



UNIVERSITE KASDI MARBAH OUARGLA
Laboratoire de recherche Dynamique, interaction et
réactivité des systèmes



Faculté des sciences appliquées

Département de Génie des Procédés

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention d'un Master académique

En

Domaine : Science et Technologie

Filière : Industries Pétrochimiques

Option : Génie Pétrochimique

Présenté Par :

Zitouni Mohammed Aimen et Mefatih Boumaddiane

Thème

Synthèses, caractérisations et applications des matrices polymériques Poly Chlorure de Vinyle analytique (PVC analytique) modifiées par des amines primaires aromatiques.

Bencheikh Kamel
Chaib Hadjira
M^{me}. ZOBEIDI Naoual
Mr. TABCHOUCHE Ahmed

Président
Examinateur
Encadreur
Co- Encadreur

UKM Ouargla
UKM Ouargla
UKM Ouargla
UKM Ouargla

Année universitaire : 2021-2022

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ
الْحَمْدُ لِلَّهِ الَّذِي
خَلَقَ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ
وَالَّذِي يُضَوِّبُ الْمَوْتِ
وَالَّذِي يُضَوِّبُ الْمَوْتِ
وَالَّذِي يُضَوِّبُ الْمَوْتِ



Remerciement

Je remercie Dieu le tout puissant qui ma donné du courage, la patience et la force jusqu'à la fin de ce modeste travail.

Je remercie vivement mes deux promoteurs, madame Zoubeidi, et monsieur Tabchouche, pour m'avoir suivi et soutenu pour réaliser ce travail.

Je tiens à adresser mes plus vifs remerciements aux membres du jury qui ont accepté de juger ce travail.

Nous adressons notre sincère remerciements aux toutes les enseignants du département de génie des procédés de l'université Kasdi Marbahh , laboratoire de génie des procédés.

ns oublier, de remercier tous ceux qu'ils m'ont aidé de près ou de loin pour réaliser ce travail.





Dédicace

A mes Papa et Maman.

Je vous remercie du fond du cœur,
pour votre amour et votre soutien indéfectible.

A mes frères : mouslim – Houssam

A mes amies : Zakaria - Rahmoun - Sid ali - Abd El
Maoula

A toute ma famille, A tout mes amis.

Je le dédie mes collègues de promo de l'année 2022 en
master,

A tous que je les connu pendant ces années
universitaires.



ملخص

يعتبر كلوريد البولي فينيل أحد أكثر البوليمرات العضوية الموجودة في الحياة اليومية.

في هذا العمل، نقوم بتطبيق تعديلات كيميائية على سلسلة PVC التحليلية عن طريق استبدال جزيء الكلوريد باستخدام مواقع 1،2 ديامينوبروبان وثنائي (3-أمينوبروبيل) أمين لتطويع مصفوفة بوليميرية جديدة من PVC والتي تعطي ميزة PVC لكونها تستخدم في مناطق أخرى.

الكلمات الدلالية: بولي (كلوريد الفينيل) ، تعديل كيميائي ، تجميع الارتجاع ، 1،2 ديامين بروبان ، ثنائي (3-أمينوبروبيل) أمين

Résumé

Le poly vinyle de chlorure est l'une des polymères organiques le plus existant dans la vie quotidienne.

Dans ce travaille, on appliquer des modifications chimiques sur la chaine PVC analytique par substitution de la molécule de chlorure en utilisant des sites de 1,2 Diaminopropane et bis (3-aminopropyl) amine pour élaborer une nouvelle matrice polymérique de PVC qui donne l'avantage au PVC d'être utiliser dans autre Domaines.

Keywords: Poly (vinyl chloride) , modification chimique, Montage à reflux , 1,2 diamine propane, bis (3-aminopropyl) amine

Abstract

Polyvinyl chloride is one of the most existing organic polymers in everyday life.

In this work, we apply chemical modifications on the analytical PVC chain by substitution of the chloride molecule using sites of 1, 2 Diaminopropane and bis (3-aminopropyl) amine to develop a new polymeric matrix of PVC which gives the advantage to PVC of being used in other areas.

Keywords: Poly (vinyl chloride), chemical modification, Reflux assembly, 1,2 diamine propane, bis (3-aminopropyl) amine

Liste des schémas

Schéma.I. 1: Mécanisme réactionnel de A2.....	9
Schéma.I. 2 : Mécanisme réactionnel de A3.....	11
Schéma.I. 3:Mécanisme réactionnel de A4.....	12
Schéma.I. 4: Mécanisme réactionnel de A6.....	14
Schéma.I . 5 Mécanisme réactionnel de A7	15
SCHEMA.II. 1: Structure d'une base de Schiff.....	18
SCHEMA.II. 2: Mécanisme réactionnel de B2	21
SCHEMA.II. 3:Mécanisme réactionnel de B3	22
SCHEMA.II. 4: Mécanisme réactionnel de B4	23
SCHEMA.II. 5: Mécanisme réactionnel de B6	25
SCHEMA.II. 6: Mécanisme réactionnel de B7	26

Liste des tableaux

Tableau.I 1: Propriétés physiques chimiques de PVC.....	1
Tableau.I 2 : Propriétés physiques chimiques de PVC et SALICYLALDEHYD.....	2
Tableau. I 3: Propriétés physiques chimiques de bis (3-aminopropyl) amine.....	3
Tableau.I 4:Propriétés physiques chimiques des solvants utilisés	4
Tableau.I 5: Propriétés physiques chimiques des catalyseurs nécessaires	4
TABLEAU. II 1: Propriétés physiques chimiques de 1,2 diamine propane	17
TABLEAU. II 2: Propriétés physiques chimiques de Methanol.....	18
TABLEAU 1: montrant le Poids de l'échantillon en PVC modifié	27
TABLEAU 2: montrant le Couleur en PVC modifié	27
TABLEAU 3: Tableau montrant l'analyse CCM en PVC modifié	30
TABLEAU 4 : Principaux bandes d'bsorption l'IR attribuées.....	32
TABLEAU 5 :tableaux du gro upements fonctionnelle de spectroscopie IR	33
TABLEAU III 1: Tableau montrant le Mesure de conductivité.....	36

Liste des figures

FIGURE I1: Schéma et montage de synthèse organique à reflux	6
FIGURE I2: Schéma l'étape de travaille.....	7
FIGURE I 3: mélange A1	8
FIGURE I 4: Montage utilisé dans le précipitation produit A2	8
FIGURE I 5: produit de filtration A2	9
FIGURE I 6: PVC modifier produit A2	9
FIGURE I 7: Montage utilisé dans le précipitation produit A3	10
FIGURE I 8: produit de filtration A3	10
FIGURE I 9: PVC modifier produit A3	11
FIGURE I 10: mélange A4.....	12
FIGURE I 11: mélange A5.....	12
FIGURE I 12: Montage utilisé dans la précipitation produit A6	13
FIGURE I 13: produit de filtration A6	13
FIGURE I 14 :PVC modifier produit A6	14
FIGURE I 15: Montage utilisé dans le précipitation produit A7	14
FIGURE I 16: produit de filtration A7	15
FIGURE I 17 : PVC modifier produit A7	15
FIGURE. II 1: schéma technique de montage a reflux	19
FIGURE. II 2: mélange B1	19
FIGURE. II 3: Montage utilisé dans le précipitation produit B2	20
FIGURE. II 4:produit de filtration B2	20
FIGURE. II 5: PVC modifier produit B2.....	20
FIGURE. II 6: produit de filtration B3	21
FIGURE. II 7: PVC modifier produit B3.....	22
FIGURE. II 8: mélange B4	23
FIGURE. II 9: mélange B5	23
FIGURE. II 10: Montage utilisé dans le précipitation produit B6	24
FIGURE. II 11: produit de filtration B6	24
FIGURE. II 12: PVC modifier produit B6.....	24
FIGURE. II 13: Montage utilisé dans le précipitation produit B7	25
FIGURE. II 14: produit de filtration B7	26
FIGURE. II 15: PVC modifier produit B7.....	26
FIGURE I II 1 :PVC dissous dans du DMF	28
FIGURE I II 2 :la cuve avec l'éluant	29
FIGURE I II 3 :appareil irradiation UV	29
FIGURE I II 4 :papier CCM et le résultat de l'analyse	29
FIGURE I II 5: Spectre infrarouge du PVC Analytique	31
FIGURE I II 6 :Spectre infrarouge du A7:(C6H17N3 ,SALICYLALDEHYD avec PVC)	31
FIGURE I II 7 :Spectre infrarouge du A2 (C6H17N3 , KOH avec PVC):.....	32
FIGURE I II 8 :Spectre infrarouge du A6 :(C6H17N3 , SALICYLALDEHYD, KOH avec PVC) :	32
FIGURE III 1 : Solution d'eau de plomb après élimination du PCV modifié.....	35
FIGURE III 2: appareil Conductivité metre.....	35

Liste d'Abbreviations

PVC : polychlorure de vinyle

KOH : Hydroxyde de potassium

CCM : Chromatographie sur couche mince

DMF : Dimethylformamide

IR : Infrarouge

UV-VIS : Ultraviolet visible

A1 : C₆H₁₇N₃ avec KOH

A2 : C₆H₁₇N₃ avec KOH avec PVC

A3 : C₆H₁₇N₃ avec KOH avec PVC avec SALICYLALDEHYD

A4 : C₆H₁₇N₃ avec SALICYLALDEHYD

A5 : C₆H₁₇N₃ avec SALICYLALDEHYD avec KOH

A6 : C₆H₁₇N₃ avec SALICYLALDEHYD avec KOH avec PVC

A7 : C₆H₁₇N₃ avec SALICYLALDEHYD avec PVC

B1 : C₃H₁₀N₂ avec KOH

B2 : C₃H₁₀N₂ avec KOH avec PVC

B3 : C₃H₁₀N₂ avec KOH avec PVC avec SALICYLALDEHYD

B4 : C₃H₁₀N₂ avec SALICYLALDEHYD

B5 : C₃H₁₀N₂ avec SALICYLALDEHYD avec KOH

B6 : C₃H₁₀N₂ avec SALICYLALDEHYD avec KOH avec PVC

B7 : C₃H₁₀N₂ avec SALICYLALDEHYD avec PVC

Sommaire

Remerciement.....	
Dédicace.....	
Liste des schémas.....	
Liste des tableaux.....	
Liste des figures.....	
Liste d'Abréviations.....	
Sommaire.....	
Chapitre I : modifications chimiques sur PVC analytique avec bis (3-aminopropyl) amine	
I. Matériels et méthodes.....	1
I.1 Matériels.....	1
I.1.1 Les réactifs utilisés.....	1
I.1.1.1 Polyvinyle de chlorure (PVC) :	1
I.1.1.2 SALICYLALDEHYD:	2
I.1.1.3 Bis (3-aminopropyl) amine :	2
I.1.2 Solvants :	3
I.1.2.1 L'éthanol:	3
I.1.2.2 DMF :	3
I.1.3 Catalyseur :	4
I.1.3.1 Hydroxide de potassium:.....	4
I.1.4 Les composants du montage :	5
I.1.5 Les synthèses organiques :	6
I.1.5.1 La méthode du chauffage à reflux :	6
I.1.5.2 Étape de préparation des échantillons :	7
I.2 Méthodes:	8
I.2.1 La préparation des échantillons :	8
Chapitre II : modifications chimiques sur PVC analytique avec 1,2 Diaminopropane	
II. Matériels et méthodes :	17
II.1 Matériels :	17
II.1.1 Les réactifs utilisés :	17
II.1.1.1 1,2 diamine propane :	17
II.1.2 Solvants :	17
II.1.2.1 Methanol :	17
II.1.3 Définition des bases de Schiff :	18

II.1.4	Les composants du montage :.....	19
II.3	Méthodes:	19
II.3.1	Préparation des échantillons :.....	19
II.I	Résultats et discussion : (Chapitre I et Chapitre II).....	27
II.I.1	Comparez les résultats obtenus :	27
II.I.1.1	Poids de l'échantillon :.....	27
II.I.1.2	Couleur :.....	27
II.I.2	Les méthodes physiques d'analyses :.....	27
II.I.2.1	La chromatographie sur couche mince (CCM) :.....	27
II.I.2.2	Spectroscopie Ultra violette (UV-visible) :.....	30
II.I.2.3	La spectroscopie infrarouge (I.R) :	30
Chapitre III: Application		
III.	Application :.....	35
Conclusion générale		37

Introduction générale

Le polyvinyle de chlorure (PVC) devenu l'une des principales matières plastiques car leur caractère économique des produits en PVC à l'achat et à l'entretien, et aussi car leurs propriétés mécaniques et physiques peuvent modifier selon les besoins [1]

Il est utilisé dans notre vie quotidienne pour diverses applications et joue un rôle prépondérant dans la protection de notre santé et dans notre sécurité [2]

Dans ce travail étant donné que la pollution du milieu aquatique par les métaux lourds issus des déchets industriels et de consommation est considérée comme une menace pour les organismes aquatiques et pour la santé humaine, nous avons concentré nos travaux en laboratoire sur la synthèse de nouveaux matériaux à partir du PVC afin d'en extraire des cations métalliques. Plusieurs produits à base de polymères ont été synthétisés. Plusieurs réactions chimiques ont été appliquées telles que la substitution, l'élimination, la réduction et la dégradation. La substitution nucléophile est la réaction la plus étudiée [3],

Moi et mon ami avons fait des substitutions du chlorure de PVC par en utilisant des sites de 1,2 Diaminopropane et bis (3-aminopropyl) amine. Ce travail est consacré à la modification du polychlorure de vinyle par des amines aromatiques [4].

