

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique  
Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -  
Institut de Technologie



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة أكلي محمد أولحاج  
- البويرة -  
معهد التكنولوجيا

## Département de Technologie chimique industrielle

### Mémoire fin d'étude

En vue de l'obtention du diplôme

de Master professionnelle en :

### Génie formulation

### Thème :

**Contrôle de qualité des produits de l'entreprise ADWAN  
CHEMICALS et optimisation des paramètres de préparation de gel de  
silice en destiné pour séparation chromatographie sur colonne**

#### Réalisé par :

M<sup>elle</sup> DAHA Hanane

M<sup>elle</sup> LIMAM Fatima Zohra

#### Encadré par :

- M<sup>me</sup> IGGUI Kahina

MCA / Institut de technologie

- M<sup>r</sup>. OUSSAR Faycel (Tuteur)

Chef de laboratoire /ADWAN CHEMICALS

#### Soutenu devant le jury :

- Examineur : M<sup>me</sup> BELLACHE Dihia

MCB / Institut de technologie

- Président de jury : M<sup>me</sup> DAIRI Nassima

MAA / Institut de technologie

*Année Universitaire : 2023/2024*

## **Remerciements**

*Tout d'abord, nous remercions le BON DIEU le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail.*

*Nous tenons à remercier vivement mon encadreur, M<sup>me</sup> **IGGUI Kahina** pour son acceptation de nos guider dans ce travail avec ses conseils, son efficacité et sa gentillesse. Nous remercions le membre de jury d'avoir examiner notre travail.*

*Nos remerciements vont particulièrement à **Mr OUSSAR Faycel, Mr Maamar** et **Mr Touati** qui nos ont facilité le bon déroulement de notre stage de fin d'étude.*

*Nous adresse aussi nos remerciements les plus sincères à tous les membres du laboratoire de contrôle qualité et tout le personnel de*

**ADWAN CHEMICAL**

*Enfin, nos vifs remerciements s'adressent à tous nos amis et nos collègues et les membres de notre très chère famille, pour leur encouragement, leur amour, leur sacrifice..... .Merci pour tout.*

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Ma très chère mère « HBIBA » pour son sacrifice, son aide, ses conseils et sa patience.*

*Mes très chers parents pour tous ce qu'ils ont faits pour moi durant toutes mes années d'études, pour ses encouragements et ses orientations.*

*Ma grand- mère « que Dieu la garde ».*

*Ma tante et mère « Aicha » que Dieu ait pitié d'elle, et qu'il l'accepte dans son vaste paradis*

*Mes très chers frères et sœurs qui je leurs souhaite la réussite*

*Mes Amis(es) : Ouidjedene, Bouchra, Fatma, Somaia , et surtout ma chère amie Fatima pour son aide.*

*A toute mes collègues que j'ai rencontrés pendant ces années.*

*A tous les enseignants et travailleurs de l'Institut de Technologie.*

*Enfin, je dédie ardemment tous ce qui a contribué de prêt ou de loin directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.*

## ***Dédicaces***

***A ma très chère mère***

*Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

***A mon très cher père***

*Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager. Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.*

***A mes très chers frères, Oussama et Mohamed Amine et sa femme Amina, et ma sœur Sara,***

***A ma chère sœur Nadia et son mari MOUSTFAOUI Abdallah,***  
*Pour leur soutien moral et leur précieux conseil tout au long de mes études.*

***A mon cher grand-père ;***

*Paternel puisse Dieu vous avoir en sainte miséricorde et que ce travail soit une prière pour votre âme.*

***A mes chères amies, DAHA Hanane, MAMMERI Ouejddene, LATLI Bouchra, ABOUZOU Fatma, DENDANI Somia,***  
*Pour leurs aides et supports dans les moments difficiles.*

***A toute ma famille,***

***A tous mes autres ami(e)s,***

***A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.***

## *Résumé*

Notre travail consacré à contrôle de qualité de l'hypochlorite de sodium fabriqué par l'entreprise ADWAN CHEMICAL d'une part, et l'autre c'est la synthèse de gel de silice à partir de neutralisation de silicate de sodium par l'acide chlorhydrique et étudié l'influence de certains paramètres (température, concentration de silicate de sodium et le temps d'agitation) sur le rendement de formation de gel silice. Nous avons également procédé à une analyse infrarouge pour identifier les compositions de gel, comme nous avons fait une application de chromatographie sur colonne pour avoir la propriété d'adsorption de notre gel, d'après notre étude notre gel c'est un gel de silice pur et un bon adsorbant.

**Mot clés :** Hypochlorite de sodium, Chlore, La soude, Silice, Silicate de sodium, Gel de silice

## *Abstract*

Our work focused on the quality control of sodium hypochlorite manufactured by ADWAN CHEMICAL on the one hand, and on the synthesis of silica gel from the neutralization of sodium silicate by hydrochloric acid on the other. We studied the influence of certain parameters (temperature, sodium silicate concentration and stirring time) on the yield of silica gel formation. We also carried out infrared analysis to identify gel compositions, as well as an application of column chromatography to determine the adsorption properties of our gel. According to our study, our gel is a pure silica gel and a good adsorbent.

**Key words:** Sodium hypochlorite, Chlorine, Soda ash, Silica, Sodium silicate, Silica gel

## *ملخص*

ركزنا في عملنا على مراقبة جودة هيبوكلوريت الصوديوم المصنعة من قبل شركة أدوان للكيمياويات من ناحية، وتخليق هلام السيليكا من معادلة سيليكات الصوديوم بواسطة حمض الهيدروكلوريك من ناحية أخرى. درسنا تأثير بعض المعلمات (درجة الحرارة، وتركيز سيليكات الصوديوم ووقت التقليل) على إنتاجية تكوين هلام السيليكا. كما أجرينا أيضاً تحليلاً بالأشعة تحت الحمراء لتحديد تركيبات الهلام، بالإضافة إلى تطبيق الكروماتوغرافيا العمودية وفقاً لدراستنا، فإن هلامنا عبارة عن هلام السيليكا النقي ومادة ماصة جيدة.

**الكلمات الدالة:** هيبوكلوريت الصوديوم، الكلور، رماد الصودا، السيليكا، سيليكات الصوديوم، هلام السيليكا

## *Liste des tableaux*

### **Chapitre II : Généralités sur les produits fabriqués par l'entreprise ADWAN CHEMICALS Algérie**

Tableau. II. 1: Propriétés de l'hypochlorite de sodum..... 9

### **Chapitre III : Matériels et méthodes**

Tableau. III. 1: Caractéristique de HCl..... 28

Tableau. III. 2: Caractéristique de silicate sodium..... 29

### **Chapitre IV : Résultats et discussion.**

Tableau. IV. 1: Résultats de chlore actif ..... 41

Tableau. IV. 2: Résultats de pourcentage de NaOH dans NaOCl ..... 42

Tableau. IV. 3: Valeurs de pourcentage de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ..... 43

Tableau. IV. 4: Les valeurs de densité de l'hypochlorite ..... 43

Tableau. IV. 5: Résultats d'analyses de silicate sodium ..... 45

Tableau. IV. 6 : Résultats de variation de concentration ..... 45

Tableau. IV. 7: Résultats de variation de la température ..... 46

Tableau. IV. 8: Résultats de variation de temps d'agitation ..... 47

## *Liste des figures*

### **Chapitre I : Présentation de l'entreprise**

<b>Figure I 1:</b> Situation géographique.....	2
<b>Figure I.2 :</b> Séchage de sable.....	4
<b>Figure I.3 :</b> séchage de sable .....	4
<b>Figure .I.4:</b> Farine de silice.....	4
<b>Figure .I. 5 :</b> Unité de silicate de sodium.....	4

### **Chapitre II : Généralités sur les produits fabriqués par l'entreprise ADWAN**

#### **CHEMICALS Algerie**

<b>Figure. II. 1:</b> physiologie de l'hypochlorite.....	7
<b>Figure. II. 2:</b> L'électrolyse de saumure .....	8
<b>Figure. II. 3 :</b> Quartz .....	11
<b>Figure. II. 4:</b> les différentes formes de silice .....	12
<b>Figure. II. 5:</b> Structure de silice .....	12
<b>Figure. II. 6 :</b> Silicate de sodium.....	14
<b>Figure. II. 7 :</b> Structure de silicate sodium .....	14
<b>Figure. II.10 :</b> Gel de silice.....	15
<b>Figure. II. 11:</b> Structure du gel silice .....	16
<b>Figure.II.12 :</b> Production de fabrication de gel .....	17

