



UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA

Laboratoire de recherche Dynamique, interaction et réactivité des systèmes

**Faculté des sciences appliquées 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 Pétrochimique

Présenté par:

Bassaid Abdelmawla

Khelifa Abdelkhalek

Thème

**Synthèse, caractérisation et application des
matrices polymériques poly chlorure de
vinyle analytique (PVC analytique)
modifiées par des amines primaires
aromatiques.**

Soutenu publiquement

Le : 13/06/2022

Devant le jury :

Mr. Ben cheikh Kamal	Président	UKM Ouargla
Mr. Rawan Azzedine	Examineur	UKM Ouargla
Mr. TABCHOUCHE Ahmed	Encadreur	UKM Ouargla

Année universitaire : 2021/ 2022

Symboles & Abréviation

PVC : Polychlorure de vinyle.

BDA : 1,2 diamino benzène

DDA : 1,12 Diamino do décane

DMSO : Diméthyle sulfoxide. UV : Ultraviolet.

IR : Infrarouge.

CCM : chromatographique sur couche mince.

CVM : Chlorure de vinyle monomère

DÉDICACE

Je dédie ce travail à ma famille, elle qui m'a donné une éducation digne, et son amour a fait de moi ce que je suis aujourd'hui :

Surtout à mon cher père pour le goût de l'effort qu'il a suscité en moi, à cause de sa rigueur. À toi, ma mère, c'est ma plus profonde gratitude pour ton amour éternel, que cette note soit le meilleur cadeau que je puisse te faire.

Voici mes frères et sœurs qui m'ont toujours soutenu et encouragé durant ces années scolaires.

ABDELMAWLA

DÉDICACE

Je dédie cet humble acte à ma chère mère
et à mon cher père qui m'ont vraiment
soutenu, et à toute ma famille, y compris
mes frères et sœurs ainsi que mes amis et
camarades de classe
À tous ceux qui ont partagé des trucs et
astuces avec moi
de près ou de loin

ABDELKHALEK

Remerciement

Tout d'abord, nous voudrions remercier Dieu Tout-Puissant de nous avoir aidé à surmonter toutes les difficultés durant nos études et ces quelques mots n'exprimeront pas nos sentiments sincères. Je remercie chaleureusement mes remerciements au professeur encadré TABCHOUCHE Ahmed , pour l'avoir suivi et m'avoir soutenu dans ce travail.

Je lui suis reconnaissant pour sa présence et ses précieux conseils et pour le soutien qu'il m'a apporté tout au long de la préparation de cette thèse, sans lesquels ce travail n'aurait pas été possible.

Nous remercions sincèrement les membres du jury qui ont accepté de juger ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à tous les enseignants du Département de Génie Routier de l'Université Kasdi Merbah de Ouargla.

Sans oublier tous nos amis et collègues de la Campagne de Promotion du Génie Pétrochimique 2022 et enfin, nous tenons à remercier nos familles : nos pères pour leur inlassable, parfois anxieux mais toujours compréhensif toutes ces années, ainsi que nos frères et sœurs pour leur émotion et un soutien moral.

A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de cette thèse.

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Caractéristiques du PVC analytique.....	11
Tableau IV-2 : les propriétés physicochimiques des deux solvants utilisés.....	24

Liste de Figure

Figure I -1: Formule général du PVC.....	11
Figure I-2 : Polymérisation du PVC.....	12
Figure IV.1 .Schéma principe de chromatographie sur couche mince.....	21
Figure IV-2 Schéma: spectrophotomètre UV-1800.....	22
Figure IV-3 Schéma: spectrophotomètre IRAffinity-1.....	22
Figure IV-4 Schéma :montage de synthèse a reflux.....	25
Figure IV-5 : précipitation est filtration de mélange (PVC+BDA+DMSO).....	27
Figure IV-6 : les étapes de chromatographie sur couche mince.....	30

Introduction générale

Introduction générale

Le polychlorure de vinyle (PVC) est un polymère très présent dans notre vie quotidienne. Il couvre tous les secteurs de l'activité économique. C'est aussi l'un des plus utilisés ces dernières années, avec une consommation mondiale de plus de 20 millions de tonnes ; ceci est dû à l'ensemble de ces propriétés mécaniques et physiques et son aptitude à être modifié.

La modification chimique des polymères permet de préparer une large gamme de produits à partir d'un seul polymère. Elle devrait connaître un développement très important.

La modification chimique du poly (chlorure de vinyle) reste un vrai challenge pour les chercheurs, alors il est montré que le PVC avec quelque groupe d'amine lié à la dernière molécule de la matrice offre au PVC des nouveaux usages tels que la préparation d'une membrane ionique sélective avec des bonnes caractéristique, aussi la préparation des électrodes à base de PVC.[1]

Le présent mémoire s'articulera autour de quatre chapitres :

Le premier chapitre traite des généralités sur le polychlorure de vinyle et le deuxième chapitre présente la modification de polychlorure de vinyle.

Dans troisième chapitre les méthodes physiques d'analyses , et le quatrième chapitre méthodologie expérimentale et Résultats et discussion.

Le mémoire se termine par une conclusion générale sur le travail entrepris, une liste de références bibliographiques .

CHAPITRE 1
GENERALITE SUR LE
POLYCHLORURE DE VINYLE (PVC)

CHAPITRE 1: GENERALITE SUR LE POLYCHLORURE DE VINYLE (PVC)

Généralité sur le polychlorure de vinyle

I-1- Introduction

Le PVC est un polymère d'importance économique majeur puisque sa production mondiale annuelle atteint 26 million de tonnes, sa consommation par habitant dans les pays industrialisés dépasse 13Kg/an.

Il constitue l'un des polymères les plus produits au niveau mondial, son universalité, sa facilité de mise en œuvre ainsi que son faible coût, lui garantissent encore de nombreuses applications dans la vie courante. [1]

I-2- Définition du PVC :

Le poly(chlorure de vinyle) ou chlorure de polyvinyle est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, connu généralement sous le sigle PVC (en anglais : poly vinyl chloride).

Il est préparé à partir de deux matières premières : à 57 % de sel et à 43 % de pétrole.

Le PVC est la seule matière plastique d'usage courant constituée par plus de 50 % de matière première d'origine minérale existant à profusion dans la nature.