Dans le présent travail, nous avons synthétisé de nouveaux produits une utilisation dans l'extraction des métaux lourds qui sont répandus dans l'environnement et connus pour être nocifs pour la santé humaine. [5-10]

Dans cet article, nous avons préparé trois chapitres :

Le premier chapitre contient la modification chimique du polychlorure de vinyle avec une Bis (3-aminopropyl) amine.

Le deuxième chapitre contient la modification chimique du polychlorure de vinyle avec une 1,2 diamine propane.

Le troisième chapitre contient Application PVC modifié

Chapitre I : modifications
chimiques sur PVC analytique
avec bis (3-aminopropyl) amine

I. Matériels et méthodes

II.1 Matériels

I.1.1 Les réactifs utilisés

I.1.1.1 Polyvinyle de chlorure (PVC) :

Le poly (chlorure de vinyle), connu sous le sigle PVC (sigle venant de l'appellation anglaise poly vinyl chloride),

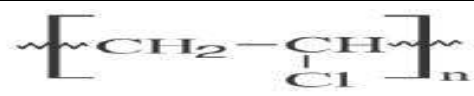
Le PVC est un polymère linéaire de grande consommation obtenu par polymérisation radicalaire du chlorure de vinyle. [11]

Le polyvinyle de chlorure est un polymère correspondant à une famille de polymère vinyliques dont la chaîne principale est constituée par l'enchaînement de deux atomes de carbone issus de l'ouverture d'une double liaison éthylénique (c-c). amorphe ou faiblement cristallin, principal représentant de la famille chloropolymères. [12]

Il est préparé à partir de deux matières premières : à 57% de sel de mer (NaCl) et à 43% de pétrole

Pour le PVC, il s'agit du chlorure de vinyle monomère ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{Cl}$). Une molécule de PVC contient 750 à 1500 monomères [13]

Tableau.I 1: Propriétés physiques chimiques de PVC.

Propriétés	PVC
Formule	$(\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl})_n$ $n = 700 \text{ à } 1\ 500$
Masse molaire	62.498 g/mol (n)
Apparence	solide
Densité	1.2 à 1.3 g/cm ³
Point de fusion	160-220 C°
Point d'ébullition	75-105 C°
Structure	

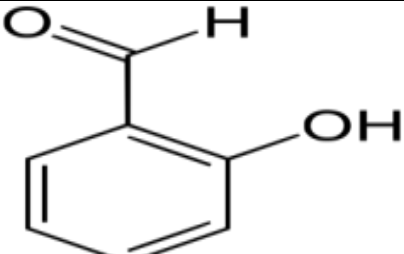
I.1.1.2 SALICYLALDEHYD:

Le SALICYLALDEHYD (2-hydroxybenzaldéhyde) est un composé organique aromatique de formule $C_6H_4CHO-2-OH$. Le SALICYLALDEHYD se présente sous la forme d'un liquide de couleur jaunâtre.

Il est présent à l'état naturel dans certains végétaux (Filipendula) et certains insectes (Chrysomelidae). Il est aujourd'hui présent dans de nombreux parfums et est utilisé dans de nombreuses industries chimiques et pharmaceutiques

Le SALICYLALDEHYD se décompose lorsqu'il est chauffé, notamment en oxydes de carbone (monoxyde et dioxyde), et forme des vapeurs et gaz irritants. Il peut réagir dangereusement avec des oxydants forts, des bases fortes et des acides forts. [14]

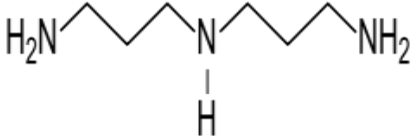
Tableau.I 2 : Propriétés physiques chimiques de PVC et SALICYLALDEHYD.

Propriétés	SALICYLALDEHYD
Formule	$C_7H_6O_2$
Masse molaire	122,121g/mol
Apparence	Liquide
Point de fusion	-7 °C
Point d'ébullition	197 °C
Structure	

I.1.1.3 Bis (3-aminopropyl) amine :

La bis (3-aminopropyl) amine se présente sous la forme d'un liquide incolore. Moins dense que l'eau. Point d'éclair de 117 C°. Très irritant pour la peau et les yeux, et peut être toxique par ingestion.

Tableau. I 3: Propriétés physiques chimiques de bis (3-aminopropyl) amine

Propriétés	bis (3-aminopropyl) amine
Formule	C6H17N3
Masse molaire	131,22 g/mol
Apparence	Liquide incolore
Densité	930 mg/mL
Point de fusion	-14 °C
Point d'ébullition	235 °C
Structure	

I.1.2 Solvants :

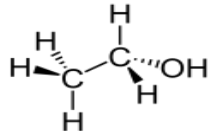
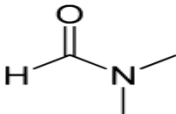
I.1.2.1 L'éthanol:

L'éthanol est un alcool primaire à deux carbones de formule brute C₂H₆O, c'est un liquide volatil incolore et qui a une odeur. Les propriétés physicochimiques de l'éthanol proviennent principalement de la présence du groupement hydroxyle et de la courte chaîne carbonée. L'éthanol peut être utilisé comme solvant dans de nombreuses réactions chimiques lors de synthèses, donc c'est un solvant polaire protique miscible avec de nombreux solvants organiques comme les solvants chlorés (ex : chloroforme...), les solvants aromatiques (ex: pyridine...). Du fait de la nature polaire du groupement hydroxyle, l'éthanol peut aussi dissoudre des composés ioniques comme l'hydroxyde de sodium ou de potassium.

I.1.2.2 DMF :

Le N, N-diméthylformamide ou DMF est un solvant courant en chimie organique de formule HCO-N(CH₃)₂. Ce liquide incolore est miscible à l'eau et à la majorité des liquides organiques. C'est un solvant aprotique polaire à haut point de fusion/ébullition utilisé couramment pour les réactions chimiques. Le DMF est un amide dérivé de l'acide formique et de la diméthylamine. Il facilite les réactions de S_N2 notamment. À haute température, il se décompose en acide formique et diméthylamine.

Tableau.I 4:Propriétés physiques chimiques des solvants utilisés

Propriétés	l'éthanol	DMF
Formule chimique	C ₂ H ₆ O	C ₃ H ₇ NO
Masse molaire	46g/mol	73.09 g/mol
Température de fusion	-117C°	-61 C°
Température d'ébullition	79C°	153 C°
L'état	liquide	Liquid
Couleur	Incolore	Incolore
Structure		

I.1.3 Catalyseur :

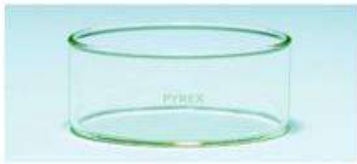
I.1.3.1 Hydroxide de potassium:

L'hydroxyde de potassium est un corps minéral de formule brute KOH. Ce composé chimique caustique, à la fois corrosif et fortement basique à température et pression ambiante, un solide blanc dur. Le KOH est obtenu par électrolyse des solutions aqueuse de chlorure de potassium KCl. Cette opération est également du chlore et de l'hydrogène

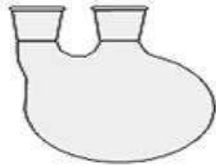
Tableau.I 5: Propriétés physiques chimiques des catalyseurs nécessaires

Propriétés	Potassium hydroxide
Formule	KOH
Masse molaire	56,1056 g/mol
Point de fusion	360 °C
Point d'ébullition	1 327 °C
Apparence	Solide blanc, inodore
Densité	2.12 g/cm³

I.1.4 Les composants du montage :



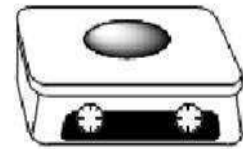
Cristallisoirs verre borosilicaté



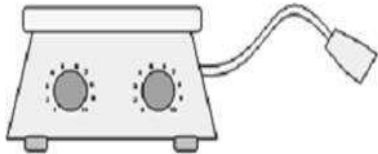
Ballon bi-col



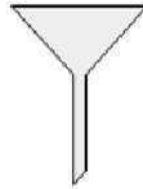
Thermomètre



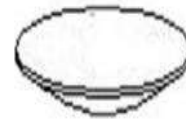
Balance



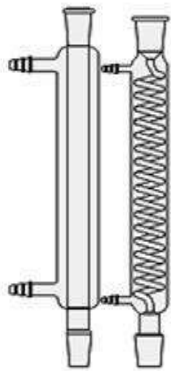
Plaque chauffante avec agitation



Entonnoir



Verre de montre



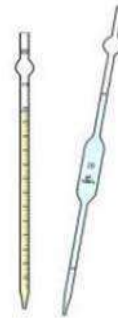
Réfrigérant



Éprouvette graduée



Ampoule à décanter



Pipette graduée et Jaugée



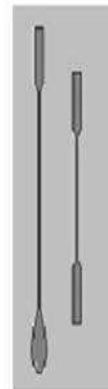
Pissette



Pince (29)



papier filtre



Spatule

Pompe de l'eau

tuovon

I.1.5 Les synthèses organiques :

On désigne par synthèse organique, L'ensemble des méthodes de la chimie qui permettent d'accéder des polymères dont la structure moléculaire correspond à celle recherchée par L'expérimentateur. [15]

I.1.5.1 La méthode du chauffage à reflux :

Le chauffage à reflux permet d'accélérer les réactions chimiques lors d'une synthèse. En effet, la vitesse de réaction augmente avec la température. Le montage « à reflux » permet de s'assurer que les espèces chimiques qui doivent réagir ou qui ont été produites ne vont pas être perdues dans l'air en s'évaporant. Il existe deux types de montage à reflux : avec un réfrigérant à air ou avec un réfrigérant à eau. [16]



FIGURE I1: Schéma et montage de synthèse organique à reflux

I.1.5.2 Étape de préparation des échantillons :