#### **Chapitre III : Matériels et méthodes**

Figure .III. 1:Test titrimétrique du chlore active dans l'hypochlorite .....	24
Figure .III. 2: Test de concentration de chlorure totale.....	25
Figure .III. 3:Test de concentration de NaOH dans l'hypochlorite .....	26
Figure .III. 4:Test de concentration de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ dans l'hypochlorite.....	26
Figure .III. 5 : Appareillage d' ICP.....	28
Figure .III. 6: Acide chlorhydrique dilué.....	29
Figure .III. 7: Silicate de sodium.....	30
Figure .III. 8: Neutralisation de silicate sodium par HCl.....	31
Figure .III. 9: Formation de gel .....	32
Figure. III.10: Filtration sous vide .....	33
Figure .III. 11: Gel silice hydraté .....	33
Figure .III. 12: Gel silice déshydraté.....	34
Figure .III. 13: Gel silice de 40min .....	35
Figure .III. 14: Test de reste en soude.....	36

Figure .III. 15: Spectre IR.....	38
<b>Figure .III. 16:</b> les feuilles coupées .....	39
Figure .III. 17: feuilles écrasé.....	39
Figure .III. 18: Filtration d'extrait .....	40

#### **Chapitre IV : Résultats et discussion.**

<b>Figure. IV. 1 :</b> Pourcentage de $\text{ClO}^-$ .....	41
<b>Figure. IV. 2:</b> Evolution du pourcentage de NaOH .....	42
<b>Figure. IV. 3:</b> Pourcentage de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ dans NaOCl.....	43
<b>Figure. IV. 4:</b> Valeurs de densité de l'hypochlorite.....	44
<b>Figure. IV. 5:</b> Taux de fer dans l'hypochlorite de sodium .....	44
<b>Figure. IV. 6:</b> Courbe présente $R=F(C)$ .....	46
<b>Figure. IV. 7:</b> Courbe présente $R=F(T)$ .....	47
<b>Figure. IV. 8:</b> Courbe présente $R=F(t)$ .....	48
<b>Figure. IV. 9:</b> Spectres IR de gel silice à $50^\circ\text{C}$ .....	49
<b>Figure. IV. 10:</b> Spectres IR de gel silice (changement de concentration) .....	49
<b>Figure. IV. 11:</b> Début de séparation.....	50
<b>Figure. IV. 12:</b> les solutions colorées obtenus .....	51



## *Liste des abréviations*

ADE: Algérienne Des Eaux ;

BJSP: Société Algérienne de Stimulation de Puits produits d'hydrocarbure ;

CCM : Chromatographie sur Couche Mince

DRX: Diffraction par Rayon X ;

IR: Infra Rouge;

ICP :Inductively Coupled Plasma

Ppm: Partie par million ;

SDP: Screening and Drying for Plant ;

Seal: Société des eaux et de assainissement;

Sear: société de l'eau et assainissement d'oran;

SFP: Sand Flower Plant ;

SPA: Société Par Action;

SWP : Sand Washing Plant ;

# *Sommaire*

## **Résumé**

## **Liste des tableaux**

## **Liste des figures**

## **Liste des abréviations**

Introduction .....	1
Chapitre I : Présentation de l'entreprise .....	2
I .1.Historique.....	2
I .2. Situation géographique.....	2
I .3. Les activités de l'entreprise .....	2
I .4. Présentation des installations de production .....	3
I .4. 1. Unité de sable et ses dérivées .....	4
I .4. 2. Unité de chlore et leurs dérivées .....	5
I .4. 3. Laboratoire de contrôle qualité .....	5
Chapitre II : Généralité sur les produits fabriqués par l'entreprise .....	7
II.1.Hypochlorite de sodium.....	7
II.1.1. Définition.....	7
II.1.2.Fabrication de l'hypochlorite de sodium .....	7
II.1.3.Procédé de fabrication .....	8
II.1.4.Propriétés de l'eau de javel.....	8
II.1.4.1.propriétés physico-chimique de l'eau de javel .....	8
II.1.4.2. Propriétés oxydantes de l'eau de javel .....	9
II.1.4.3. Propriétés désinfectantes de l'eau de javel .....	9
II.1.5.Utilisation de l'eau javel.....	9
II.2. Généralité sur la silice.....	10
II.2.1. Définition de la silice.....	10
II.2.2. Historique de la silice .....	11
II.2.3. Composition de la silice .....	11
II.2.4. Dérivés de la silice .....	12

II.2.4.1. Silices précipitées .....	12
II.2.4.2. Gel silice : .....	13
II.2.4.3. La silice colloïdales .....	13
II.2.4.4. Silicate de sodium : .....	13
II.2.4.5. Silicones, ou polyorganosilanes, .....	13
II.3. Généralité sur silicate de sodium .....	13
II.3.1. Définition .....	13
II.3.2. Domaine d'utilisation .....	14
II.4. Généralité sur le gel de silice .....	15
II.4.1. Définition .....	15
II.4.2. Composition du gel silice .....	15
II.4.3. Fabrication du gel de silice .....	16
II.4.3.1. Obtention de sol : .....	17
II.4.3.2. Transition sol-gel : .....	17
II.4.3.3. Vieillessement .....	17
II.4.4. Propriétés du gel silice .....	17
II.4.4.1. Surface spécifique .....	17
II.4.4.2. Porosité .....	17
II.4.5. Utilisation de gel silice .....	18
Chapitre III : Matériels et méthodes .....	23
III.1. Contrôle physico-chimique de l'hypochlorite de sodium .....	23
III.1. 1. Détermination d'hypochlorite de sodium (NaClO) et de chlore actif contenu dans le produit hypochlorite de sodium .....	23
III.1. 2. Détermination du chlorure total dans l'hypochlorite de sodium .....	24
III.1. 3. Détermination d'hydroxyde de sodium et carbonate de sodium dans le produit l'hypochlorite de sodium (NaClO) .....	25
III.1.4. Détermination de taux de fer dans l'hypochlorite de sodium .....	27
III.2. Synthèse de gel de silice .....	28
III.2.1. Préparation d'acide chlorhydrique .....	28

III.2.2. Préparation de silicate sodium .....	29
III.2.3. Formation de gel de silice .....	31
III.2.3.1. Variation de la concentration du silicate de sodium .....	31
III.2.3.2. Variation de la température .....	33
III.2.3.3. Variation de temps d'agitation .....	34
III.3. Contrôle physico-chimique de silicate de sodium .....	35
III.3.1. Densité.....	35
III.3.2. Concentration de silicate sodium.....	35
III.3.3. Reste en soude .....	36
III.4. Analyses de gel silice .....	37
III.4.1. Analyse par spectrophotometrique infrarouge.....	37
III.5. Chromatographie sur colonne .....	38
III.5.1.Extraction de pigment .....	38
III.5.2. Préparation de colonne.....	40
Chapitre IV. Résultats et discussion .....	41
IV.1. Analyses de l'hypochlorite de sodium .....	41
IV.1.1. Pourcentage de Chlore actif $\text{ClO}^-$ dans l'Hypochlorite.....	41
IV.1.2.Pourcentage d'Hydroxyde de sodium $\text{NaOH}$ dans l'Hypochlorite .....	42
IV.1.3. Pourcentage carbonate de sodium $\text{Na}_2\text{CO}_3$ dans l'hypochlorite .....	42
IV.1.4. Densité de l'hypochlorite.....	43
IV.1.5.Détermination de taux de fer dans l'hypochlorite de sodium.....	44
IV.2. Effet des conditions opératoires sur le rendement de formation de gel de silice .....	45
IV.2.1. Effet de la concentration de silicate de sodium .....	45
IV.2.2. Effet de la température .....	46
IV.2.3. Effet de temps d'agitation.....	47
IV.3. Analyses de gel de silice .....	48
IV.3.1. Analyse par spectrophotometrique infrarouge .....	48
IV.5. Chromatographie sur colonne.....	50

Conclusion .....	52
Références.....	53

### Introduction

L'industrie du chlore et celle du sable jouent des rôles cruciaux dans des domaines variés de l'économie mondiale. L'industrie du chlore, en tant que pilier majeur de la production chimique mondiale, est au cœur de nombreuses applications industrielles et commerciales. Le chlore est un élément important dans la production de produits chimique de base. En outre, le chlore est largement utilisé dans le traitement de l'eau, dans l'industrie pharmaceutique, alimentaire et dans d'autre domaine.

