

Les matières plastiques à la loupe

Étude d'une réaction de réticulation par spectroscopie infrarouge

par Noël NOMINE et Julien FLAUS

SAR-LOR-LUX* - LTR - Ch. Jully - B.P. 1008 - 57501 Saint -Avold

RÉSUMÉ

Quels sont les constituants de la colle Araldite ?

A quoi sert le durcisseur ?

Comment se fait la réticulation ?

Quel est le temps de prise de la colle ?

Ce sont là quelques-unes des questions auxquelles la manipulation proposée tente de répondre

1. COMPOSITION D'UNE COLLE À DEUX COMPOSANTS : LA COLLE ARALDITE

1.1. La colle araldite

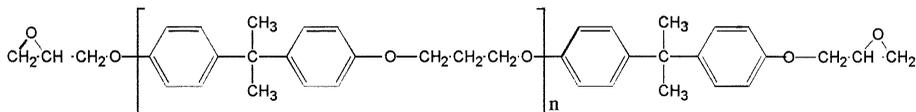
Elle est constituée de deux composants :

- la résine : résine époxyde bisphénol A,
- le durcisseur : N,3-diméthylaminopropyl-1,3-propylène diamine.

Ces deux constituants sont mélangés lors de l'utilisation de la colle.

1.2. La résine ou prépolymère

La résine époxyde bisphénol A correspond à la formule suivante :



* Ce travail a été préparé dans le cadre d'échanges entre enseignants SAR-LOR-LUX, échanges qui ont déjà fait l'objet d'un article dans le BUP (n° 775, juin 1995, p. 1189).

Les expériences décrites ont été présentées par les élèves du lycée Ch. Jully de SAINT-AVOLD aux professeurs de chimie sarrois, français (lorrains) et luxembourgeois (SAR-LOR-LUX) à l'occasion d'une réunion de ce groupe en octobre 1996. Nous poursuivrons la publication de ce travail dans les prochains numéros (décembre et janvier).

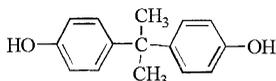
Cette résine est appelée résine DGEBA : **diglycidyl éther du bisphénol A**.

Cette macromolécule contient des groupes époxydes fortement réactifs, et d'autre part des groupes hydroxyles - OH donnant le pouvoir adhésif.

Ce prépolymère possède une structure linéaire. Pour obtenir la structure réticulée, il faudra faire intervenir des durcisseurs qui réagiront soit avec les groupes époxydes, soit sur les terminaisons hydroxyles.

Le choix du durcisseur conditionnera les propriétés finales du polymère.

Remarque : La formule du bisphénol A est :



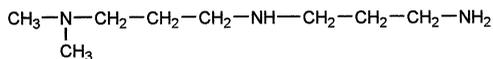
1.3. Le durcisseur

Les durcisseurs appartiennent à deux groupes :

- les anhydrides (durcisseurs dits à chaud),
- les amines (utilisables à la température ambiante).

La colle araldite utilise un durcisseur du second type.

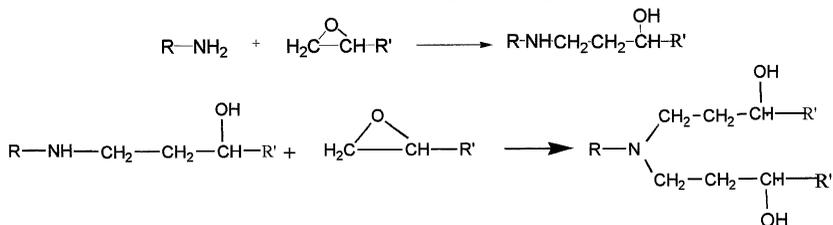
Le durcisseur : N,3-diméthylaminopropyl-1,3-propylène diamine correspond à la formule :



1.4. Réaction de réticulation

Le durcissement (réticulation) se fait à la température ambiante.

Les amines s'attaquent directement aux groupes époxydes :



2. SPECTRES INFRAROUGES

L'infrarouge est une technique bien adaptée pour étudier la réticulation des demi-produits et analyser les produits obtenus.

2.1. Mode opératoire

Déposer une pointe d'aiguille du composé à étudier (résine, durcisseur, mélange résine durcisseur) entre deux pastilles de KBr. Étaler le composé en faisant glisser les deux pastilles l'une sur l'autre.

Tracer le spectre IR.

