

Partie expérimentale

GENERALITES

I. Produits utilisés :

I.1 Le polystyrène : [41]

Le polystyrène choc 6541 est un grade polystyrène choc ayant un bon compromis de propriétés mécaniques et thermiques.

Quelques propriétés :

➤ Masse volumique apparente : 0.6g/cm^3

➤ Densité : 1.04

I.1.2 Propriétés :

➤ Rhéologiques :

Propriétés	Méthodes	Unité	Valeur
Indice de fluidité (200 C°-5kg)	Iso 1133H	g/10 mn	11.5

➤ Thermiques :

Propriétés	Méthodes	Unité	Valeur
Température Vicat10 N (montée en T=50 C°/h)	Iso 306A50	C°	2
Température Vicat50 N (montée en T=50 C°/h)	Iso 306B50	C°	4
Température de fléchissement sous charge 1.8 MP a non recuit	Iso 75-2A	C°	8

➤ Diverses

Propriétés	Méthode	Unité	Valeur
densité	Iso1183	g/cm3	1.04
Retrait au moulage		%	0.4-0.7
Absorption d'eau	Iso62	%	<0.1

I.4 Les manipulations

I.4.1 La nitration

Vu le risque de cette réaction, on réalise cette manipulation sous une hotte aspirante.

Dans un erlen Meyer de 100 ml contenant 10 g de polystyrène granulé, on ajoute 20 ml de tétrahydrofurane, après un jour on obtient une solution visqueuse.

Dans un bain glacé, où la température varie entre $[-10$ et $-15\text{ C}^\circ]$, on met un bûcher de 250 ml contenant un agitateur magnétique et 16,8 ml de HNO_3 concentré (100%), à l'aide d'une pipette on ajoute goutte à goutte 8,5ml de H_2SO_4 concentré (96%), ensuite 1,2ml de l'eau distillée, Le mélange réactionnel a été maintenu sous agitation magnétique.

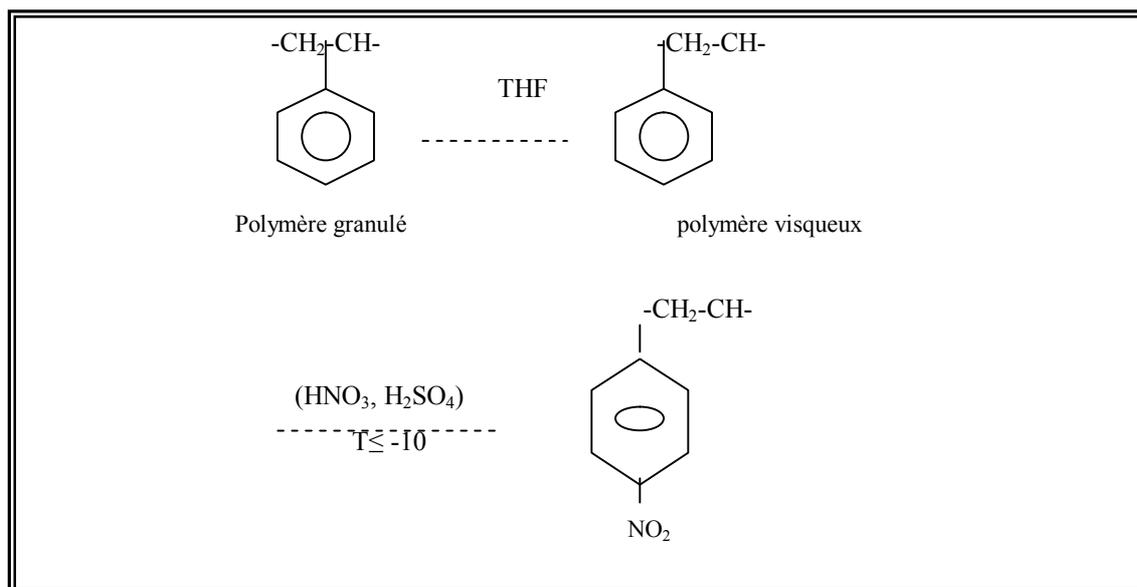
On maintient toujours la température du mélange entre $[-10$ et $-15\text{ C}^\circ]$, à cette dernière On a ajouté progressivement la quantité totale de la solution visqueuse, on remarque la progression des vapeurs et la formation d'un précipité marron.