D'autre part, l'industrie du sable, bien qu'elle puisse sembler moins technologique, est tout aussi indispensable. Le sable siliceux est la la matière première pour la fabrication du verre, du béton, des produits électroniques et bien plus encore. Sa disponibilité et sa qualité influent sur de nombreux secteurs, de la construction à la technologie en passant par l'automobile [1].

L'entreprise ADWAN CHEMICALS Algérie se spécialise dans la production de produits chimiques, notamment le chlore et ses dérivés, ainsi que le sable et ses dérivés.

Dans notre projet, nous sommes travaillées sur deux parties : la première partie, le suivi de la production et du contrôle qualité de l'hypochlorite de sodium, et la deuxième partie, la préparation du gel de silice et son application en chromatographie sur colonne.

Il comprend quatre chapitres :

Chapitre I : Présentation de l'entreprise ;

Chapitre II : Généralités sur les produits fabriqués par l'entreprise ADWAN CHEMICALS Algérie ;

Chapitre III : Matériels et méthodes

Chapitre IV : Résultats et discussion.

Et une conclusion

## Chapitre I : Présentation de l'entreprise

### *1.1. Historique*

Adwan Chemical Algérie a été fondée le 19 mai 2004 dans le cadre d'un développement régional et national, remplaçant l'entreprise dissoute Soda Chlore, filiale du groupe SONIC. Adwan Chemical Cie SPA est une société étrangère de droit algérien avec un capital 100% saoudien.

### *1.2. Situation géographique*

ADWAN CHEMICALS Algeria est située au 02-03, zone industrielle Fornaka, Mostaganem, à la frontière de trois wilayas : Oran, Mascara et Mostaganem, avec une superficie de 70000 m<sup>2</sup> avec 600 équipements et 224 salariés fin de 2016.



Figure I. 1: Situation géographique

### *1.3. Les activités de l'entreprise*

Les activités de l'entreprise sont réparties en deux unités de production : une unité pour le traitement du sable et une autre pour le chlore et ses dérivés. Ses produits compris, la farine de silice, l'eau de javel (NaClO), l'acide chlorhydrique (HCl), le chlore liquéfié (Cl<sub>2</sub>), l'hydrogène (H<sub>2</sub>) et la soude caustique (NaOH). Ces produits sont commercialisés sur le plan local pour plusieurs clients dont on cite :

- Unilever
- Henkel Algérie
- DHC Hayat

- Schlumberger
- Halliburton
- BJSP
- ADE
- Seal

#### I .4. Présentation des installations de production

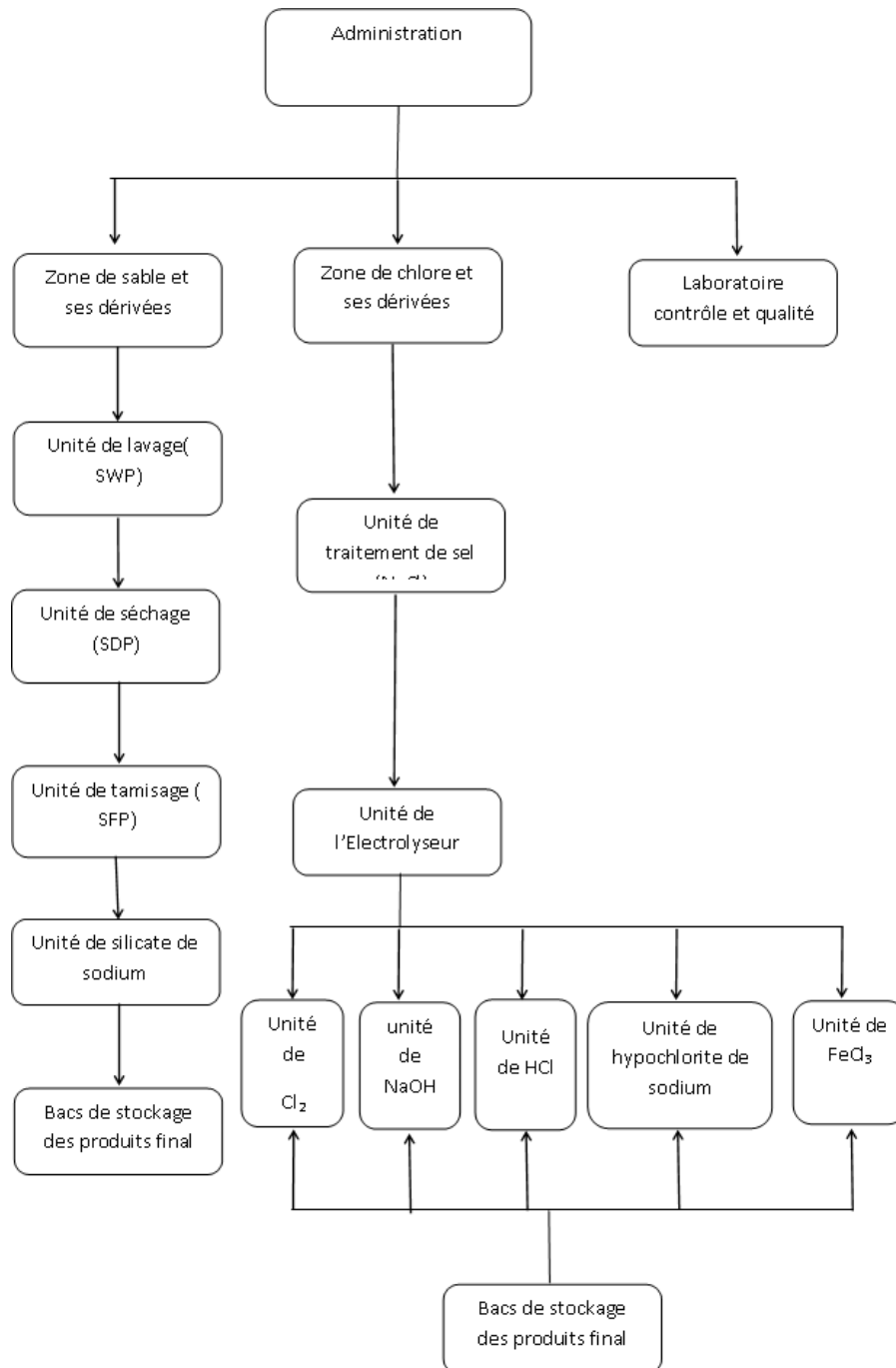


Figure I. 2: Organigramme de l'entreprise.



### I.4.1. Unité de sable et ses dérivées

Equipement de traitement de sable et ses dérivés été en marche depuis février 2008. Elle a une capacité de production de sable traité environ 300 miles tonnes chaque année, et plus que 45 000 tonnes de farine de silice, et detrioxosilicate de disodium. Le procédé de traitement du sable est réalisé en trois étapes principales :

**Le lavage(SWP):** cette unité est principalement destinée pour le tri et lavage du sable

**Le séchage(SDP):** séchage de sable à l'aide d'un four rotatif.

**Le tamisage(SFP):** cette unité permettre la séparation de sable à différentes tailles.



**Figure I.3 :** Lavage de sable



**Figure I.4 :** sable à sec

Adwan produit la poudre de silice de bonne qualité qui varie de 8 jusques 100 micros de granulométrie. Les produits dérivés jouent un rôle essentiel dans divers secteurs industriels. Les exemples incluent la fonderie, l'épuration de l'eau, la fabrication de diesel et la céramique.



**Figure .I. 5:** Poudre de silice



**Figure .I. 6 :** Unité de silicate de sodium

#### I.4.2. Unité de chlore et leurs dérivées

Lancé en décembre 2012, cette usine produit du chlore, la soude, l'hypochlorite de sodium, l'acide chlorhydrique et du chlorure ferrique.

La production annuelle d'acide chlorhydrique est de 22 300 tonnes. Le dichlore réagit directement avec l'hydrogène pour former du chlorure d'hydrogène, comme indiqué dans la réaction I.1. Cette synthèse se fait par combustion du dichlore avec le dihydrogène à une température de 5000°C.



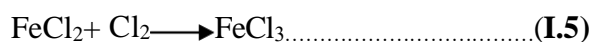
En ce qui concerne soude caustique, la capacité de production annuelle est de 24000 tonnes. L'électrolyse d'une solution de chlorure de sodium produit de l'hydroxyde de sodium (NaOH)



En outre, chaque année, la production atteint environ 42 000 tonnes d'hypochlorite de sodium. Les solutions d'hypochlorite de sodium sont obtenir par le chlore gazeux dans la soude caustique diluée. La soude et le chlore sont extraits de électrolyse de l'eau salée.