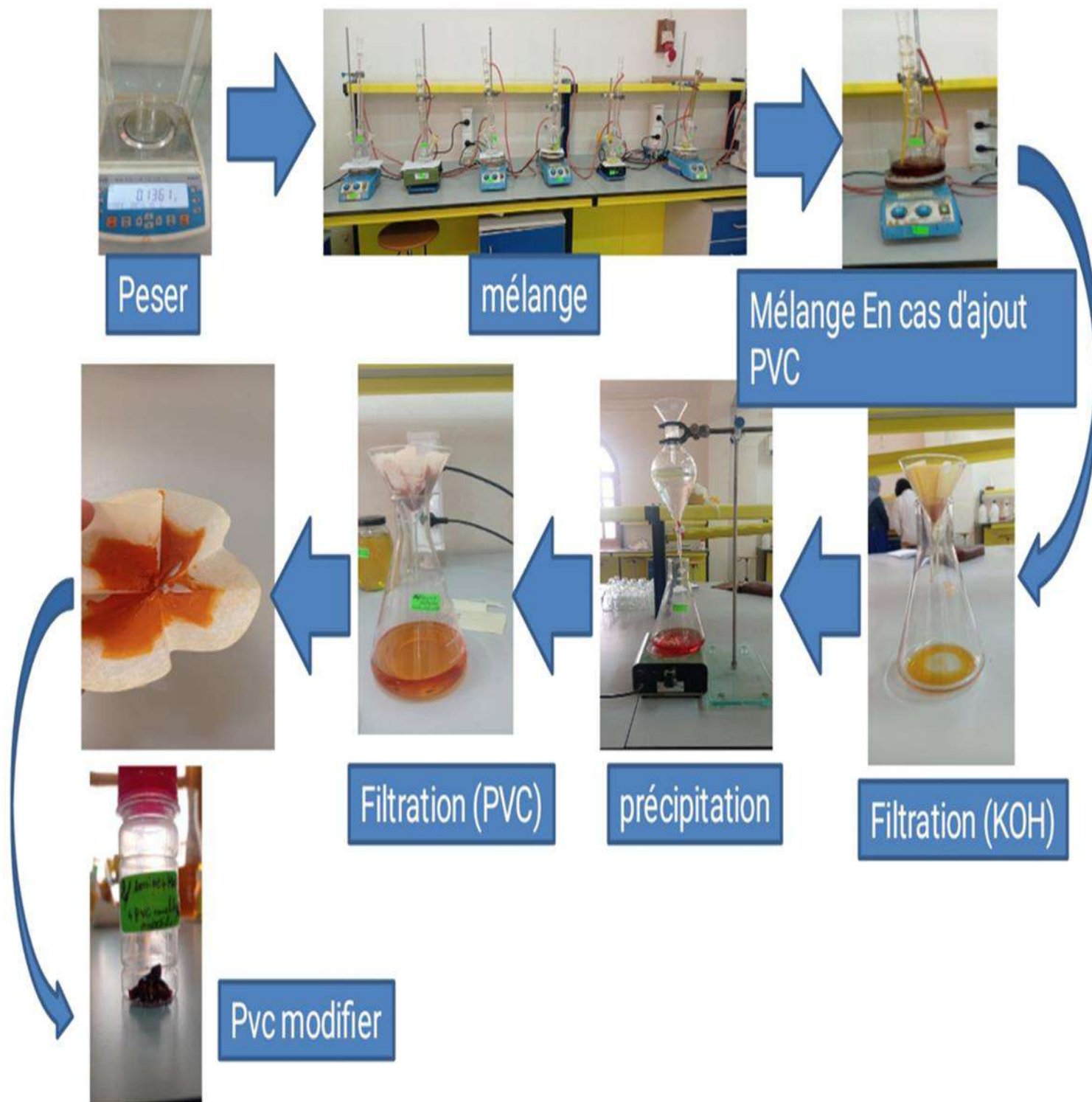


FIGURE I2: Schéma l'étape de travail

II.2 Méthodes:

I.2.1 La préparation des échantillons :

Préparation de chlorure de polyvinyle modifié (Utilisation du bis (3-aminopropyl) amine).

Etape 1 : (C₆H₁₇N₃ avec KOH) :

Dans un ballon tri colle 250ml ; Peser 131mg de bis (3-aminopropyl) amine ajouté 30ml DMF. Puis ajouter 66 mg de KOH avec 30 ml de DMF avec agitation pendant 12 heures.

Observation :

Nous remarquons la couleur passant de la transparente au blanc pâle.

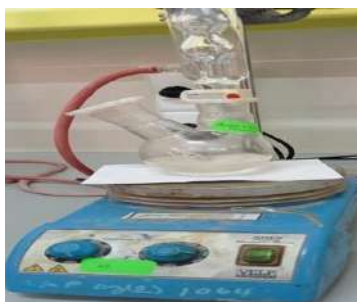


FIGURE I 3: mélange A1

Méthode 2 :(Etape 1 avec PVC) :

Dans un ballon tri colle :

1_ Ajouter 524mg de PVC avec 30ml de DMF agité et chauffé à 60C° pendant 6h.

Récupération de produit de la réaction :

- On filtre le produit et c'est pour extraire le KOH
- Titrer par l'éthanol pour faire la précipitation de PVC modifier.

Observation :

Observer une poudre orange dans la solution obtenus.



FIGURE I 4: Montage utilisé dans le précipitation produit A2

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures



FIGURE I 5: produit de filtration A2

Nous pesons le PVC modifié (m=478,6mg)



FIGURE I 6: PVC modifier produit A2

Réaction :

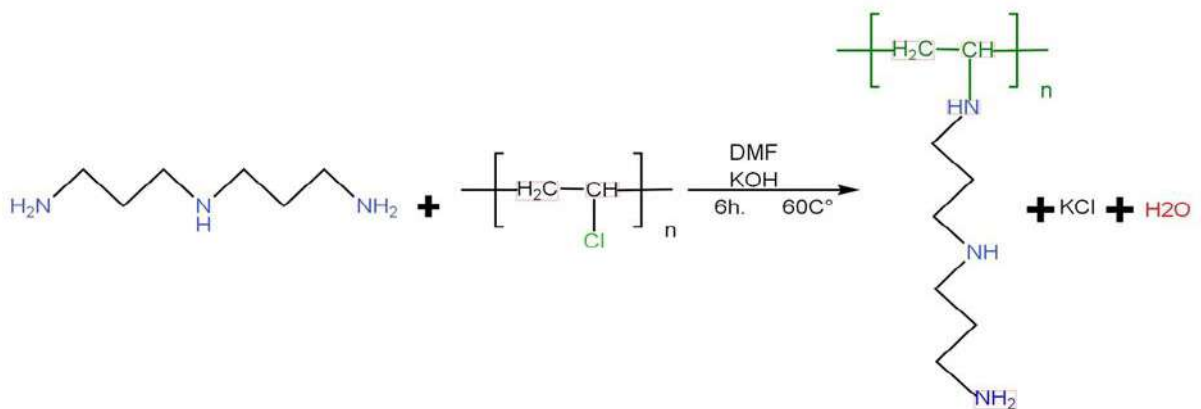


Schéma.I. 1: Mécanisme réactionnel de A2

Méthode 3 :(Etape 2 avec SALICYLALDEHYD) :

Dans un ballon tri colle :

1-Ajouter 124 mg de SALICYLALDEHYD avec 30 ml de DMF

2-le mélange agité à température ambiante pendant 12 h

Récupération de produit de la réaction :

-On filtre le produit et c'est pour extraire le KOH

-Titrer par l'éthanol pour faire la précipitation de PVC modifié.

Observation :

Observer une poudre orange dans la solution obtenus.



FIGURE I 7: Montage utilisé dans le précipitation produit A3

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures

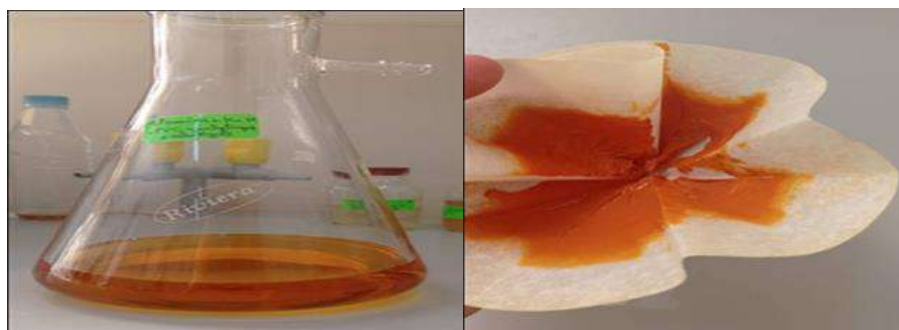


FIGURE I 8: produit de filtration A3

Nous pesons le PVC modifié (m=789.4 mg)



FIGURE I 9: PVC modifier produit A3

Réaction :

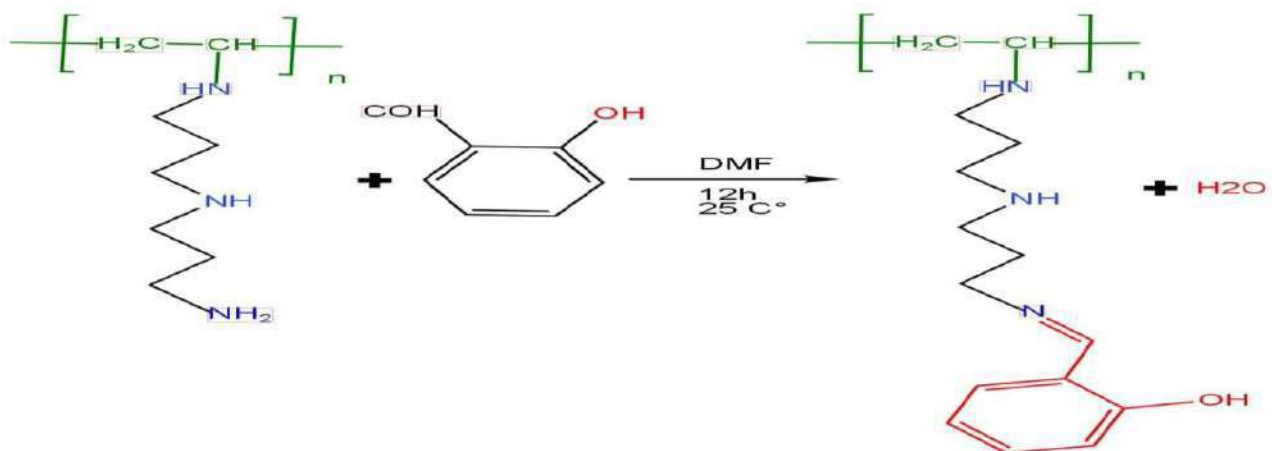


Schéma.I. 2 : Mécanisme réactionnel de A3

Etape 4 :(C₆H₁₇N₃ avec SALICYLALDEHYD) :

Dans un ballon tri colle :

- 1_ Peser 131mg de bis (3-aminopropyl) amine ajouté 30ml DMF.
- 2_ Puis ajouter 124 mg de SALICYLALDEHYD avec 30 ml de DMF
- 3_ le mélange agité à température ambiante pendant 12 h

Observation :

On remarque une couleur jaune (**BASE DE SCHIFF**)

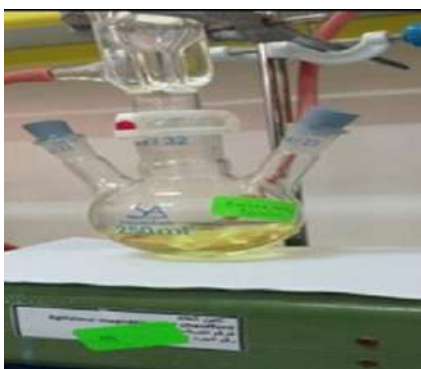


FIGURE I 10: mélange A4

Réaction :

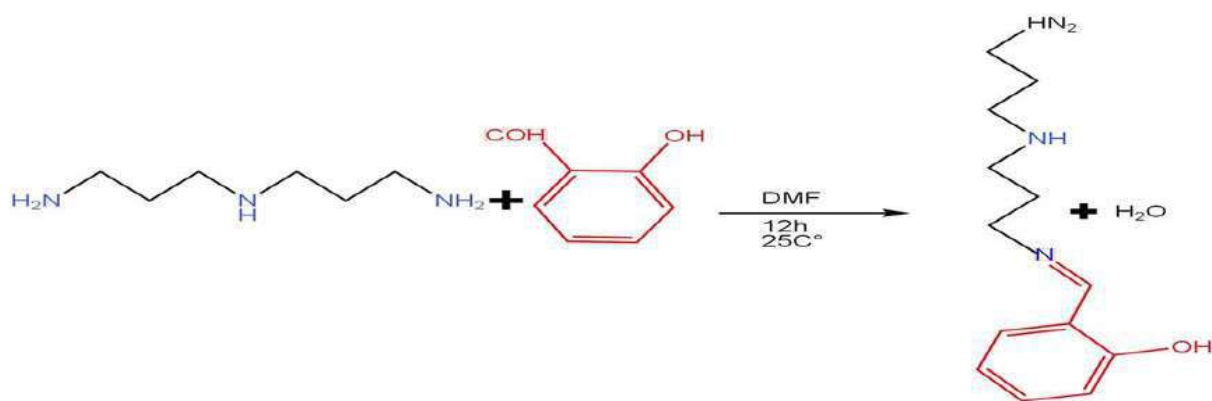


Schéma.I. 3:Mécanisme réactionnel de A4

Etape 5 :(Etape 4 avec KOH) :

Dans un ballon tri colle :

- 1_Puis ajouter 66 mg de KOH avec 30 ml de DMF
- 2_le mélange agité à température ambiante pendant 12 h

Observation :

On remarque une couleur jaune foncé



FIGURE I 11: mélange A5

Méthode 6 :(Etape 5 avec PVC) :

Dans un ballon tri colle :

1-Ajouter 524mg de PVC avec 30ml de DMF agité et chauffé à 60C°pendant 6h

Récupération de produit de la réaction :

-On filtre le produit et c'est pour extraire le KOH

-Titrer par méthanol pour faire la précipitation de PVC modifier.

