

Elaboration de matériaux poreux à partir d'émulsions concentrées

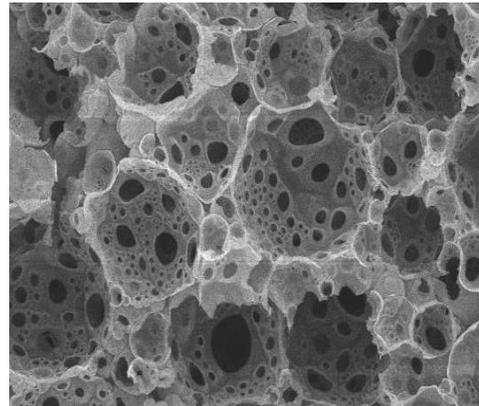
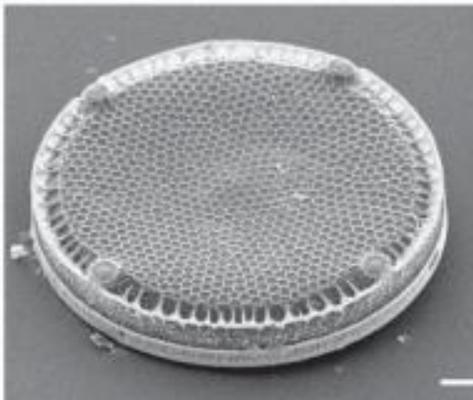
Encadrants: Armand Roucher
Véronique Schmitt

Ludivine Puyrenier
L3 Chimie

Stage du 09/04/2018 au 08/06/2018

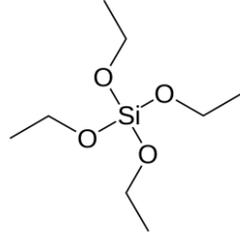
Introduction

- ▶ Matériaux poreux : biphasiques (phase continue solide et phase dispersée gazeuse)
- ▶ Exemple dans la nature : les diatomées
- ▶ Trois échelles de porosité :
 - microporosité 1 à 20Å
 - mésoporosité 2 à 50nm
 - macroporosité >50nm

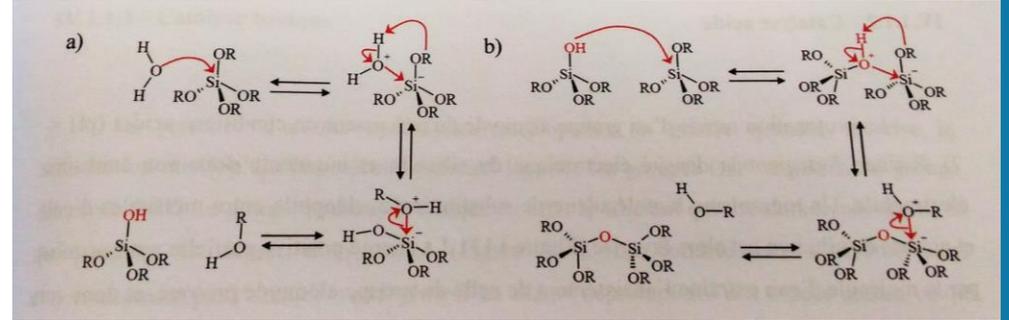


Voies de synthèse

- ▶ Procédé sol-gel : Structuration à l'échelle microscopique



TEOS (Orthosilicate de tétraéthyle)



a) Hydrolyse d'un alcoxyde de silicium

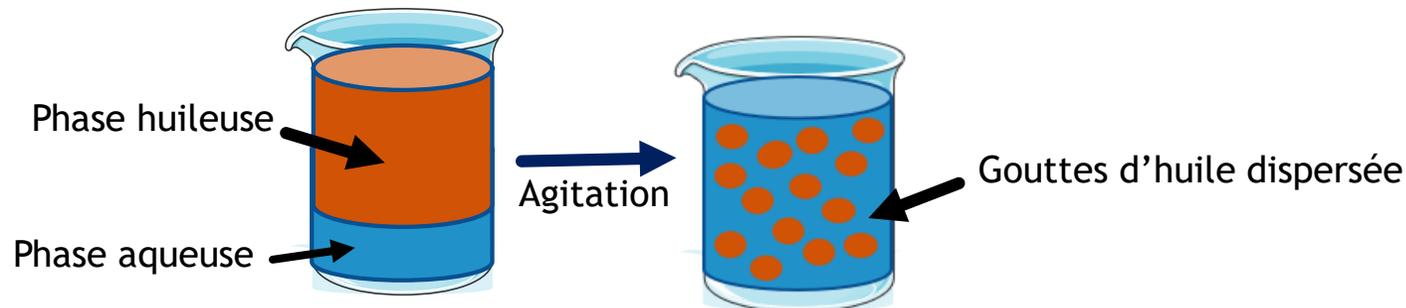
b) Condensation entre un alcoxyde partiellement hydrolysé et un alcoxyde non hydrolysé

