

**SYNTHESE de FERROFLUIDE, EMULSIONS, et
INTERACTIONS COLLOIDALES**

Emanuel BERTRAND
emanuel.bertrand@espci.fr

Preliminaire :

Le ferrofluide est particulierement difficile à eliminer des vêtements. Il est donc conseillé de bien fermer sa blouse au cours de ce TP. D'autre part, certains produits chimiques sont nocifs et necessitent l'utilisation de lunettes, de gants et de travailler sous hotte aspirante. En particulier de nombreux acides et bases seront utilises.

INTRODUCTION

Le but de ce TP est d'apprendre à réaliser une synthèse inorganique simple, qui offre le double avantage d'illustrer de nombreux concepts physico-chimiques et d'aboutir à un produit aux applications multiples.

Une fois la synthèse effectuée, on apprendra à fabriquer une émulsion magnétique. Enfin, on utilisera ces émulsions magnétiques pour introduire différentes interactions colloïdales.

PREMIERE PARTIE : synthèse du ferrofluide, instabilités en pics et stabilité colloïdale

Cette partie représente environ 3 heures de travail.

a) synthèse en solution aqueuse

Cette sous-partie représente environ 1 heure de travail.

Mode opératoire :

- * Dans un bécher en plastique de 200 ml, peser 7,2 g de FeCl_2 (tétrahydraté)
Ajouter un barreau magnétique puis 4 ml de HCl concentré
Ajouter 20 ml d'eau distillée
Agiter jusqu'à dissolution complète de FeCl_2
- * Ajouter 29 ml de FeCl_3 (solution à 27% massique)
Compléter approximativement à 100 ml avec de l'eau distillée
- * Ajouter 40 ml d'ammoniaque concentré (sous hotte : *attention aux vapeurs*)
Agiter 20 minutes
- *** On obtient immédiatement un *précipité noir* de **magnétite Fe_3O_4** .
Ce précipité est magnétique et décante au fond du bécher.
- * Décanter sur plaque magnétique et éliminer le surnageant, d'abord grossièrement, en penchant le bécher (qui doit rester au contact de la plaque magnétique), puis plus finement, à l'aide d'une pipette en plastique.
Laver le précipité en ajoutant 40 ml d'eau distillée, puis en agitant 10 minutes
Décanter puis éliminer à nouveau le surnageant
- *** Le produit obtenu est un **ferrofluide aqueux**.

b) passage en milieu organique et instabilités magnétiques en pics

Cette sous-partie représente environ 2 heures de travail.

Mode opératoire :

- * Chauffer légèrement (sur plaque chauffante, à environ 60°C) 6 g d'acide oléique dans un petit bécher en verre.
Ajouter cet acide oléique au ferrofluide aqueux et agiter pendant 20 minutes, en chauffant au bain-marie à environ 60-80°C (sans thermomètre).
- * Décanter sur plaque et laisser refroidir
Éliminer le surnageant

* Faire 2 lavages à l'éthanol : ajouter 100 ml d'éthanol puis agiter 10 minutes et éliminer le surnageant ; répéter l'opération.

* Passage en milieu organique (octane) :

ajout d'environ 10 ml d'octane à la pipette, 2 ml par 2 ml, en agitant à la main et en éliminant le surnageant après chaque ajout de 2 ml.

*** On obtient des **instabilités magnétiques en pics** lorsqu'on approche un aimant.

Expliquer ce phénomène sans la moindre équation.

* Chauffer avec prudence (pas plus de 5 minutes) au bain-marie à environ 60-70°C (sans thermomètre) pour évaporer ce qui reste d'éthanol (mais pas l'octane), puis ajouter 5 ml d'octane.

*** On obtient un **ferrofluide organique**, que l'on utilisera dans la deuxième partie du TP.

c) réflexions sur la stabilité colloïdale en milieu aqueux

Cette sous-partie ne demande aucun travail manuel.

** Les grains du ferrofluide aqueux obtenu au I.a) s'agrègent entre eux : on dit qu'ils **floculent**, ou encore qu'ils présentent une mauvaise **stabilité colloïdale**.

Comment expliquez-vous cette floculation alors que les grains magnétiques sont chargés et devraient donc se repousser ?

