

PSE : Écrire à la lumière - méthodes et protocoles

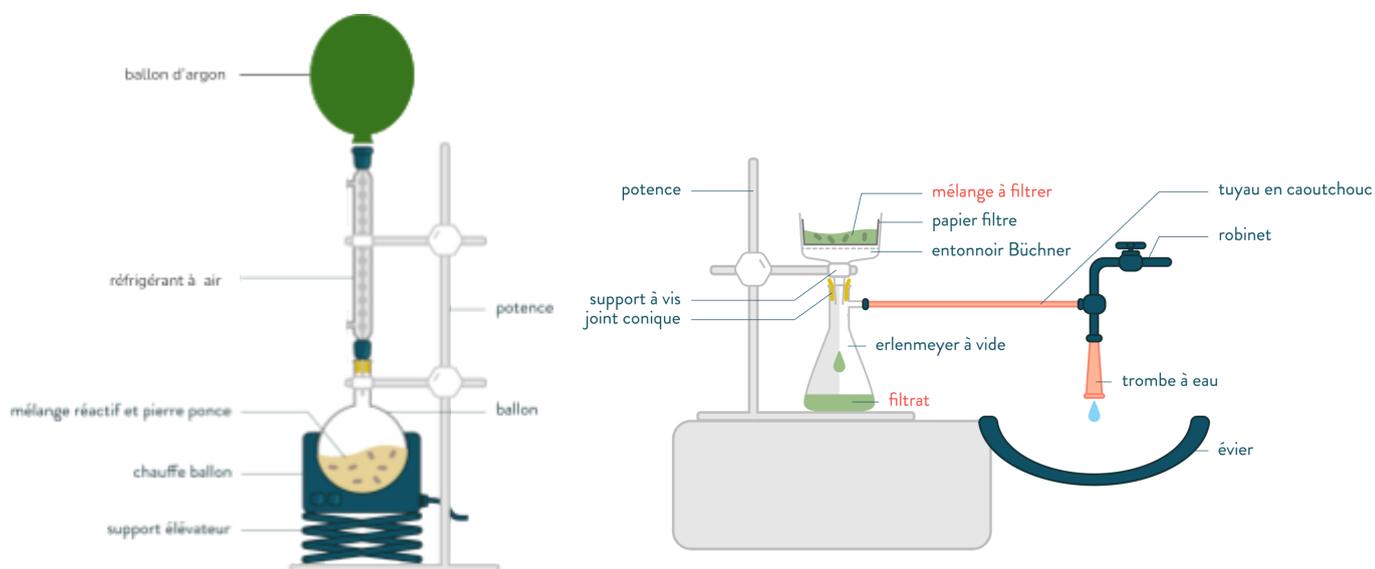
CALVEL Sélène, CHARBONNIER Owen, LEMOINE Alice

I- Synthèse du spiropyrane

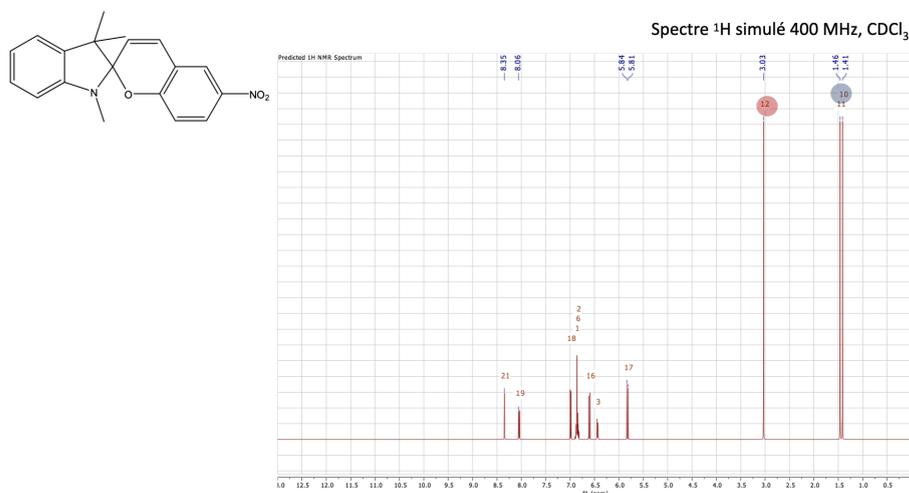
Matériel : 1,3,3-triméthyl-2-méthylèneindoline, 2-méthoxy-5-nitrobenzaldehyde, ethanol, montage à reflux, ballon d'argon, büchner