- ▶ Mésophases lyotropes : structuration à l'échelle mésoscopique

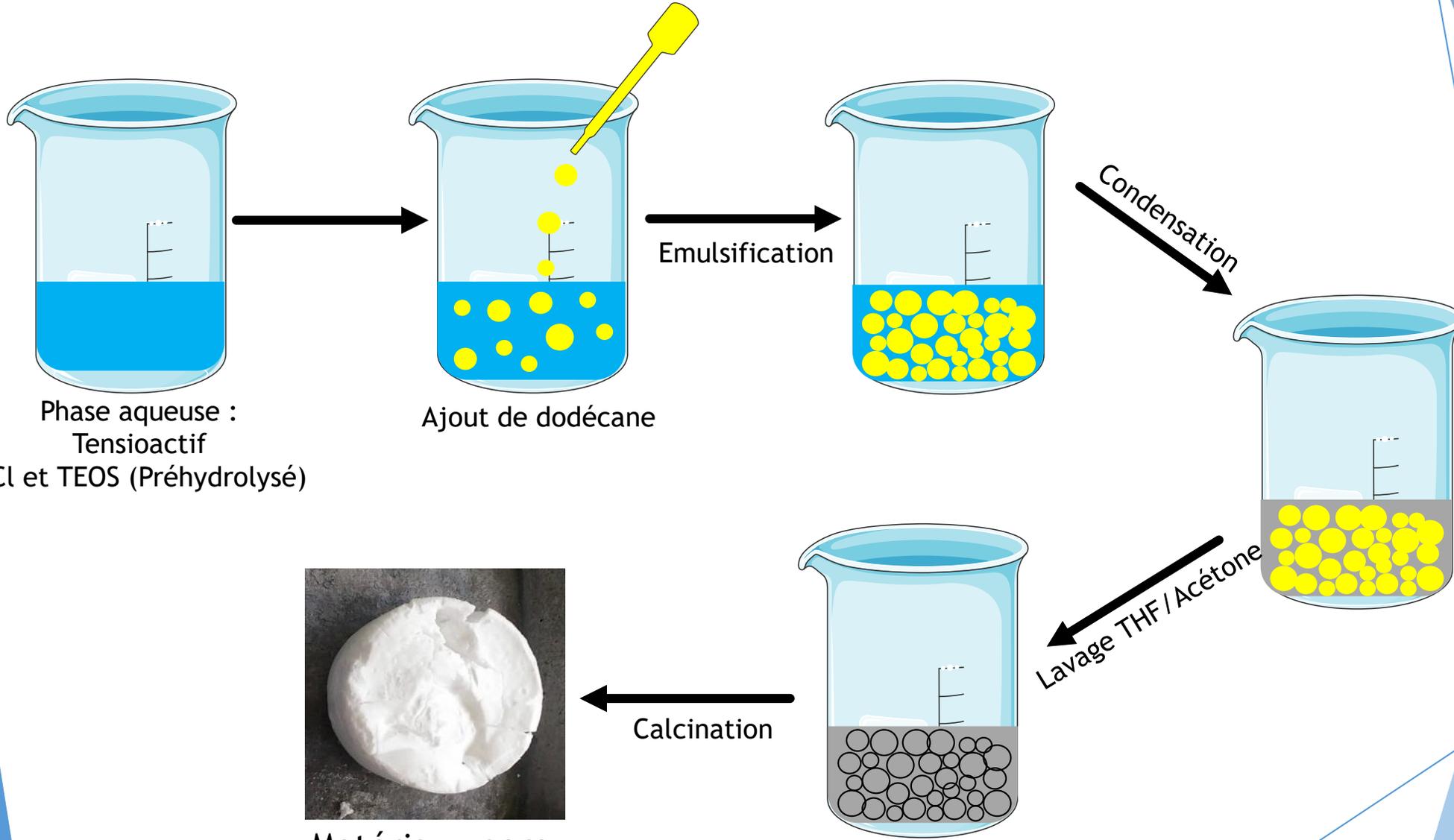
Assemblage de tensioactifs : micelles



- ▶ Emulsions : structuration à l'échelle macroscopique



Protocole

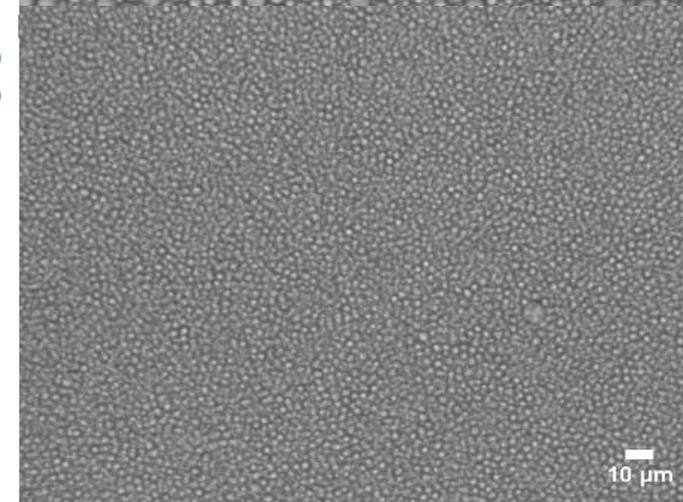
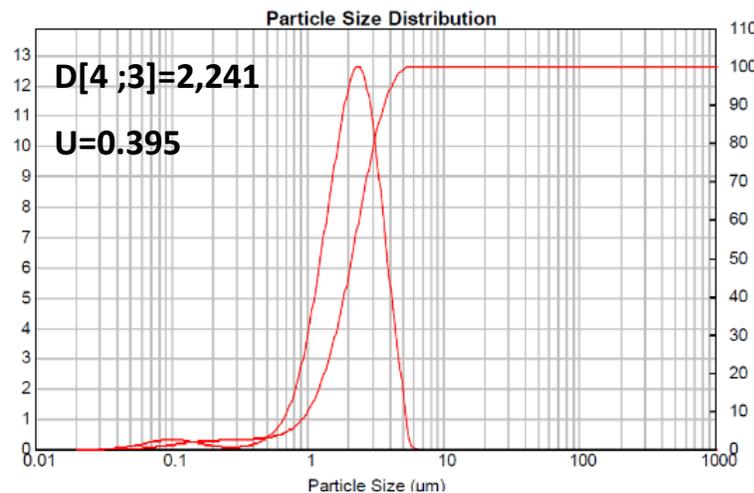
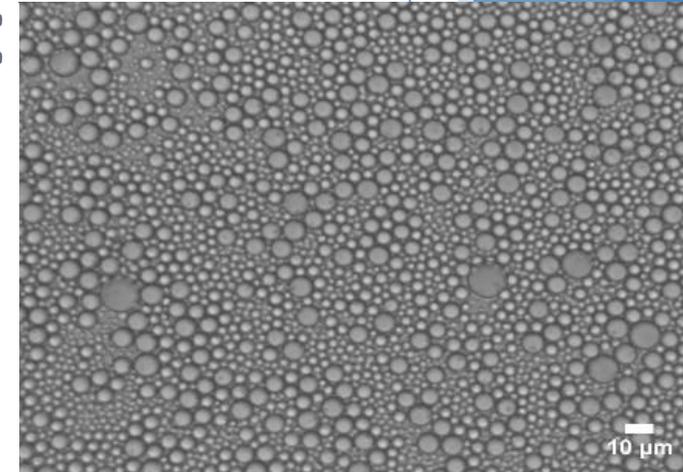