DEUXIEME PARTIE : Mise en émulsion du ferrofluide organique et tri magnétique

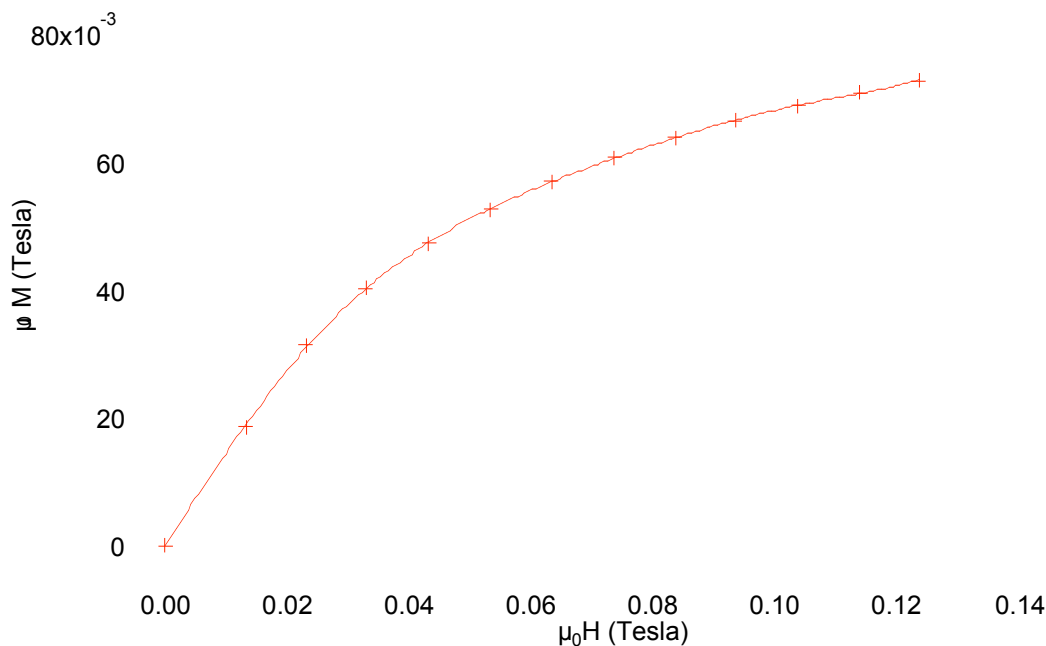
Cette partie représente environ 1 heure de travail.

Il s'agit ici d'apprendre à faire une **émulsion d'huile dans l'eau** dans le cas particulier où l'huile est un ferrofluide (synthétisé par vos soins). Ensuite on observera quelques propriétés des **émulsions de ferrofluide**.

Placer 1 g d'une solution aqueuse de SDS à 25% massique (déjà préparée) dans un mortier. Incorporer progressivement, à l'aide d'un pilon, 6 g de ferrofluide organique (obtenu en b. de la première partie du TP) dans cette solution sous agitation manuelle intense (dans le mortier) mais pas trop rapide. Au début, incorporer absolument goutte par goutte (pour au moins les 10 premières gouttes). La fraction massique finale de ferrofluide est d'environ 85% et le matériau final présente l'aspect d'une pâte viscoélastique.

Ajouter 50 ml d'eau distillée pour diluer l'émulsion et obtenir une fraction massique finale d'environ 10 %. Placer l'émulsion à l'étuve à environ 60°C pendant 1 nuit. Le but est d'éliminer l'octane pour éviter le mûrissement d'Ostwald et avoir d'avantage de contraste optique entre les gouttes et la phase continue.

En l'absence d'un champ magnétique, chaque grain d'oxyde de fer a son moment magnétique aléatoirement orienté selon ses axes d'aimantation privilégiés : le moment dipolaire global de la goutte d'émulsion est alors nul. En présence d'un champ magnétique, chaque moment dipolaire s'oriente selon le champ : le moment dipolaire de la bille magnétique est non nul. Le comportement global d'une bille est donc de type (super-) paramagnétique. La courbe d'aimantation du ferrofluide est représentée ci-dessous ; **M** représente l'aimantation du ferrofluide, **H** le champ extérieur appliqué.



Regarder un échantillon d'émulsion de ferrofluide au microscope optique (grossissement x100). Que se passe-t-il lorsque l'on approche un aimant de l'échantillon? Que se passe-t-il ensuite lorsque l'on éloigne l'aimant ? Expliquer qualitativement.

Comment pourrait-on « trier » cette émulsion de ferrofluide ?

On approche un aimant d'une émulsion triée de ferrofluide. Que voit-on ? Expliquer ce qui se passe.

CONCLUSION :

Nous avons vu qu'il était possible, en quelques heures, de synthétiser un ferrofluide, de le mettre en émulsion, puis d'observer quelques propriétés de cette émulsion.

Il ne vous reste plus qu'à rédiger un compte-rendu de **3 pages maximum**, figures comprises.

REFERENCES :

Israelachvili J., Intermolecular & Surface Forces, *Academic Press*

“Direct Measurement of Colloidal Forces”, F. Leal Calderon *et al* (1994)
Phys. Rev. Lett., **72**, 2959-2962

REMERCIEMENTS :

Je remercie Valérie Cabuil et Delphine Talbot, de l'Université Paris VI (UMR PECSA), pour m'avoir appris à synthétiser un ferrofluide.