

TP 1 : Elaboration d'un oxyde mixte de type spinelle par la méthode solide

Dans ce TP, on se propose à élaborer un spinelle parent **ZnFe₂O₄** de formule générale **AB₂O₄**, en générale A et B se trouvent sous l'état d'oxydation A²⁺ et B³⁺ pour avoir la neutralité du composé. Les spinelles se caractérisent par un arrangement cubique d'ions d'oxyde, les cations métalliques A et B occupant, respectivement, des sites tétraédriques et octaédriques spécifiques au sein de la structure.

L'objectif de ce TP est la préparation et substitution partielle du zinc par d'autres cations comme par exemple le cation le cuivre (Cu²⁺) pour avoir le formule générale **Zn_{1-x}Cu_xFe₂O₄**. Notons que la substitution peut se faire aussi à la place de Fe ou à la place des deux cations **Zn** et **Fe** en même temps. La quantité du Cu²⁺ varie entre 0 et 1 (x = 0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1). Pour cela, nous voulons utiliser la méthode solide pour cette manipulation.

En premier lieu, nous nous sommes intéressés surtout par le calcul des quantités des réactifs à mettre en solution pour avoir le matériau final. Les réactifs utilisés sont tous des oxydes, c'est-à-dire ; **ZnO, CuO et Fe₂O₃**.

Les masses molaires des réactifs sont les suivantes :

Réactif	ZnO	CuO	Fe ₂ O ₃
Masse molaire (g/mol)	81,41	79,545	159,69

Avec aussi :

Zn = 65,38, **Cu** = 63,546, **Fe** = 55,845 g/mol.

Procédure

Pour chaque composition, la quantité du spinelle désirée est **3g**. Dans un mortier en porcelaine, on mélange les quantités pesées avec précision et le mélange doit, par la suite, broyer avec un pilon en porcelaine jusqu'à l'obtention d'un mélange poudreux très fin. Ensuite, le mélange se placé dans un creuset en porcelaine (ou de préférence, en alumine) et recuit dans un four à une température de 800 °C pendant 2 heures. Cette dernière étape doit être répétée jusqu'à l'obtention du matériau pur et pour s'assurer de formation du matériau, la dernière étape peut être suivit par une méthode d'analyse appropriée comme le DRX par exemple.

Questions

- 1- La méthode solide prend d'autres noms, les quels?
- 2- Faire les calculs nécessaires pour exécuter la manipulation.
- 3- Quel est le rôle du broyage ?
- 4- Etablir un simple organigramme qui résume les étapes d'élaboration.
- 5- Citez deux avantages et deux inconvénients de cette méthode.
- 6- D'après la littérature à environ quelle température se forme ce matériau ?
- 7- Existe-t-il une autre technique qui permet de connaître la température de formation de ce composé?
- 8- Pour la composition x = 0.2, on veut utiliser le cuivre +1 sous forme de Cu₂O ;
 - Ecrire l'équation de la réaction
 - Donner la composition stœchiométrique exacte du spinelle résultant.
- 9- Une méthode d'analyse a montré que le fer dans le matériau ZnFe₂O₄ existe sous forme Fe²⁺ (20 %) et Fe³⁺, quelle est la formule stœchiométrique exacte du spinelle.