Sous cette forme, elle est également utilisée dans l'industrie des vêtements et des tapisseries, et autres produits commerciaux. [2]

I-3- Définition du PVC analytique :

Le polychlorure de vinyle (PVC analytique). C'est un produit commercialisé par l'Entreprise Nationale des Industries Pétrochimiques (ENIP) de Skikda. (PVC analytique) est un polymère thermoplastique, fabriqué par le procédé de polymérisation en suspension. Il se présente sous forme de poudre blanche dont les caractéristiques essentielles sont définies dans le tableau suivant [3] :

Tableau I-1 : Caractéristiques du PVC analytique

Caractéristique	Unité	Spécification	Méthode de mesure
Viscosité propre	Cs	0,89 à 01,95	ASTM D – 1243-58T
Densité apparente	g/ml	0,5 à 0,54	ASTM D-1895-67
Résistivité cubique	S/ cm3	3,5 .10¹³	MTC
Temps d'absorption	Sec	60	MTC
Stabilité à la chaleur	Mn	65	ISO – R – 182
Impuretés	%	5	-

I-4- Formule générale de PVC :

La structure de PVC est une chaîne hydrocarbonée avec un atome de chlore liée alternativement à un atome de carbone sur deux. Le PVC n'est pas totalement amorphe, vu qu'il présente des zones microcristallines basées sur la configuration syndiotactique. [4]

La formule structurale de base et la suivante :

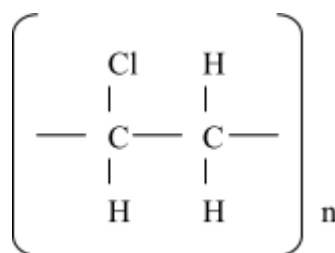


Fig. I -1: Formule général du PVC

I-5 - Préparation

Découvert en 1835 par le physicien français Victor Regnault, le PVC est composé à 57 % de chlore et à 43 % d'éthylène, hydrocarbure composé de carbone et d'hydrogène issu du pétrole.

Le chlore est obtenu par électrolyse du sel(chlorure de sodium: Na Cl). Par suite de réactions entre le chlore et l'éthylène, on obtient le chlorure de vinyle monomère (CVM) qui,

par polymérisation, donne le PVC. La polymérisation est la réaction chimique par laquelle les molécules s'additionnent les unes aux autres pour former une chaîne de grande Longueur [5]. Le schéma est le suivant :

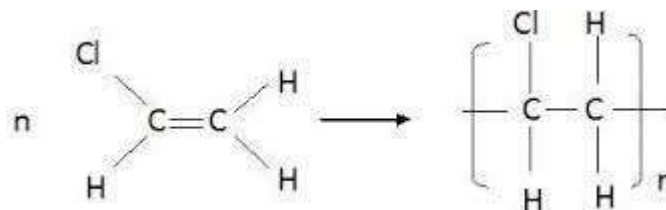


Fig. I-2 : Polymérisation de PVC

I-6-Polymérisation de PVC:

La réaction de polymérisation du chlorure de vinyle monomère par voie radicalaire donne naissance à des macromolécules linéaires de masses moléculaires moyennes déterminées dont la répartition présente une allure gaussienne asymétrique. C'est une réaction fortement exothermique[5]

I-6-1- Polymérisation en suspension

Dans un grand récipient (autoclave), on mélange fermement le MVC avec une certaine quantité d'eau. La polymérisation commence après ajout d'un initiateur. Lorsque 90 % du MVC est polymérisé, la réaction est stoppée. Le MVC qui n'a pas été transformé est récupéré et réutilisé. Après séchage et tamisage, le PVC est stocké et emballé sous forme de poudre blanche inerte. [6]

I-6-2- Polymérisation en émulsion

Ce procédé est le plus ancien . La réaction a lieu en milieu aqueux ou le monomère est maintenu en émulsion à l'aide d'agent tensioactifs du type savon . La Polymérisation est réalisée au moyen d'un initiateur hydrosoluble et se poursuit à l'intérieure des micelles (agrégats des molécules de tensioactif en milieu alcalin). Par ce procédé, on forme une émulsion stable constituée des particules des dimensions comprise entre 0,1 et 1 µm appelée latex Après séchage dans des sécheurs atomiseurs (cémosphères) de faible diamètre (10 à 100 µm), qui peuvent être classifiées et broyées.

I-6-3-Polymérisation en solution

Dans une réaction de polymérisation en solution, les molécules monomères sont ajoutées dans un solvant inerte dont la température d'ébullition coïncide avec la température souhaitée ou requise pour la polymérisation. Une partie du solvant s'évapore pendant les processus de polymérisation, ce qui permet un bon dégagement thermique lors de la réaction [7].

I-7- Propriété de polychlorure de vinyle

I-7-1- Propriétés physiques et mécaniques

Le PVC est un polymère atactique donc essentiellement amorphe, mais il arrive que, localement, sur de courts segments de chaînes, le PVC soit syndiotactique et puisse s'organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallinité ne dépasse jamais 10 à 15 %. La masse volumique du PVC est de 1,38 g/cm³. Le PVC amorphe est transparent et relativement perméable à la vapeur d'eau.

Le PVC offre une excellente rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse. Les PVC offrent une excellente résistance à l'abrasion. Les PVC sont fragiles aux chocs à basses températures. L'addition de plastifiants diminue la température de transition vitreuse, ce qui permet de proposer un PVC souple à température ambiante. [8]

I-7-2- Propriétés chimiques

Le PVC non plastifié résiste bien (jusqu'à 60° C) aux acides et bases ainsi qu'aux huiles, alcools et hydrocarbures aliphatiques. Par contre, il est sensible aux hydrocarbures aromatiques et chlorés, aux esters et cétones qui occasionnent un gonflement. Le PVC souple est sensible aux agents atmosphériques et à la lumière solaire.

Action physiologique-alimentarité : les vinyliques peuvent convenir pour la fabrication d'objets satisfaisant aux règlements sur les denrées alimentaires et les objets à contact alimentaire. [8]

I-7-3- Propriétés électriques

Le PVC présente de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence. [9]

I-7-4- Propriétés thermiques

Le PVC (amorphe) a une température de transition vitreuse comprise entre 75 et 80° C, c'est dire qu'à température ambiante, il est rigide et qu'au-dessus de 90° C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation). Le PVC se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux mais il est auto extinguable. [9]

I-7-5- Propriétés dimensionnelles

Le PVC présente une bonne stabilité dimensionnelle et un retrait limité dû à sa structure amorphe[8].

I-7-6 Propriétés de mise en œuvre

Le PVC se forme très bien à chaud pour les aménagements intérieurs de nos coffrets « PLASTICASE »[8].

I-8- Dégradation du PVC

C'est une réaction organique diminuant la richesse en carbone d'une molécule. Elle résulte en générale par un changement indésirable des propriétés (mécaniques, électriques et optiques)

La dégradation commence par une réaction d'initiation sur des points faibles de la structure des polymères (ramification , insaturation , groupe oxydes). Il existe deux types de dégradation de PVC :

La dégradation thermique (thermolyse).

La dégradation par la lumière (photolyse).

Dégradation thermique (thermolyse) :

Le PVC appartient aux polymères qui se dégradent sous l'influence de la chaleur. Il dégage l'acide chlorhydrique comme produit volatil.

