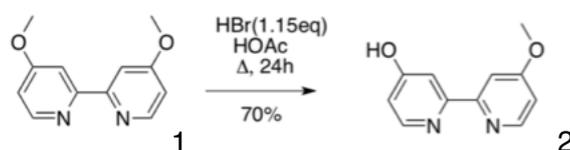


Matériel et méthodes

Première étape de la synthèse du ligand

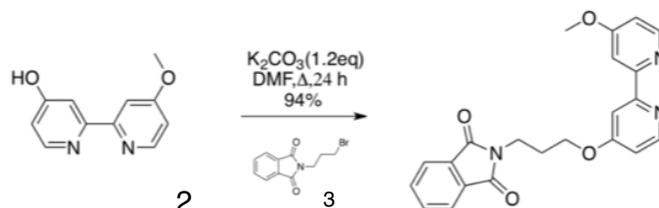
À 500 mg de 1, 30 mL d'acide acétique puis 0,45 mL d'acide bromhydrique ont été ajoutés sous atmosphère d'argon. Le tout est placé au reflux à 130°C pendant 24 heures. Le mélange réactionnel est refroidi à l'air libre, puis de l'ammoniac aqueux a été ajouté goutte à goutte jusqu'à neutralisation du milieu. La phase aqueuse est extraite avec 50mL de dichlorométhane et la phase organique est placée sous évaporation rotative. Nous récupérons 2 sous forme de cristaux blancs avec un rendement de 57%.



RMH-H (400MHz, CDCl₃) δ = 3.91 ppm (s), 6.53 ppm (dd, J = 7.2 Hz), 6.88 ppm (dd, J = 5.8 Hz), 7.11 ppm (s), 7.39 ppm (s), 7.71 ppm (d, J = 7 Hz), 8.42 ppm (d, J = 5.8 Hz)

Deuxième étape de la synthèse du ligand

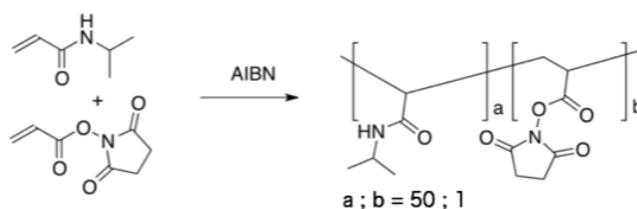
À une solution de 100 mg de 2 dans 20mL de DMF, nous ajoutons 160mg de 3 et 82mg de K₂CO₃. Le tout est placé au reflux à 130°C pendant 18h. Après ajout de 10mL d'eau dans le mélange, la phase aqueuse est extraite avec 30mL de diéthylother et la phase organique est placée sous évaporation rotative. Nous récupérons un mélange du produit et des composés de départ sous forme d'huile jaune. Le mélange est séparé par chromatographie sur colonne avec un éluant dichlorométhane/méthanol (90/10).



RMN-H (400MHz, CDCl₃) : δ = 1.56 ppm (m), 1.72 ppm (m), 1.85 ppm (m), 2.32 ppm (t, J = 7.5 Hz), 3.82 ppm (t, J = 9.4 Hz), 3.95 ppm (s), 4.13 ppm (t, J = 6.4 Hz), 4.22 ppm (t, J = 9.5 Hz), 6.83 ppm (ddd, J = 8/5.5/2.5 Hz), 7.95 ppm (dd, J = 8.7/2.4 Hz), 8.46 ppm (dd, J = 5.5/3.3 Hz)

Synthèse du polyNIPAM/NASI

Dans 30mL de tert-butanol dégazé, nous ajoutons 5g de NIPAM et 150mg de NASI, puis nous dégazons la solution et la chauffons à 70°C jusqu'à dissolution des composés. Sous atmosphère d'argon, nous ajoutons au mélange une solution de 30mg d'AIBN dans 10mL de toluène dégazé. Le mélange est porté au reflux à 80 degrés pendant 20h. Nous plaçons le produit à l'évaporateur rotatif pendant 40 minutes. Nous dissolvons les cristaux obtenus dans le minimum de THF, puis nous recristallisons le milieu en ajoutant progressivement 100mL d'hexane. Nous récupérons un solide mou blanc avec un rendement de 60%.



RMN-H (400MHz,CDCl₃) : δ = 1,15 ppm (s), 1,40-2,09 ppm (m), 3,96 ppm (s)

Détermination de la LCST

Dans des capsules hermétiques, nous incorporons à la micropipette 5 μ L de solution aqueuse de polyNIPAM/NASI à une concentration donnée et 5 μ L d'eau pure comme référence. Nous plaçons les capsules dans l'appareil de DSC et nous implémentons la procédure suivante : isotherme à 10°C pendant 2 minutes puis gradient de 2°C par minutes jusqu'à 50°C puis isotherme à 50°C pendant 2 minutes. Ensuite, nous appliquons un gradient de -2°C par minutes de 50°C jusqu'à 10°C, puis un isotherme à 10°C pendant 2 minutes.

Détermination du taux de récupération de polyNIPAM/NASI dissout

Dans une centrifugeuse thermostatée au dessus de la LCST du polyNIPAM/NASI, nous introduisons un échantillon de polyNIPAM/NASI dissout dans de l'eau à une concentration fixée. Nous laissons l'agitation pendant 4h à 2000 tours/minutes. Nous récupérons à l'aide d'une spatule le polyNIPAM/NASI aggloméré et nous le séchons à l'étuve jusqu'à déshydratation.