Observation :

Observer une poudre augure rouge dans la solution obtenus.



FIGURE I 12: Montage utilisé dans la précipitation produit A6

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures



FIGURE I 13: produit de filtration A6

Nous pesons le PVC modifié (m=461.6 mg)



FIGURE I 14 :PVC modifier produit A6

Réaction :

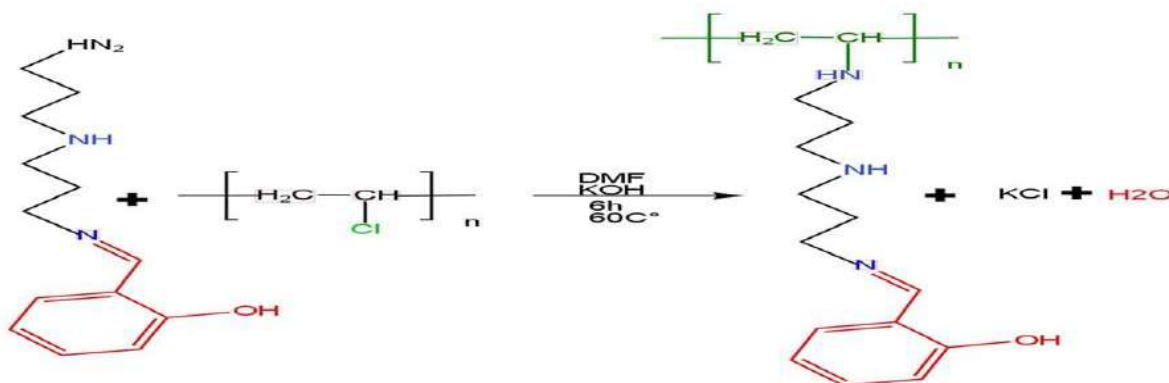


Schéma.I. 4: Mécanisme réactionnel de A6

Méthode 7 :(Etape 4 avec PVC) :

Dans un ballon tri colle :

1_Ajouter 524mg de PVC avec 30ml de DMF agité et chauffé à 60C° pendant 6h

Récupération de produit de la réaction :

-Titrer par méthanol pour faire la précipitation de PVC modifier.

Observation :

Observer une poudre jaune clair dans la solution obtenue.



FIGURE I 15: Montage utilisé dans le précipitation produit A7

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures

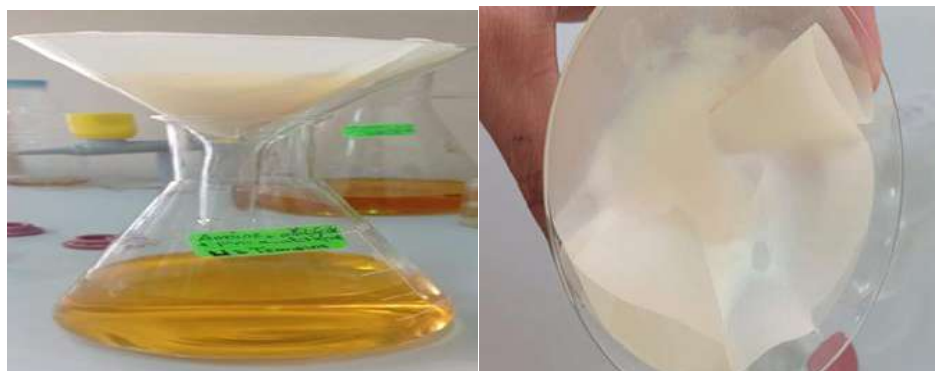


FIGURE I 16: produit de filtration A7

Nous pesons le PVC modifié (m=380 mg)



FIGURE I 17 : PVC modifier produit A7

Réaction :

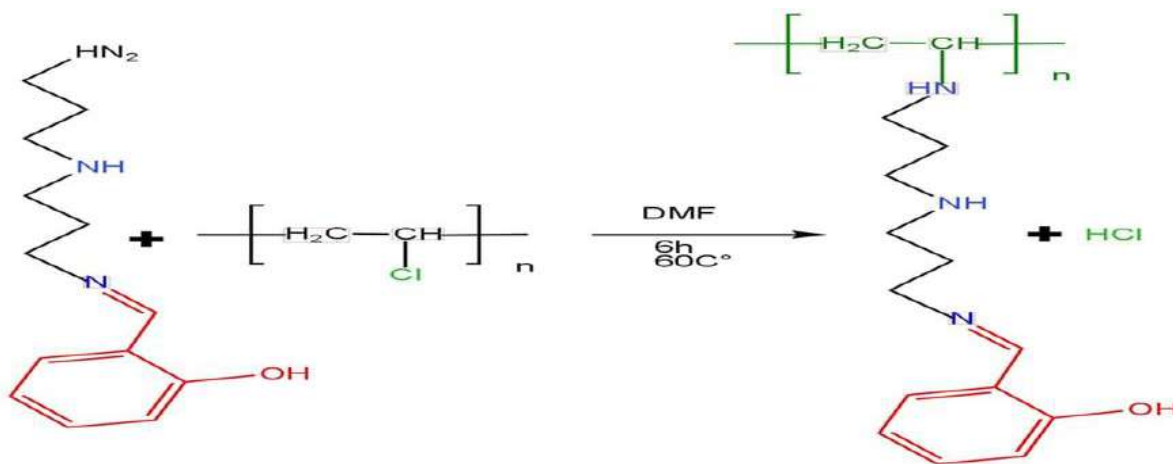


Schéma.I .5 Mécanisme réactionnel de A7

Chapitre II : modifications chimiques sur PVC analytique avec 1,2 Diaminopropane

Une réaction de synthèse dans un laboratoire de chimie organique se déroule en trois étapes : la séparation et purification des produits et l'analyse.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la synthèse et à la caractérisation et applications d'un produit utilisé.

Nous sommes intéressés à l'élaboration d'une nouvelle matrice de poly (chlorure de vinyle) par la modification chimique du PVC Analytique utilisant 1,2 diamine propane

II. Matériels et méthodes :

II.1 Matériels :

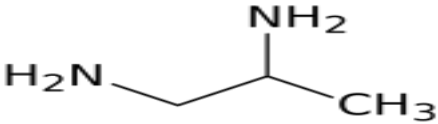
(Les mêmes Matériels que le premier chapitre, nous avons seulement changé l'amine)

II.1.1 Les réactifs utilisés :

II.1.1.1 1,2 diamine propane :

Le 1,2-diaminopropane (propane-1,2-diamine) est un composé organique de formule $\text{CH}_3\text{CH}(\text{NH}_2)\text{CH}_2\text{NH}_2$. Liquide incolore, c'est la diamine chirale la plus simple. Il est utilisé comme ligand bidenté dans la chimie de coordination. Le 1,2-diaminopropane subit une condensation avec le salicyaldéhyde et ses dérivés pour former la base de Schiff

TABLEAU. II 1: Propriétés physiques chimiques de 1,2 diamine propane

Propriétés	1,2 diamine propane
Formule	$\text{C}_3\text{H}_{10}\text{N}_2$
Masse molaire	74,12 g/mol
Apparence	Liquide incolore
Densité	870 mg/ml
Point de fusion	$-37,1^\circ\text{C}$
Point d'ébullition	$119,6^\circ\text{C}$
Structure	

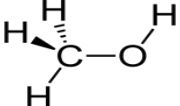
II.1.2 Solvants :

II.1.2.1 Methanol :

Le méthanol, également connu sous le nom d'alcool méthylique, de carbinol, d'alcool de bois, de naphte de bois ou d'esprit de bois est un composé chimique de formule : CH_3OH (souvent abrégé

en MeOH). C'est le plus simple des alcools, et il se présente sous la forme d'un liquide léger, volatil, incolore, inflammable, toxique avec une odeur caractéristique un peu écœurante, plus douce et sucrée que celle de l'éthanol (alcool éthylique).

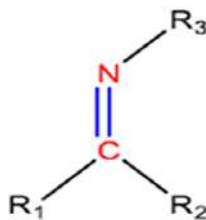
TABLEAU. II 2: Propriétés physiques chimiques de Methanol

Propriétés	Methanol
Formule chimique	CH₃OH
Masse molaire	32,04 g/mol
Température de fusion	-98 °C
Température d'ébullition	65 °C
L'état	liquide
Couleur	Incolore
Structure	

II.1.3 Définition des bases de Schiff :

Une base de Schiff est définie comme étant le produit résultant de la condensation d'une amine primaire avec une cétone ou aldéhyde. Elle est un composé comportant une double liaison C=N avec l'atome d'azote lié à un groupe aryle ou alkyle. Dans cette définition la base de Schiff est synonyme d'azométhine.

Selon la nature des radicaux R₁, R₂ et R₃, pouvant être aliphatiques ou aromatiques, les bases de schiff acquièrent des comportements divers, aussi bien sur le plan de leur stabilité ,de leur basicité, de leur mode de coordination que de la diversité de leurs domaines d'application. [17]



SCHEMA.II. 1: Structure d'une base de Schiff.