Le chlorure ferrique, obtenu à partir d'une réaction entre le fer et le chlore en présence d'eau.



#### I.4.3. Laboratoire de contrôle qualité

Le laboratoire ADWAN Algérie est un centre de contrôle qualité d'une superficie de 174 mètres carrés et géré par une équipe compétente. Grâce à des analyses physicochimiques précises, il garantit la qualité des produits pour vos clients.

Ce laboratoire occupe un rôle essentiel à chaque étape du processus de production. De plus, il surveille attentivement la qualité tout au long du processus de fabrication [2].



## Chapitre II : Généralité sur les produits fabriqués par l'entreprise

### II.1.Hypochlorite de sodium

#### II.1.1. Définition

L'hypochlorite de sodium est appelé l'eau de Javel quand il est dilué dans l'eau, est en effet largement utilisé comme désinfectant, oxydant et agent de blanchiment. Sa formule chimique est NaClO. Il est souvent produit en dissolvant du dichlore dans une solution d'hydroxyde de sodium.

Sous forme liquide, l'eau de Javel est un désinfectant puissant et polyvalent, efficace contre de nombreux types de bactéries, virus et champignons [3].

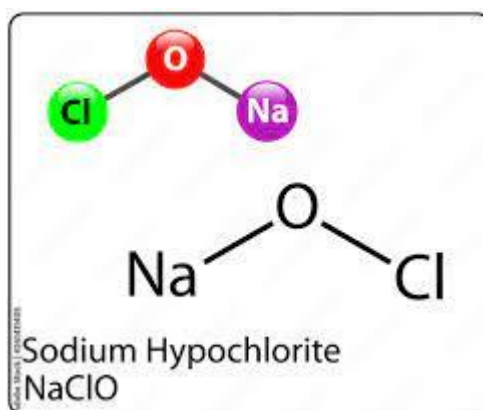
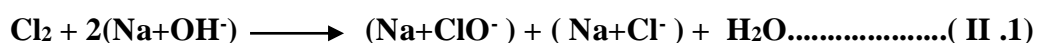


Figure. II. 1: Structure de l'hypochlorite

#### II.1.2.Fabrication de l'hypochlorite de sodium

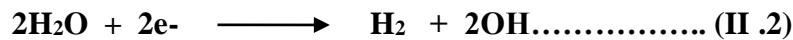
Dans les premiers années de 19<sup>ème</sup> siècles, la fabrication du chlore-alcali était en plein essor, a révolutionné les procédés traditionnels. La production d'hypochlorite de sodium suit la réaction II.1 : (Cette réaction libère beaucoup de chaleur et la température ne doit pas excéder 40°C).



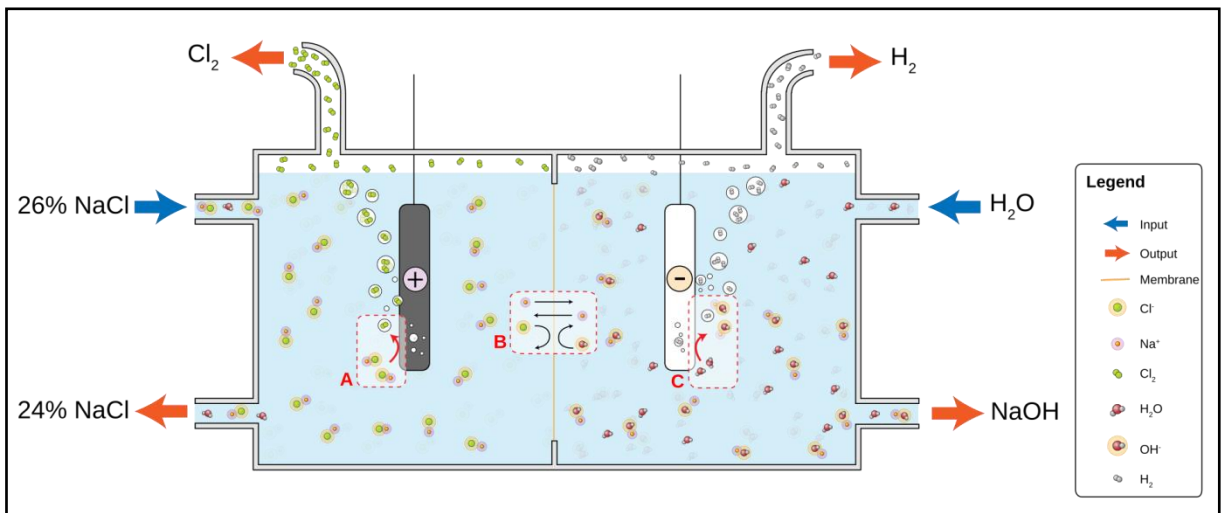
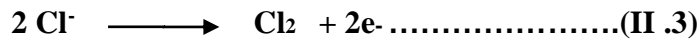
Le sodium hypochlorite est fabriqué en absorbant du chlore dans une solution de soude jusqu'à une concentration de 18 %. la production de chlore et de soude sont réalisées par l'électrolyse de la saumure ( sel + l'eau) . Dans cette méthode en dissolvant du dichlore dans une solution de 20% soude pour obtenir sodium de l'hypochlorite de 13% du chlore active [4].

**II.1.3.Procédé de fabrication**

La production de chlore et soude fait a partir de l'électrolyse de la saumure , à la cathode ,il se dégage du gaz dihydrogène H<sub>2</sub> et il se forme de la soude caustique en solution.



Sur l'anode il se dégage du gaz chlore Cl<sub>2</sub>



**Figure. II. 2:** L'électrolyse de saumure

Puis le chlore Cl<sub>2</sub> réagit avec NaOH et forme une réaction chimique, cette réaction produit de l'hypochlorite de sodium NaClO [5].



**II.1.4.Propriétés de l'eau de javel**

**II.1.4.1.propriétés physico-chimique de l'eau de javel**

La solution de l'hypochlorite de sodium a une couleur jaune vert sentant le chlore et parfaitement solubles dans l'eau. Les autres attributs sont regroupés dans le tableau suivant [6].

**Tableau. II. 1:** propriétés de l'hypochlorite de sodium

Nom alternatif	Acide hypochloreux en solution, eau de Javel
Nom chimique	Hypochlorite de sodium
Famille chimique	Sel d'acide hypochloreux
Formule chimique	NaClO
Point moléculaire (g/mol)	74.5
Point congélation (C°)	40
Point d'ébullition (C°)	-13.6

#### **II.1.4.2. Propriétés oxydantes de l'eau de javel**

Ces propriétés sont liées à la présence d'ions, qui est un oxydant puissant et le principal agent actif responsable du pouvoir blanchissant de l'hypochlorite de sodium. Sa capacité oxydante demeure élevée même à un pH élevé de 14, bien que son pouvoir oxydant soit plus prononcé à des valeurs de pH faible [7].

#### **II.1.4.3. Propriétés désinfectantes de l'eau de javel**

La javel est un agent antimicrobien puissant et inactif qui tue toutes les formes de vie bactérienne actif contre les virus, champignons et algues [8].

Le javel peut avoir des effets inhibiteurs, à cause de la concentration d'acide hypochloreux et le temps de contact avec des micro-organismes [9].

#### ***II.1.5. Utilisation de l'eau javel***

L'hypochlorite de sodium est utilisée dans plusieurs domaines à cause de ses propriétés désinfectantes, oxydantes et blanchissantes. Voici quelques exemples:

**La désinfection des sols :** La javel est utilisée pour nettoyer les surfaces dans différents environnements tels que les maisons, établissements hospitaliers et scolaires. Elle joue un rôle efficace dans l'élimination des bactéries, virus et champignons, contribuant ainsi à limiter la propagation des maladies infectieuses.

**Blanchiment des tissus :** L'eau de Javel est employée pour éclaircir les tissus grâce à ses capacités de blanchiment.

**Traitement de l'eau de piscine :** dans le domaine du traitement de l'eau de piscine, l'hypochlorite de sodium est fréquemment employé afin de garantir une désinfection efficace. Il joue un rôle dans la suppression des bactéries et des algues qui pourraient se développer dans l'eau.

**L'élimination des odeurs :** le javel est utilisée pour éliminer les odeurs désagréables causées par des bactéries et des moisissures, en particulier dans les salles de bains, les cuisines et d'autres zones sujettes à humidité[3].