2.2. Résine

Le spectre IR de la résine DGEBA est le suivant :

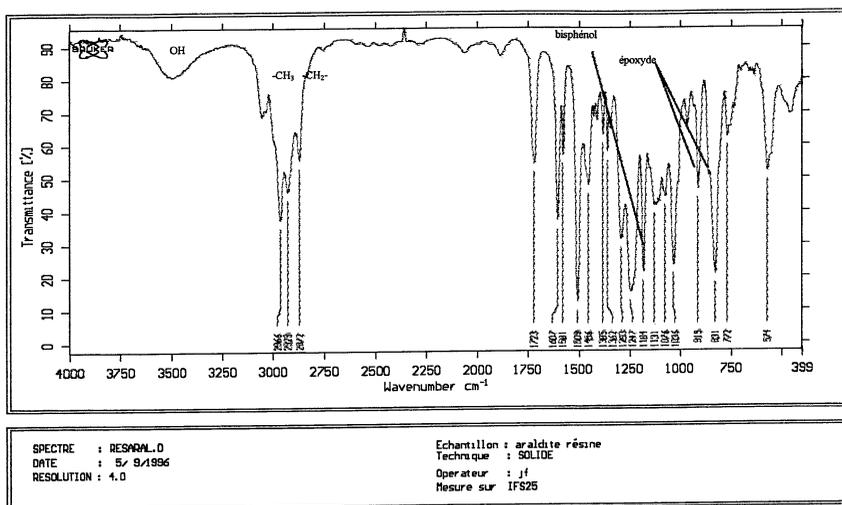


Figure 1

2.3. Durcisseur

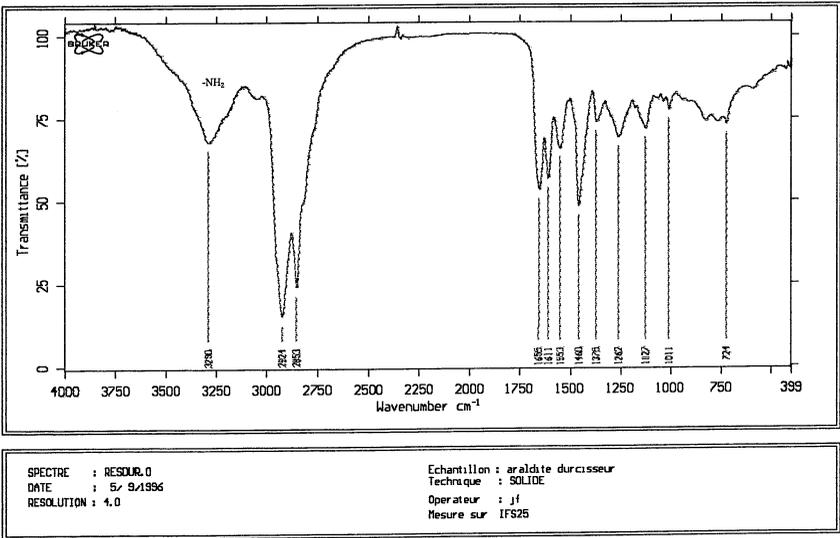


Figure 2

2.4. Colle après prise

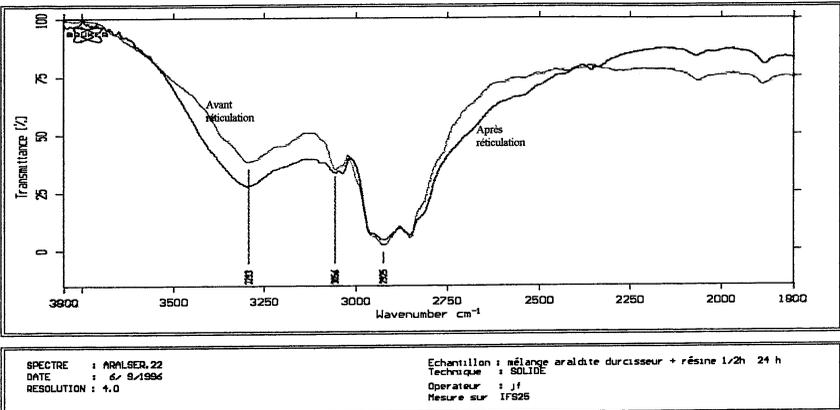


Figure 3

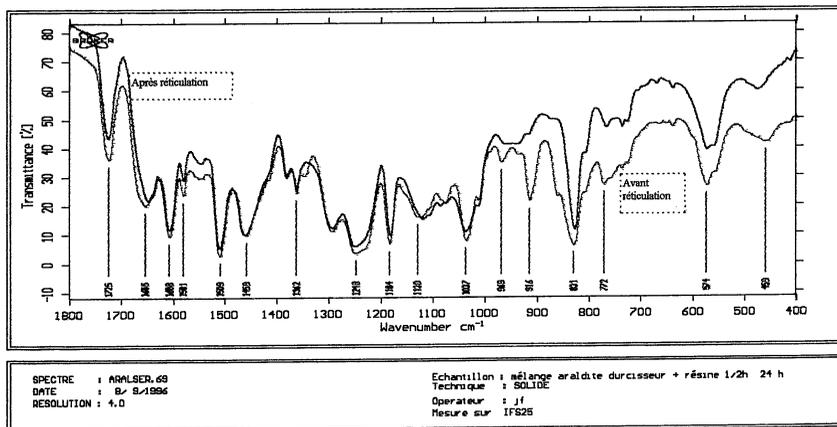


Figure 4

Nous constatons une diminution des groupes époxydes (à 912 cm^{-1} et 862 cm^{-1}) à mesure que la réaction progresse. Par contre, des groupes hydroxyles se forment à 3225 cm^{-1} .

Lorsque la résine est complètement réticulée, le noyau époxyde est ouvert et la bande située à 912 cm^{-1} disparaît.

La bande correspondant au bisphénol (1180 cm^{-1}) demeure constante et peut être utilisée comme référence.

2.5. Étude de la réaction de réticulation

2.5.1. Principe

