

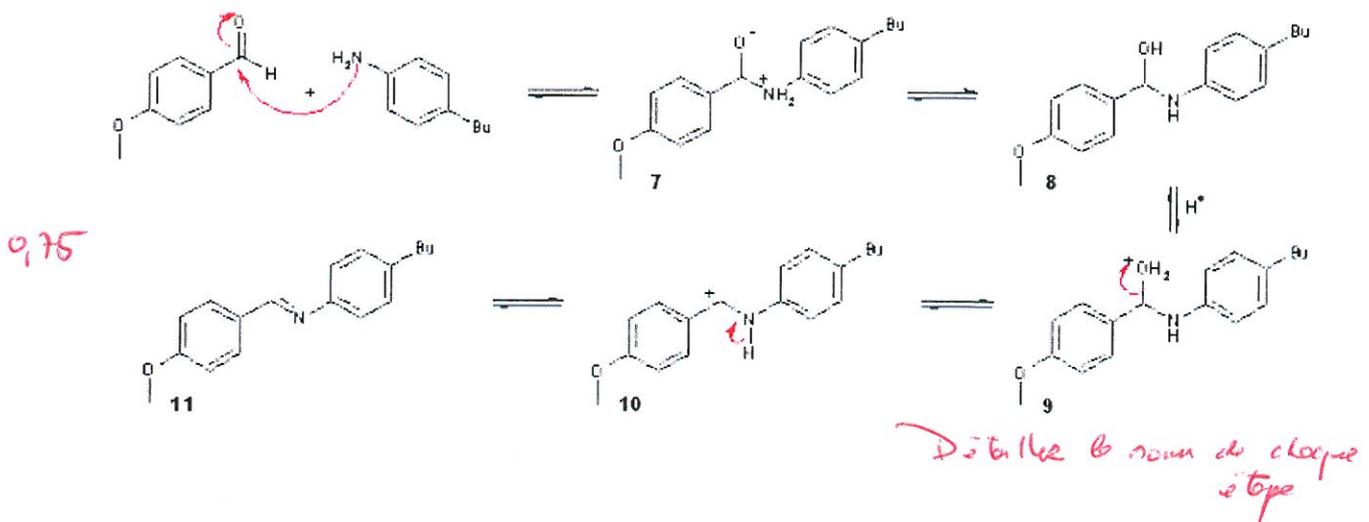
15,75
17,5
20

TP de chimie: cristaux liquides

Partie 1 : Préparation et étude d'une cellule d'un cristal liquide synthétisé

1. Synthèse d'un cristal liquide nématique thermotrope : MBBA

1.1)



0,5

1.2) L'évaporation de l'éthanol lors de la deuxième étape permet d'éliminer l'eau contenue (et créée au cours de la réaction) dans le milieu. Une autre méthode, plus adéquate, consisterait à effectuer la distillation de l'éthanol.

↳ Non → utilisation d'un deux Stock.

1.3) Pour contrôler la pureté d'un produit, on peut réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM) ou sur colonne, faire un spectre IR, utiliser la RMN.

1

Si le produit est un solide, on peut également utiliser un banc Köfler afin de trouver sa température de fusion, ou un interféromètre d'Abbe afin de connaître son indice de réfraction.

↳ liquide.

1.4) Au vu des quantités introduites initialement, le réactif limitant est le 4-butylaniline (0.016417 mol). Si le rendement est parfait, on doit obtenir en fin de réaction $n=0.016417$ mol de MBBA (tous les coefficients stochiométriques sont égaux à 1). Comme la masse molaire du MBBA est de $M=267.37$ g/mol, on s'attend à avoir une masse théorique de MBBA $m(\text{théorique}) = n.M = 4.38861$ g.