**Remarque :** l'utilisation de l'hypochlorite de sodium exige une préparation et une dilution appropriées, il est important de suivre les consignes de sécurité, car il peut causer des irritations à la peau, yeux et aux voies respiratoires. En outre, il convient de ne pas le confondre avec d'autres substances chimiques, en particulier les acides, car cela peut entraîner l'émission de gaz toxique[3].

## ***II.2. Généralité sur la silice***

### ***II.2.1. Définition de la silice***

La silice, ou bien dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) est effectivement un minéral très répandu dans la nature. Sa quantité dans la croûte terrestre représente plus de 60% de sa masse. Cette fréquence en fait l'un des minéraux les plus répandus à l'échelle mondiale.

Une des caractéristiques remarquables de la silice est sa stabilité chimique exceptionnelle. Elle est résistante à de nombreuses substances chimiques, sauf à l'acide fluorhydrique (HF), avec lequel elle réagit.

La silice est disponible sous différentes formes cristallines ou amorphes comme le sable siliceux, le quartz, la cristobalite, etc. Elle se trouve aussi dans les plantes comme le bambou, le riz et l'orge.

Même la silice naturelle soit largement répandue et utilisée dans diverses applications, la majorité des applications industrielles font appel à de la silice synthétique. Cela permet d'obtenir des produits aux propriétés spécifiques et contrôlées, adaptées à divers secteurs tels que la construction, l'industrie chimique, l'électronique, les matériaux composites et bien d'autres encore [10-12].



Figure. II. 3 : Quartz

### *II.2.2. Historique de la silice*

La silice a une histoire fascinante qui remonte à l'Antiquité. Elle était connue comme un composé, mais parfois également considérée comme un élément en raison de sa prévalence et ses propriétés uniques. Ce n'est qu'au début du XIXe siècle que des progrès significatifs ont été réalisés dans la compréhension du silicium en tant qu'élément distinct.

En 1823, le chimiste suédois Jöns Jacob Berzelius a joué un rôle crucial dans l'isolement et la caractérisation du silicium. Il a réussi à isoler le silicium sous forme impure en le réduisant à partir du tétrafluorure de silicium ( $\text{SiF}_4$ ) avec du potassium métallique. Cette découverte a marqué une étape importante dans la reconnaissance du silicium en tant qu'élément chimique distinct.

Plus tard, en 1854, le chimiste français Henri Sainte-Claire Deville a accompli un exploit remarquable en parvenant à obtenir du silicium cristallin de haute pureté. Il a réussi à produire du silicium par électrolyse de chlorure de silicium fondu, ce qui a permis d'obtenir du silicium métallique sous forme de cristaux et des solides [13].

### *II.2.3. Composition de la silice*

La silice ( $\text{SiO}_2$ ), est un composé chimique très abondant dans la nature, qui se manifeste sous diverses forme ,la forme la plus répandue est celle du quartz qui constitue une grande partie du sable.

Dans sa structure tridimensionnelle, la silice se forme de  $\text{SiO}_4^{4-}$ (tétraèdres), ou l'atome



de silicium entouré par quatre atomes d'oxygène(O). Les tétraèdres sont reliés entre eux par des liaisons covalentes, où chaque atome de silicium partage deux atomes d'oxygène avec d'autres tétraèdres. Cette configuration crée un réseau tridimensionnel solide et stable.

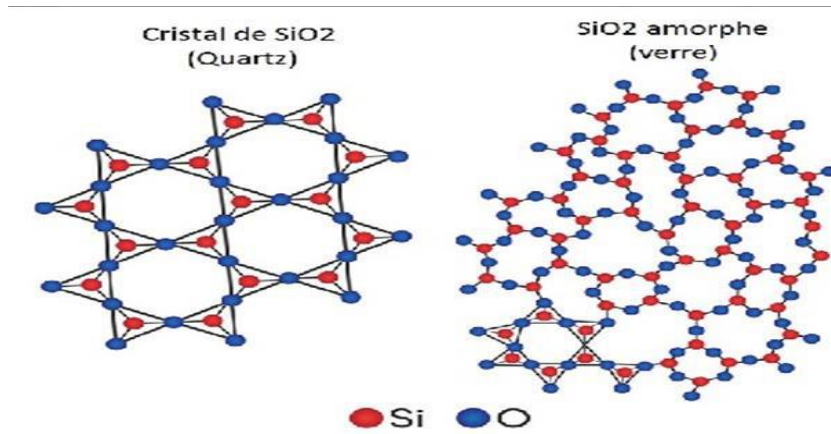


Figure. II. 4: les différentes formes de silice

En bref, la silice compose de tétraèdres de SiO<sub>4</sub><sup>4-</sup> reliés entre eux, formant un réseau cristallin semblable à celui du diamant, mais avec des atomes de silicium et d'oxygène à la place du carbone [14].

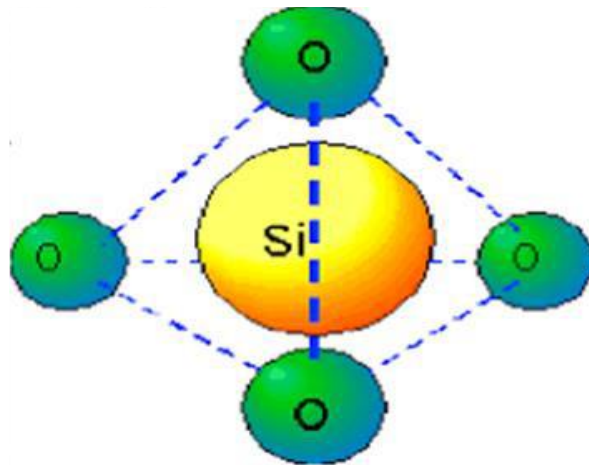


Figure. II. 5: Structure de silice

#### II.2.4. Dérivés de la silice

Les produits issus de la silice et leurs applications sont diversifiés et comprennent :

**II.2.4.1. Silices précipitées** : sont en effet des particules de silice utilisées dans une variété d'applications industrielles et commerciales en raison de leur nature physique et de leurs caractéristiques chimiques bénéfiques.

**II.2.4.2. Gel silice :** aussi appelé gel de silicagel, est un matériau extrêmement absorbant largement utilisé dans divers domaines pour ses propriétés de dessiccation et d'absorption d'humidité.

**II.2.4.3. La silice colloïdales:** une forme de silice appelé silice colloïdale est composés des particules très fine dispersée dans un liquide. Elle est largement utilisée dans diverses industries pour ses propriétés d'épaississement, de suspension, de stabilisation et d'abrasion douce.

**II.2.4.4. Silicate de sodium :** aussi appelée verre soluble, il s'agit d'un composé chimique largement utilisé dans diverses industries pour ses propriétés liantes, stabilisantes, précipitâtes et catalytiques.

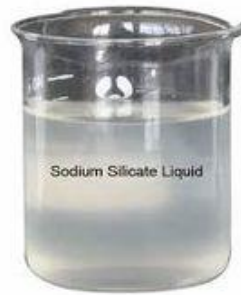
**II.2.4.5. Silicones, ou polyorganosilanes,** sont des polymères synthétiques largement utilisés dans une multitude d'applications en raison de leurs propriétés uniques [13].

## **II.3. Généralité sur silicate de sodium**

### ***II.3.1. Définition***

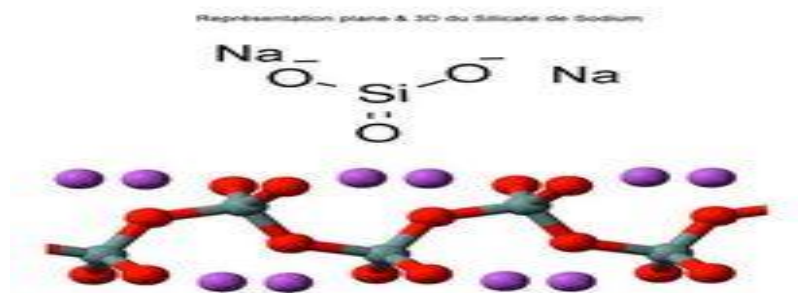
La Silicate de sodium ou le verre liquide, est une solution aqueuse de sel de sodium de l'acide silicique. Elle est utilisée comme revêtement pour traiter et rendre hydrofuges et ignifuges les surfaces poreuses et brutes.