Considérons la résine en cours de réticulation. Traçons les spectres infrarouges du mélange résine durcisseur toutes les heures pendant deux jours. La comparaison de la surface du pic des groupes époxydes à 912 cm^{-1} avec celle du noyau bisphénol A à 1180 cm^{-1} permet de suivre la réticulation au cours du temps et permet ainsi de définir la durée au bout de laquelle la réticulation peut être considérée comme achevée.

2.5.2. Résultats

Traçons son spectre d'absorption à différents moments, à température ambiante.

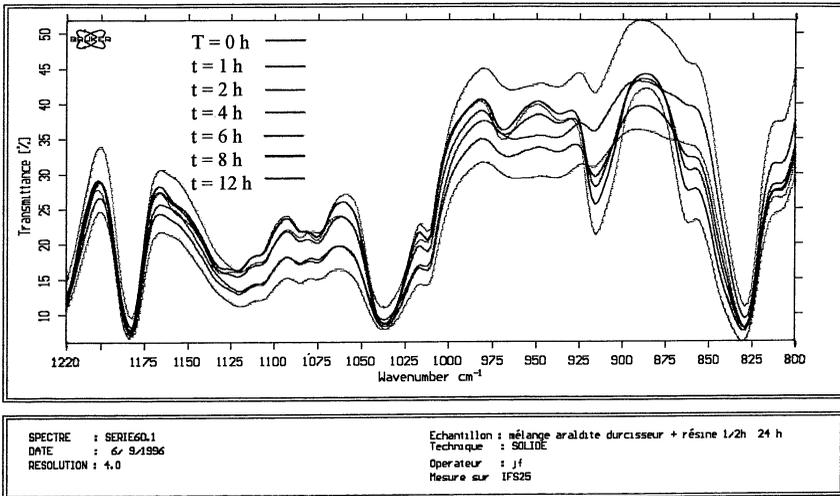


Figure 5

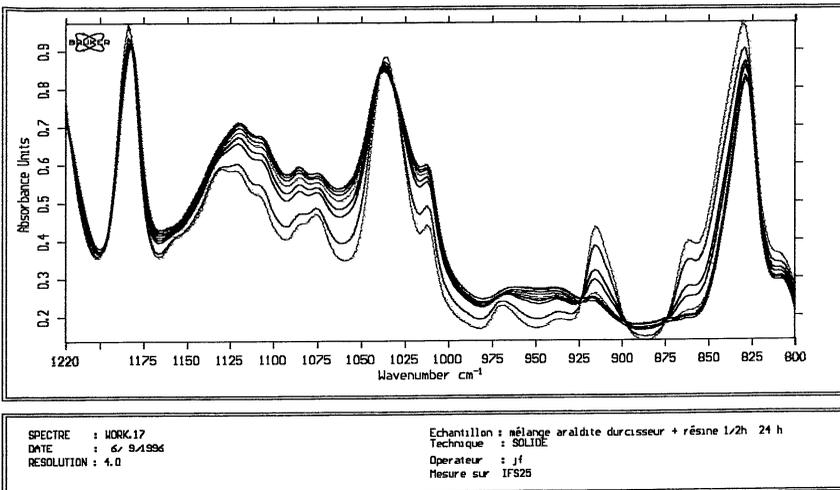


Figure 6

Calculons la surface des pics à 1180 cm^{-1} et 912 cm^{-1} . Nous pouvons ensuite tracer la courbe représentant le rapport des deux surfaces de pics en fonction du temps pour suivre l'évolution de la réaction de réticulation.