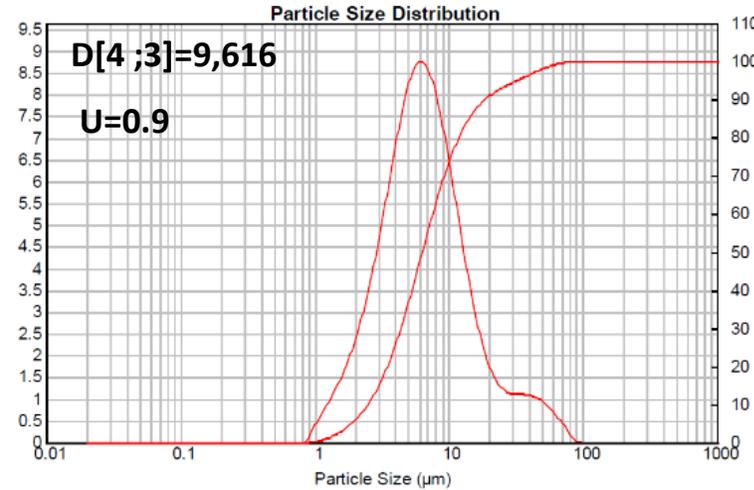
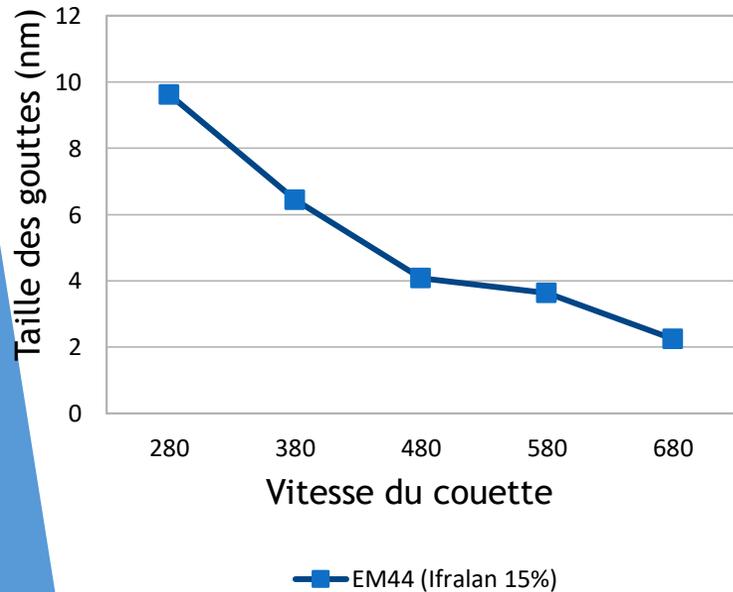


Matériaux poreux

Résultats

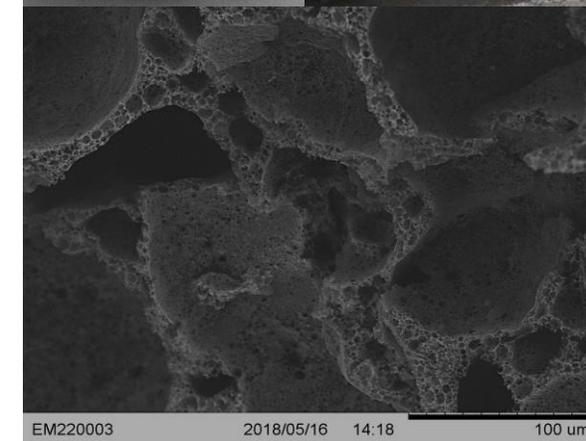
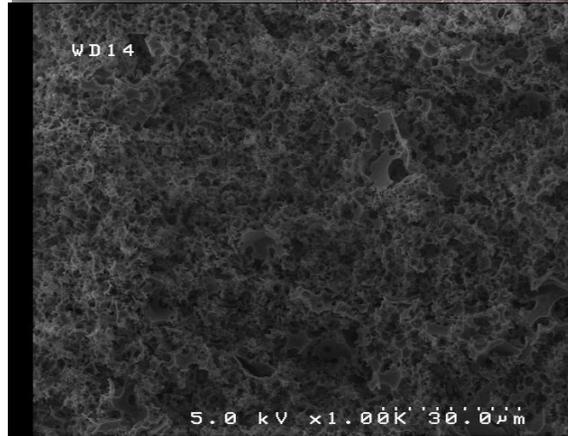
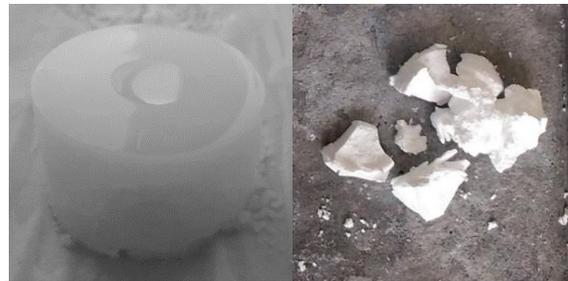
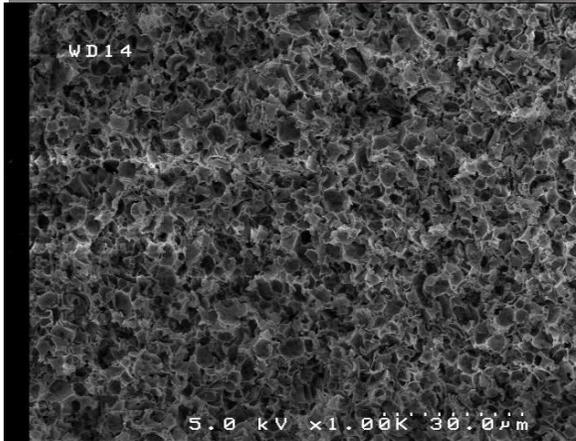
❖ Etude du passage au couette sur la taille des gouttes

