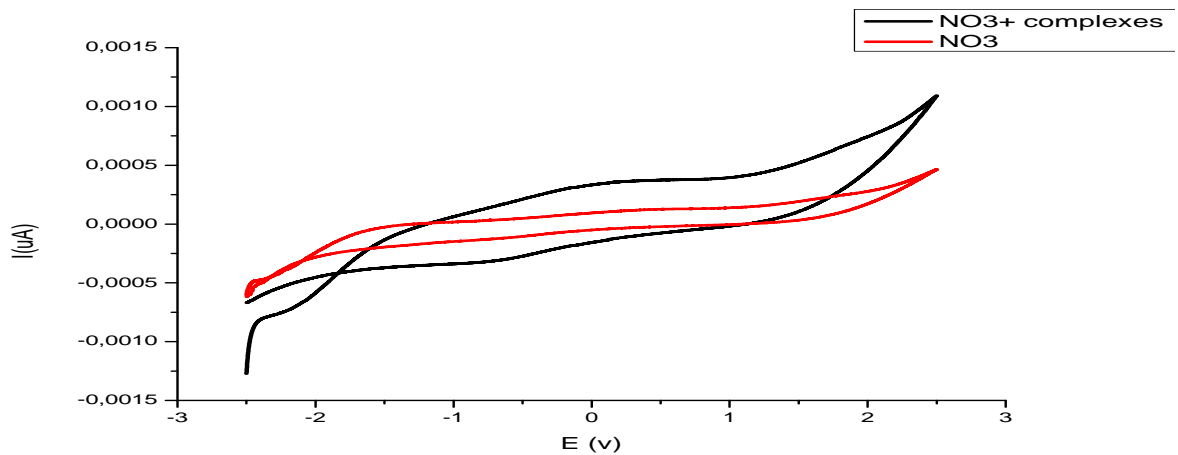


Figure 30: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée de charbon 1 le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à pH=7 (solution buffer) et NO_3 +complexe .

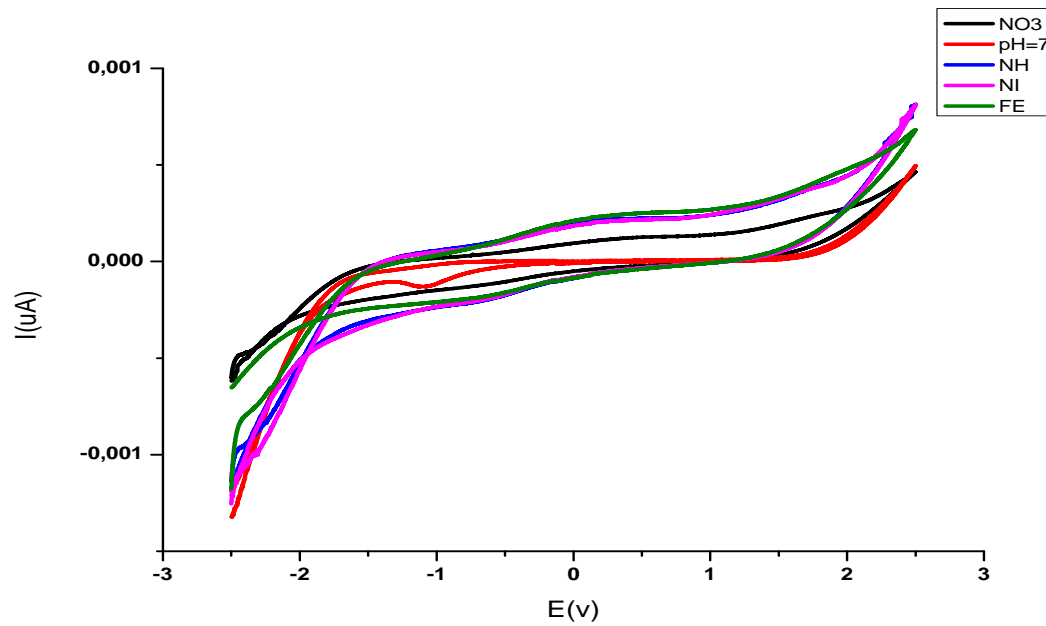


Figure 31: Courbe de voltamètre cyclique d'électrode modifiée de charbon (3) le balayage entre [-3000,3000] du 30 ppm charbon (3) dans d'un milieu aqueux 10^{-1} M KNO_3 à $\text{pH}=7$ (solution buffer) et NO_3 + les 3 complexes] nous remarque il ya un pic a potentielle (-1100) .