Protocole :

On ajoute au goutte à goutte du **1,3,3-triméthyl-2-méthylèneindoline** (612.2 mg, 3.53 mmol) dans une solution de **2-méthoxy-5-nitrobenzaldehyde** (413.3 mg, 3.38 mmol) dans 40 mL de EtOH. On porte à reflux sous argon pendant 14 h. En filtrant sous vide, on obtient des cristaux rose que l'on lave avec de l'éthanol froid (8 x 3 mL). On obtient 0,670 g (466,3 g/mol environ soit 1,44 mmol - rendement de 38 %) d'une poudre rose.



Spectre RMN du composé obtenu :

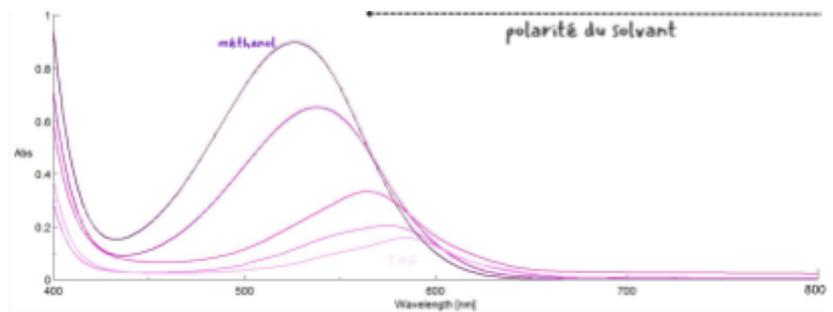


II - Observation de la solvatochromie

Matériel : spiropyrane, solvants de polarité différentes (méthanol, éthanol, acétone, acide acétique, THF), béciers, cuve de spectrophotométrie en quartz, spectrophotomètre d'absorbance UV-visible

Protocole :

On solubilise 6 mg de **spiropyrane** dans 20 mL de différents **solvants** (méthanol, éthanol, acétone, acide acétique, THF). Pour chacune des solutions obtenues on réalise un spectre d'absorbance dans la lumière visible.



III- Synthèse du PDMS

Matériel : polydiméthylsiloxane (PDMS) liquide, réticulant, spiropyrane, moule en laiton, baguette en verre, tube falcon, dessiccateur chauffant, four à 80°C

Protocole :

Dans un Falcon de 50 mL , on mélange 1 équivalent de **réticulant** et 9 de **PDMS liquide**. On mélange avec une baguette en verre jusqu'à l'apparition d'une émulsion. On solubilise le spiropyrane dans un tout petit peu de méthanol et on l'ajoute à notre solution. Cette émulsion est ensuite mise dans un moule en laiton et placé dans un dessiccateur afin que le gaz emprisonné s'évapore. Ensuite, on dépose le moule au four pendant 3h à 80°C afin de réaliser la réticulation.

PDMS obtenu :

Après éclaircissement à la lumière visible



Après irradiation à 365 nm



IV- Synthèse du polymère de l'hydroxyéthylacrylate

Matériel : detripropylène glycol diacrylate, 2,2-diméthoxy-2-phénylacétophénone, hydroxyéthylacrylate, spiropyrane, erlenmeyer, moule en téflon, film alimentaire, four UV

Protocole :

On ajoute de 1 mol% **detripropylène glycol diacrylate** (300 g/mol, densité) et 4 à 12 mol% de **2,2-diméthoxy-2-phénylacétophénone** (256 g/mol, densité) à une solution d'**hydroxyéthylacrylate**. On solubilise une pointe de spatule de spiropyrane. On verse le mélange dans un moule en téflon rectangulaire de quelques mm d'épaisseur que l'on recouvre de film alimentaire transparent afin d'éviter le gondlement puis la rupture du polymère. On polymérise à l'uv dans un four UV par tranches de 20-30s