Les manifestations fondamentales de la destruction thermique du PVC sont:

La déshydrochloruration (DHC), l'oxydation, la réticulation et la coloration, l'élimination d'HCl, se produit à des stades en série d'alkyl actifs (réaction de zip). Les polymères sont formés à des longueurs variées La dégradation thermique de PVC est causée par des structures irrégulières qui créent des atomes de chlore labiles. Un départ d'HCl, est observé dès que les polymères sont chauffés à 80°C, alors que sa température de transformation est généralement comprise entre 120-180°C domaine qui est en dessous de sa température de fusion [10]

1-8-1- Déshydrochloruration du PVC:

Sous l'effet de lumière, le cisaillement, la chaleur aux voisines 160°C. Le PVC se décompose en libérant du chlorure d'hydrogène HCl. Simultanément ce procédé de dégagement rapide d' HCl, provoque l'apparition de plusieurs autres atomes de chlore labiles et par conséquent un dégagement d' HCl de molécule du PVC par une réaction en chaîne, s'accompagnant éventuellement des doubles liaisons conjuguées. Ce qui se traduit par un changement successif de la couleur du polymère [11].

1-8-2- Coloration du PVC durant la déshydrochloruration

La coloration du PVC, se produit lorsque la longueur de séquences polyéniques conjuguées dépasse cinq unités, et la couleur devient de plus en plus intense avec l'augmentation du dégagement d' HCl [10].

I-9- Application et utilisation de PVC :

La grande diversité des propriétés du PVC permet la fabrication des produits les plus divers. Utilisé pour les poches à urine, les cathéters, les blisters pour médicaments, les sacs à liquides de perfusion, les gants chirurgicaux, etc, il est d'une valeur inestimable pour la santé publique. Les opérations à cœur ouvert seraient pratiquement impossibles sans le PVC: seuls les drains en PVC garantissent l'absence de flexures. Le PVC est la seule matière plastique autorisée par les pharmacopées européennes pour l'emballage du sang.

Plus de la moitié de la production européenne de PVC est destinée au secteur de la construction. Cela est dû à des qualités en matière de résistance aux intempéries. Il résiste aux agressions chimiques, à la corrosion et, par dessus tout, aux chocs et à l'usure ; généralement utilisé dans des applications durables comme les châssis de fenêtres, les canalisations d'eau, les gouttières, les tapis des pièces d'eau et des toits, les toiles de soubassements d'étangs, les membranes de toits, les revêtements de sols et comme matière isolante pour les câbles et fils électriques. Les châssis qui sont faits avec, ont une durée de vie supérieure à 40 ans et les canalisations peuvent atteindre 100 ans ; il protège le soubassement des voitures contre l'usure et permet un intérieur plus attrayant et plus confortable. Sa capacité d'absorber les chocs et sa résistance au feu contribuent à la sécurité. Certains produits très familiers contiennent également du PVC: les cartes bancaires, les jouets gonflables, les tuyaux d'arrosage et les toiles de couverture étanches[1]

CHAPITRE 2
MODIFICATION CHIMIQUE DES
POLYMERES

CHAPITRE 2 MODIFICATION CHIMIQUE DES POLYMERES

La modification chimique de polymères

La modification chimique des polymères consiste en une modification de la nature des groupements réactifs portés par une chaîne [polymère](#).

La modification peut avoir lieu sur les [groupes fonctionnels](#) ou les [insaturations](#) en bout de chaîne, sur les [chaînes latérales](#) ou au niveau du squelette principal des polymères.

II-1- Buts des modifications

Les principaux buts des modifications chimiques des polymères sont :

- créer des polymères avec des propriétés spécifiques .
- fabriquer des polymères dont les [monomères](#) n'existent pas ou sont peu stables. [12]

II-2- Exemples de modification

Les modifications chimiques des polymères peuvent avoir lieu en utilisant ou pas des réactifs de post-modification. Ces réactifs peuvent être :

- de petites molécules : des monomères par exemple .
- des [oligomères](#) ou des polymères : des [pré-polymères](#) par exemple.

Les polymères modifiés peuvent être naturels ou synthétiques. [13]

II-2-1- Sans réactif de post-modification

La modification chimique des polymères peut avoir lieu grâce à une augmentation de la température ou à la présence d'un catalyseur.

II-2-1-1- Modification des polymères synthétiques

- Cyclisation du polyacrylonitrile .
- Cyclisation des polyalcadiènes ayant des diènes conjugués. [14]

II-2-2- Réactifs de post-modification mono fonctionnels

Le polymère formé ne change pas d'architecture.

II-2-2-1- Modification des polymères naturels

- Modification de la [cellulose](#) :

- * Estérification : [esters de cellulose](#)
- * Ethérification : [éthers de cellulose](#)
- * Modification de l'[amidon](#) : amidons modifiés :
- * Estérification : [phosphates](#), [acétates](#) et [adipates](#) d'amidon ;

* Ethérification : amidon hydroxypropylique, hydroxyéthylique.

* Dés acétylation de la [chitine](#) : [chitosane](#). [14]

II-2-2-2- Modification des polymères synthétiques

La modification chimique du [polyacétate de vinyle](#) peut donner :

* l'alcool polyvinylique : le polyacétate de vinyle est partiellement ou totalement hydrolysé pour donner l'alcool polyvinylique.

* le [polyacétate phtalate de vinyle](#) (PVAP) : le poly acétate de vinyle est partiellement hydrolysé puis estérifié avec l'[acide phtalique](#). [14]

II-3- Modification chimique de PVC

Il existe de nombreuses façons de modifier et de variétés des polymères et leur rappeler la modification de PVC.

Quand on parle des applications impliquant le contact direct avec le corps humain (organes, le plasma sanguin, etc.), des restrictions supplémentaires doivent être considérées et de la compatibilité biologique est encore plus difficile à atteindre.

La compatibilité biologique se réfère à l'augmentation de la tolérance de l'organisme vers la surface polymère et, simultanément, à la suite de la répulsion même surface vers les dépôts microbiens ou cellule vivante.

L'amélioration substantielle de la compatibilité interracial entre PVC et milieu liquide peut être réalisée par différents traitements de surface, simultanément avec une forte réduction de

la réaction négative induite par le contact des liquides biologiques actifs avec des additifs de formulation de PVC. [15]

La modification de surface de polymères a trouvé une application récente dans le domaine d'obtenir certains agents de contraste avec la haute performance dans la technique de l'échographie. [16]

Membranes avec surface attachée lipides films sont utilisés en biophysique ou fabrication de biocapteurs. Films biologiques actifs sont obtenus par liaison chimique de films de Langmuir- Blodgett, obtenu à partir de polymères amphiphiles, sur la surface de membranes polymères synthétiques. [17]

Conclusions

La modification chimique de PVC se révèle être un procédé facile de changer le surface de nature chimique, afin d'être adapté aux propriétés particulières souhaitées, notamment comme des matrices polymères pour une utilisation ultérieure dans des composites polymères dans le domaine de la nucléaire, biologique et chimique (NBC) la défense, ou autre biochimique et application biomédicale .