- Emulsion initiale à 90% d'huile : 10g d'Ifralan 15% et 90g de dodécane
- Passage au couette à 5 vitesses 280, 380, 480, 580, 680



❖ Etude de l'effet du tensioactif

- Emulsion directe initiale à 80%, avec un ratio molaire $R_{\text{acide/TEOS}} = 0,17$ et un pH de 0,55
- Trois tensioactifs ont été testés :
 - P123
 - TTAB
 - Ifralan



Le TTAB possède une plus petite taille de goutte que les autres matériaux.
L'Ifralan produit un matériaux très hétérogène.

❖ Etude de l'effet du sel $((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)$

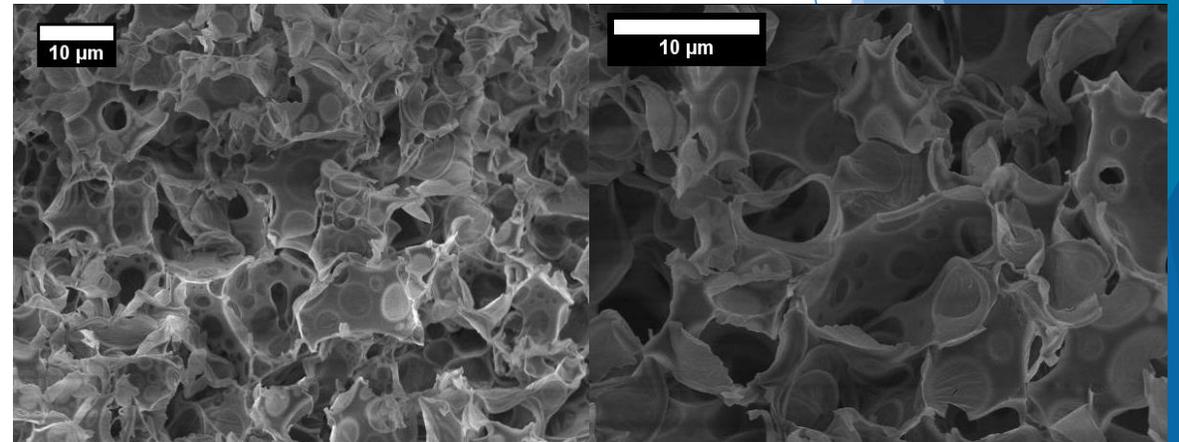
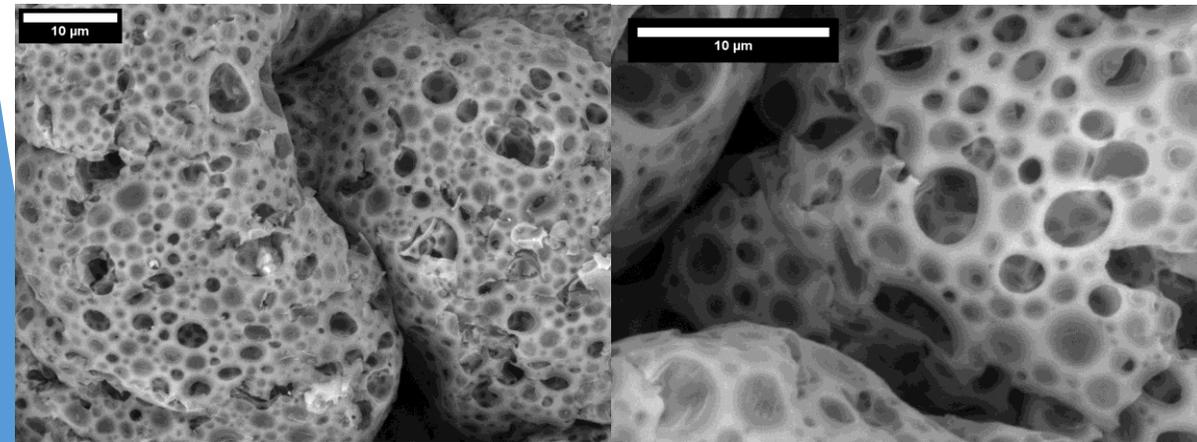
- Emulsions directe à 80% d'huile à un pH de 0,6 : 2,5g de TEOS 2g HCl à 1M 2,5g de P123 et 30g de dodécane
- Une de ces deux émulsion possède du sel à 0,1M soit 0,13g



