

## PROJET SCIENTIFIQUE EN EQUIPE - CHIMIE

Octobre 2019 - Février 2020

### Ciseaux chimiques - Protocoles & Méthodes

Hugo ACQUIER - 137<sup>ème</sup> Promotion

#### I/ Produits utilisés

- Eau déionisée Milli-Q<sup>®</sup>
- N, N - Diméthylformamide (DMF)
- Carbonate de sodium Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Les produits suivants ont été commandés chez *Sigma-Aldrich* sans purification ultérieure avant utilisation :

#### Lanthanides :

- Europium (III) chloride (EuCl<sub>3</sub>)
- Terbium (III) chloride (TbCl<sub>3</sub>)
- Lanthanum (III) chloride (LaCl<sub>3</sub>)

#### Terpyridine :

- 4'-Chloro-2,2':6',2''-terpyridine
- [2,2':6',2''-Terpyridine]-4'-carboxylic acid

## Polymères :

- Poly(ethylene glycol), 10 000
- Poly(ethylene glycol) methacrylate (PEGMA), 360 (*pas eu le temps de commander*)
- Poly(N-isopropylacrylamide) (PNIPAM), 40 000 (*pas eu le temps de commander*)

## II/ Synthèse des complexes fluorescents

**Note importante** - Toutes les manipulations s'effectuent avec des spatules en Téflon ou en verre (non métalliques).

Au préalable, on prépare un volume de 1 L de solution à 1 M de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

- Dans 5,0 mL d'eau distillée, on dissout 18 mg de  $[\text{Eu}(\text{Cl})_3]$ .
- Séparément, on dissout 120 g de [2,2':6',2''-Terpyridine]-4'-carboxylic acid dans 5,0 mL de **solution basique de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$** . On agite en chauffant à 80°C pendant environ 15 min, jusqu'à dissolution complète.
- Après refroidissement à température ambiante, la solution de terpyridine est ajoutée à la solution de complexe d'euporium. On agite à température ambiante pendant 2h.
- On reproduit strictement ces trois étapes pour les deux autres lanthanides (Lanthane, Terbium).
- Les trois solutions de complexes sont observées sous UV à 365 nm.

- On réunit ensuite les trois complexes obtenus séparément et on observe la couleur du mélange.

### **III/ Séparation des complexes du mélange**

- Le Poly(éthylène glycol) (PEG), de masse molaire moyenne 10 000, a été directement prélevé dans les produits du Laboratoire SIMM de l'ESPCI Paris. Une quantité appropriée de PEG a été dissoute dans de l'eau distillée à la concentration 10% en masse. Une quantité stœchiométrique de solution basique de [2,2':6',2''-Terpyridine]-4'-carboxylic acid réalisée dans les mêmes conditions que précédemment a été ajoutée à la solution de PEG. La solution obtenue a été chauffée sous agitation pendant 1h, jusqu'à dissolution complète. Un volume de 5 mL de cette solution de PEG-Terpyridine est ensuite ajoutée à une solution de 5 mL de complexe de Terbium réalisée comme précédemment. On agite à température ambiante pendant 2h.
- On reproduit ces mêmes étapes mais en utilisant le PEGMA pour le Lanthane et le PNIPAM pour l'Europium.
- On mélange les trois composés obtenus séparément. On refroidit le mélange à une température inférieure à 10°C.
- On augmente ensuite progressivement la température du mélange entre 10°C et 32°C. On sépare le polymère de Lanthane (insoluble à cette température) par filtration sous vide. On récupère le filtrat et on le met en solution par ajout de quelques mL d'eau distillée.
- On chauffe encore le mélange à une température supérieure à 32°C. On effectue les mêmes étapes que pour le Lanthane avec le polymère d'Europium insoluble à cette température.