

**POLYOXYPHENYLENES MODIFIES
DOSAGE DU POLYXYPHENYLENE
DU POLYSTYRENE, DU CAOUTCHOUC**

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant la détermination de la teneur en polyoxyphénylène (PPO), styrène et caoutchouc dans les polyoxyphénylènes modifiés (PPO modifiés).

2.PRINCIPE

On mesure par spectrographie infrarouge, les intensités des bandes d'absorption du polyoxyphénylène (1470 cm^{-1}), du polystyrène (1495 cm^{-1}).

Le caoutchouc est dosé après extraction du polystyrène et du polyoxyphénylène.

3.APPAREILLAGE

- Spectrophotomètre infrarouge à longueur d'onde variable de 4000 à 600 cm^{-1} .
- Lames en chlorure de sodium (NaCl) ou en bromure de potassium (KBr).
- Ballons, béchers, tubes à hémolyse.
- Cartouches d'extraction.
- Soxhlet.
- Evaporation à vide.
- Colonnes de chromatographie en verre (longueur 300 mm , diamètre 20 mm).
- Etuve.

4.PRODUITS

- Chloroforme qualité pour analyse.
- Florisil 100 - 200 mesh (référence MERCK).
- Benzène qualité pour analyse.
- Acétone qualité pour analyse.
- Polystyrène.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.DOSAGE DU POLYOXYPHENYLENE

5.1.1.RECUPERATION DU POLYOXYPHENYLENE A L'ETAT PUR A PARTIR D'UN PPO MODIFIE

- Dissoudre environ 500 mg de PPO modifié dans environ 20 ml de benzène.
- Remplir une colonne de chromatographie avec du florisil.
- Mettre la solution de PPO modifié au sommet de la colonne.
- Faire éluer avec différents solvants dans l'ordre suivant : benzène, chloroforme, acétone (environ 150 ml de chaque solvant).
- Recueillir les différentes phases dans des ballons.
- Evaporer les solvants à l'aide de l'évaporateur à vide.
- Faire un spectre infrarouge de chaque phase.

Dans la phase benzène : on retrouve le polystyrène.

Dans les phases CHCl_3 et acétone, on retrouve le polyoxyphénylène.

Remarque :

Cette manipulation est faite uniquement pour récupérer du PPO pur (n'existant pas en tant que matière commercialisée) qui servira à l'établissement de la courbe d'étalonnage en spectrographie infrarouge.

5.1.2.PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR L'ETALONNAGE

- Préparer dans des béchers de 5 ml des mélanges de PPO (obtenu dans les phases chloroforme et acétone voir 5.1.1) et de polystyrène dans les rapports suivants : 10/90 - 30/70 - 50/50 - 65/35 - 75/25.
- Ajouter environ 0,5 ml de chloroforme.
- Laisser dissoudre en agitant doucement le bécher.

5.1.3.PREPARATION DES ECHANTILLONS A DOSER

- Mettre environ 100 mg de PPO modifié dans un tube à hémolyse.
- Ajouter environ 3 ml de chloroforme.
- Laisser dissoudre pendant 1 heure.

5.1.4.DOSAGE SPECTROGRAPHIQUE

- Sur une lame de NaCl ou KBr, déposer 5 à 6 gouttes de solution.
- Laisser évaporer le chloroforme à température ambiante.
- Effectuer le montage de la lame sur le support.
- Enregistrer le spectre infrarouge.

5.1.5. EXPLOITATION DES SPECTRES INFRAROUGE

Extrapoler les lignes de base pour les bandes d'absorption suivant le schéma de l'annexe 1.
Mesurer sur le spectre infrarouge les valeurs I_0 et I de transmission (exprimées en %) aux longueurs d'onde choisies.

Soit A la valeur $\log \frac{I_0}{I}$ déterminée à 1470 cm^{-1} .

Soit B la valeur $\log \frac{I_0}{I}$ déterminée à 1495 cm^{-1} .

Calculer $C = \frac{A}{B}$.

5.1.6. TRACE DE LA COURBE D'ETALONNAGE (VOIR ANNEXE 2)

Porter en abscisse les pourcentages de polyoxyphénylène et en ordonnée, les valeurs correspondantes des rapports C définis selon 5.1.5.

5.2. DETERMINATION DU POURCENTAGE DE CAOUTCHOUC

- Dans une cartouche d'extraction en papier préalablement tarée (P1), mettre de 1 g à 1,5 g de PPO modifié que l'on a réduit en petits morceaux à l'aide d'une râpe.
- Peser à nouveau la cartouche (P2).
- Mettre à extraire au soxhlet avec environ 200 ml de chloroforme dans un ballon taré (P3) pendant 16 heures.
 - Phase extraite au chloroforme. Evaporer sous vide le chloroforme. Mettre 2 heures à l'étuve à 100°C . Laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser (P4).
 - Phase non extraite au chloroforme. Sécher la cartouche à l'étuve à 100°C pendant 1/2 heure environ. Faire un spectre infrarouge du produit non extrait (en pastille KBr) --> identification du caoutchouc.

$$\% \text{ caoutchouc} = \frac{[(P2 - P1) - (P4 - P3)] \cdot 100}{P2 - P1}$$

6. EXPRESSION DES RESULTATS

- Pourcentage de PPO.
Etablir le rapport C et lire sur la courbe d'étalonnage le pourcentage correspondant.
- Pourcentage de caoutchouc.
A calculer suivant l'expression définie en 5.2.
- Pourcentage de styrène.
 $100 \cdot (\% \text{ PPO} + \% \text{ caoutchouc})$.