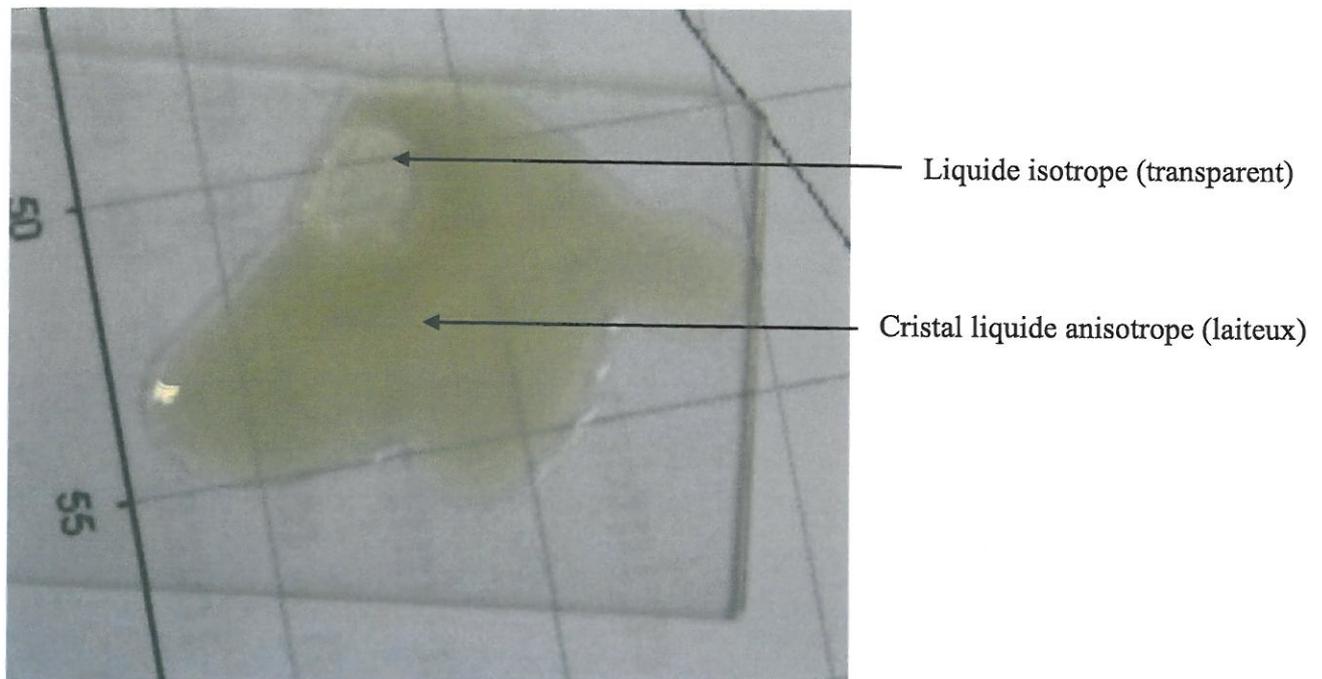
1

On mesure $m(\text{exp})=4.52$ g

D'où un rendement : $\rho = m(\text{exp})/m(\text{théo}) = 103\%$. Ce rendement n'est bien sûr pas possible, cela vient du fait que les manipulations ne sont pas optimales (tout l'éthanol n'est pas évaporé, séchage pas optimal).

1

1.5) A température ambiante, le cristal liquide est anisotrope. Il apparaît blanc laiteux. En chauffant grâce au banc Köfler, on observe la transition de phase cristal liquide/liquide. Le liquide, isotrope, est plus clair.