t (h)	S1 (1180 cm ⁻¹)	S2 (912 cm ⁻¹)	S2/S1
0	8,21	4,42	0,54
1	7,8	3,31	0,42
2	7,63	2,39	0,31
3	7,44	1,72	0,23
4	7,33	1,22	0,17
6	7,43	1,71	0,23
7	7,33	1,22	0,17
8	7,25	0,8	0,11
9	7,26	0,61	0,08
10	7,25	0,8	0,11
11	7,26	0,61	0,08
12	7,22	0,43	0,06
13	7,27	0,26	0,04

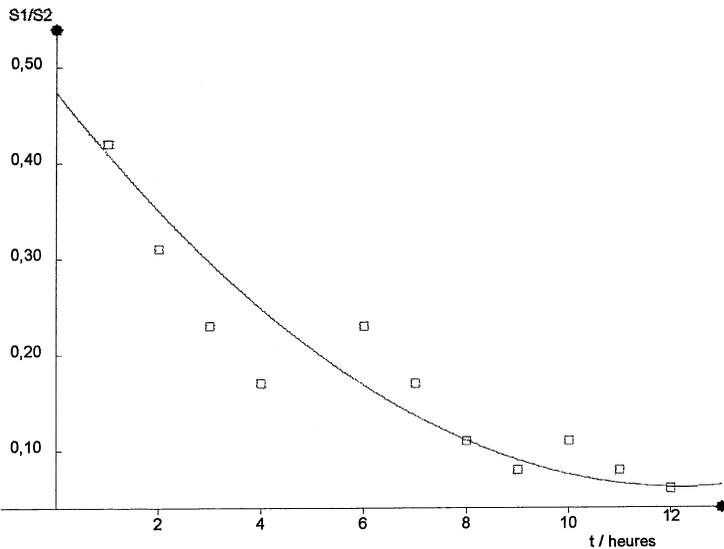


Figure 7

On peut constater qu'au bout de douze heures, la réticulation est pratiquement achevée à la température ambiante.

BIBLIOGRAPHIE

- J.-P. TROTIGNON : «*Précis de matières plastiques*», Nathan, cinquième édition, 1992, AFNOR - Tour Europe - 92080 PARIS-LA-DÉFENSE Cedex 7.
- R. PERRIN : «*Chimie industrielle*», Éditions Masson, deux tomes, 1993.
- «*Chimie organique*», trois tomes, 1976, Allinger Cava Johnson, Éditions Universitaire McGraw-Hill - 28, rue Beaunier - 75014 PARIS.
- P. ARNAUD : «*Cours de chimie organique*», quinzième édition, 1990, Dunod éditeur.
- H. HART et J.-M. CONIA : «*Introduction à la chimie organique*», InterEditions, 1988.
- «*Recueil de normes ISO 21*», tome 2, Plastiques, Organisation Internationale de Normalisation - Case Postale 56 - CH-1211 GENÈVE - SUISSE.
- «*Initiation à la chimie et à la physico-chimie macromoléculaires*», tome 4, Groupe français d'études et d'applications des polymères - 6, rue Boussingault - 67083 STRASBOURG Cedex.
- «*Recueil d'épreuves sélectionnées des Olympiades nationales de la chimie*».
- «*Techniques de l'ingénieur*» - 8, place de l'Odéon - 75006 PARIS.
- B.U.P. n° 704, mai 1988.
- J.-C. HITZKÉ : «*Découvrons les polymères par des expériences*», Éditeur IUT chimie - 72, route du Rhin - 67400 ILLKIRCH-GRAFFENSTADEN.
- BRÉNON-AUDAT : «*Chimie inorganique et générale*», Dunod.
- G.M. BARROW : «*Chimie Physique*», deux tomes, Éditions Masson.
- G. ODIAN : «*La polymérisation*», Polytechnica - 15, rue Lacépède - 75005 PARIS.