Le mélange est porté au chauffage pendant une heure à $T=60\text{ C}^\circ$, ensuite le précipité isolé et chauffé dans une étuve pendant 30 minutes à $T=60\text{ C}^\circ$, ce dernier est lavé plusieurs fois par l'éther de pétrole puis filtré.

On met le filtrat dans un dessiccateur jusqu'à séchage complet, à la fin on obtient 10.7g de $\text{C}_8\text{H}_7\text{NO}_2$ avec un Rendement égal à 74.72%.

Dans un autre erlen Meyer de 100ml contenant 10g de polystyrène granulé, on ajoute 20ml de N, N-diméthylformamide (DMF), après un jour on obtient une solution visqueuse.

On refait la même manipulation, on obtient un précipité jaune de masse 13,72g avec un rendement de 95,81%.



I.4.2 La réduction



La réduction en milieu acide :

On introduit 10.7g de C₈H₇NO₂ dans une ampoule à trois cols de capacité 100 ml munie d'un agitateur magnétique et d'un réfrigérant, on ajoute 27,74g de Sn solide et 19,8 ml de HCl concentré, le mélange réactionnel a été maintenu sous agitation magnétique à une température T=300C°.

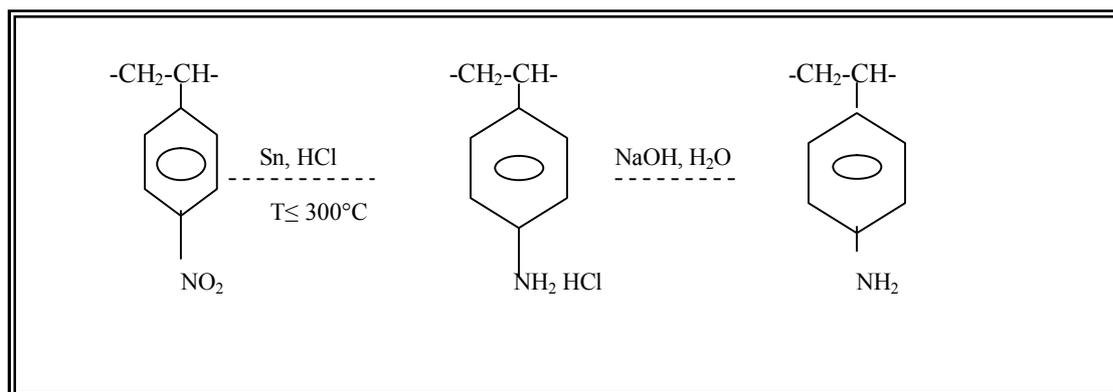
Après l'ébullition du mélange on remarque La progression des gaz et le précipité prend une couleur blanche.

Ensuite, on ajoute 59,44ml de HCl concentré, la dissolution de l'étain indique la fin de la réaction ou le précipité à une couleur blanche.

On transfère le précipite dans un bêcher, on ajoute une quantité suffisante de HCL concentré, puis on chauffé le mélange, sous agitation magnétique jusqu'à l'ébullition puis on filtre.

Le filtra obtenu est neutralisé à l'aide d'une solution de NaOH concentré jusqu'à ce que le milieu devient neutre.

Le précipité ainsi obtenu est séchée à l'aide d'éther de pétrole puis filtré et mis dans un dessiccateur, à la fin on obtient 8,64g de C₈H₇NH₂ avec un rendement égale à 101,17%.



Dans une ampoule à trois cols de capacité 100 ml munie d'un agitateur magnétique et d'un réfrigérant, on verse 20ml de cyclohexanone, on y ajoute 9,05g de $\text{C}_8\text{H}_7\text{NO}_2$ solide, on attend jusqu'à dissolution du polymère.