CHAPITRE 3

Les méthodes physiques d'analyses

CHAPITRE 3: Les méthodes physiques d'analyses

1.la chromatographie sur couche mince:

IV.10. Définition:

La chromatographie sur couche mince est une technique d'analyse extrêmement utile. On l'utilise en générale pour suivre l'avancement des réactions, connaître la composition de fraction séparés sur colonne ou contrôlé la pureté des produits.

Il existe différentes sortes de plaques et d'adsorbants. Parmi les plaques commerciales, certaines sont traitées par substance fluorescente qui permet la révélation en UV.

Les adsorbants peuvent être : les gels de silice, ce sont de loin les plus courants; l'alumine, fréquemment utilisée pour l'analyse de substances basiques. L'adsorbant peut être déposé sur différents supports : plaques d'aluminium, de plastique ou de verre.

Les rapports des hauteurs de migration du composé et du front de l'éluant est appelé rapport frontale, noté R_f défini par le rapport suivant :

$$R_f = d_{\text{substance}} / d_{\text{solvant}}$$

Dans la quelle : $d_{\text{substance}}$: Distance parcourue par le composé (mesurée au centre de la tache) d_{solvant} : Distance parcourue par le front du solvant.

L'éluant doit être choisi de telle sorte que produits et réactifs aient des R_f différents, afin de pouvoir les distinguer sur plaque.[18]

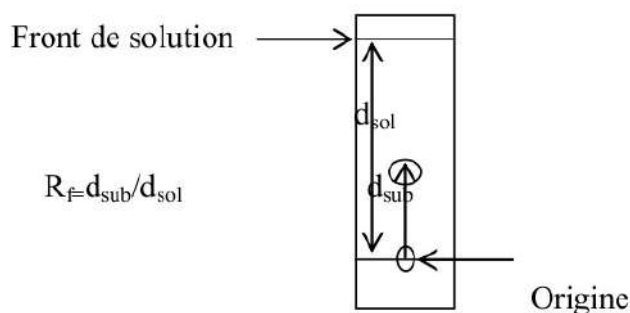


Figure IV.1.Schéma principe de chromatographie sur couche mince

IV.2. La spectroscopie:

La spectroscopie est basée sur l'étude des interactions entre la matière et un rayonnement électromagnétique. Ces interactions sont nombreuses, les plus intéressantes et les plus étudiées font appel au phénomène d'absorption, celui-ci peut être défini par sa fréquence, sa longueur d'onde et son nombre d'onde [19], les méthodes spectroscopiques utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative de composés inorganiques et organiques sont basées sur l'émission

et l'absorption des rayonnements UV- Visible et infrarouge par espèces atomique et moléculaire [20].



Figure IV-2 Schéma: spectrophotomètre UV-1800

IV. 2.2. 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 [21].

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 [22].

L'absorption de l'infrarouge s'observe pour des complexes métalliques liés par covalence qui sont généralement actifs dans la région infrarouge de grande longueur d'ondes. Beaucoup d'informations utiles concernant ces complexes ont été réalisées [20]



Figure IV-3 Schéma: spectrophotomètre IRAffinity-1

CHAPITRE 4
Méthodologie Expérimentale
Résultats et discussion

CHAPITRE 4 Méthodologie Expérimentale Résultats et discussion

IV-1- Introduction:

La modification chimique des polymères permet de préparer une large gamme de produits à partir d'un seul polymère. Elle devrait connaître un développement très important. Nous sommes intéressés à l'élaboration d'une nouvelle matrice de poly (chlorure de vinyle) par la modification chimique du PVC analytique par le 1,2-diamine benzène et 1,12-Diamino dodécane

IV-2- Produits chimiques utilisés :

IV-2-1- Les solvants

Dans notre étude nous avons utilisé les solvants suivants Le Diméthyle Sulfoxyde (DMSO) et Méthanol:

Tableau IV-2 : les propriétés physicochimiques des deux solvants utilisés

Solvant	DMSO	Méthanol
Formule brute	C ₂ H ₆ OS	CH ₃ OH.
Masse molaire	78.13g /mol	32,04 g /mol
L'état	Liquide	Liquide
T° ébullition	189°C	78.4°C

IV-2-2- Les réactifs

- PVC : Solide en forme de cristaux taillés
- PVC analytique
- BDA : 1,2diamine benzène
- DDA : 1,12Diamino dodécane

Rappels :

- 1,12- Diamino dodécane est un composé organique de formule brute C₁₂H₂₈N₂ de masse molaire 200,36 g/mol. Elle est très largement utilisée en synthèse chimique.

- 1,2-diamine benzène est un composé organique de formule brute $C_6H_{14}N_2$ de masse molaire 216.28 g/mol. Elle est très largement utilisée en synthèse chimique.

IV-3- Montage de synthèse à reflux

IV -3-1- principe

On porte à ébullition un mélange réactionnel (réactifs + solvant) , le système est un système fermé (sans échange de matière avec l'extérieur) grâce à l'utilisation d'un réfrigérant qui condense les vapeurs de solvant.

Les composants du montage :

1. Plaque chauffant avec agitateur
2. Cristalliseur
3. Ballon tri-col
4. Réfrigérant
5. Support(Noix , pince)
6. L'entrée d'eau
7. Sortie d'eau
8. Thermocouple

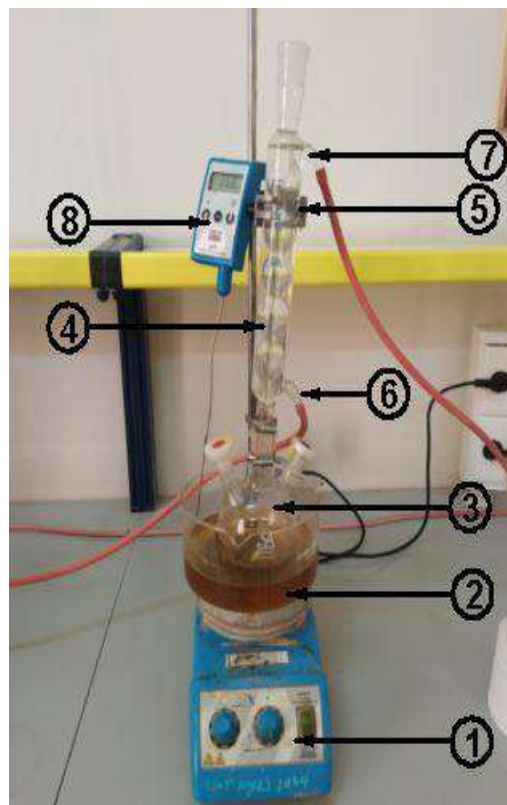


Figure IV-4 Schéma :montage de synthèse a reflux

«Autre composants utilisé

- Bécher
- Verre de montre
- Barreaux magnétique
- Spatule métallique
- Pipette pasteur
- Pince (29)
- Entonnoir
- Pompe de l'eau
- Tuoyon

Modification de PVC par 1,2-diamine benzène et 1,12-Diamino do décane.

