

I. TECHNIQUES D'ANALYSE

I.1- RESONANCE MAGNÉTIQUE NUCLÉAIRE

Les analyses par spectroscopie RMN- ^1H , ^{13}C ont été réalisées sur un spectromètre RMN **Bruker** 200, 250 MHz.

I.2- SPECTROSCOPIE INFRAROUGE (IR-FT)

Les spectres d'absorption infrarouge ont été enregistrés dans la région 4000-400 cm^{-1} avec un spectromètre à transformée de Fourier IFS 66.

I.3- CHROMATOGRAPHIE PAR PERMEATION DE GEL (GPC)

La chromatographie par perméation de gel (GPC) a été réalisée dans le THF (débit : 1 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$).

La colonne utilisée est une colonne PL gel 5 μm , 50x7.5 mm équipée d'un double système de détection (UV2000 et réfractomètre différentiel RI-150). L'étalon utilisé est le polystyrène (580-483.10 3 $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$).

I.4- SPECTROSCOPIE ULTRA VIOLET (UV)

L'analyse par spectrométrie UV permet de détecter les doubles liaisons ($\text{C}=\text{C}$) ou ($\text{C}=\text{O}$) présentent dans le polymère. Les mesures ont été réalisées sur un spectrophotomètre de type UV mini-1240, dans le solvant chloroforme.

I.5- SPECTROSCOPIE MALDI-TOF

Les spectres de masse MALDI-TOF (matrix-assisted laser desorption / ionization time-of light spectroscopy) ont été obtenus avec un Brüker Biflex 3.

I.4- DIFFRACTION DES RAYON X (DRX)

L'analyse des échantillons ont été effectuées en poudre, à l'aide d'un diffractomètre des rayons X de type Philips, contrôlé par microprocesseur PW 1710.

I.5- VISCOSIMETRE:

Les mesures de la viscosité intrinsèque a été faite sur un viscosimètre SEMATECH (Viscologie TL1, France)

Les échantillons ont été dissous dans le toluène à température de 30°C.

II. TRAITEMENT DE LA MAGHNITE

Dans un ballon de 500 ml, 60g de Maghnite broyée est dispersée dans 240 ml d'eau distillée. Une agitation de deux heures favorise une homogénéité de la solution. On y ajoute 200 ml de solution d'acide sulfurique 0.5M ; le tout est laissé sous agitation pendant deux jours à température ambiante.

Le produit obtenu est filtré, puis lavé avec de l'eau distillée jusqu'à disparition complète des traces de l'acide, le lavage est terminé lorsque le filtrat ne donne plus la réaction des sulfates avec le nitrate de baryum. La Maghnite, débarrassée des ions sulfates est alors séchée dans l'étuve à 105 °C pendant 12 heures, puis broyée et tamisée. Après on s'assure que notre catalyseur soit bien conservé dans des flacons scellés à l'abri de toutes traces d'humidité ou d'impureté.

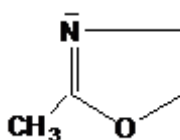
Avant chaque usage, la Maghnite activée doit être séchée à l'étuve à une température de 105°C durant une nuit pour éliminer le maximum d'eau.

III. RÉACTIFS UTILISÉS

III.1- Monomères

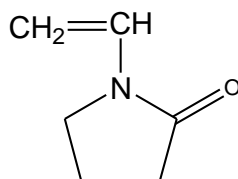
✱ 2-méthyl-2-oxazoline

Le 2-méthyl-2-oxazoline, qui est commercialisée par (ALDRICH) a été distillé avant l'utilisation.



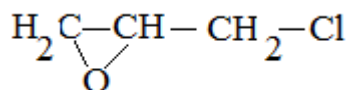
✱ N-vinyl-2-pyrrolidone

Le N-vinyl-2-pyrrolidone, qui est commercialisée par Fluka, se caractérise par une densité $d=1.043\text{g/cm}^3$, et d'une masse molaire $M= 111.14\text{ g/mol}$.



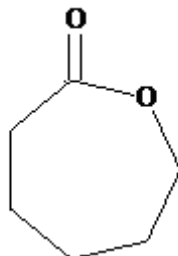
✱ Epichlorohydrine

L'épichlorohydrine, qui est commercialisée par la société Merck, se caractérise par les propriétés physiques suivantes: $d = 1.183$, $M = 92.53\text{ g/mol}$, $T_{\text{eb}} = 116\text{ }^{\circ}\text{C}$.



✱ *ϵ -caprolactone*

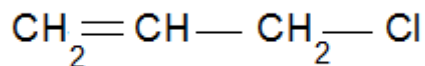
ϵ -caprolactone, qui est commercialisée par la société Aldrich, se caractérise par les propriétés physiques suivantes: $d = 1.03 \text{ g/ml}$, $M = 114.14 \text{ g/mol}$, $T_{\text{eb}} = 97\text{-}98 \text{ }^\circ\text{C}$.



III.2- Initiateur

✱ *chlorure d'allyle*

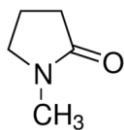
Chlorure d'allyle, qui est commercialisée par la société (MERCK) a été distillé avant l'utilisation.



III.3- Solvants

Methanol:	$\text{CH}_3\text{-OH}$
Dichlorométhane:	CH_2Cl_2
Chloroforme:	CHCl_3
Ethanol:	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$
Acétone:	$\text{CH}_3\text{-CO-CH}_3$
Eau:	H_2O
Diéthyléther:	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_3$
Acétonitrile:	CH_3CN

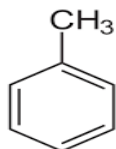
N-Méthylpyrrolidone:



Diméthylsulfoxyde:



Toluène:



Les solvants ont été utilisés sans purification.