Avec sel

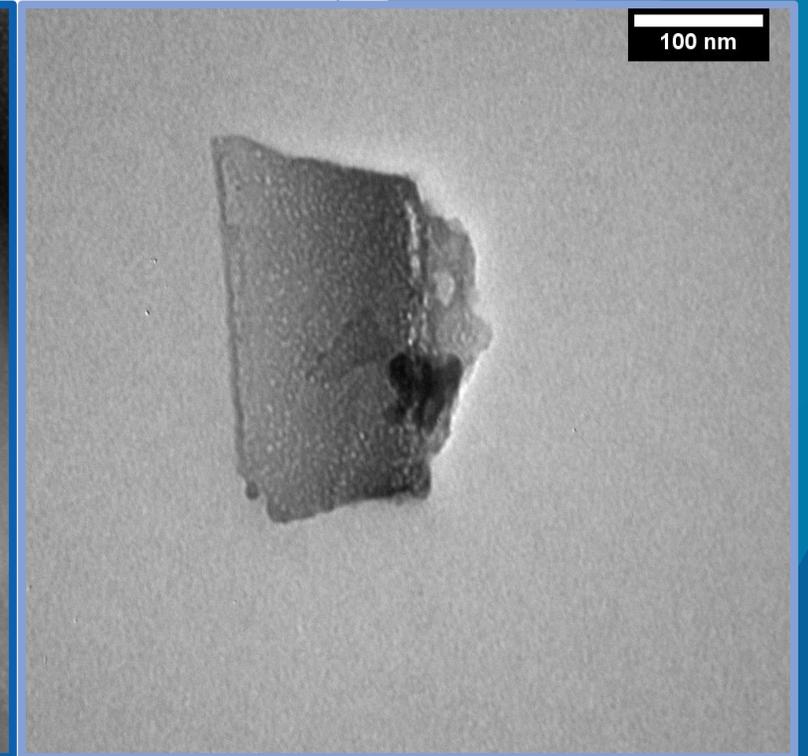
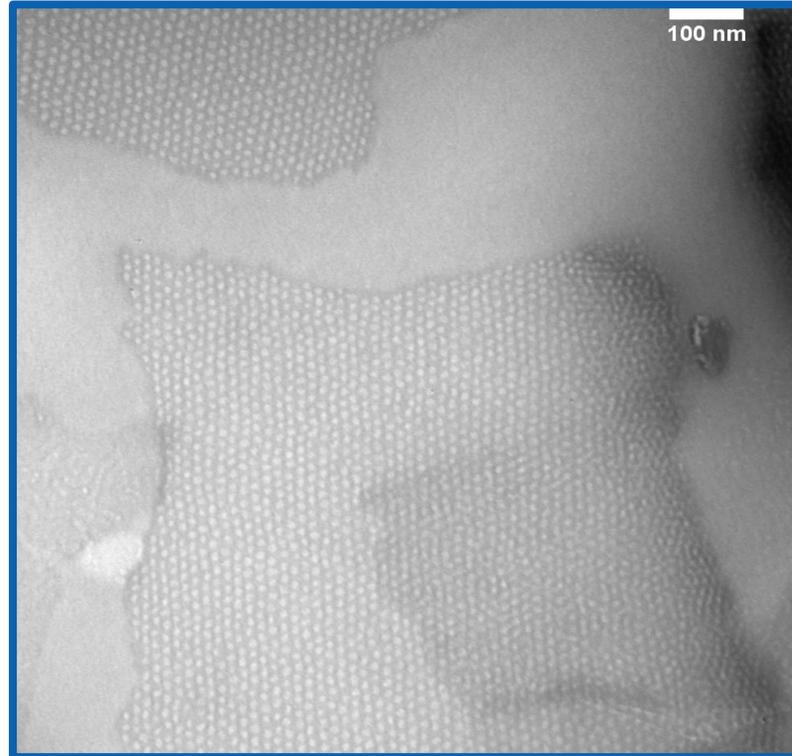
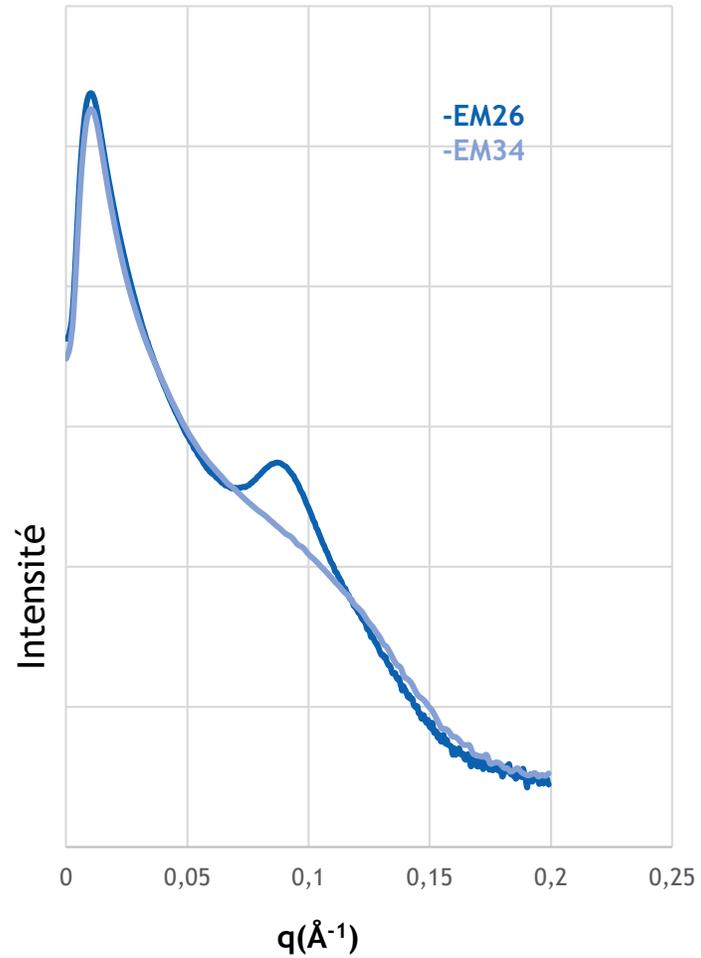


Sans sel



Le matériau sans sel est plus homogène.