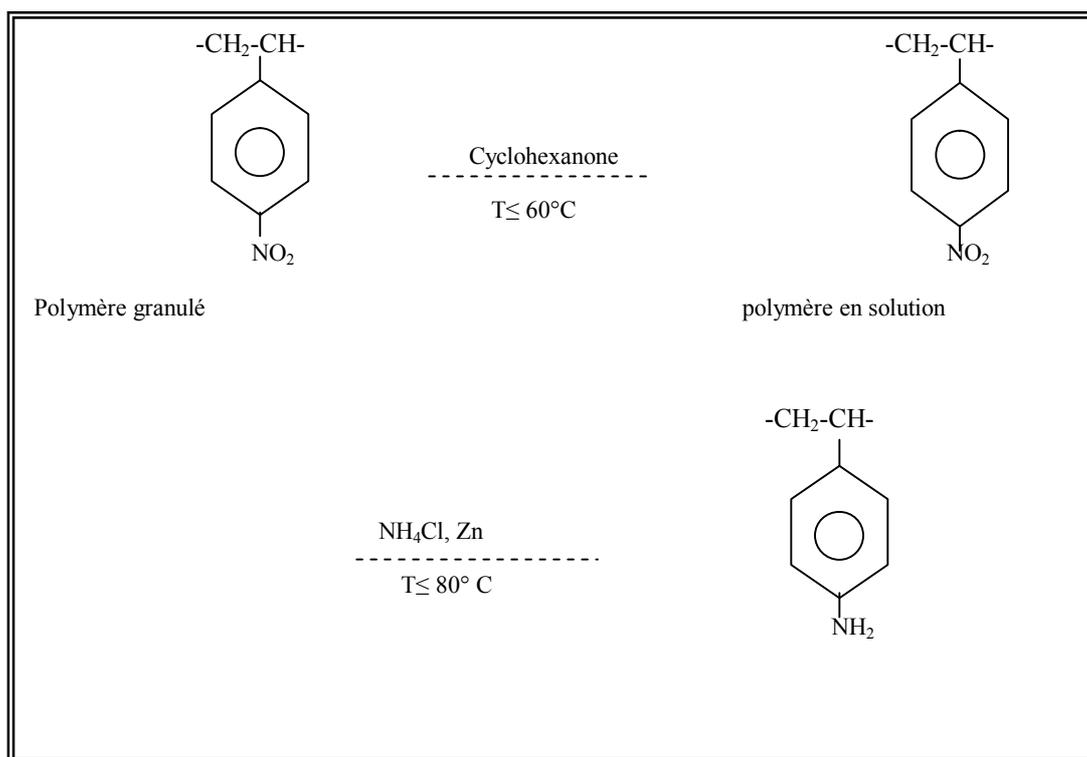
Ensuite on introduit 4.31g de zinc en poudre, 3.53g de NH_4Cl solide, le mélange réactionnel a été maintenu sous agitation magnétique à une température $T=80^\circ\text{C}$ pendant une heure.

On remarque la formation de deux phases : une phase liquide de couleur marron, une phase solide verte.

Dans un bécher contenant un volume suffisant de l'hexane et sous agitation magnétique à une température ambiante on ajoute progressivement la quantité totale de la phase liquide on obtient un précipité marron, ce dernier est lavé plusieurs fois par l'hexane puis filtré.

Le filtrat obtenu est chauffé dans une étuve pendant une heure à $T= 50^\circ\text{C}$ et mis dans un dessiccateur jusqu'à séchage total du polymère.

On obtient 8,64g de $\text{C}_8\text{H}_7\text{NH}_2$ avec un rendement égal à 119,66%.



1.4.3 La sulfonation :

On dissout 2,62g de $C_8H_7NH_2$ solide dans 20 ml de tétrahydrofurane (THF), après un jour on obtient une solution visqueuse.

