



Fiche :

Détermination du nombre de groupement OH sur un polymère de type polyol (<http://file.yizing.com/175706/2011120811093268.pdf>, http://perso.ens-lyon.fr/timothee.chauvire/fichiers/Manipulations/chimie/Polyol_Caracterisation/CaracterisationPolyol.pdf)

Table des matières

1	Introduction	1
2	Matériel	1
3	Protocole expérimental	2
3.1	Préparation de la solution d'anhydride phtalique	2
3.2	Réaction de phtalation par reflux	2
3.3	Titration des acides carboxyliques	2
4	Autour de la manipulation	2
4.1	Le PEG	2
4.2	Réactions en jeu	2
4.3	Caractéristique des polymères	3

1 Introduction

Cette manipulation est intéressante car elle permet de caractériser des polymères et de trouver des propriétés pouvant être importantes en synthèse. C'est une alternative possible intéressante à la manipulation : Estimation du taux de protonation d'un polymère : le polyacrylate. La présente manipulation semble plus intéressante même si c'est fondamentalement le même principe qui est en jeu. On peut l'utiliser pour un montage de type : synthèse et caractérisation de polymères.

Gestes manipulateurs : montage à reflux, dissolution, titrage, chute de burette, exploitation.
On remercie Timothée Chauvirée et Thomas Georges pour la manipulation.

2 Matériel

En terme de verrerie, on a besoin de matériel classique de chimie et de verrerie classique.

Nom	Formule brute	Masse molaire	quantité	Rem
Pyridine	C_5H_5N	79.10	100 mL (d=0.98)	
Anhydride phtalique	$C_8H_4O_3$	148.12	15.8 g	H225 + H302 + H312 + H332 + H334 + H410
Phénolphtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	318.32	quelques gouttes	C
Polyéthylène glycol (PEG 200)	$(C_2H_4O)_n$	190-210	1 g (d=1.124-1.126)	
Hydroxyde de potassium (0.5 M)	KOH	56.31		

TABLE 1 – Produits nécessaires

3 Protocole expérimental

3.1 Préparation de la solution d'anhydride phtalique

- Peser **15.8 g** d'anhydride phtalique et le dissoudre avec **100 mL** de pyridine dans un erlenmeyer de **200 mL**

3.2 Réaction de phtalation par reflux

- Peser **1 g** de PEG200 et mettre dans un ballon tricol de **100 mL**
- Prélever **25 mL** d'anhydride phtalique à la pipette jaugée et l'ajouter au milieu réactionnel. Bien agiter.
- Chauffer à reflux (115°C) pendant 1h.
- Laisser refroidir

3.3 Titrage des acides carboxyliques

- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine
- titrer avec la solution de soude.
- Le volume équivalent est obtenu lorsque la solution devient rose
- *Le volume équivalent est sensé être vers 20 mL, on peut soit enlever du polymère soit ajuster la concentration de soude*

On refait la manipulation dans les **mêmes** conditions sans ajouter le PEG200 pour faire le blanc (titrer l'anhydride).

4 Autour de la manipulation

4.1 Le PEG

Le PEG est le sigle pour le polyéthylène glycol :

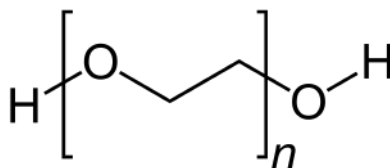


FIGURE 1 – polyéthylène glycol

Ce sont des polyéthers linéaires de masse molaire inférieure à 20 000 g.mol⁻¹. Leurs propriétés hydrosolubles et liposolubles en font des produits utilisés dans un grand nombre d'industries. Le PEG est utilisé dans de nombreux secteurs de l'industrie. Il sert par exemple comme épaississant ou gélifiant à la base de nombreux produits cosmétiques (savons liquides, crèmes hydratantes, shampoings, etc.) et paramédicaux (gels hydroalcooliques, lubrifiants intimes, etc.) À température ambiante, le PEG est un liquide visqueux incolore lorsqu'il a une masse moléculaire inférieure à 600 g.mol⁻¹ et un solide cireux lorsque sa masse moléculaire est supérieure à 800 g.mol⁻¹.

4.2 Réactions en jeu

Dans un premier temps on réalise une phtalation des alcools du polymère.
Le mécanisme est présenté dans la Fig.3.

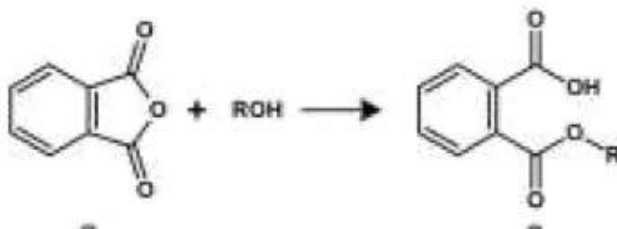


FIGURE 2 – Réaction de phtalation

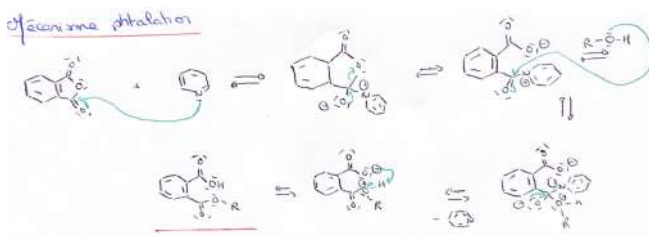


FIGURE 3 – Mécanisme phtalation

On réalise ensuite le titrage de l'acide formé selon la réaction :

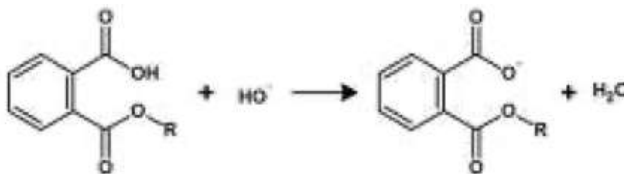


FIGURE 4 – Titrage polymère

4.3 Caractéristique des polymères

L'objectif est de déterminer le nombre de groupement OH. Cela permet de déterminer la taille des chaînes. En effet, plus il y a de fonctions alcools plus les chaînes sont petites. L'indice hydroxyle du PEG utilisé est entre 535-590 mg/g. On peut le déterminer ici à partir des volumes équivalents :

$$i_H = \frac{(V_{eq} - V_{eq-blanc})C_B M_{KOH}}{m_0} \quad (1)$$

Cette méthode est une méthode standard ASTM pour titrer les polyols. On peut essayer de remonter à la masse molaire en nombre :

$$n_{(PEG)} = \frac{C_B \times (V_{eq} - V_{eq-blanc})}{2} \quad (2)$$

On a donc connaissant la masse :

$$M_N = \frac{m_0}{n_{(PEG)}} \quad (3)$$

On détermine ici la masse molaire en nombre. On a en effet accès au nombre de molécules.

Connaître la taille des chaînes peut être particulièrement important pour utiliser le PEG en synthèse d'autres polymères, par exemple avec les polyuréthanes.