II.1.4 Les composants du montage :

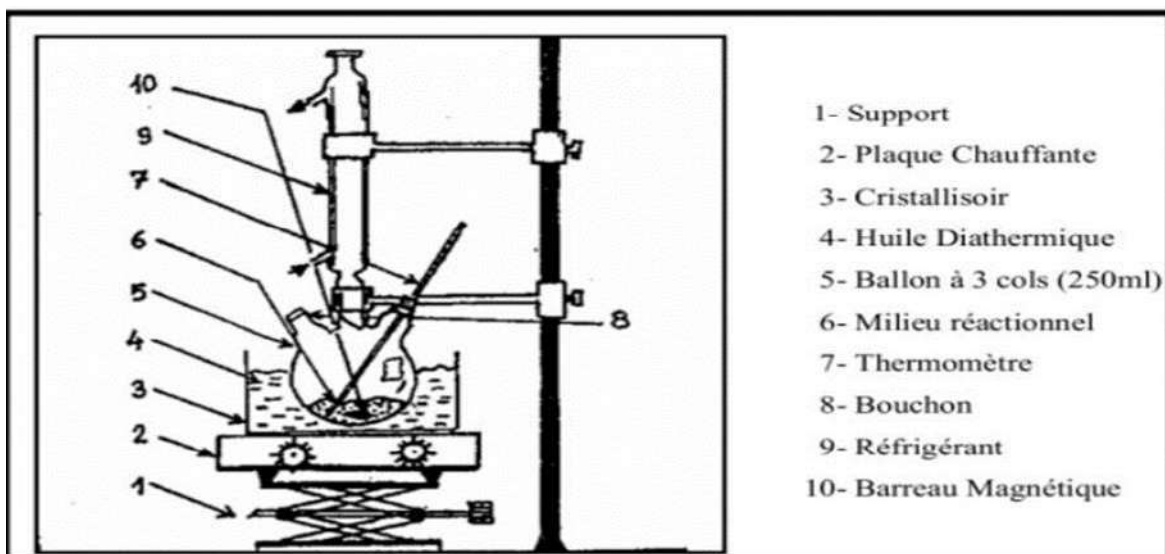


FIGURE. II 1: schéma technique de montage a reflux

II.3 Méthodes:

II.3.1 Préparation des échantillons :

Préparation de chlorure de polyvinyle modifié (Utilisation du 1,2-diaminopropane)

Etape 1 : C₃H₁₀N₂ avec KOH :

Dans un ballon tri colle : Peser 74mg de 1,2Diaminopropane ajouté 30ml DMF.

Puis ajouter 66 mg de KOH avec 30 ml de DMF avec agitation pendant 12 heures.

Observation :

Nous remarquons la couleur passant de la transparente au blanc pâle.



FIGURE. II 2: mélange B1

Méthode 2 : Etape 1 avec PVC :

Dans un ballon tri colle :

1_ Ajouter 524mg de PVC avec 30ml de DMF agité et chauffé à 60C° pendant 6h.

Récupération de produit de la réaction :

- On filtre le produit et c'est pour extraire le KOH
- Titrer par methanol pour faire la précipitation de PVC modifier.

Observation :

Observer une poudre jaune foncé dans la solution obtenus.

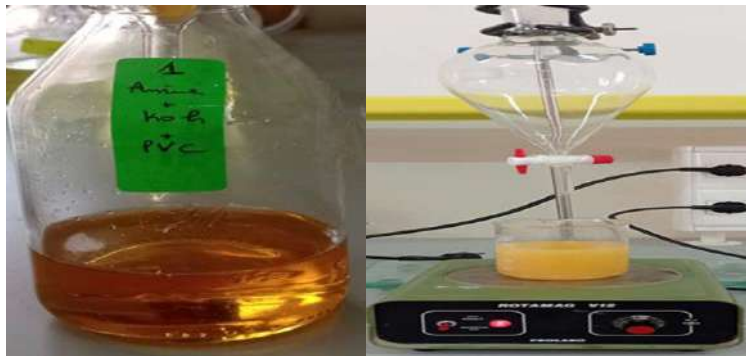


FIGURE. II 3: Montage utilisé dans le précipitation produit B2

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures

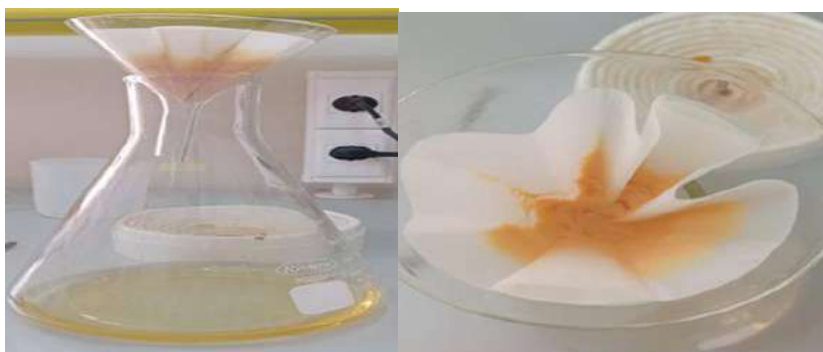


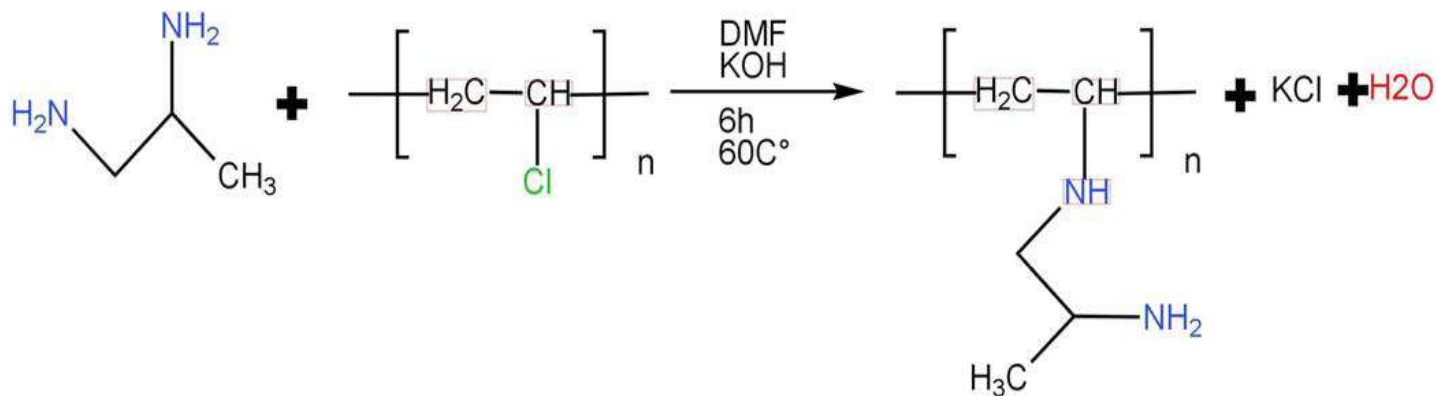
FIGURE. II 4: produit de filtration B2

Nous pesons le PVC modifié (m=487.8 mg.)



FIGURE. II 5: PVC modifier produit B2

Réaction :



SCHEMA.II. 2: Mécanisme réactionnel de B2

Méthode 3 : Etape 2 avec SALICYLALDEHYD :

Dans un ballon tri colle :

1-Ajouter 124 mg de SALICYLALDEHYD avec 30 ml de DMF

2-le mélange agité à température ambiante pendant 12 h

Récupération de produit de la réaction :

-On filtre le produit et c'est pour extraire le KOH

-Titrer par l'éthanol pour faire la précipitation de PVC modifier.

Observation :

Observer une poudre orange dans la solution obtenus.

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures

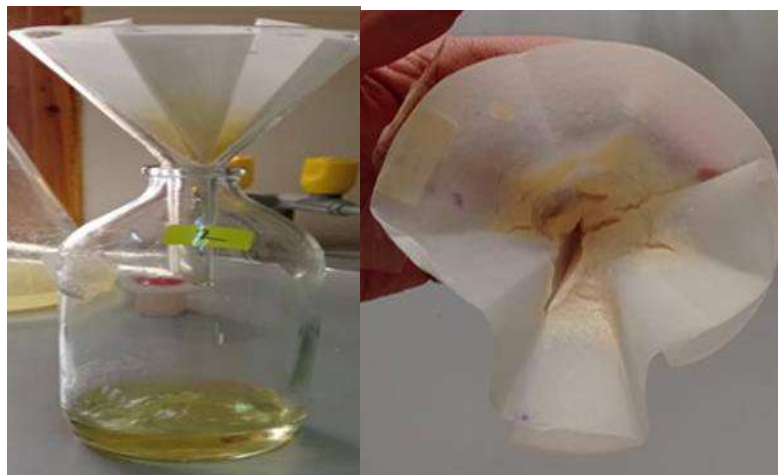


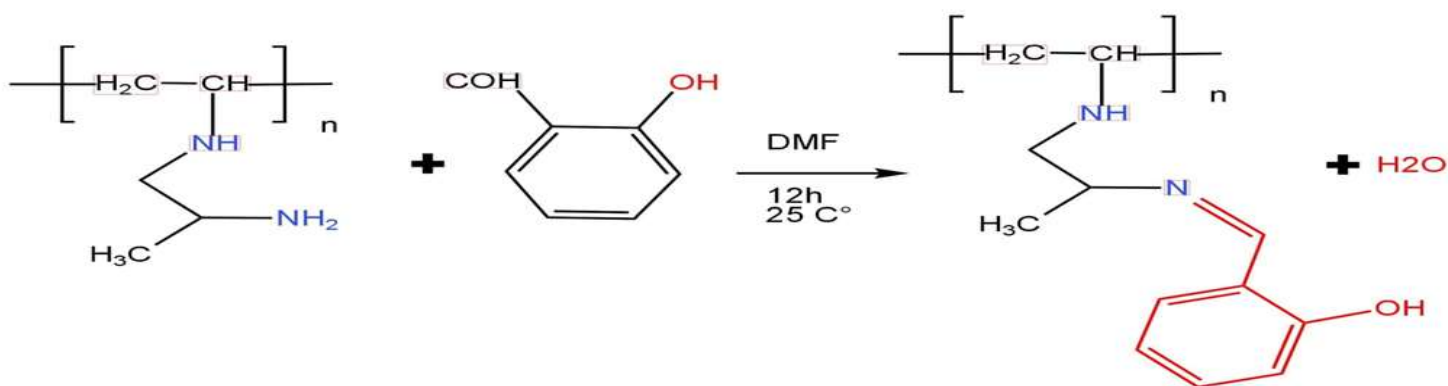
FIGURE. II 6: produit de filtration B3

Nous pesons le PVC modifié (m=519.4 mg)



FIGURE. II 7: PVC modifier produit B3

Réaction :



SCHEMA.II. 3:Mécanisme réactionnel de B3

Etape 4(témoin) :C3H10N2 avec SALICYLALDEHYD :

Dans un ballon tri colle :

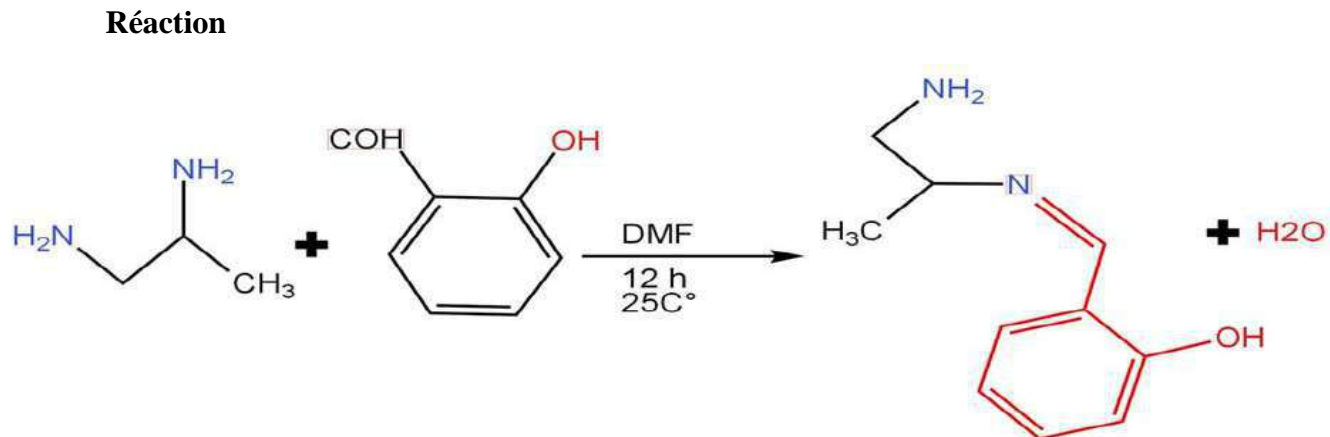
- 1_Peser 74 mg de 1,2Diaminopropane ajouté 30ml DMF.
- 2_ Puis ajouter 124mg de SALICYLALDEHYD avec 30 ml de DMF
- 3_ le mélange agité à température ambiante pendant 12 h

Observation :

On remarque une couleur jaune (BASE DE SCHIFF)



FIGURE. II 8: mélange B4



SCHEMA.II. 4: Mécanisme réactionnel de B4

Etape 5 : Etape 4 avec KOH :

Dans un ballon tri colle :

1_Puis ajouter 66 mg de KOH avec 30 ml de DMF

2_le mélange agité à température ambiante pendant 12 h

Observation :

On remarque une couleur jaune clair

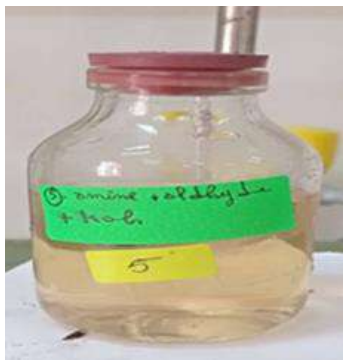


FIGURE. II 9: mélange B5

Méthode 6 : Etape 5 avec PVC :

Dans un ballon tri colle :

1-Ajouter 524mg de PVC avec 30ml de DMF agité et chauffé à 60°C pendant 6h

Récupération de produit de la réaction :

-On filtre le produit et c'est pour extraire le KOH

-Titrer par méthanol pour faire la précipitation de PVC modifier.