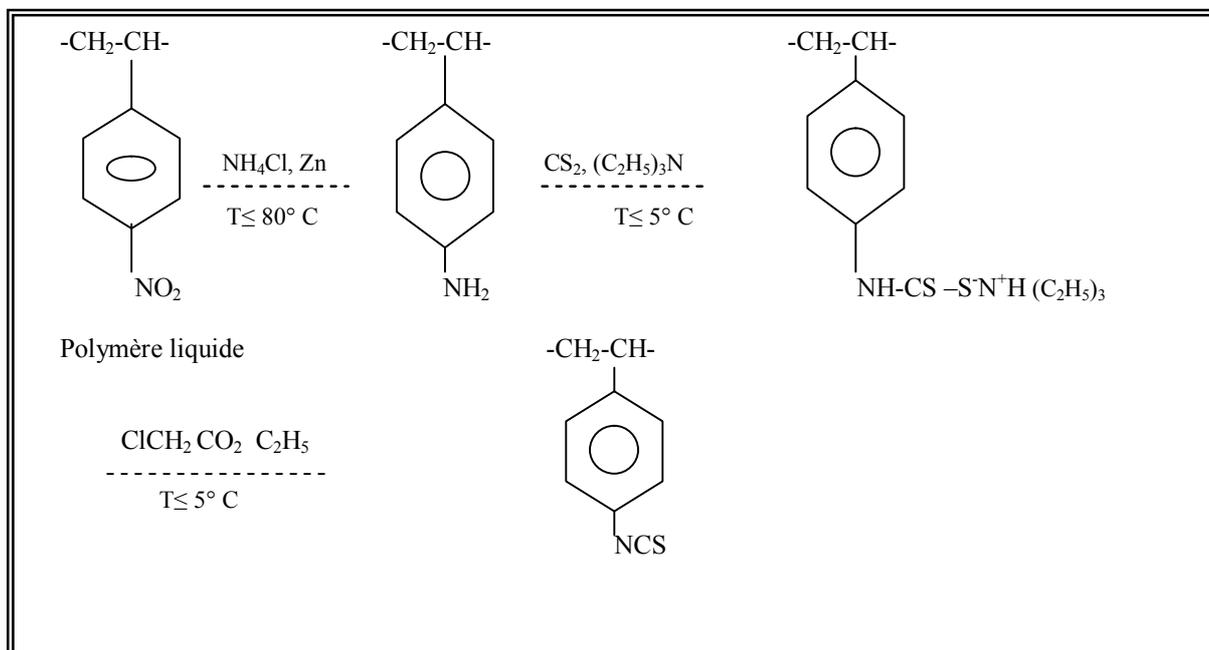
On introduit 2,62g de triéthylamine et 1,97g de sulfure de carbone (CS_2), le mélange réactionnel a été maintenu sous agitation magnétique à une température $T < 5^\circ C$ pendant une heure, en suite on a ajouté 3,18g d'éthylchloroformate, sous agitation pendant dix minutes, On chauffe le mélange à une température entre $[40-50^\circ C]$ pendant trente minutes.

On note :

La formation de deux phases : une phase liquide et un sel blanc.

On lave le produit plusieurs fois avec l'éther de pétrole froid, puis on filtre.

On mis le produit final dans un dessiccateur jusqu'à ce qu'il devient sec, on obtient 2,03 g de C_8H_7NCS avec un rendement de 52,72%.



I-5- ANALYSE PAR SPECTROSCOPIE I. R

I-5-1- mode opératoire

La préparation des échantillons destinés pour l'analyse par spectroscopie I.R, est réalisée par la dissolution d'une quantité de 10 mg des différentes formulations dans 1.5ml de solvant organique, qui est la tétrahydrofurane à une température de $60^\circ C$ dans un bain-marie. Les solutions obtenues sont étalées sur des pastilles en Na Cl avec des épaisseurs identiques pour toutes les formulations (même concentration), après séchage les films obtenus ont été analysés à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier piloté par un PC IBM avec une résolution de 2 cm^{-1} .

Les spectres I.R obtenus pour le PS est donné sur le figure -28-.