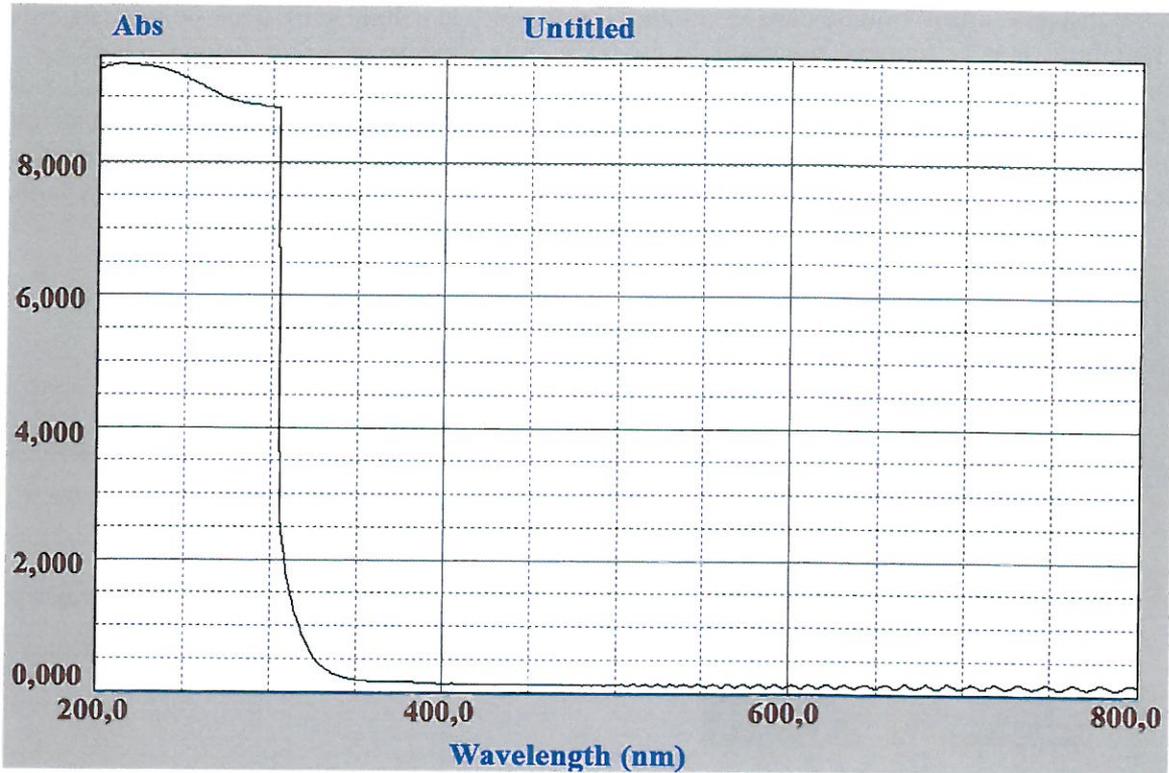
1.6) La technique de DSC (Differential Scanning Calorimetry) est basée sur les changements de phases. Il s'agit d'une cuve chauffant un échantillon en contrôlant la température interne. On fixe alors la vitesse d'augmentation de la température dans l'échantillon. Puis on asservi sur le flux de chaleur vers l'échantillon afin de maintenir la rampe de température. Lors d'une transition de phase, l'échantillon va absorber ou dégager plus de chaleur, ce qui se remarquera sur le flux thermique fourni respectant la rampe de température. On peut alors mesurer les enthalpies de changement d'état (transition de phase du premier ordre) ou la capacité calorifique (second ordre). On peut alors déterminer les informations nécessaires pour identifier un élément (température de changement d'état...)

1.7) On observe ici un changement d'état endothermique caractérisé par une demande en énergie. On observe un changement continu. Le changement d'état est alors du premier ordre.

1.8) L'enthalpie massique de changement d'état associée est de 413,7 mJ/g. La température de changement d'état est de 35,35°C

2. Préparation et étude des cellules de cristaux liquides

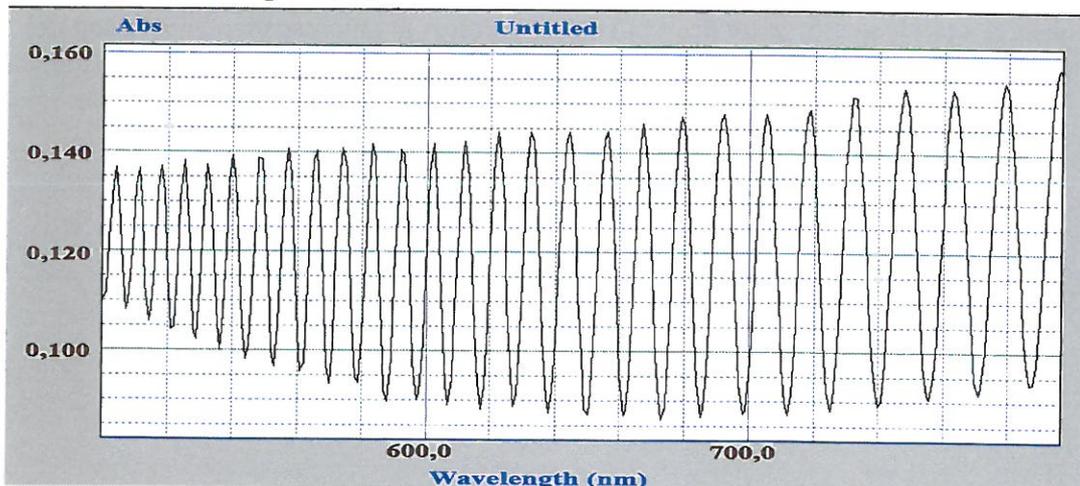
2.1)



