

## PSE Sujet 32

### Ferrogels

### Materiel et Méthodes

---

#### Materiel

- **Synthèse des nanoparticules de Fer**

- Chlorure de Fer III
- Sulfate de Fer II
- Solution d'Hydroxyde de Potassium, 16 M
- Solution d'Acide perchlorique, 0.1 M
- Eau distillée
- Bêchers 150mL
- Agitateur magnétique chauffant
- Pipette graduée 10mL
- Micropipette 20 $\mu$ L
- Système de filtration Büchner
- Pilon et mortier

- **Préparation de la solution de PVA**

- PVA poly(acétate de vinyle), 98000 M
- Eau distillée
- Flacon refermable de 50cL
- Agitateur magnétique chauffant

- **Fabrication des moules**

- Tubes de plastique souple,  $d_{int}=0,7$ cm et  $L\approx 7$ cm
- Scotch
- Septums

- **Réticulation du gel**

- GDA glutaraldehyde
- Solution d'Acide Chlorhydrique, 12 M
- Micropipette 20 $\mu$ L
- Papier pH
- Tubes à essai
- Pipettes pasteur
- Agitateur Vortex

- **Mesures physiques**

- Alimentation variable 300W 30V 10A
- Caméra CCD
- Electro-aimant
- Potence et pince deux doigts
- Teslamètre

# Méthodes

- **Synthèse des nanoparticules de Fer :**

Dans un bécher de 50mL, 2,94g de  $FeCl_3$  est dissout dans 4,4mL d'eau distillée. Dans un autre bécher, 2,52g de  $FeSO_4$  est dissout dans 2,3mL d'eau distillée sous agitation à 50°. Les deux solutions sont ensuite réunies dans le même bécher.

A l'aide d'une micropipette, 6 $\mu$ L de ce mélange est prélevé et dilué dans 6mL d'eau distillée dans un Bécher de 100mL. On ajoute 4,5 mL de solution de  $KOH$  à 16M, puis après un brève agitation, tout le reste de la solution de  $FeCl_3$  et  $FeSO_4$ . Le mélange change de couleur et devient marron foncé.

Après 15 minutes, les particules obtenues sont filtrées sur Büchner, puis lavées 3 fois. Elles sont ensuite récupérées et mise à sécher pendant une nuit.

Une fois sèches, les particules obtenues sont broyées finement au mortier, puis stockées dans un flacon fermé.

- **Préparation de la solution de PVA**

Dans un flacon refermable de 500mL est préparé une solution aqueuse de PVA à 5% en masse par dissolution de 10g de PVA à 98000 M dans 190g d'eau distillée. Le mélange est maintenu au bain-marie à 90°C sous agitation magnétique pendant une demi-heure, puis est placé à l'étude à 95°C pendant une nuit. La solution obtenue doit être transparente. Au besoin, le processus sera répéter pour finaliser la dissolution du PVA.

- **Préparation des moules**

Les tubes plastiques sont pré-découpé dans la longueur, cette entaille est ensuite étanchéifié par plusieurs couches de scotch. Des septums sont utilisés pour boucher un des deux côté des moules préalablement entaillées et scotchés.

- **Formation du gel**

Tubes avec un gradient en concentration de GDA et une concentration en  $Fe_3O_4$  constante :

- [GDA] faible : dans un tube à essai, on pèse 0,4g de particules de  $Fe_3O_4$  séchées et broyées. On ajoute 5 à 10 gouttes d'acide Chlorhydrique concentré, puis on agite 1 min au Vortex. Puis on ajoute 4mL de solution de PVA à 5% et on agite au vortex pendant 15 min. Puis 6,2 $\mu$ L de GDA est ajouté à la micro-pipette sous hotte. Le mélange est à nouveau agité au vortex 1 min. On vérifie ensuite le pH de la solution : si le pH est supérieur à 1, on rajoute de l'acide chlorydrique et on agite de nouveau ; si le pH est inferieur à 1, on verse la solution dans les moules en plastique préparés préalablement. La préparation est ensuite laissée à réticuler 24h en position verticale.
- [GDA] moyenne : Le protocole précédent est utilisé, avec cette fois 0,4g de particules de  $Fe_3O_4$  et 7,5 $\mu$ L de GDA.
- [GDA] élevée : Le protocole précédent est utilisé, avec cette fois 0,4g de particules de  $Fe_3O_4$  et 9,2 $\mu$ L de GDA.

Tubes avec un gradient en concentration de  $Fe_3O_4$  :

- [ $Fe_3O_4$ ] faible : Le protocole précédent est utilisé, avec cette fois 0,2g de particules de  $Fe_3O_4$  et 6,2 $\mu$ L de GDA.
- [ $Fe_3O_4$ ] moyenne : Le protocole précédent est utilisé, avec cette fois 0,4g de particules de  $Fe_3O_4$  et 6,2 $\mu$ L de GDA.
- [ $Fe_3O_4$ ] élevée : Le protocole précédent est utilisé, avec cette fois 0,6g de particules de  $Fe_3O_4$  et 6,2 $\mu$ L de GDA.

- **Mesures physiques**

Le montage ci-dessous est réalisé pour caractériser physiquement la déformation de nos tubes d'hydrogel magnétique.

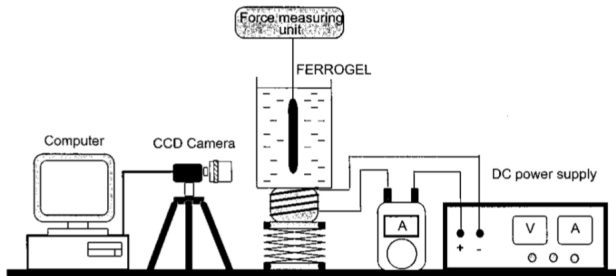


FIGURE 1 – Schéma du montage



FIGURE 2 – Photographie du montage

Chaque tube d'hydrogel est fixé par deux pinces à une potence au-dessus d'un électro-aimant. Les déformations du tube en fonction de la tension appliquée aux bornes de l'alimentation sont ensuite enregistrées avec une caméra LCD, puis analysés sur ordinateur. Le Champ magnétique aux alentours de l'électro-aimant est mesuré via un teslamètre.