Observation :

Observer une poudre orange dans la solution obtenus.



FIGURE. II 10: Montage utilisé dans le précipitation produit B6

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures



FIGURE. II 11: produit de filtration B6

Nous pesons le PVC modifié (m=510,7 mg)

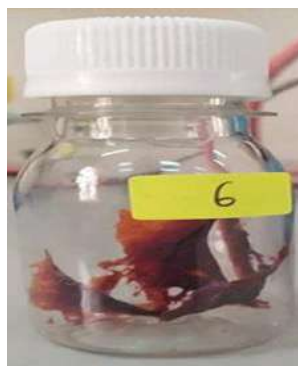
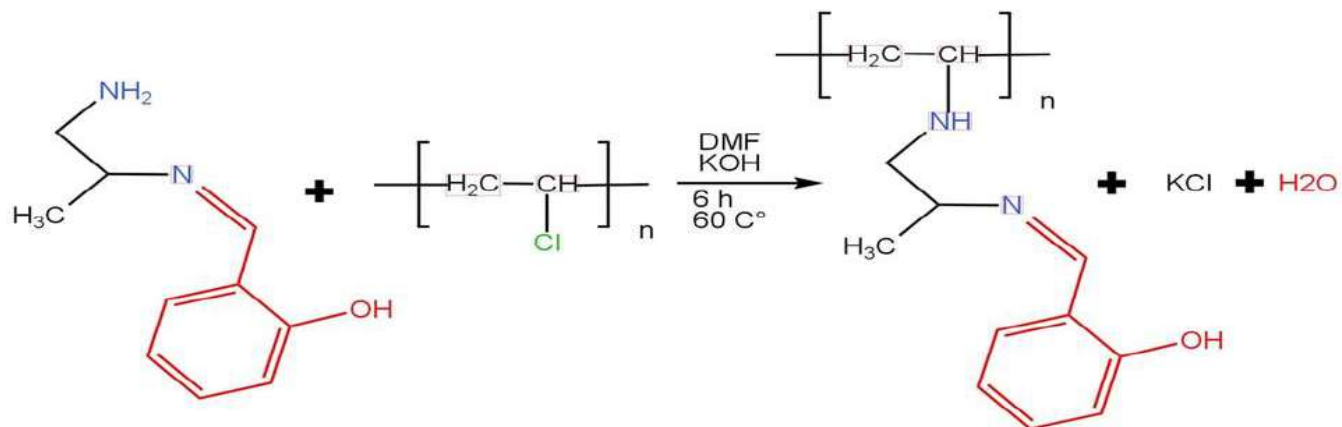


FIGURE. II 12: PVC modifier produit B6

Réaction :



SCHEMA.II. 5: Mécanisme réactionnel de B6

Méthode 7 : Etape 4 avec PVC :

Dans un ballon tri colle :

1_Ajouter 524mg de PVC avec 30ml de DMF agité et chauffé à 60C°pendant 6h

Récupération de produit de la réaction :

-Titrer par méthanol pour faire la précipitation de PVC modifier.

Observation :

Observer une poudre jaune clair dans la solution obtenue

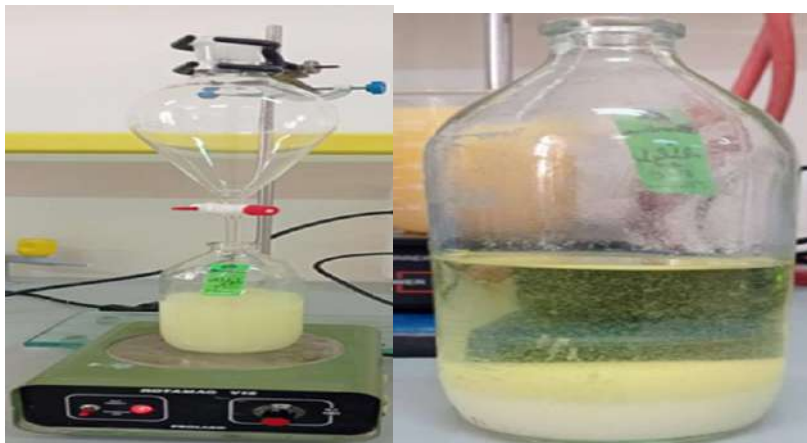


FIGURE. II 13: Montage utilisé dans le précipitation produit B7

Filtration et séchage :

Le produit est filtré et séché à température ambiante pendant 24 heures



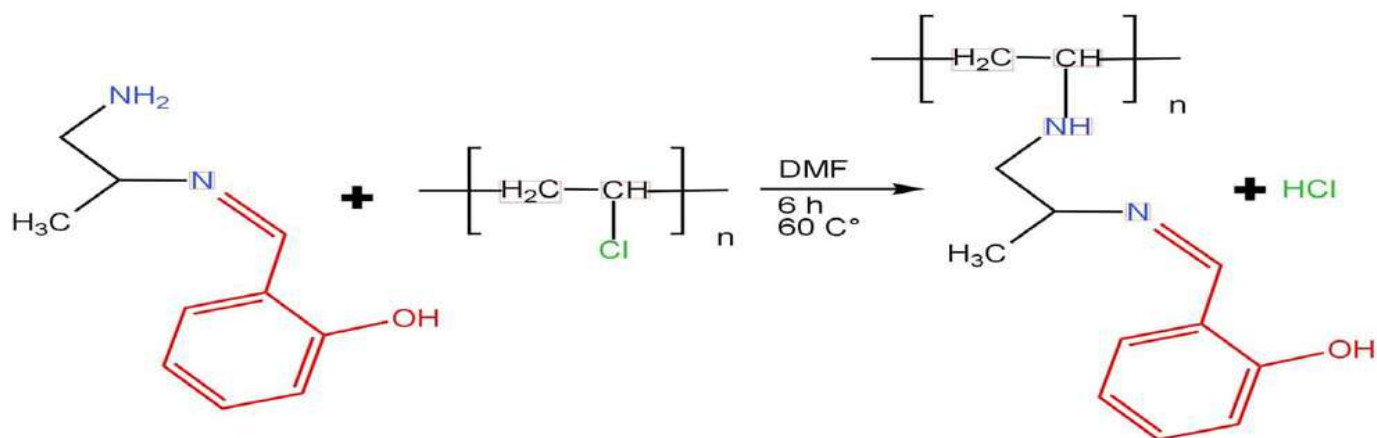
FIGURE. II 14: produit de filtration B7

Nous pesons le PVC modifié (m=497 mg)



FIGURE. II 15: PVC modifier produit B7

Réaction :



SCHEMA.II. 6: Mécanisme réactionnel de B7

II.I Résultats et discussion : (Chapitre I et Chapitre II)

II.I.1 Comparez les résultats obtenus :

II.I.1.1 Poids de l'échantillon :

TABLEAU 1: montrant le Poids de l'échantillon en PVC modifié

Produit A	Rendement (mg)		Produit B
A2	478.6	487.8	B2
A3	789.4	519.4	B3
A6	461.6	510.7	B6
A7	380	497	B7

Le meilleur produit en termes de poids est A3 et B3

II.I.1.2 Couleur :

TABLEAU 2: montrant le Couleur en PVC modifié

Produit A	couleur		Produit B
A2	Orange foncé	Orange clair	B2
A3	Orange foncé	Jaune	B3
A6	Augure rouge	Augure rouge	B6
A7	jaune	Jaune clair	B7

II.I.2 Les méthodes physiques d'analyses :

II.I.2.1 La chromatographie sur couche mince (CCM) :

La chromatographie sur couche mince (CCM) est une technique d'analyse qualitative. Elle a pour but de séparer les produits d'un mélange et permet d'identifier un composé, de vérifier sa pureté ou de suivre l'avancement d'une réaction en analysant des prélèvements successifs du milieu réactionnel afin de mettre en évidence l'apparition de produits et/ou la disparition de réactifs [18].

noté R_f défini par le rapport suivant : $RF = L / d$

L : Distance parcourue par le composé (mesurée au centre de la tache)

d : Distance parcourue par le front du solvant.

Procédé d'application :

1 -On dissout le PVC modifié dans du DMF (Figure 1)

2 -Préparation de la plaque: à environ 1cm du bas, un trait est tracé (ligne de dépôt) sur la face recouverte de silice. Le mélange a étudié est posé à l'aide d'un capillaire (exemple : pipette Pasteur).

3 -Préparation de la cuve: la cuve est remplie avec l'éluant, (30ml de Dichloromethane et 30 ml de l'éthanol) puis fermée afin de la saturer en vapeur d'éluant (la plaque est alors placée dans un environnement homogène).

4 -la plaque est introduite verticalement dans la cuve à l'aide d'une pince pour éviter de toucher la plaque avec les doigts. Seul le bas de la plaque, en dessous de la ligne de dépôt, plonge dans le liquide (Figure 2)

5 -Élution: l'éluant migre lentement du bas vers le haut de la plaque par capillarité. Lorsque le front de l'éluant arrive à environ 1cm du haut de la plaque, puis retiré la da la cuve.