La cellule à vide absorbe en UV jusqu'à 300 nm car elle est composée de verre. On remarque l'apparition d'oscillations à partir de 500 nm. En effet la structure de la cellule ressemble à celle d'un interféromètre Fabry Péro¹³t. On peut alors en déduire l'épaisseur de la lame d'air. On mesure un pic à $\lambda_1 = 583.3$ nm pour un ordre p_1 , et un dixième pic (ordre p_1+10) à $\lambda_2=692.1$ nm. D'où

l'épaisseur de la lame d'air : $e = \frac{5}{\left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2}\right)}$ donc $e = 18.55 \mu\text{m}$.

On remarque également une variation de l'enveloppe du spectre. Ceci est du à l'épaisseur de la couche d'ITO. Cependant le spectre ci dessous ne permet pas de trouver son épaisseur car la variation n'est pas assez importante.

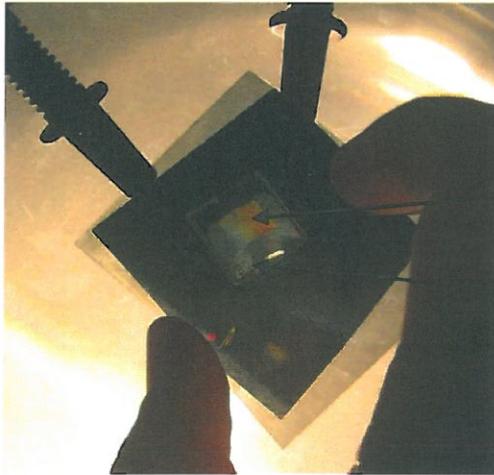


215

13.

2.2 et 2.3) cf partie I 2.4)

2.4) On insère le cristal liquide dans la cellule puis on place la cellule entre deux polariseurs croisés, on remarque que la lumière traversant le cristal liquide traverse aussi le second polariseur : les cristaux liquides font tourner le plan de polarisation de la lumière quand aucune tension n'est appliquée. On applique ensuite une tension sinusoïdale de quelques Hz, on observe des battements entre blanc et noir au niveau de la plaque d'ITO : sous tension, les cristaux liquides s'alignent et ne font plus tourner le plan de polarisation qui arrive donc perpendiculairement sur le second polariseur.



Pas de lumière traversant les polariseur
au niveau des plaques d'ITO

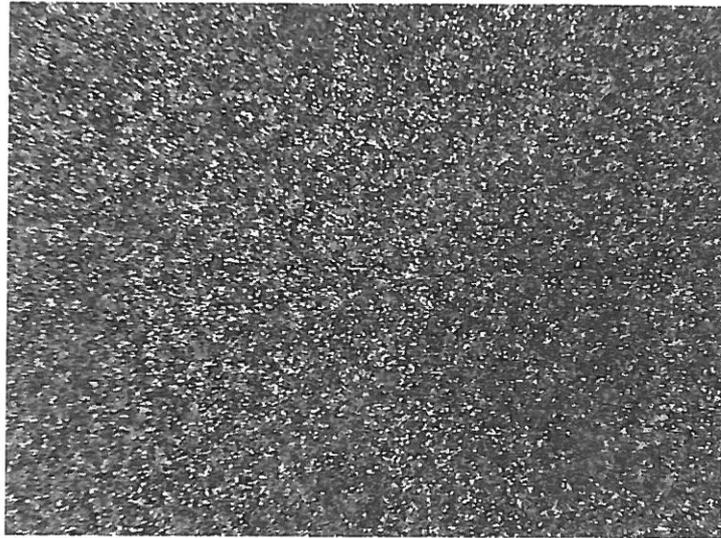
La lumière traverse les deux polariseurs
En dehors des zones recouvertes d'ITO

2.5) On insère une couche de cristaux liquides entre deux polariseurs croisés. Via l'action d'un champ électrique, la couche de cristaux liquides va agir comme un polariseur qui va alors laisser passer ou non la lumière. on peut alors commander via un circuit électrique des cellules qui vont s'allumer ou s'éteindre. Si on rajoute des filtres de couleurs on peut alors obtenir un affichage couleur.