IV. SYNTHÈSES DES PRODUITS

IV.1- Synthèse du PMOX –Allyle

Le mode opératoire pour la synthèse du PMOX –Allyle est comme suit :

Dans un ballon de 100 ml, on introduit 5g du monomère 2-méthyl-2-oxazoline, on ajoute une quantité de Chlorure d'allyle et 10ml de chloroforme, puis on ajoute une quantité de Mag-H^+ (% en poids), on laisse le mélange réagir sous agitation pendant 8 heures, à température de 80°C

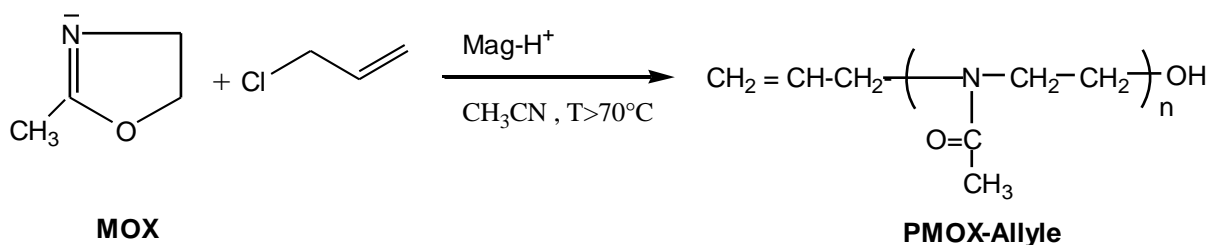
Le produit obtenu sera filtré et lavé au même temps par le chloroforme pour récupérer l'argile.

Pour éliminer le solvant du mélange on utilise un appareil, qui est l'évaporateur rotatif (appelé souvent "rotavapor"). Et finalement on obtient le polymère qui est de couleur marron miel.

Le rendement est calculé par une simple pesée selon l'équation :

$$R(\%) = \frac{\text{Masse final du polymère}}{\text{Masse initial du monomère}} \cdot 100$$

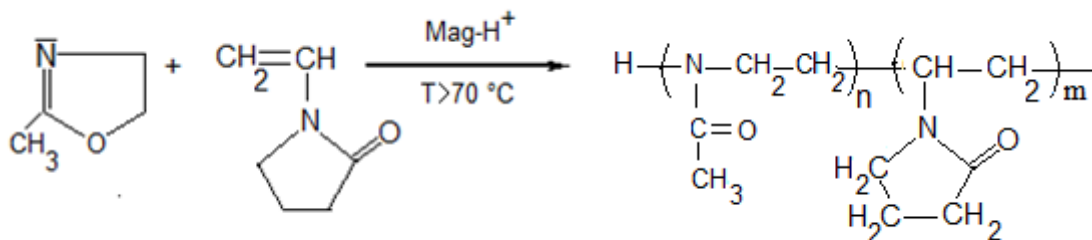
Le même mode opératoire est appliqué pour les réactions effectuées pour l'étude cinétique de la polymérisation du MOX avec C.A en présence de la Mag-H^+ .



IV.2- Copolymérisation du MOX avec NVP

Dans un ballon de 100ml, on introduit 0.5g du MOX et 0.66g NVP puis on ajoute une quantité de Maghnite-H⁺ (% en poids). Les réactions ont lieu à température de 70°C, en masse durant sept heures.

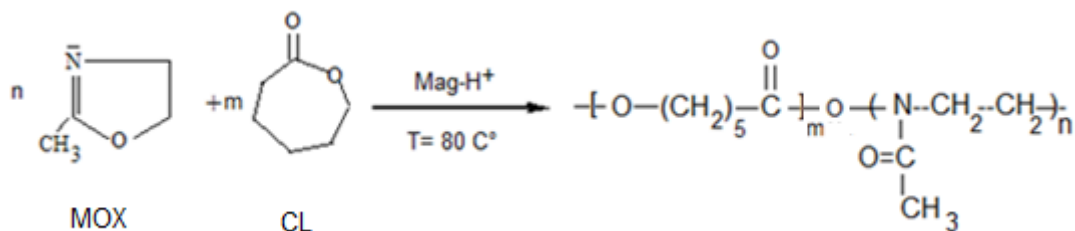
A la fin de la réaction, le polymère obtenu est filtré et au même temps lavé par un solvant puis on élimine le solvant par le passage du polymère dans l'évaporateur rotatif, le rendement est déterminé par une simple pesée.



IV.4- Copolymérisation du MOX avec CL

Dans un ballon monocle, muni d'un réfrigérant au reflux, on introduit 2g du monomère MOX, 2.68g du monomère CL, puis on ajoute 0,7 g de la Maghnite-H⁺ (15% par apport à la masse globale des deux monomères) séchée au préalable à l'étuve 105°C durant une nuit. Le mélange est porté à une température 80°C, sous agitation magnétique pendant huit heures.

Après l'arrêt de la réaction, le produit obtenu sera filtré puis lavé avec de chloroforme pour récupérer la Maghnite-H⁺. Puis on élimine le solvant par le passage du copolymère dans l'évaporateur rotatif, le rendement est déterminé par une simple pesée.



IV.4- Copolymérisation du NVP avec ECH

Dans un ballon de 100ml, on introduit 0.5g du NVP et 0.41g d'ECH puis on ajout une quantité de Maghnite- H^+ (% en poids). Les réactions ont lieu à température de 30°C , en masse durant sept heures.

A la fin de la réaction, le polymère obtenu est filtré et au même temps lavé par un solvant puis on élimine le solvant par le passage du polymère dans l'évaporateur rotatif, le rendement est déterminé par une simple pesée.