6- Mettez le plaque CCM à sécher puis placez-le sous irradiation UV communément à

$\lambda = 254\text{nm}$. La position des taches est indiquée au crayon (Figure 3) (Figure 4)

7- Nous déterminons la longueur d et L Et on calcule Rf

Où les résultats indiqués dans le (tableau 1)

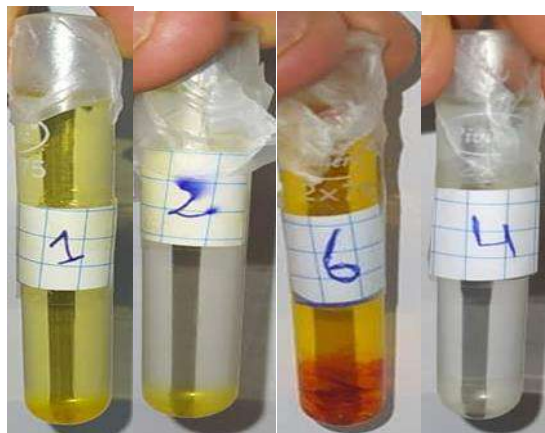


FIGURE I II 1 : PVC dissous dans du DMF

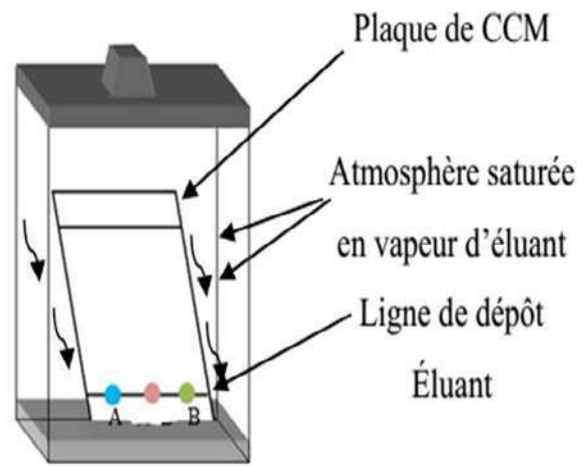


FIGURE I II 2 : la cuve avec l'éluant



FIGURE I II 3 : appareil irradiation UV

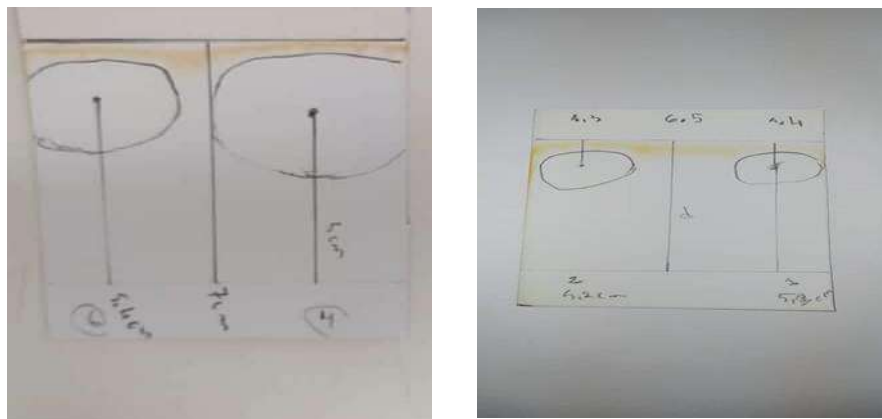


FIGURE I II 4 : papier CCM et le résultat de l'analyse

TABLEAU 3: Tableau montrant l'analyse CCM en PVC modifié

Produit B	Rf : B
B2	0.78
B3	0.8
B6	0.77
B7	0.71

II.I.2.2 Spectroscopie Ultra violette (UV-visible) :

Un spectre ultra violet est une courbe, précisant les variations d'absorption d'énergie d'une substance soumise au rayonnement ultraviolet.

Le tracé de cette courbe représente, en effet l'intensité de l'absorption en fonction de la longueur d'onde ou de la fréquence. [19]

A : absorbance

ϵ : coefficient d'absorbance ($\text{mol}^{-1} \cdot \text{L} \cdot \text{cm}^{-1}$)

I : longueurs de la cuve en cm

C : concentration de la solution en $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$

$\text{Log } I/I_0 = A = \epsilon I c$ (ou coefficient d'extinction molaire)

TABLEAU 1 : Spectre UV-visible de A2, A6 et A7

	A2	A6	A7
Abs	1.8927	2.1426	2.8239
Longueur d'onde (nm)	451	385	454

II.I.2.3 La spectroscopie infrarouge (I.R) :

L'infrarouge est le domaine classique des molécules organiques donnant des informations sur les groupements fonctionnels présents dans une molécule. Les modes de vibration d'un groupement chimique dépendent fortement du reste de la molécule, chaque molécule produit un spectre d'absorption que lui est caractéristique[20] .

Le domaine qui représente le plus grand intérêt pour le chimiste est très limité et s'étend de 4000 à 660 cm^{-1} Les molécules absorbent l'énergie de ces radiations en modifiant leurs énergies de vibration [21].

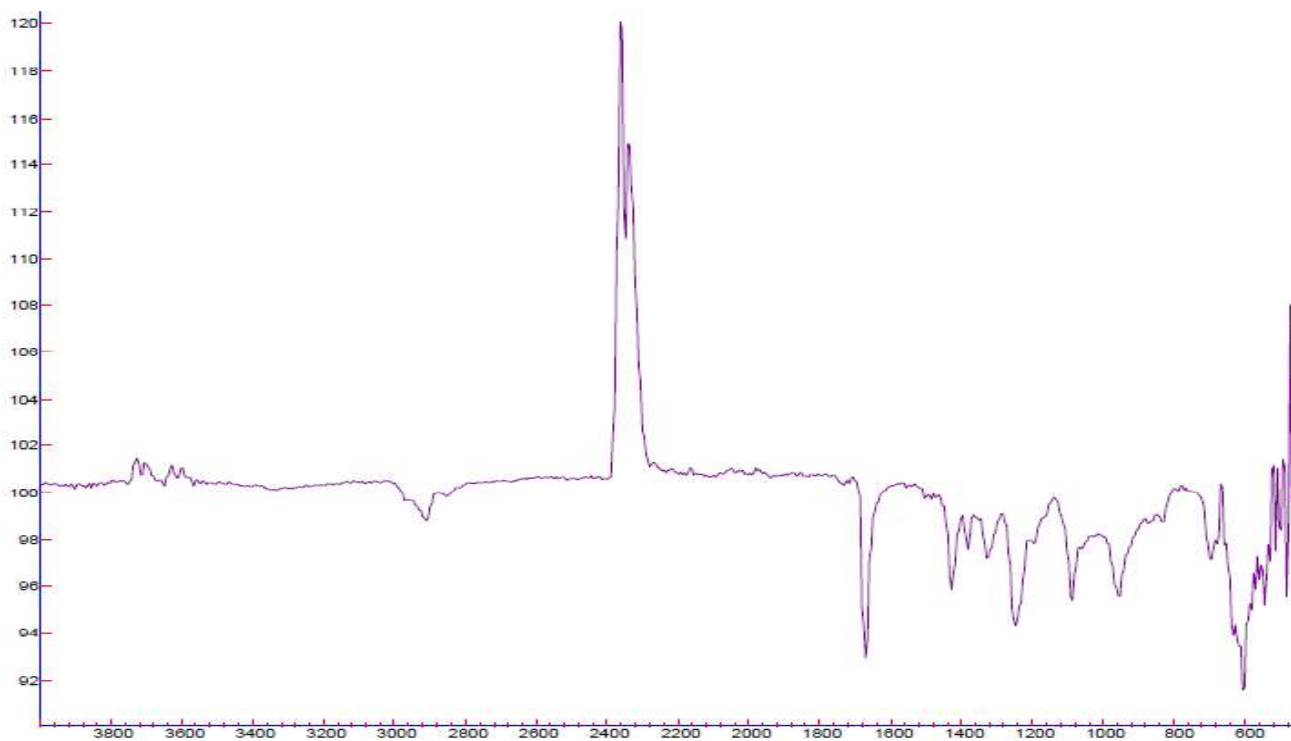


FIGURE I II 5: Spectre infrarouge du PVC Analytique

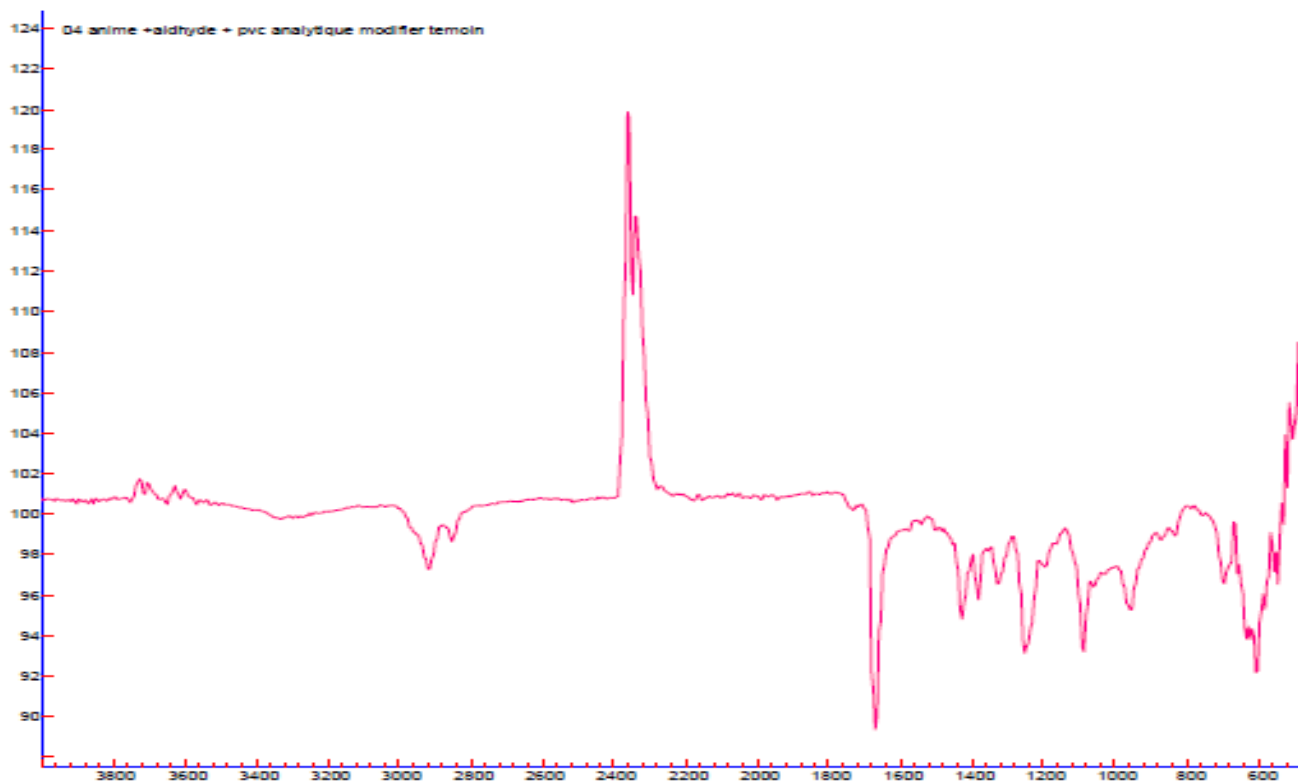


FIGURE I II 6 Spectre infrarouge du A7:(C6H17N3 avec SALICYLALDEHYD avec PVC

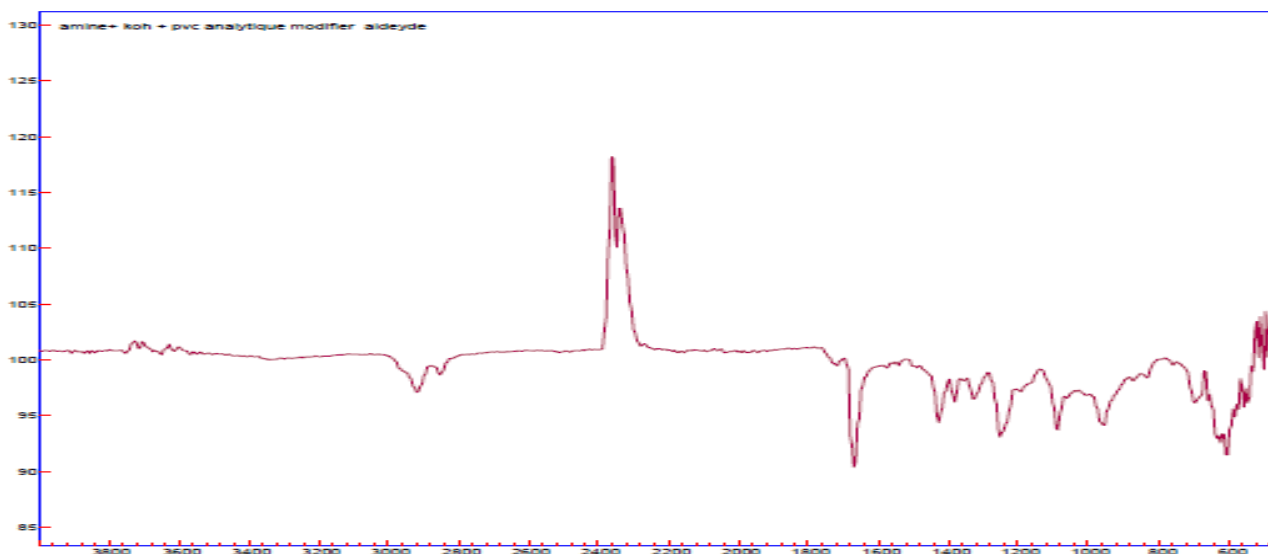


FIGURE I II 7 :Spectre infrarouge du A2 (C6H17N3 avec KOH avec PVC):