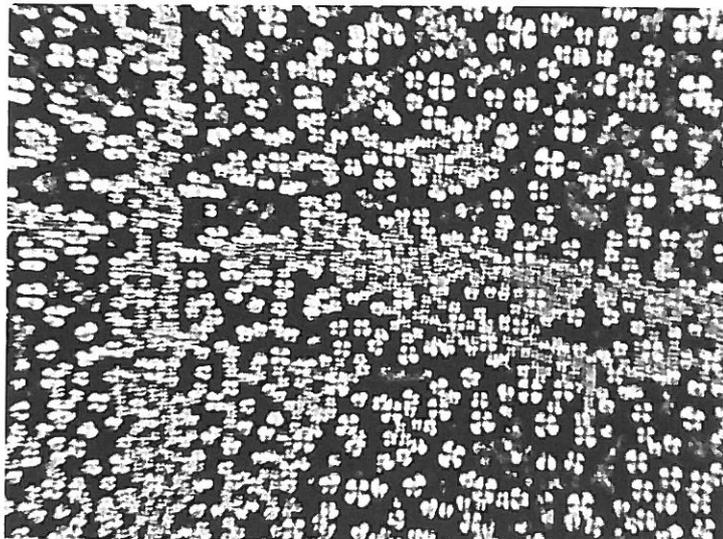
Partie 2 : Préparation et étude des cellules de cristaux liquides de PDLC

1.1) Cf question 2.1) partie I

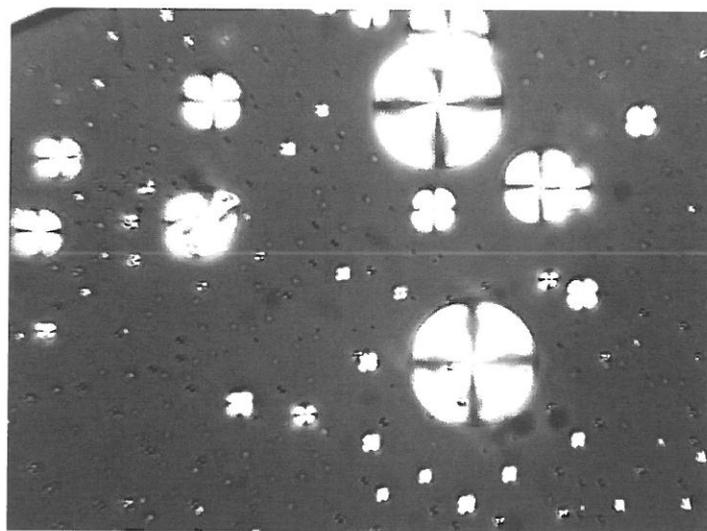
1.2) On expose deux plaquette de PDLC, une sous UV(a), l'autre sous lumière naturelle(b). On observe ces plaquettes entre deux polariseurs croisés au microscope. On aperçoit des figures de diffraction en forme de croix de malte. liées aux gouttes de cristaux liquides. Pour l'échantillon (a) on obtient des gouttes plus petites que pour l'échantillon (b) car les gouttes n'ont pas le temps de s'agglomérer entre elles.



Cellule irradiée à la lampe UV pendant 5 minutes.