Conclusion

Conclusion

La modification chimique de la pate de charbon et paraffine sous faire plusieurs manière,

Au niveau de laboratoire les étapes suivis sont simples, successives, et n'ont pas des maux influence sur l'environnement. Cette série des expériences nous permette d'obtenir d'une nouvelle pate et l'électrodes .

A partir de notre travail on conclure les notes suivantes:

L'électrode modifie de la pate charbone paraffine contenant la propriété électrique d'aide d'étude le comportement électrochimique et propriété physique permet d'utilisation les électrodes dans autres milieux différent.

Notre travail consiste à éliminer les nitrates par l'électrode modifiée

Concernant les perspectives de futur développement de ce travaille

Nous voyons que cette expérience est nécessaire et nécessite un développement ultérieur et nous constatons que les meilleures conditions Pour obtenir les meilleurs élimination sont l'utilisation charbone (1) et du complexe de (Fe) .

Références
Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] R.F. Lane, A.T. Hubbard, Electrochemistry of chemisorbed molecules. I. Reactants connected to electrodes through olefinic substituents, *J. Phys. Chem.* 77 (1973) 1401.
- [2] P.R. Moses, L. Wier, R.W. Murray, Chemically modified tin oxide electrode, *Anal. Chem.* 47 (1975) 1882.
- [3] A. Merz, *Topics in Current Chemistry*, in: E. Steckhan (Ed.), *Electrochemistry IV*, Vol. 152, 1990, p. 49
- [4] P. Guo, T.-W.Hui, K.-C.Wong, K.-K.Shiu, Charge propagation in nickel 6,6'-bis(2'-hydroxyphenyl)-2,2'-bipyridine polymer film doped with perchlorate anions, *J. Electroanal. Chem.* 498 (2001) 142.
- [5] F. Bedioui, S. Gutierrez Granados, C. Bied-Charreton, Metalloporphyrin metallophthalocyanine and related macrocycle complex-based film modified electrodes, review of selected significant designs and applications to the electrochemical detection of pollutants, *Recent Res. Dev. Electrochem.* 2 (1999) 91.
- [6] A. Abbaspour, M. Asadi, A. Ghaffarinejad, E. Safaei, A selective modified carbon paste electrode for determination of cyanide using tetra-3,4-pyridinoporphyrazinatocobalt (II), *Talanta* 66 (2005) 931.
- [7] R. Ojani, J.B. Raouf, Y. A. Khanghah, Copper-poly(2-aminodiphenylamine) as a novel and low cost electrocatalyst for electrocatalytic oxidation of methanol in alkaline solution, *Electrochim. Acta* 56 (2011) 3380.
- [8] N.E. Leadbeater, M. Marco, preparation of polymer-supported ligands and metal complexes for use in catalysis, *Chem. Rev.* 102 (2002) 3217.
- [9] S.V. Ley, I.R. Baxendale, R.N. Bream, P.S. Jackson, A.G. Leach, D.A. Lngbottom, M. Nesi, G.S. Scott, I. Storer, S.J. Taylor, Multistep Organic Synthesis using Solid Supported Reagents and Scavengers: A New Paradigm in Chemical Library Generation, *J. Chem. Soc.* 1 (2000) 3815.