Le terme "verre liquide" fait référence à la nature vitreuse de cette solution une fois qu'elle est appliquée et séchée sur une surface. Ce terme a été initialement défini dans le "Manual of Chemical Technology" de Von Wagner au 19<sup>ème</sup> siècle. Il décrit tout silicate alcalin soluble, qui a été observé pour la première fois par Van Helmont en 1640 lorsqu'il a constaté qu'une substance fluide se formait lorsqu'on faisait fondre du sable siliceux avec un excès d'alcali.



**Figure. II. 6 :** Silicate de sodium

La composition du silicate de sodium est définie par un rapport pondéral ou molaire précis entre la silice ( $\text{SiO}_2$ ) et l'oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) présents dans la solution. Cette composition peut varier en fonction de l'application spécifique [15].



**Figure. II. 7 :** Structure de silicate sodium

### ***II.3.2. Domaine d'utilisation***

Tout à fait, le silicate de sodium est en effet un produit polyvalent aux applications diverses et variées. Sa composition chimique, qui comprend du ( $\text{SiO}_2$ ), de ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), et de ( $\text{H}_2\text{O}$ ), lui donne des propriétés qui le rendent utile dans de nombreux domaines.

Le silicate de sodium est largement utilisé dans l'industrie pour diverses applications. Voici quelques exemples :

- Industrie du papier
- Industrie des détergents
- Industrie alimentaire
- Industrie de la construction

- Industrie chimique
- Applications médicales et pharmaceutiques [15].

## II.4. Généralité sur le gel de silice

### II.4.1. Définition

Gel de silice ou bien hydroxyde de silicium est un composé inerte et non toxique, composé principalement de dioxyde de silicium amorphe. Il est fabriqué de manière similaire aux silices précipitées, mais avec un pH inférieur à 7. Cela lui confère une structure poreuse et un fort hydrophile, ce qui signifie qu'il peut absorber jusqu'à 40 % de sa masse en eau.

Le gel de silice est un matériau polyvalent et largement utilisé en raison de ses propriétés d'absorption d'humidité, d'épaississement, de sécurité chimique et de surface spécifique élevée [12].



Figure. II.8 : Gel de silice

### II.4.2. Composition du gel silice

La présence de groupes siloxanes et de silanols sur la surface du gel de silice a un impact significatif sur son comportement physique et chimique. Les propriétés de cette surface sont étroitement liées aux conditions de synthèse, telles que le choix du catalyseur, température, temps de vieillissement et processus de séchage.

Les groupes siloxanes ( $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ) et les silanols ( $\equiv\text{Si-OH}$ ) présents à la surface ont des rôles clés dans les interactions avec d'autres substances, la réactivité chimique et les propriétés d'adsorption

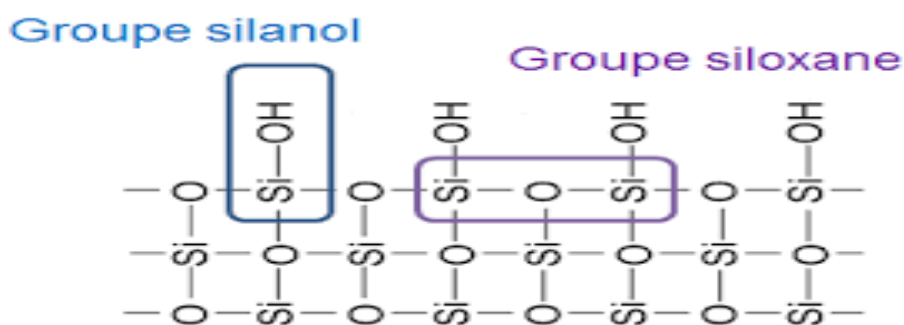


Figure. II. 9: Structure du gel silice

### Groupes Siloxanes ( $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ) :

La formation de ces groupes est due à la liaison covalente entre les atomes de silicium et d'oxygène. Ils forment l'élément essentiel de silice.

La stabilité de la structure de gel silice et sa résistance aux températures élevées sont favorisés par les groupes siloxanes.

Ils peuvent être présents en tant que groupes terminaux à la surface du gel, avec un atome d'oxygène exposé.

### Silanols ( $\equiv\text{Si-OH}$ ) :

Les silanols sont des groupes fonctionnels réactifs qui se forment lorsque les groupes siloxanes sont hydrolysés en présence d'eau ou de conditions acides.

Silanols présents à la surface du gel de silice en tant que groupes terminaux ou en groupes vicinaux. Les silanols confèrent à la surface du gel de silice une charge négative, ce qui peut influencer son comportement d'adsorption et ses interactions avec d'autres composant [16].

### II.4.3.Fabrication du gel de silice

Au début des années 1940, le gel de silice est commencé à fabriqué, où le silicate de sodium était le principal précurseur utilisé. Cependant, ces gels nécessitaient des processus de fabrication complexes pour produire des aérogels. Par la suite, les précurseurs à base d'oxyde de silicium ont remplacé graduellement les précurseurs de sodium, faciliter le processus de fabrication.

La production de gels silice à partir de solution acidifiées de silicate alcalin a fait l'objet de nombreuses recherches .C'est généralement la solution silicate alcalin dans une solution d'acide chlorhydrique ou la solution de silicate alcalin et l'acide chlorhydrique dans l'eau

distillé sous agitation intense.

En général la formation de gel silice se fait en trois étapes :

**II.4.3.1. Obtention de sol :** C'est la première étape où les réactifs sont mélangés pour former une suspension colloïdale, ou sol, de particules de silice.

**II.4.3.2. Transition sol-gel :** est une étape cruciale dans le processus de fabrication du gel de silice, où les particules colloïdales présentes dans le sol se condensent pour former un réseau tridimensionnel, conduisant ainsi à la formation du gel. Voici des détails sur cette étape :

**II.4.3.3. Vieillessement :** Après la formation du gel, celui-ci subit un processus de vieillissement où des réarrangements moléculaires et structuraux se produisent, affectant les propriétés finales du gel. Ce processus peut être contrôlé pour ajuster les propriétés du gel selon les besoins spécifiques d'application [17-18].

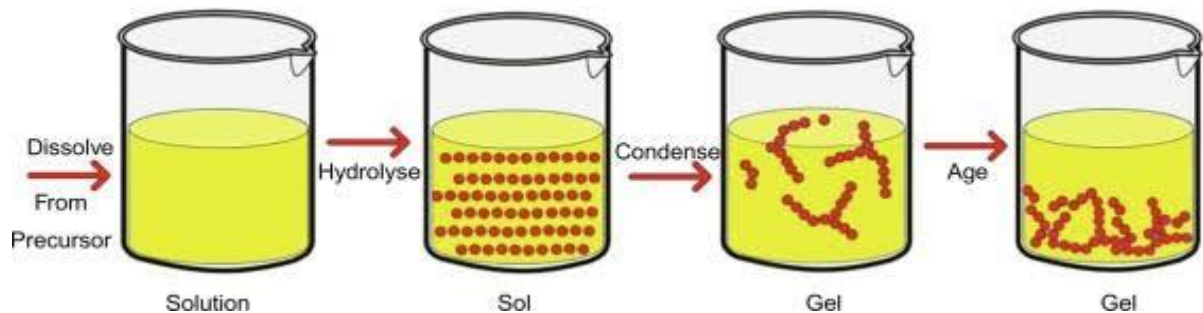


Figure.II.10 : Production de fabrication de gel

#### II.4.4. Propriétés du gel silice

Gel de silice a des propriétés physiques et chimiques qui en font des matériaux polyvalents et utiles dans de nombreuses applications. Voici quelques-unes de ces propriétés :

**II.4.4.1. Surface spécifique:** Les gels de silice ont une surface spécifique élevée en raison de leur structure poreuse, ce qui les rend efficaces pour l'adsorption de substances et pour catalyser des réactions chimiques.

**II.4.4.2. Porosité :** on peut contrôler et ajusté la porosité de gel silice pendant leur fabrication, ce qui permet de fabriqué des matériaux avec des caractéristiques spécifiques pour déférentes

applications comme la chromatographie, la catalyse, ou encore le stockage de gaz.

**3. Absence de réaction** : gel du silice est chimiquement inertes dans de nombreuses conditions, ce qui les rend compatibles avec divers espèces et réactions.

**4. Présence de silanols** : la fonctionnalisation chimique de gel silice dû à la présence des groupes silanols( $\equiv\text{Si-OH}$ ) sur leur surface. Ces groupes réactifs peuvent être modifiés pour introduire différentes fonctionnalités, ce qui élargit encore davantage leur espace d'application [19-20].