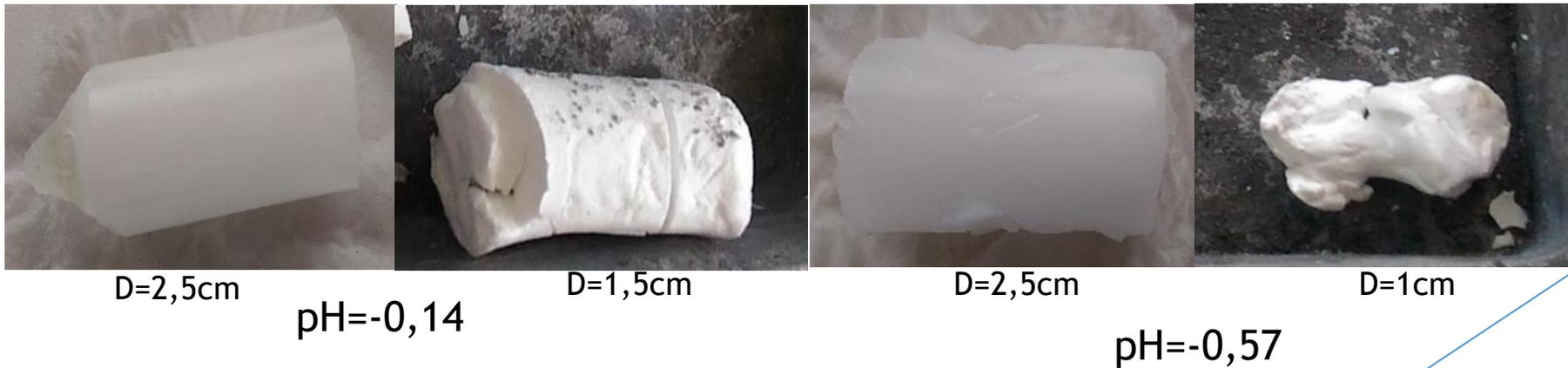
❖ Etude de l'effet du sel sur la mésostructure



Le sel apporte la mésoporosité organisée au sein du matériau.

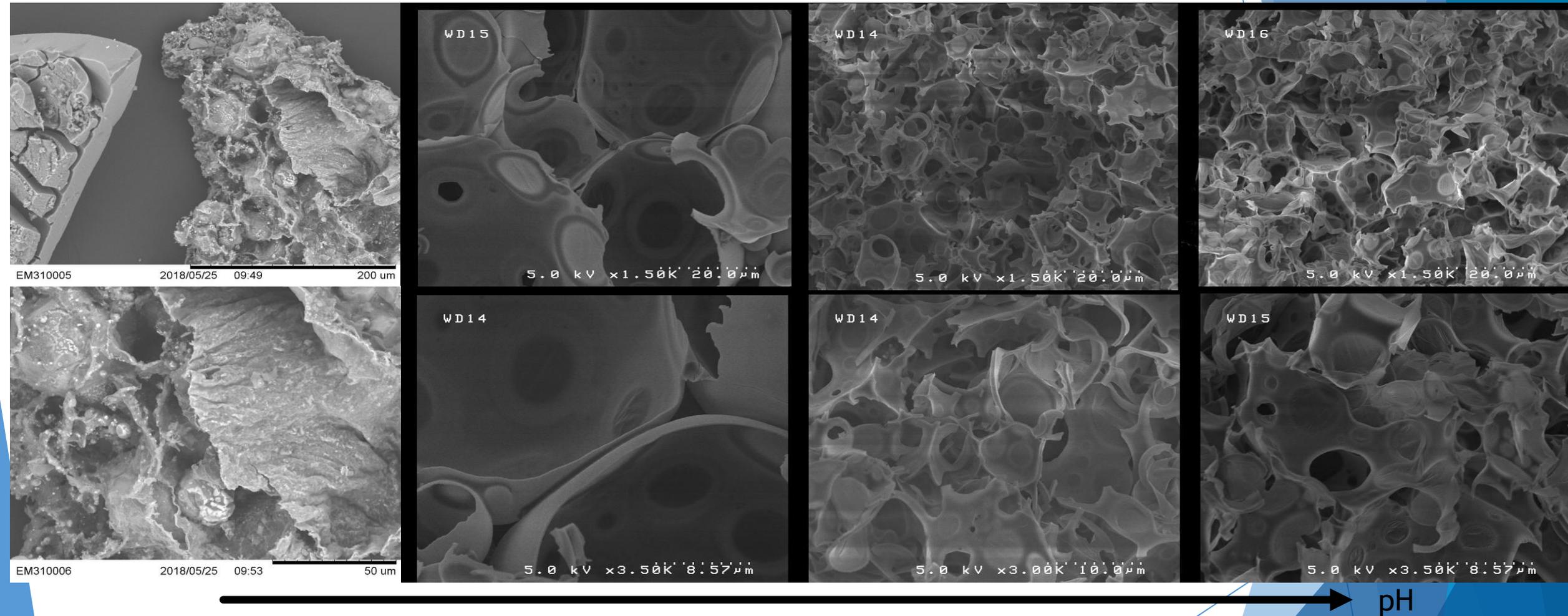
❖ Effet de la concentration en acide

Quatre émulsions à 80% ont été préparées en utilisant 2,5g de TEOS 2,5g de P123 20%, 30g de dodécane et 2,5g d'acide à différentes concentrations.