- [10] N. Charef, L. Arrar, M. S. Mubarak, Sorption properties of the iminodiacetate ion exchange resin, amberlite IRC-718, toward divalent metal ions, *J. Appl. Polym. Sci.* 107 (2008) 1316.
- [11]-a et b (en) George W. A. Milne, Gardner's commercially important chemicals: synonyms, trade names, and properties, Hoboken, John Wiley and Sons, 2005, 1178 p. (ISBN 2-73518-471-0-978et 2 3518 4717 0 978, lire en ligne [archive]), p. .468.
- [12] S. Gangolli, The Dictionary of Substances and Their Effects: O-S, vol. 62-, Royal Society of Chemistry, 1999, 6e éd., 952 p. (ISBN 8-803-85404-0-978et 8 4803 8540 0 978, lire en ligne [archive]), p. .102.
- [13] -Emploi et toxicité de la paraffine liquide per os chez l'enfant [archive] sur www.swiss-paediatrics.org.
- [14] Petro-Canada, "Huiles minérales blanches puritymc Fg wo," 2014.
- [15] W.M.Coleman, R.K Boggeess, J.W. Hughes, and L. T. Taylor. *Inorg. Chem*, 20, **1981**;700-706
- [16] W.M.Coleman, R.K Boggeess, J.W. Hughes, and L. T. Taylor. *Inorg. Chem*, 20, **1981**, 1253-1258
- [17] R. C. Aggarwall, R. A. Rai and T. R. Rao, *J. Inorg. Nucl. Chem* 43 (**1981**) 1927.
- [18] R. J. H. Clark and C. S. Williams, *Spectrochim. Acta*, 22 (**1966**) 1081.
- [19] Sumana Sarkar, Amrita Mondal, Mohamed Salah El Fallah, Joan Ribas, Deepak Chopra, *Polyhedron* 25 (**2006**) 25- 26
- [20] Leon Dyers Jr., Steven Y. Que , Donald VanDerveer , Xiu R. Bu *Inorganica Chimica Acta* 359 (**2006**) 197–203.
- [21] Davar M. Boghaei, Mehrnaz Gharagozlou *Spectrochimica Acta Part A* 63 (**2006**) 139–148
- [22] Gehad G. Mohamed, M.M. Omar, Ahmed M.M. Hindy *Spectrochimica Acta Part A* 62 (**2005**) 1140–1150.

[23] Mohammad Akbar Ali, A.H. Mirza, Mohamed Nazimuddin, Feroza Karim, Paul V. Bernhardt *Inorganica Chimica Acta* 358 (2005) 4548–4554

[24] S.M. Ben-saber, A.A. Maihub, S.S. Hudere, M.M. El-ajaily, *Microchemical Journal* 81 (2005) 191 – 194

[25]- BERDJOUH Nawal & DEGACHI Meriem ; *Etude du comportement électrochimique d'un acier au carbone sous l'effet de la température en milieu acide* ; UNIVERSITE D'EL-OUED ; Soutenu le : 22 /06 /2014 ; chapitre II page 25

[26]- BERDJOUH Nawal & DEGACHI Meriem ; *Etude du comportement électrochimique d'un acier au carbone sous l'effet de la température en milieu acide* ; UNIVERSITE D'EL-OUED ; Soutenu le : 22 /06 /2014 ; chapitre II page 24

[27]- BERDJOUH Nawal & DEGACHI Meriem ; *Etude du comportement électrochimique d'un acier au carbone sous l'effet de la température en milieu acide* ; UNIVERSITE D'EL-OUED ; Soutenu le : 22 /06 /2014 ; chapitre II page 26

Etude du comportement électrochimique d'une série des complexes poly dentés en vue d'élaborer des capteurs des ions Nitrates

Résumé :

Les nitrates sont considérés comme des ions nocifs, qui doivent être évités en raison de leurs dommages pour la santé et l'environnement .l'eau et le sol sont aussi les endroits les plus répandus

Dans ce sujet expérimental, nous avons modifié l'électrode modifiée par la pâte de carbone et la paraffine avec l'addition des complexes pour répondre aux normes et conditions nécessaires. Après avoir fait le travail nous obtenons un poteau de taux et obtenons un résultat satisfaisant pour l'élimination des nitrates.

Mots clé : complexes poly dentes, capteurs des nitrates.

Study of the electrochemical behavior of a series of poly dentate complexes in order to Elborate a nitrate ions essors

Abstract :

Nitrates are considered to be harmful ions, which must be avoided because of their health and environmental damage , Water and soil are also the most prevalent places.

In this experimental subject, we have modified the modified electrode by the carbon paste and paraffin with the addition of the complexes to meet the standards and conditions necessary. After doing the work we get a rate pole and obtain a satisfactory result for the removal of nitrates.

Key words: poly dentate complexes , catches of Nitrate ions.

دراسة سلوك الكهروكيميائي لسلسلة متعددة الحلقات من اجل وضع المصيد من ايونات النترات

ملخص :

تعتبر النترات من الايونات المضرة والتي يجب علينا تجنبها لما لها من اضرار صحية وبيئية , كما يعثر الماء والتراب اكثر الاماكن المتواجدة فيها.

في هذا الموضوع التجريبي قمنا بإعداد القطب المعدل بواسطة عجينة الكربون والبرافين مع اضافة معقدات بمطابقة المعايير والشروط اللازمة وبعد القيام بالعمل تحصلنا قطب معدل و الحصول على نتيجة مرضية بالنسبة لازالة النترات.

الكلمات المفتاحية: , المجمعات المتعددة الحلقات , مصيد ايونات النترات