1.Modification de PVC analytique par 1,2-diamino benzène :

1.1Mode opératoire :

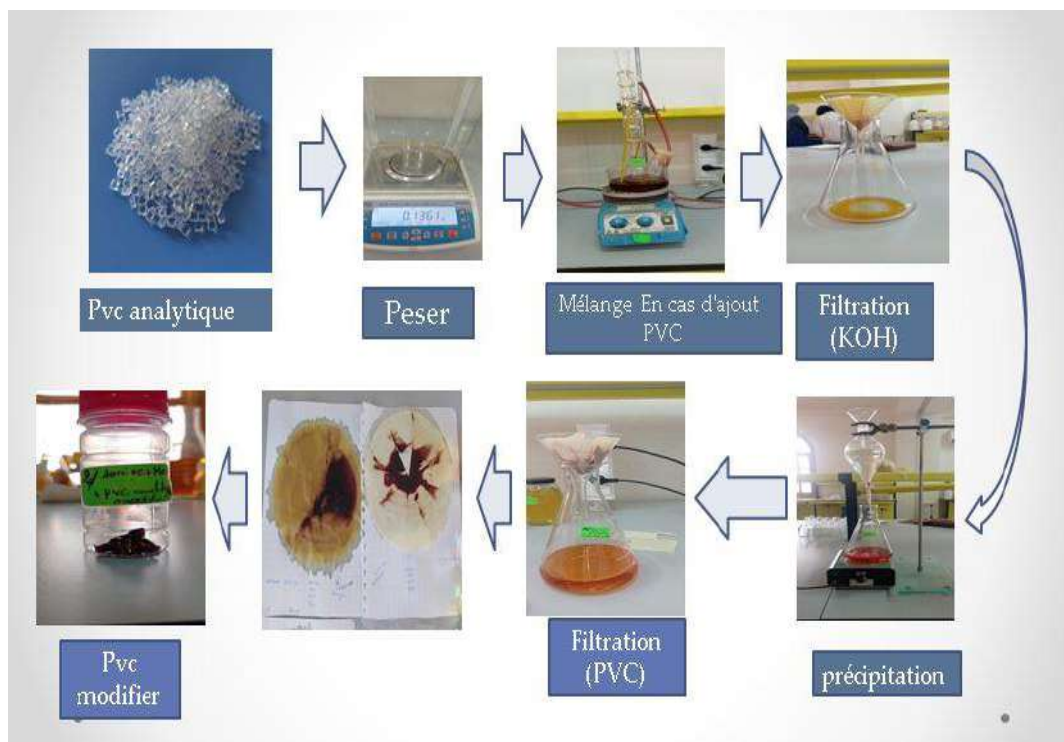
1.Nous avons préparé sept expériences, et dans chaque expérience nous avons mis 1.2_di amino benzène où $M(C_6H_{14}N_2) = 0.216g$ avec l'ajout de DMSO à chacun d'eux

- Dans l'expérience (1, 2, 3) nous avons ajouté KOH où $M(koh) = 0,066g$ avec l'ajout de chacun d'eux 30ml de DMSO pendant 12 heures.
- Dans l'expérience (4; 4'; 5,6) nous avons ajouté SALICYLALDEHYD où. $M(SALICYLALDEHYD) = 0,124 g$, avec 30 ml de DMSO ajouté chacun pendant 12 heures.

2.Nous avons ajouté dans une expérience (2; 3) du PVC où sa masse molaire est $M(pvc) = 0,864 g$, les deux ajoutant 30 ml de DMSO sous température. $60^\circ C$ pendant 6 heures. Où l'on remarque l'apparition de la couleur brun foncé. Nous laissons l'expérience (1) comme témoin de l'expérience (2;3).

- Et on ajoute dans l'expérience (5,6) KOH avec l'ajout de DMSO à une température de 60° . Durée 6 heures. où. On remarque que la couleur vire au jaune pâle
- Et le troisième jour. Nous avons ajouté dans l'expérience (3) du SALICYLALDEHYD avec addition de DMSO à une température de $60^\circ C$ pendant 6 heures et laissons l'expérience 2 comme témoin à l'expérience 3.
- Dans l'expérience (4';5,6), nous ajoutons du KOH avec du DMSO à une température de $60^\circ C$ et le laissons pendant 6 heures.
- Et après 6 heures, nous avons ajouté dans l'expérience (6) du PVC avec addition de DMSO à une température de $60^\circ C$ pendant 6 heures
- -3Apparue dans l'expérience 3, nous avons effectué un processus de filtration et de dépôt dePVC dans le papier filtre
- Ensuite, nous avons filtré l'expérience 2, et la solution s'est transformée en une couleur rouge, et KOH a précipité sur le papier filtre
- Puis nous avons ajouté 250 ml de méthanol, et nous avons remarqué que la couleur virait à l'orange avec la formation de précipités
- Nous avons refiltré l'expérience 3 et observé le dépôt de Pvc dans un papier filtre. La couleur devient orange

- Nous avons nommé l'expérience 6, nous avons remarqué l'apparition d'une couleur rouge agaric
- Nous avons nommé l'expérience 4' Nous avons remarqué l'apparition de couleur jaune.



4

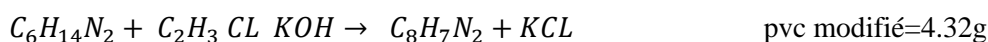
Figure IV-5 : précipitation est filtration de mélange(PVC+BDA+DMSO)

1.2 Réaction et Résultat d'analyse:

Après avoir effectué le procédé de modification, du poly chloré vinyle par une amine, 1,2-di amino benzène, nous avons finalement obtenu un polychromé vinyle modifié

-Dans l'expérience 2 : $C_6H_{14}N_2 + KOH + PVC$

1.3 Equation chimique :



1.4 Résultat d'analyse :

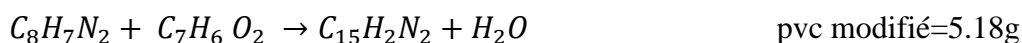
a. Chromatographie sur couche mince (CCM):

La pureté du (2a) a été contrôlée par CCM en utilisant le éthanol / dichlorométhane (2/8, v/v) comme éluant. Le facteur de rétention obtenu est $R_f = 0.73$. Il est à noter que la détermination de ce R_f nous sert uniquement à la séparation chromatographique du produit de la réaction que pour des fins purement analytiques.