L'acide permet de diminuer la contraction du matériau mais trop d'acide peu déstabiliser l'émulsion.

❖ Effet de la concentration en acide



Le premier matériau ne contient que de la silice. L'acide va augmenter la taille des gouttes et diminuer les interconnexions au sein du matériau.

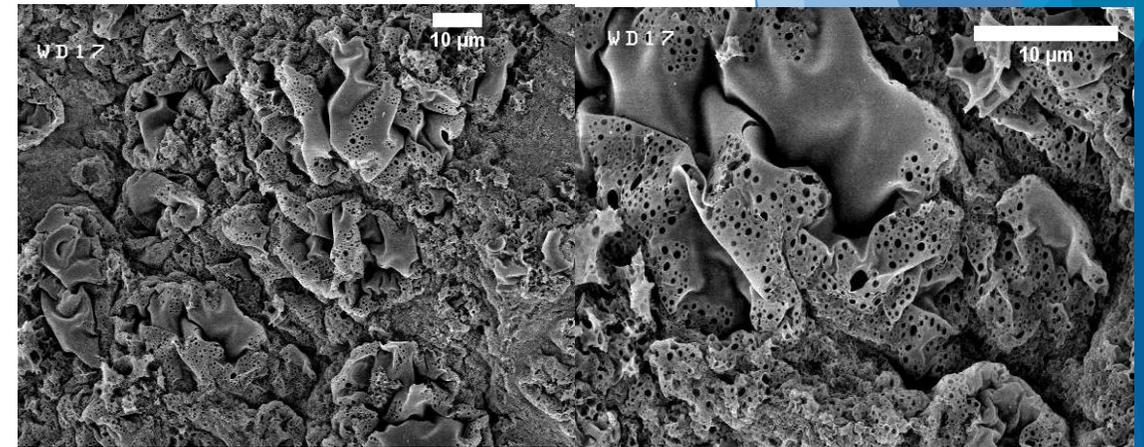
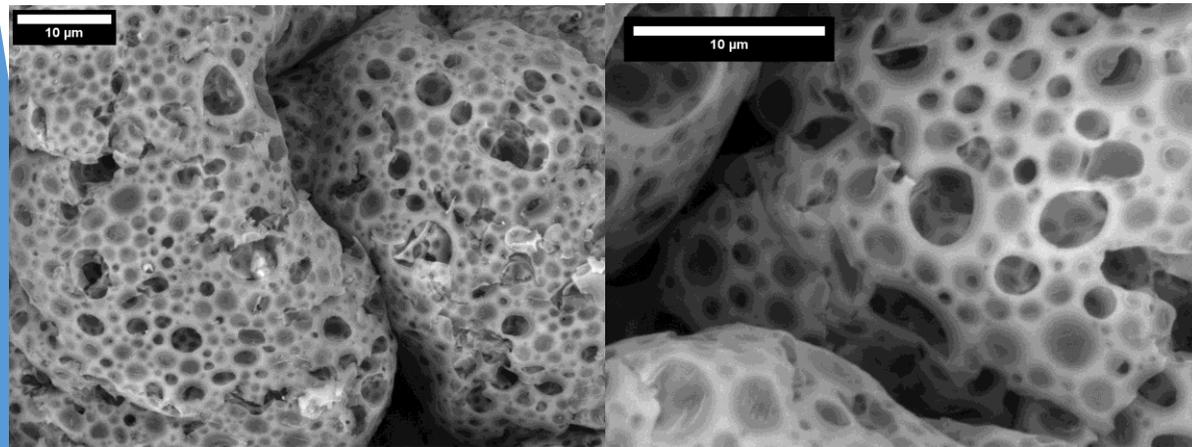
❖ Mélange d'émulsions

Une émulsion à 90% contenant 10g de TTAB et 90g de dodécane a été mélangée à une émulsion à 80% contenant 2,5g TEOS, 2g de HCl à 1M, 0,13g de sel 2,5g de P123 20% et 30g de dodécane. Ce mélange a été passé à la centrifugeuse avant l'ajout de 0,1g d'acide. Il a été repassé à la centrifugeuse après cet ajout.