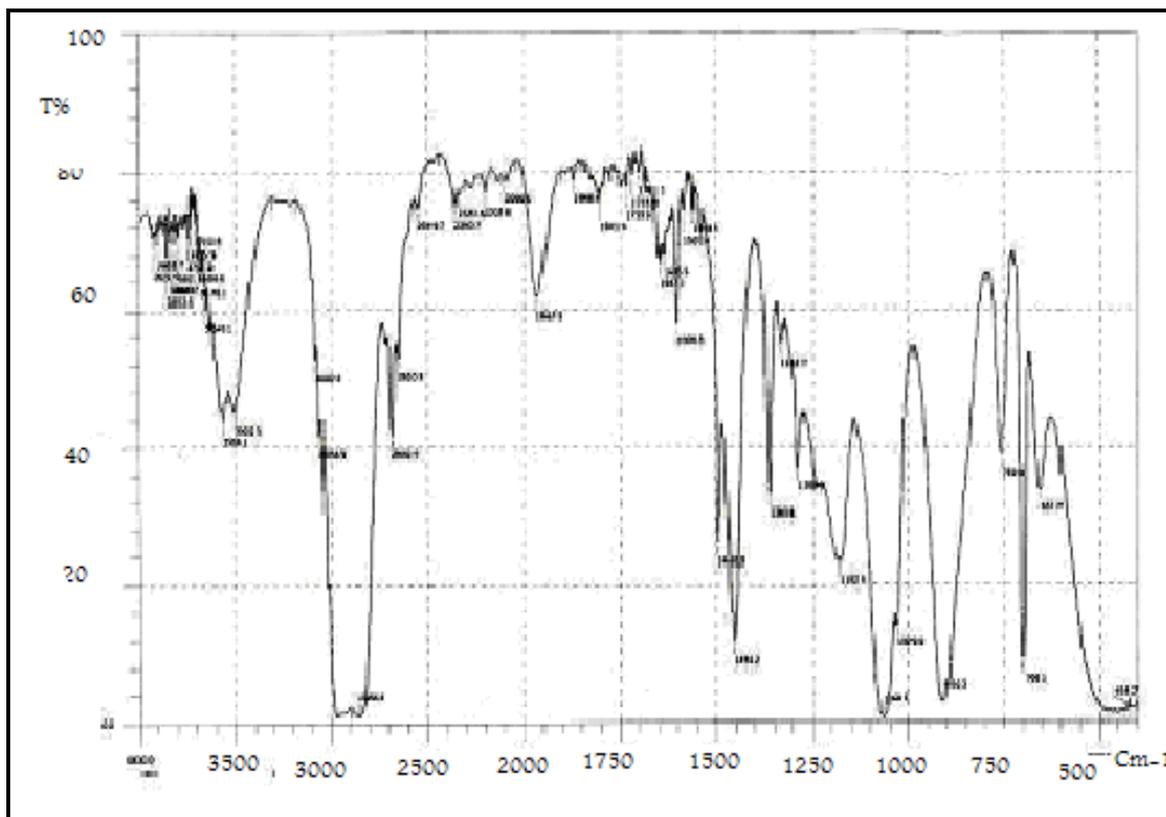


Figure 28: courbe de polystyrène utilisé

Tableau – 1- Attribution des bandes IR du PS dans la THF.

Fréquence(cm^{-1})	intensité	attribution
1332.7	Très faible	CH alcane
2856.4	Intense	CH_2
1454.2	Intense	C=C aromatique
1492.8	Intense	C=C aromatique
700.1	Intense	CH cycle aromatique monosubstitué
759.9	Moyenne	CH cycle aromatique monosubstitué
3058.9	Intense	CH aromatique
3082	Intense	CH aromatique



Figure 29: courbe de poly-4-nitrostyrène.

I-6- ANALYSE THERMIQUE

Pour évaluer la perte de masse que subit la formulation au cours du traitement thermique et déterminer les paramètres cinétiques de la dégradation thermique, on a utilisé un appareil couplés thermogravimétrie de type SETRAM TGT DTA 92, piloté par un micro-ordinateur EPSON. La masse initiale des échantillons des différentes formulations est prise égale à 110mg, l'échantillon est introduit dans un creuset en platine, la pesée de la masse est effectuée à l'aide d'une thermo balance sous une atmosphère inerte d'argon.

Ensuite l'échantillon est chauffé de la température ambiante jusqu'à 650°C avec une vitesse de chauffe de 10°C/min.