Les taches ont été révélées à l'aide d'une lampe UV.

-Dans l'expérience 3 : $C_6H_{14}N_2 + KOH + PVC + SALICYLALDEHYD$

1.5Equation chimique :



1.6Résultat d'analyse :

a. Chromatographie sur couche mince (CCM):

La pureté est contrôlée par CCM en utilisant le même éluant précédent, on a obtenu des facteurs de rétention, $R_f = 0,75$

- Dans l'expérience 4 : $C_6H_{14}N_2 + C_7H_6O + C_2H_3Cl$ pvc modifié=7.23g

1.7Résultat d'analyse :

La pureté est contrôlée par CCM en utilisant le même éluant précédent, on a obtenu des facteurs de rétention, $R_f = 0.84$

-Dans l'expérience 6 : $C_6H_{14}N_2 + C_7H_6O + KOH + C_2H_3Cl$ pvc modifié = 2.56g

Résultat d'analyse :

La pureté est contrôlée par CCM en utilisant le même éluant précédent, on a obtenu des facteurs de rétention, $R_f = 0.84$

1.8Application des matrices pvc analytique modifié :

Nous avons mis 0,1 g de PVC modifié dans 20 ml d'eau distillée $Pb(NO_3)_2$, attendu jusqu'à 12 heures, puis filtré, après filtration nous avons mesuré la conductivité du PVC modifié avec de l'eau distillée $Pb(NO_3)_2$ que nous avons trouvée :

l'expérience 2 : $\square = 285 \mu S/cm$

l'expérience 3 : $\square = 292 \mu S/cm$

l'expérience 4 : $\square = 222 \mu S/cm$

l'expérience 6 : $\square = 210 \mu S/cm$

$Pb(NO_3)_2$: $\square = 389 \mu S/cm$

2. Modification de PVC analytique 1,12-diaminododécane

2.1Mode opératoire :

A été mis 200 mg de PVC analytique ont été placés dans un ballon à col riche et dissous dans 30 ml de DMSO.

Dans un bécher, dissoudre 66 mg de KOH avec 30 ml de DMSO

A l'aide d'une pipette Pasteur ajouter le mélange ALDEHYD + DMSO goutte à goutte dans le flacon à col

(C analytique + DMSOPV)

Le mélange est agité et chauffé pendant 6 heures en milieu inerte à

à 90) degrés Celsius

Le mélange réactionnel a été refroidi à température ambiante et précipité avec du méthanol

à l'intérieur

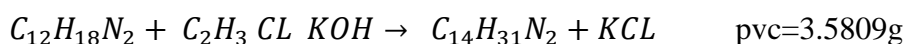
L'excédent a été filtré et séché

2.2 Réaction et Résultat d'analyse:

Après avoir effectué le procédé de modification, du polychloré vinyle par une amine 1,12- di amino do décan finalement obtenu un polychloré vinyle modifié.

- Dans l'expérience 2 : $C_{12}H_{28}N_2 + C_2H_3Cl + KOH$

2.3 Equation chimique :



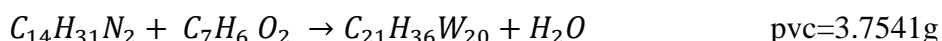
2.4 Résultat d'analyse:

La pureté du (2a) a été contrôlée par CCM en utilisant le éthanol / dichlorométhane (2/8,v/v) comme éluant. Le facteur de rétention obtenu est $R_f=0.79$. Il est à noter que la détermination de ce R_f nous sert uniquement à la séparation chromatographique du produit de la réaction que pour des fins purement analytiques.

Les taches ont été révélées à l'aide d'une lampe UV.

- Dans l'expérience 3: $C_6H_{14}N_2 + KOH + PVC + SALICYLALDEHYD$

2.5 Equation chimique :



2.6 Résultat d'analyse:

La pureté est contrôlée par CCM en utilisant le même éluant précédent, on a obtenu des facteurs de rétention , $R_f=0.79$

- Dans l'expérience 4: $C_{12}H_{18}N_2 + C_7H_6O + C_2H_3Cl + KOH$ $pvc=2.52$

2.7 Résultat d'analyse:

La pureté est contrôlée par CCM en utilisant le même éluant précédent, on a obtenu des facteurs de rétention, $R_f=0.90$

- Dans l'expérience 6 : $C_{12}H_{18}N_2 + C_7H_6O + C_2H_3Cl + KOH$ $pvc=2.52g$

Résultat d'analyse $R_f=0.85$

2.8 Application des matrices pvc analytique par Amin 1,12- Diamino do décan

Nous avons mis 0,1 g de PVC modifié dans 20 ml d'eau distillée $Pb(NO_3)_2$, attendu jusqu'à 12 heures, puis filtré, après filtration nous avons mesuré la conductivité du PVC modifié avec de l'eau distillée $Pb(NO_3)_2$ que nous avons trouvée :