pH=0,63

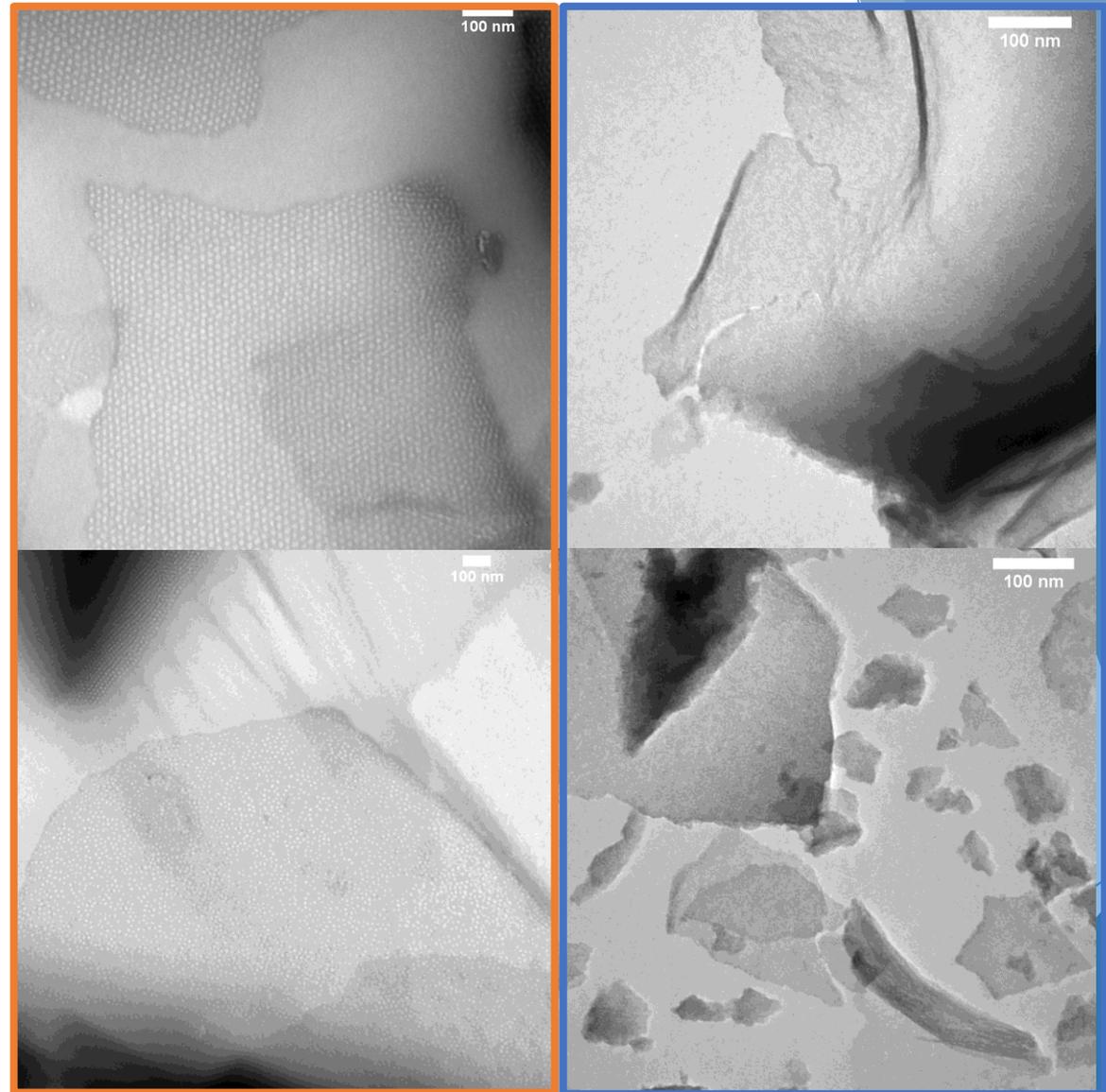
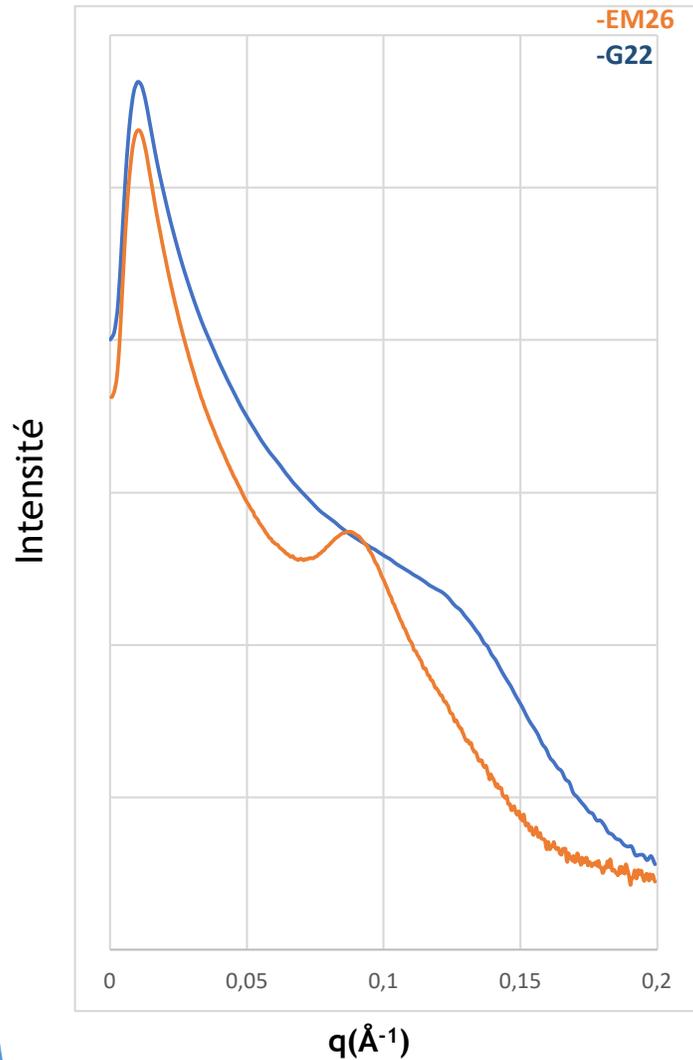


pH=0,3165



Structure différente entre les deux matériaux. Le matériau fait à base d'un mélange d'émulsions est très dur et compact.

❖ Mélange d'émulsions



Le mélange de deux émulsions diminue la mésoporosité et l'organisation au sein du matériau.

Conclusion

- ▶ Différentes tailles de gouttes peuvent être obtenues.
- ▶ Changer la nature du tensioactif permet de jouer sur la mésoporosité et sur la taille de gouttes du matériau.
- ▶ Le sel apporte la mésoporosité au sein du matériau.
- ▶ L'acide diminue la contraction du matériau mais augmente la taille des gouttes et diminue les interconnexions.
- ▶ Le mélange d'émulsions peut diminuer la mésoporosité au sein du matériau.

Merci de votre attention