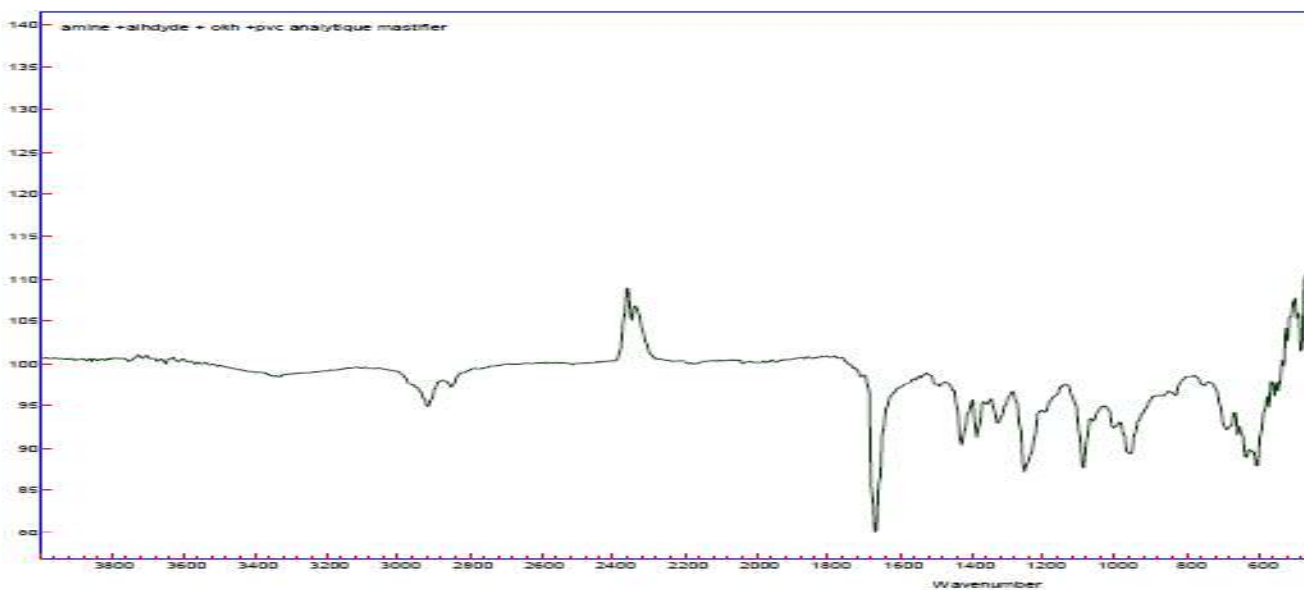


FIGURE I II 8:Spectre infrarouge du A6 :(C6H17N3 avec SALICYLALDEHYD avec KOH avec PVC) :

TABLEAU 4 : Principaux bandes d'absorption l'IR attribuées

Groupement fonctionnel	Longueur d'onde (cm ⁻¹)
N-H	3300
C-H	2800
C-N	1400
C-C	1250
C-H2	1100

TABLEAU 5 :tableaux du gro upements fonctionnelle de spectroscopie IR

Liaison	Nature	Nombre d'onde(cm ⁻¹)	Intensité
O-H alcool libre	Valence	3580-3670	F, large
C _{sp} -H	Valence	3300-3310	m
O-H alcool lié	Valence	3200-3400	F
N-H (amines+imines)	Valence	3100-3500	m
N-H (amides)	Valence	3100-3500	F
C _{sp2} -H	Valence	3000-3100	m
C _{sp2} -H aromatique	Valence	3030-3080	m
C _{sp3} -H	Valence	2800-3000	F
C _{sp2} -H aldéhyde	Valence	2750-2900	m
O-H acide carboxylique	Valence	2500-3200	F à m, large
C=C	Valence	2100-2250	f
C=N	Valence	2120-2160	F ou m
C=O anhydride	Valence	1700-1840	F, 2 bandes
C=O chlorure d'acyle	Valence	1770-1820	F
C=O ester	Valence	1700-1740	F
C=O aldéhyde et cétone	Valence	1650-1730 abaissement de 20 à 30 cm ⁻¹ si conjugaison	F
C=O acide	Valence	1680-1710	F
C=O amide	Valence	1650-1700	F
C=C	Valence	1625-1685	m
C=C aromatique	Valence	1450-1600	variable, 3 ou 4 bandes
N=O	Valence	1510-1580 1325-1365	F, 2 bandes
C=N	Valence	1600-1680	F
N-H amine ou amide	Déformation	1560-1640	F ou m
C _{sp3} -H	Déformation	1415-1470	F
C _{sp3} -H(CH ₃)	Déformation	1365-1385	F, 2 bandes
P=O	Valence	1250, 1310	F
C-O	Valence	1050-1450	F
C-N	Valence	1020-1220	m
C-C	Valence	1000-1250	F
C-F	Valence	1000-1040	F
C _{sp2} -H de-CH=CH- (E) (Z)	Déformation Déformation	950-1000 650-770	F m
C _{sp2} -H aromatique monosubstitué	Déformation	730-770 et 690-770	F, 2 bandes
C _{sp2} -H aromatique o-disubstitué	Déformation	735-770	F
m-disubstitué	Déformation	750-810 et 680-725	F et m, 2 bandes
p-disubstitué	Déformation	800-860	F
C _{sp2} -H aromatique trisubstitué 1,2,3	Déformation	770-800 et 685-720	F et m, 2 bandes
trisubstitué 1,2,4	Déformation	860-900 et 800-860	F et m, 2 bandes
trisubstitué 1,3,5	Déformation	810-865 et 675-730	F, 2 bandes
C-Cl	Valence	700-800	F
C-Br	Valence	600-750	F
C-I	Valence	500-600	F

Chapitre *III*

Application

III. Application :

Nous préparons une solution contenant 500 ml d'eau distillé et 0.0331g de $Pb(NO_3)_2$

- Nous pesons 0,1 g de PVC modifié, le mettons dans 20 ml d'eau de plomb et le laissons pendant 24 heures

-Nous enlevons le PVC modifié et mesurons la conductivité à l'aide d'un Conductivité metre où les résultats sont indiqués dans le tableau



FIGURE III 1 : Solution d'eau de plomb après élimination du PCV modifié

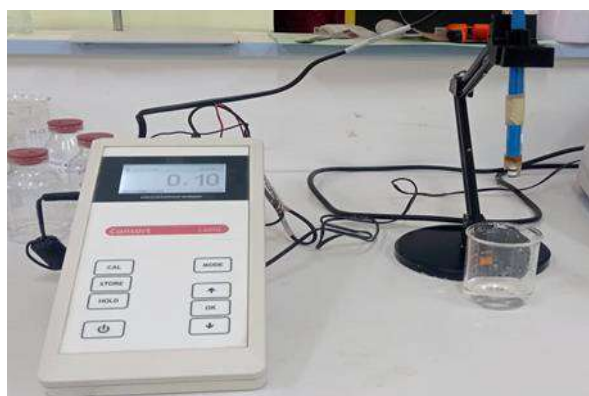


FIGURE III 2: appareil Conductivité metre

TABLEAU III 1: Tableau montrant le Mesure de conductivité

Produit A	σ ($\mu\text{s/cm}$)	σ ($\mu\text{s/cm}$)	Produit B
H2O+ Pb(NO3)2	389	389	H2O+ Pb(NO3)2
A2	82.3	295	B2
A3	80.1	277	B3
A6	60	223	B6
A7	84.6	250	B7

A travers les résultats, on constate Les modifications chimiques utilisant de bis (3-aminopropyl) amine donnent les meilleurs de résultats pour extraction du plomb dans l'eau

La meilleure extraction est A6 :(C6H17N3 avec SALICYLALDEHYD avec KOH avec PVC)

Conclusion générale

- La réaction du poly (chlorure de vinyle) (PVC) avec bis (3-aminopropyl) amine et 1,2Diaminopropane ont conduit à la formation de nouveaux polymères (PVC),
- A partir de l'analyse IR, et UV des échantillons de PVC et PVC modifié montrer que la molécule de chlorure du PVC est substituée par une amine primaire.
- Un des les polymères obtenus ont donné un taux d'extraction de 84.57 % pour Pb, ce qui souligne l'importance de la substitution des atomes de chlore par des groupes bis (3-aminopropyl) amine.

A partir de notre travail on conclure les notes suivantes :

- Le PVC employé pour la modification chimique doit être pur de toutes additives et stabilisantes.
- La précision pendant la manipulation est obligatoire pour assurer la bonne marche de la réaction.
- l'un des paramètre a une influence importante sur la réaction de synthèse, c'est la température donc il faut de régler et commander la température à fin d'éviter le brûlure des produits.
- L'agitation le long de la synthèse est recommandée.

Concernant les perspectives de futur développement de ce travail, nous les voyons Surtout dans le sens de la valorisation d'une matrice polymérique d'une grande abondance dans le marché, ajouté cela son faible coût.

Références

- [1] N.Gallouze,N.Belhaneche-Benserma. Etude de vieillissement du PVC stabilise à l'huile de tournesol epoxydee sous l'action de pollution atmosherique..Journal de la société Algérienne de chimie.J.soc.Alger.Chim, 2007,17(1) ,51-64.
- [2]Christopher D. Anderson et Eric S Daniels, Emulsion Polymérisation and Latex Applications, Smithers Rapra Publishing, (2003), 160 p.
- [3] Ammari F., Meganem F.: Turkish Journal of Chemistry 2014, 38, 638.
- [4] Mbarki F., Ammari F., Bel Haj Amor A. et al.: Polimery 2017, 62 (2), 109.
- [5] Ammari F., Dardouri M., Meganem F.: Desalination and Water Treatment 2016, 57, 19488.
- [6] Chrayet B., Ammari F., Meganem F.:Polimery 2017, 62(3) , 187.
- [7] Ouerghui A., Ammari A., Girard C.: Polimery 2020, 65, 801.
- [8] Ouerghui A., Dardouri M., Sleimimi N. et al.: Polimery 2019, 64, 3.
- [9] Won Park S., Bediako J., Song M. et al.: Journal of Environmental Chemical Engineering 2018, 18, 3437.
- [10] Won S.W., Kim S., Kotte P. et al.: Journal of Hazardous Materials 2013, 263, 391.
- [11]. Le PVC en "Questions". Janvier 1998
- [12]S.Etienne et L.David«Introduction à la physique des polymères »,Edition DUNOD,Paris 2012
- [13]Christopher D. Anderson et Eric S Daniels, Emulsion Polymérisation and Latex Applications, Smithers Rapra Publishing, (2003), 160 p.
- [14] Merck Index, 11th Edition, 8295
- [15] MABROUKI, Adnen; AMMARI, Fayçel. Modification of poly (vinyl chloride) by aromatic amines: application to the extraction of some metal cations. *Polimery*, 2021, 66.7-8: 389.
- [16]ATTAR, Tarik; DATOUSSAID, Yazid. POLYCOPIÉ DE TRAVAUX PRATIQUES DE CHIMIE. 2022.
- [17]. AMIRA, AMIRA. Synthèse, caractérisation et mesure de la solubilité des molécules biologiquement actives. 2020.21-22 p
- [18]Saïd, BOUKHALAT[§]. *Synthèse et Caractérisation d'une Nouvelle Série des Complexes M (II)-Azométhin-O-acétyl-β-DGlucosamine (Zn, Ni et Co)*. Diss. Université Mohamed BOUDIAF de M'Sila, 2018. Partie II ,40 p
- [19]. M.Chavanne, A.Jullien et G.J.Odermato; Chimieorganique expérimentale, 1991.

[20]. Encyclopaedia Universalis , Chimie analytique.(2004)

[21]. D.R.Browning ; Méthodes spectroscopiques, Ed Masson, Paris, (2000).