l'expérience 2 $\square = 260 \mu s/cm$

l'expérience 3 $\square = 225 \mu s/cm$

l'expérience 4 $\square = 220 \mu s/cm$

l'expérience 6=208 μ ,s/cm

Pb(NO3)=389 μ ,s/cm

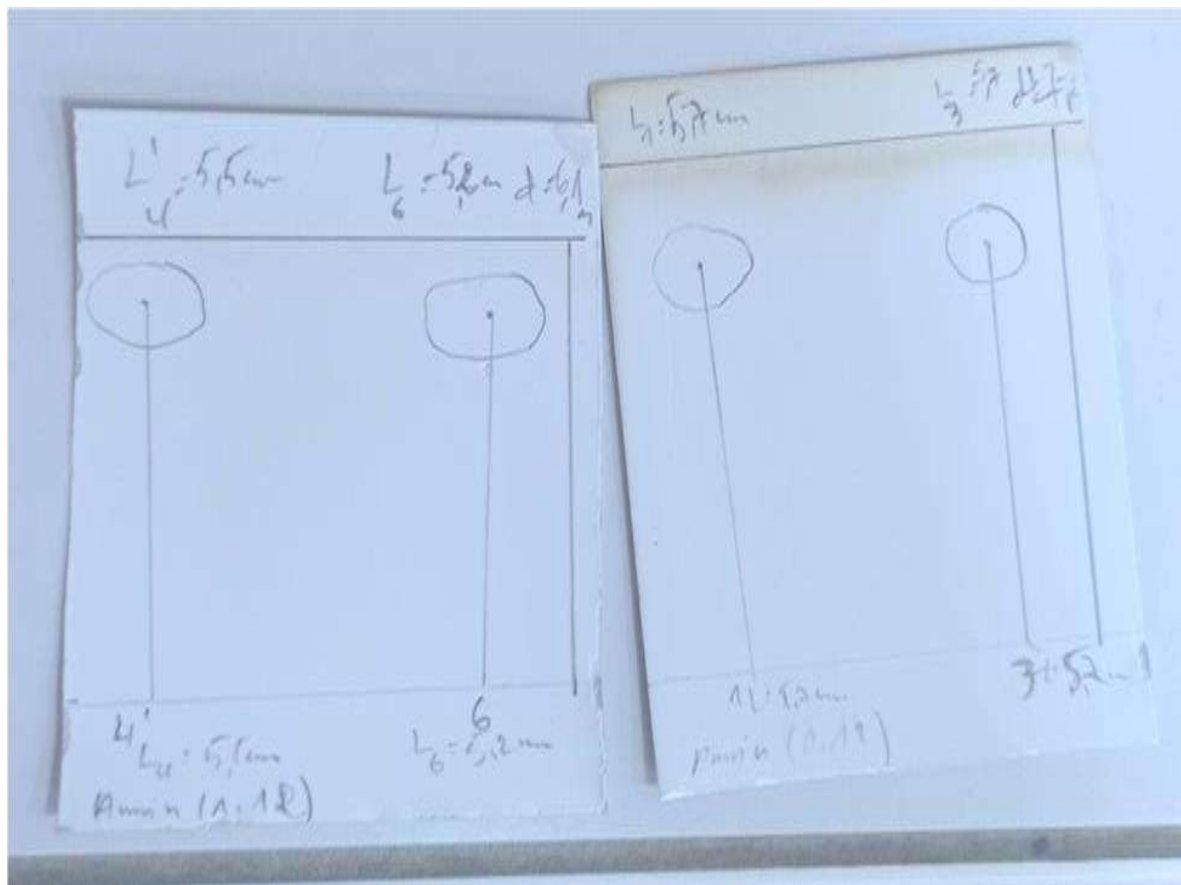


Figure IV.2.les étapes de chromatographie sur couche mince

Conclusion générale

Au cours de ce travail, nous avons pu mettre au point un protocole opératoire pour la modification analytique du PVC à l'aide de 1,2-diamino benzène et de 1,12- diamino do décane.

La nouvelle méthode d'activation du PVC est basée sur la substitution nucléophile de l'atome de chlore attaché à la chaîne du PVC. À la suite de notre étude, la méthode approuvée implique un processus simple et direct pour une nouvelle matrice de poly(chlorure de vinyle) et offre un bon avantage économique et aucun impact négatif sur l'environnement.

Détection du groupement amine quaternaire sur la chaîne PVC* et quantification du 1,2-diamine benzène et 1,12-diaminododecène. consommée par la réaction de substitution elle-même joue un rôle essentiel dans la détermination de la naissance d'une nouvelle matrice PVC.

Ce travail peut être résumé en conclusion ou en perspective dans les points suivants :
Le PVC utilisé en modification chimique doit être exempt de tout additif et stabilisant.
La précision lors du traitement est obligatoire pour assurer le bon déroulement de la réaction
La réaction a lieu à température ambiante, évitez donc les chutes et les augmentations soudaines de température

- Il est souhaitable d'irriter le long de la lumière.

Parmi les méthodes analytiques disponibles au niveau universitaire, la spectroscopie infrarouge et UV ont été utilisées pour déterminer la substitution, mais malheureusement la chromatographie sur couche mince (CCM) est insuffisante.

Concernant les perspectives de développement futur de ces travaux, nous les voyons

Surtout en ce qui concerne l'évaluation de la matrice polymère qui est abondante sur le marché, en plus de son faible coût.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] : BOUGHALI & SOLTANI , Elaboration d'une nouvelle matrice polymérique du poly(chlorure de vinyle) d'ENIP Skikda, 2010.
- [2] : SAADI ,OMAR,and ZAIBET AYADI. Synthese de Poilrymeriques Hydrophiles Biocompatibles, Modification chimique du poly (chlorure de vinyle). Diss. Faculté des sciences et technologies, 2020.
- [3] : Farroni, Flavio, et al. "A physical-analytical model for a real-time local grip estimation of tyre rubber in sliding contact with road asperities." Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering 228.8 (2014): pp.955-969.
- [4] : Peters, B. Guy. Institutional theory in political science: The new institutionalism. Edward Elgar Publishing, 2019.
- [5] : Joie, Charlotte. Ville enchanteresse de boue : la politique du patrimoine à Djenné, site du patrimoine mondial de l'UNESCO au Mali. Université de Londres, University College London (Royaume-Uni), 2008.
- [6] : KIAS, Nadjette, and Kamel CHAOUI. "CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE DES DÉFORMATIONS RÉSIDUELLES DANS LES TUBES EN POLYÉTHYLENE DE HAUTE DENSITÉ." Sciences & Technologie. B, Sciences de l'ingénieur (2004),p . 79-85.
- [7] : Valenza A., Acierno D., "Ternary blends of nylon12/polypropylene/modified polypropylene : influence of functional groups of the modified polypropylene", European Polymer Journal, 30 (10), (1994), p.1121-1126 .
- [8] : Ghosh Chaudhuri, Rajib et Santanu Paria. "Nanoparticules cœur/coquille : classes, propriétés, mécanismes de synthèse, caractérisation et applications." Revues chimiques 112.4 (2012), p. 2373-2433.
- [9] : ASDRUBALI, Francesco ; D'ALESSANDRO, Francesco; SCHIAVONI, Samuele. Un examen des matériaux d'isolation des bâtiments durables non conventionnels. Matériaux et technologies durables,(2015), p . 1-17.
- [10] CORTES, Andrés Felipe Gonzalez. Prévention de risques en santé et sécurité du travail chez les chauffeurs-livreurs dans une compagnie oeuvrant dans le secteur des gaz sous pression. École Polytechnique, Montréal (Canada), 2017.