#### *II.4.5.Utilisation de gel silice*

Le gel de silice est largement utilisé en raison de ses propriétés remarquables, principalement sa capacité à absorber et à retenir l'humidité. Voici quelques-unes de ses utilisations les plus courantes en relation avec ses propriétés :

**1-Protection contre l'humidité dans l'emballage** : le gel de silice est largement utilisé dans l'industrie de l'emballage pour sa propriété d'absorption de l'humidité pour protéger les produits sensibles pendant le stockage et le transport. Voici quelques raisons pour lesquelles il est un choix populaire dans ce domaine :

- **Absorption de l'humidité** : a cause de la grande surface spécifique et la forte affinité pour l'eau le gel de silice est un excellent absorbant d'humidité. Il peut adsorber et retenir une quantité importante d'humidité, réduisant ainsi l'humidité relative à l'intérieur de l'emballage.
- **Protection des produits sensibles** : En absorbant l'humidité, le gel de silice aide à éviter la corrosion, les moisissures et la dégradation des matériaux sensibles à l'humidité, tels que les produits électroniques, pharmaceutiques et alimentaires. Cela permet de maintenir la qualité et l'intégrité des produits pendant leur stockage et leur transport.
- **Polyvalence** : Le gel de silice est polyvalent et peut être utilisé dans une variété d'applications d'emballage, notamment les emballages de produits électroniques comme les appareils électroniques, les circuits imprimés et les composants électroniques sensibles à l'humidité. Il est également utilisé dans les emballages pharmaceutiques pour protéger les médicaments contre l'humidité et la dégradation. De plus, il est couramment utilisé dans les emballages alimentaires pour préserver la

fraîcheur des aliments et prévenir la formation de moisissures.

- **Sécurité et non-toxicité** : Le gel de silice est considéré comme sûr et non toxique, ce qui en fait un choix sûr pour une utilisation dans les emballages alimentaires et pharmaceutiques. Il est généralement fabriqué à partir de matériaux non dangereux et peut être facilement manipulé sans risque pour la santé.

**2- Stockage de la chaleur** : le gel silice peut stocker la chaleur pendant les périodes très chaudes, ce qui le rend utile dans les applications liées aux énergies renouvelables et à la régulation thermique. Voici comment cela fonctionne et quelques exemples d'applications

- **Stockage de chaleur latente** : Le gel de silice utilisé pour stocker l'énergie sous forme de chaleur (la chaleur latente), lorsqu'il est exposé à une source de chaleur, puis quand l'exposé à une source froid il libère cette chaleur.
- **L'application dans les énergies renouvelables** : Le stockage de chaleur à l'aide du gel de silice peut être utilisé pour les systèmes de chauffage solaire, où l'énergie solaire est captée pendant la journée et stockée sous forme de chaleur dans le gel de silice pour être utilisée plus tard, par exemple pendant la nuit ou les périodes de faible ensoleillement.
- **Régulation thermique dans les bâtiments** : Le gel de silice utilisé dans ce domaine pour aider à maintenir une température confortable à l'intérieur. Par exemple, il peut être intégré dans des matériaux de construction pour absorber la chaleur excessive pendant les périodes chaudes et la libérer pendant les périodes fraîches, contribuant ainsi à réduire la dépendance aux systèmes de climatisation.
- **Stockage de chaleur dans les véhicules** : il est utilisé dans ce domaine pour stocker de la chaleur générée par le moteur ou par d'autres sources dans un réservoir thermique, permettant ainsi de préchauffer l'habitacle du véhicule ou de maintenir la température des batteries à un niveau optimal.
- **Applications industrielles** : Le stockage de chaleur avec du gel de silice peut également être utilisé dans diverses applications industrielles, telles que les processus de séchage, production de vapeur, la régulation thermique des équipements, et la climatisation industrielle.



**3- La prise de colle :** le gel de silice est souvent utilisé comme adjuvant dans certaines colles techniques pour accélérer leur temps de prise. Voici comment cela fonctionne :

- **Amélioration de la viscosité :** L'ajout de gel de silice à une colle peut améliorer sa viscosité, ce qui la rend plus facile à appliquer et à manipuler. Une meilleure viscosité permet également une meilleure adhérence entre les surfaces à coller.
- **Formation de ponts :** Le gel de silice réagit comme un agent de liaison, il construit des ponts les polymères de colle. Ces ponts activent la formation des liaisons entre les molécules de la colle et accélèrent le processus de durcissement.
- **L'adsorption:** Le gel de silice a une grande affinité pour l'eau et peut adsorber l'humidité présente dans l'environnement ou sur les surfaces. Par l'élimination d'eau, on peut accélérer le temps de prise à cause de la favorabilité des conditions créées par le gel de silice.
- **Réduction du temps:** le gel de silice utilisé comme adjuvant pour réduire le temps de traitement global dans les processus industriels de collage. Cela peut conduire à des gains d'efficacité et à une augmentation de la productivité.

**4-Utilisation dans l'alimentation:** l'industrie alimentaire et de complément alimentaires utilisent le dérivé de gel silice qui est le gel silice colloïdale, en raison de sa sécurité d'utilisation et de leur propriété d'absorbantes. Voici quelques détails supplémentaires sur son utilisation dans ce contexte :

- **Propriétés absorbantes :** Le gel de silice colloïdal est capable d'absorber l'eau et d'autres liquides, ce qui peut être utile dans certains produits alimentaires pour contrôler l'humidité et la texture, ou pour stabiliser les émulsions.
- **Agent anti-agglomérant :** En raison de sa capacité à absorber l'humidité, le gel de silice colloïdal est parfois utilisé comme agent anti-agglomérant dans les compléments alimentaires en poudre ou dans les mélanges d'épices pour éviter la formation de grumeaux et assurer une distribution uniforme des ingrédients.
- **Sécurité d'utilisation :** Le gel de silice colloïdal est considéré comme sûr pour un usage alimentaire par les autorités de réglementation dans de nombreuses régions du monde, lorsqu'il est utilisé conformément aux bonnes pratiques de fabrication et aux limites de dosage recommandées.
- **Stabilité :** Le gel de silice colloïdal peut contribuer à améliorer la stabilité des

formulations alimentaires en aidant à prévenir la dégradation des nutriments sensibles à l'oxydation ou à l'humidité.

**5-Horticulture :** le gel de silice est largement utilisé en horticulture pour le séchage des plantes, des graines, des fleurs, et la création d'herbiers. Voici comment il est utilisé dans ce domaine :

- **Séchage des plantes, des graines et des fleurs:** Le gel de silice, il considère comme un dessiccant, ce qui signifie qu'il peut absorber et retenir l'humidité de l'environnement. En plaçant les plantes, les fleurs fraîches ou les graines dans un environnement contenant du gel de silice, l'humidité est absorbée, ce qui permet un séchage rapide et efficace sans altérer la forme, la couleur ou la texture des spécimens.
- **Création d'herbiers :** Les herboristes et les botanistes utilisent le gel de silice pour créer des collections de spécimens botaniques séchés et préservés pour la documentation, la recherche ou l'éducation. En utilisant du gel de silice pour sécher les plantes, les fleurs ou les feuilles, les spécimens peuvent être préservés de manière à maintenir leur apparence naturelle et leurs caractéristiques botaniques.
- **Protection de qualité :** le gel silice utilisé pour sécher les spécimens botaniques contribue à préserver leur qualité en évitant les dégradations associées à la moisissure, à la décomposition et à la décoloration dues à une humidité excessive. En éliminant l'humidité, le gel de silice aide à préserver la structure cellulaire des spécimens, ce qui permet de maintenir leur intégrité et leur apparence d'origine sur le long terme.

**6-Les techniques de laboratoire :** le gel de silice a une large utilisation dans la chromatographie soit sur une couche mince CCM ou bien sur colonne grâce à ses excellentes propriétés d'adsorption sélective. Voici comment il est utilisé dans ces techniques de laboratoire :

**Chromatographie sur couche mince (CCM) :**

En CCM, sur une plaque en verre ou en aluminium on dépose une fine couche de gel de silice. Cette couche de gel de silice agit comme une phase stationnaire.

Les échantillons à analyser sont déposés sous forme de petites gouttes à une extrémité de la plaque de CCM. Lorsque la plaque est placée dans un solvant approprié (phase mobile), le solvant monte par capillarité et entraînant avec lui les composés de l'échantillon.