Cellule exposée à la lumière naturelle pendant 5 min

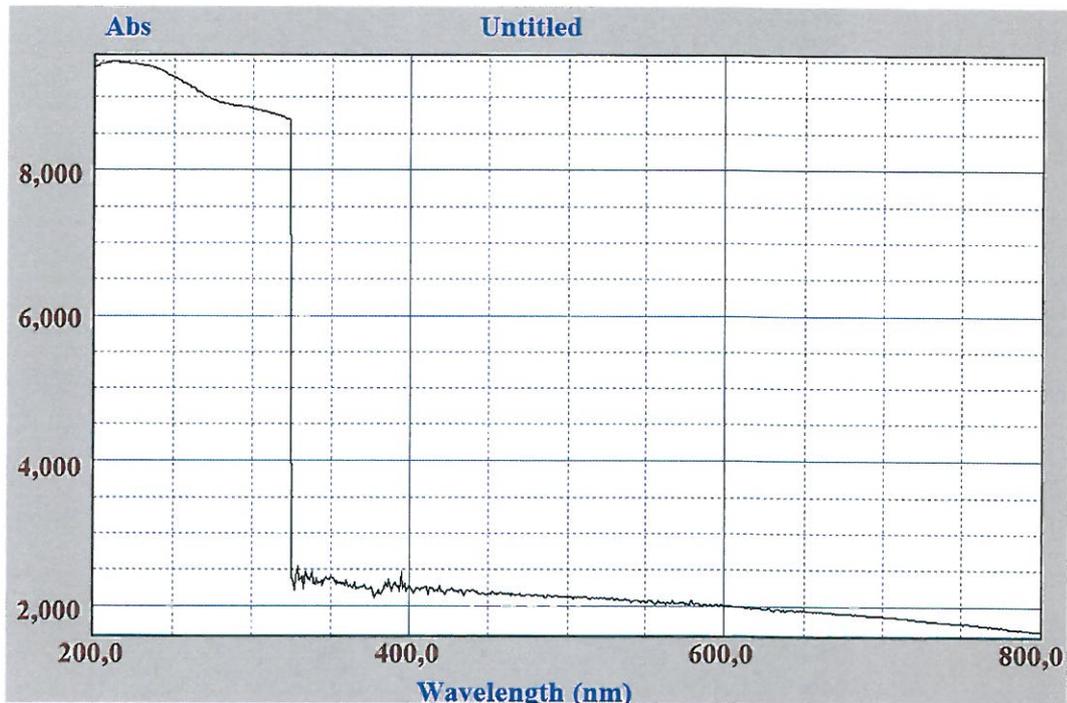


Cellule témoin à grosses gouttes

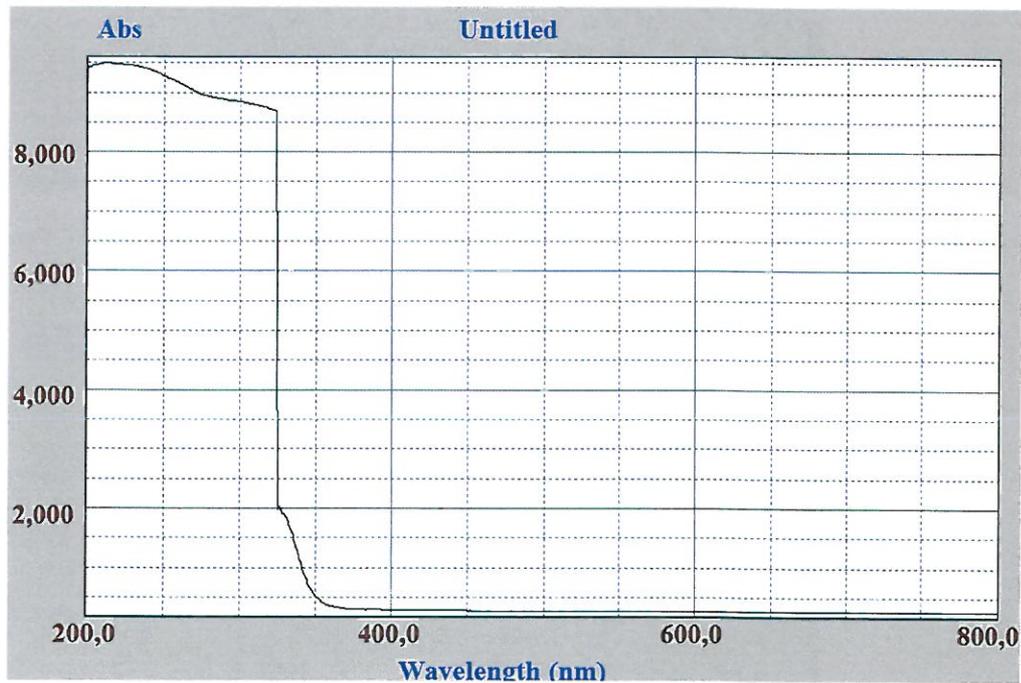
✓ Selon l'irradiation subie par la cellule, la polymérisation est plus ou moins rapide et la vitesse de polymérisation va influencer sur la taille des gouttes de PDLC formées. Plus la polymérisation est rapide, c'est-à-dire plus la puissance radiative est importante, moins les gouttes seront grandes car elles auront moins le temps de s'agrandir, piégées dans la matrice polymérique.