- [11] : salem Mokrane, Si, and Mohammed seghir Noura. Influence du taux de plastifiant sur les propriétés du PVC utilisé dans l'isolation des câbles électrique. Diss. Université Mouloud Mammeri, 2017.
- [12] : salem Mokrane, Si, and Mohammed seghir Noura. Influence du taux de plastifiant sur les propriétés du PVC utilisé dans l'isolation des câbles électrique. Diss. Université Mouloud Mammeri, 2017.
- [13] : Ishida, Tamao, et al. "C–H Bond Functionalization Using Pd-and Au-Supported Catalysts with Mechanistic Insights of the Active Species." *Synthesis* (2021).
- [14] : Deng, Jianping, et al. "Developments and new applications of UV-induced surface graft polymerizations." *Progress in polymer science* 34.2 (2009),pp. 156-193
- [15] : Castex, Dominique et Sacha Kacki. "Modèles démographiques distinctifs des cimetières épidémiques dans les échantillons archéologiques." *Spectre microbiologique* 4.4 (2016),pp. 4-4.
- [16] : Balakrishnan, Biji et A. Jayakrishnan. "Modification chimique du poly (chlorure de vinyle) à l'aide de poly (éthylène glycol) pour améliorer la compatibilité sanguine." *Tendances des biomatériaux et des organes artificiels* (2005),pp. 230-236.
- [17] : J.D. Lathia, D. El-Sherif, N.O. Dhoot, M.A. Wheatley, "Surface Modification of Polymeric Contrast Agents for Cancer Targeting", *Pharmaceutical Engineering*, vol. 24, no. 1, 2004,pp. 92-102.
- [18] :BOUNAB Nawal. Synthèse de nouveaux complexes de bases de Schiff de métaux de transition asymétriques de cuivre et de nickel contenant un résidu pyrroliqueélectopolymérisable, , mémoire magister. UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF. Mai 2011.
- [19] : BENSELHOUB, Alaaeddine. OXYDATION A L'AIR DU CATHECOL PAR DES COMPLEXES DE CUIVRE (II) PREPARES IN-SITU AVEC DES LIGANDS DERIVES DE L'ACIDE DEHYDROACETIQUE. Diss. Faculté des Sciences et Technologies, 2018.
- [20] : FENANIR, Fares. Synthèse et caractérisation de nouvelles molécules à effet thérapeutique contenant des ligands (base de SCHIFF). Diss. 2014.

- [21] : Zheng, Jianbin, Ya Zhang, and Pingping Yang. "An ionic liquid-type carbon paste electrode for electrochemical investigation and determination of calcium dobesilate." *Talanta* 73.5 (2007): pp.920-925.
- [22] : Roehner, Bertrand M. *Theory of Markets: Trade and Space-time Patterns of Price Fluctuations A Study in Analytical Economics*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [23] : BENSELHOUB, Alaaeddine. OXYDATION A L'AIR DU CATHECOL PAR DES COMPLEXES DE CUIVRE (II) PREPARES IN-SITU AVEC DES LIGANDS DERIVES DE L'ACIDE DEHYDROACETIQUE. Diss. Faculté des Sciences et Technologies, 2018.

Résumé

La plupart des polymères organiques produits tels que le poly(chlorure de vinyle) sont d'excellents isolants électriques.

Dans ce travail, nous avons appliqué une modification chimique de la chaîne PVC par substitution d'une molécule de chlorure pour développer une nouvelle matrice polymérique (Chlorure de Vinyle) qui confère au PVC l'avantage d'être conducteur pour une utilisation dans les voies catalytiques électrochimiques telles que l'oxydation catalytique.

Mot clé : PVC.

Summary

Most organic polymers produced such as poly(vinyl chloride) are excellent electrical insulators.

In this work, we have applied a chemical modification of the PVC chain by substitution of a chloride molecule to develop a new polymeric matrix (Vinyl Chloride) which gives PVC the advantage of being conductive for use in electrochemical catalytic pathways such as catalytic oxidation.

Key word: PVC.

المخلص

معظم البوليمرات العضوية المنتجة مثل بولي (كلوريد الفينيل) هي عوازل كهربائية ممتازة في هذا العمل ، قمنا بتطبيق تعديل كيميائي لسلسلة PVC عن طريق استبدال جزيء الكلوريد لتطوير مصفوفة بوليميرية جديدة (كلوريد الفينيل) والتي تمنح PVC ميزة كونها موصلة للاستخدام في المسارات التحفيزية الكهروكيميائية مثل الأكسدة التحفيزية. الكلمة الرئيسية: PVC .

Sommaire	N°
Symboles & Abréviation	
DEDICACE	
Remerciement	
Liste des tableaux	I
Liste de Figure	II
Introduction générale	8
CHAPITRE 1GENERALITE SUR LE POLYCHLORURE DE VINYLE (PVC)	
Introduction	10
Définition de PVC	10
I-3- Définition de PVC analytique	10
I-4- Formule générale de PVC	11
I-5 – Préparation	11
I-6-Polymérisation de PVC	12
I-6-1- Polymérisation en suspension	12
I-6-2- Polymérisation en émulsion	12
I-6-3-Polymérisation en solution	12
I-7- Propriété de polychlorure de vinyle	13
I-7-1- Propriétés physiques et mécaniques	13
I-7-2- Propriétés chimiques	13
I-7-3- Propriétés électriques	13
I-7-4- Propriétés thermiques	13
I-7-5- Propriétés dimensionnelles	13

I-7-6 Propriétés de mise en œuvre	13
I-8- Dégradation du PVC	14
Dégradation thermique (thermolyse)	14
Les manifestations fondamentales de la destruction thermique du PVC sont	14
1-8-1- Déshydrochloruration du PVC	14
1-8-2- Coloration du PVC durant la déshydrochloruration	15
I-9- Application et utilisation de PVC	15
CHAPITRE 2 MODIFICATION CHIMIQUE DES POLYMERES	
La modification chimique de polymères	17
II-1- Buts des modifications	17
II-2- Exemples de modification	17
II-2-1- Sans réactif de post-modification	17
II-2-1-1- Modification des polymères synthétiques	17
II-2-2- Réactifs de post-modification mono fonctionnels	17
II-2-2-1- Modification des polymères naturels	17
II-2-2-2- Modification des polymères synthétiques	18
II-3- Modification chimique de PVC	18
Conclusions	19
CHAPITRE 3 Les méthodes physiques d'analyses	
1.la chromatographie sur couche mince	21
IV.10. Définition	21

IV.2. La spectroscopie	21
IV. 2.2. La spectroscopie infrarouge(I.R)	22
CHAPITRE 4 Méthodologie Expérimentale Résultats et discussion	
IV-1- Introduction	24
IV-2- Produits chimiques utilisés	24
IV-2-1- Les solvants	24
IV-2-2- Les réactifs	24
Rappels	24
IV-3- Montage de synthèse à reflux	25
IV -3-1- principe	25
Les composants du montage	25
Modification de PVC par 1,2-diamine benzène et 1,12-Diamino do décane	26
1.Modification de PVC analytique par 1,2-diamino benzène	26
1.1Mode opératoire	26
1.2Réaction et Résultat d'analyse	27
a .Chromatographie sur couche mince (CCM)	27
1.7Résultat d'analyse	28
1.8Application des matrices pvc analytique modifié	28
2. Modification de PVC analytique 1,12-diaminododécane	28
2.1Mode opératoire	28
2.2Réaction et Résultat d'analyse	29

2.8-Application des matrices pvc analytique par Amin 1,12- Diamino do décane	29
Conclusion générale	30
Références bibliographiques	
Résumé	
Sommaire	