

## **Travaux Pratiques**

Chimie des surfaces

1<sup>er</sup> semestre 2015/2016

---

### Tp N° 5 - Préparation du gel de silice (silicagel) 3<sup>eme</sup> année Licence - Chimie analytique

---

**Samir KENOUCHE**  
Université M. Khider de Biskra  
Département des sciences de la matière

Le gel de silice, de structure amorphe, se trouve sous forme de billes, de poudre ou de granulés. Ces grains présentent une structure poreuse très développée. Toutefois, la taille des grains et des pores dépendent substantiellement de la méthode d'élaboration considérée. Typiquement ils ont une surface spécifique qui peut aller jusqu'à  $\simeq 1400 \text{ m}^2/\text{g}$ . Le gel de silice est largement utilisé comme adsorbant, entre autre, pour la captation de l'humidité ambiante, comme phase stationnaire dans la chromatographie en phase liquide et comme complément alimentaire afin de réguler l'hydratation et contribuer à la formation du collagène chez les personnes ayant un déficit nutritionnel en silicium.

Le but principal de ce TP est la préparation d'une phase adsorbante à partir de deux phases liquides. Ainsi, on s'est proposé de réaliser la synthèse de deux gels, l'un à base de Silice ( $\text{SiO}_2$ ) et l'autre à base de Silicate d'Alumine ( $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ ). Par ailleurs, ces gels de silice seront élaborés en milieu aqueux par gélification d'une solution de silicate de sodium acidifiée ( $\text{HCl}$ ). Les gels obtenus par cette méthode doivent systématiquement être lavés avant ou après séchage dans le but d'éliminer les espèces solvatées sous forme de  $\text{NaCl}$ .

## 2. Partie expérimentale

Dans cette partie expérimentale nous allons réaliser la synthèse de deux gels ( $\text{SiO}_2$  et un gel mixte de  $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ ) et tenter ainsi d'obtenir une phase adsorbante à partir de deux phases liquides.

### 2.1 Matériel et réactifs

- Réactifs : 100 g de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , 70 g de  $\text{AlCl}_3$ , solution de  $\text{HCl}$  (1 mol/L), le vert de bromocrésol, hélianthine et l'eau distillée.

- Matériel : hotte, bécher de 1 L, 3 béchers de 500 mL, pH-mètre étalonné, plaques chauffantes, accessoires nécessaires de filtration sur Buchner, spatules, burette, balance électronique, gants, barreaux magnétiques, pipettes et pro-pipettes.

### 2.2 Mode opératoire

#### (A) Gel de $\text{SiO}_2$

Introduire 25 g de silicate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) dans un bécher d'un litre rempli à moitié d'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de l'hélianthine. Remplir la burette avec une solution de  $\text{HCl}$  (1 mol/L). Placer le bécher sur une plaque chauffante et verser goutte à goutte la solution de  $\text{HCl}$  jusqu'à l'obtention d'un milieu acide. Mesurer de façon continue le  $\text{pH}$  du mélange. La zone de virage de cet indicateur coloré est comprise entre  $\text{pH} = 3.1$  à  $\text{pH} = 4.4$ . Il vire à la couleur jaune en milieu basique et il vire à la couleur rouge en milieu acide. Maintenir l'agitation magnétique de façon régulière. Ensuite, laisser évaporer le mélange, sur la plaque chauffante, jusqu'à la formation du gel. Séparer le gel formé puis laver le, sur un Buchner, plusieurs fois avec de l'eau bouillante.

(B) **Gel mixte de  $SiO_2 - Al_2O_3$**

Dans deux béchers de 500 mL, on dissout séparément 35 g de silicate de sodium ( $Na_2SiO_3$ ) dans 100 mL d'eau distillée (bécher 1) et 35 g de trichlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ ) dans 200 mL d'eau distillée (bécher 2). Agiter vigoureusement afin de permettre une bonne homogénéisation. Ensuite, verser le contenu du bécher 1 dans le bécher 2. Afin d'assurer une meilleure prise du gel, placer le bécher contenant le mélange sur une plaque chauffante. Ajouter quelques gouttes de vert de bromocrésol. Ce dernier est un indicateur coloré, sa teinte sensible est le vert (couleur des sels de sodium) et sa zone de virage est comprise entre  $pH = 4$  à  $pH = 5.4$ . Mesurer le pH du mélange final. Laisser reposer le mélange. À l'issue de cette étape, un précipité du gel de  $SiO_2 - Al_2O_3$  est formé. Séparer le précipité du surnageant. Laver, sur un Buchner, plusieurs fois ce précipité avec de l'eau bouillante.

**Attention ! Le produit final ne peut être manipulé que lorsque celui-ci ne colle plus aux doigts.**

Identification des risques

**Silicate de sodium ( $Na_2SiO_3$ )**

contact avec les yeux : irritation modérée aux yeux

contact avec la peau : irritation modérée de la peau

inhalation : la brume provoque une irritation des voies respiratoires

ingestion : susceptible de provoquer une irritation à la bouche, l'œsophage et l'estomac.

**Trichlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ )**

provoque de graves brûlures

son hydrolyse s'accompagne d'un dégagement de  $HCl$

réaction (extrêmement réactif avec l'eau) exothermique avec l'eau

### 3. Compte-rendu de TP

Titre du TP .....			
Nom .....	Prénom .....	Section .....	Groupe .....

1. Quel est l'aspect du produit obtenu ?

.....  
.....

2. Pourquoi a-t-on procédé à un lavage en utilisant de l'eau bouillante ?

.....  
.....

3. Quelle est la nature chimique du trichlorure d'aluminium ?

.....

4. Quelle est la nature chimique du silicate de sodium ?

.....

5. Citer trois applications du produit obtenu.

.....  
.....

6. Comment peut-on s'assurer de l'absence ou non des ions chlorures dans les eaux de lavage ?

.....  
.....

7. Compléter et équilibrer la réaction suivante :  $Na_2SiO_3 + HCl \rightarrow \dots\dots$

.....

8. Quelles sont les propriétés essentielles que doit avoir un adsorbant efficace ?

.....  
.....

#### Barème

préparation : 2 pts      assiduité : 4 pts      compte-rendu : 14 pts