1.3) Cf 1.2)

1.4)



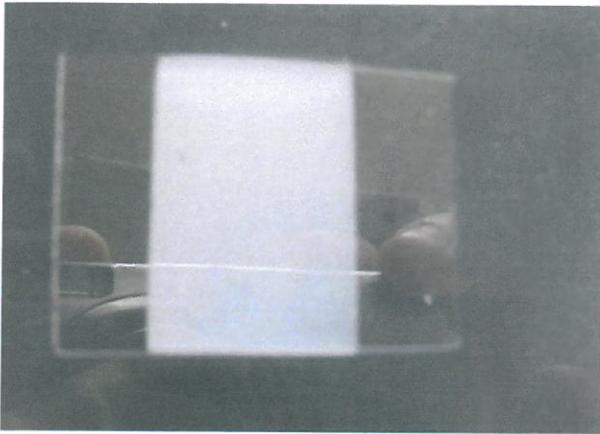
Spectre d'absorption de la cellule irradiée aux UV



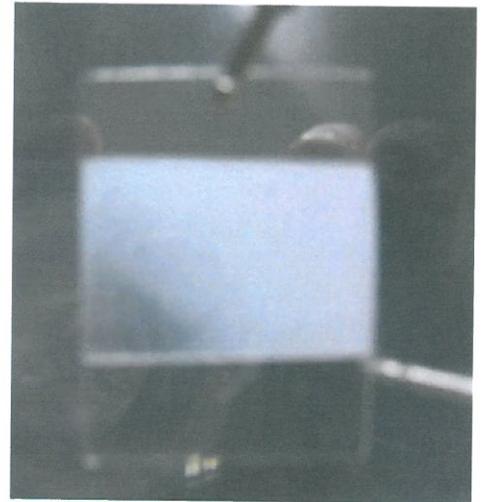
Spectre d'absorption de la cellule exposée à la lumière naturelle

On remarque que dans le visible, la cellule irradiée aux UV absorbe beaucoup plus que celle exposée à la lumière naturelle. Cela peut s'intuiter rapidement car la cellule exposée aux UV est beaucoup plus opaque que l'autre. On peut expliquer cela grâce aux observations faites au microscopes. La structure de la cellule irradiée aux UV est faite de bulles beaucoup plus fines, ce qui va induire plus d'absorption lors du passage de la lumière à travers l'échantillon.

1.5) Lorsque l'on applique une tension entre les plaque d'ITO de la cellule contenant le cristal liquide, celui-ci devient transparent alors qu'il était opaque à la base :



La cellule sans tension appliquée



On applique une tension entre les plaques d'ITO

Sans tension, l'orientation des cristaux liquides dans les gouttes sont indépendant d'une goutte à l'autre : la plaque diffuse la lumière, elle est opaque. Quand on applique une tension, tout les cristaux liquides s'orientent dans le même sens, la plaque ne diffuse plus la lumière : elle est transparente. On peut remarquer que nous ne parvenons pas à obtenir la transparence sur la totalité de la cellule, cela provient peut-être de l'exposition et de la taille des gouttes qui ne sont pas réparties de façon homogènes sur la plaque, on a constater que la position des fils n'avait pas d'influence sur cette observation.

1.6) On insère de fines gouttelettes de cristal liquide sous forme nématique dans un polymère. en présence d'un champ électrique, les gouttelettes vont agir comme des polariseurs orientés aléatoirement. il y aura alors diffusion de la lumière. L'observateur verra un écran opaque.

Adaptation.