On fonction de l'affinité des composant pour la phase stationnaire (gel silice) et la phase mobile les composés de solution se séparent. Cette séparation est basée sur interaction entre les composés et le gel de silice.

**Chromatographie sur colonne :**

Le gel de silice dans la chromatographie sur colonne se remplit dans la colonne et considère comme phase stationnaire.

L'échantillon à analyser est injecté dans la colonne, et un solvant approprié (phase mobile) est ensuite passé à travers la colonne à une pression contrôlée.

Les composés de l'échantillon se séparent en fonction de leur affinité pour la phase stationnaire et la phase mobile, tout en étant entraînés à travers la colonne par le solvant.

Comme pour la CCM, la séparation est basée sur les interactions entre les composés et la surface du gel de silice, telles que l'adsorption sélective [21]

## Chapitre III : Matériels et méthodes

Dans ce chapitre nous avons travaillé sur deux choses, premièrement nous avons suivi le contrôle de qualité de l'hypochlorite de sodium dans notre période de stage et deuxièmement nous avons préparé un gel de silice et faire une application sur chromatographie sur colonne.

### III.1. Contrôle physico-chimique de l'hypochlorite de sodium

#### *III.1. 1. Détermination d'hypochlorite de sodium (NaClO) et de chlore actif contenu dans le produit hypochlorite de sodium*

**A/- Méthode :** Titrimétrique

**B/- Procédure**

- Dans un erlenmeyer de 250ml ,en verse 25ml d'eau distillée
- Peser environ (0.3-0.6g) NaClO dans l'erlenmeyer
- Ajouter 10ml d'iodure de potassium (10%) +10ml d'acide acétique (80%)
- Titrer l'iode libéré avec solution de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  jusqu'à l'obtention de couleur jaune paille.
- Ajouter 1ml de solution d'indicateur d'amidon et continuer le titrage jusqu'à la disparation de la couleur (S= ml de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  consommés).

**C/- Calcul des résultats**

$$\text{NaClO (\% m/v)} = 0.3723 * F * S * d/m$$

- T.c.a (% m/v) =  $0.3546 * F * S * d/m$

Avec :

F : facteur de correction

d : densité

m : masse de prélèvement



Figure .III. 1: Test titrimétrique du chlore active dans l'hypochlorite

### III.1. 2. Détermination du chlorure total dans l'hypochlorite de sodium

A/-Méthode : Titrimétrique

B/- Procédure

- Pipeter 10ml de l'échantillon NaOCI dans l'Erlenmeyer 250ml
- Ajouter H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> neutre (6%) goutte a goutte dans l'Erlenmeyer jusqu'à l'arrêt de la libération de l'oxygène
- Transférer cette solution dans une fiole jaugée de 250ml et de diluer la solution avec l'eau distillée Pipeter 5ml (v=0.2 ml de l'échantillon NaOCI originale) solution de la fiole jaugée en un autre Erlenmeyer et ajouter 50 ml d'eau distillée
- Ajouter 8-10 goutte de solution K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> (10%) et titrer le mélange avec jusqu'à ce que la couleur devienne jaune brunâtre (S=....ml De AgNO<sub>3</sub> 0.05N consommé)

C/- Calcul

$$\begin{aligned}\text{Chlorure totale (Cl}^{-}\text{)}(\% \text{m/v}) &= 35.46 * 0.05 * F * S * 100 / (1000 * v) \\ &= 0.1773 * F * S / v\end{aligned}$$

F : facteur de correction



Figure .III. 2: Test de concentration de chlorure totale

### *III.1. 3. Détermination d'hydroxyde de sodium et carbonate de sodium dans le produit l'hypochlorite de sodium (NaClO)*

**A/- Méthode :** Titrimétrique

**B/- Procédure**

- Dans un erlenmeyer prend 25 mL d'eau distillée et ajouté 5ml de NaClO
- Ajouter le  $H_2O_2$  dans l'erlenmeyer jusqu'à l'arrêt du dégagement d'oxygène.
- Ajouter 4 à 5 gouttes d'acide phénolphthalmique et un litre d'acide chlorhydrique HCl A0.1N au premier point d'infection (disparition de la couleur rose)
- Notons le volume  $S1 =$  Volume de HCl à 0,1N (en ml) consommé pour arriver au premier point de vue.
- Ajuster la solution de burette HCl 0,1 N à 0 (zéro).
- Ajouter 4 à 5 gouttes de solution de méthylorange indiquée et un litre d'HCl 0,1N

Tout comme un deuxième point de vue (apparition de la couleur du brunâtre)

Noter le volume  $S2 = V$  HCl à 0,1N (en ml) nécessaire pour une seconde chauffe.

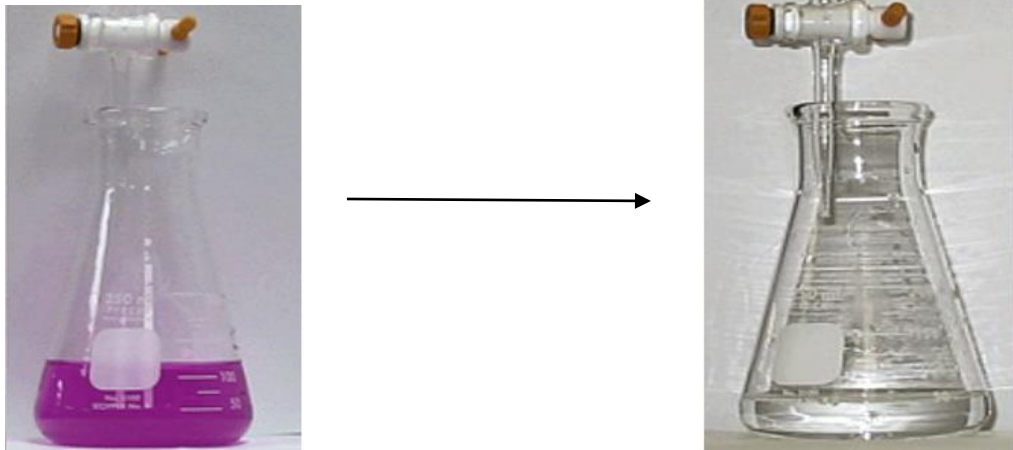


Figure .III. 3:Test de concentration de NaOH dans l'hypochlorite

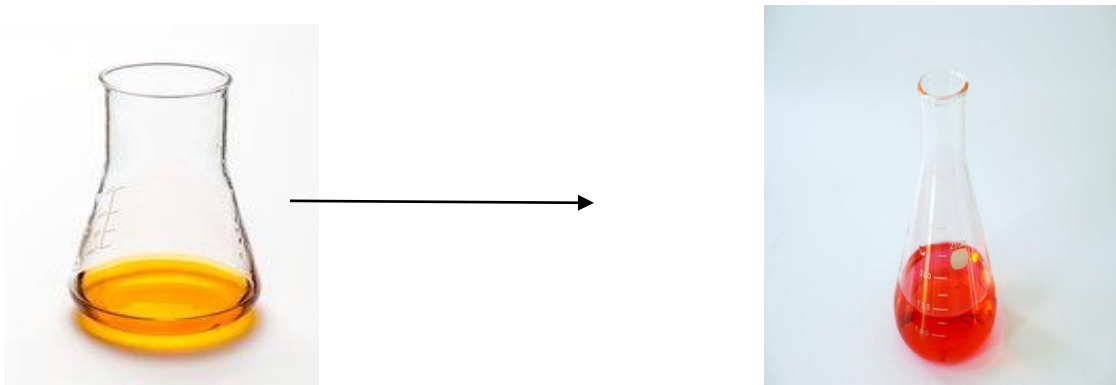


Figure .III. 4:Test de concentration de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dans l'hypochlorite

**C/- Calcul**

- $\text{NaOH (\%m/v)} = 40 * 0.1 * F * (S1-S2) * 100 / (1000 * V)$   
 $= 0.4 * F * (S1-S2) / V$
- $\text{Na}_2\text{CO}_3 (\%m/v) = 53 * 0.1 * F * 2S_2 * 100 / (1000 * V)$   
 $= 1.06 * F * S_2 / V$

#### ***III.1.4. Détermination de taux de fer dans l'hypochlorite de sodium***

La concentration de fer est déterminé avec une appareille ICP(Inductively Coupled Plasma) qui est composé de : (Optical optima 800 ; plasma generator ; S10 autosampler) reliée a un ordinateur

**ICP (Inductively Coupled Plasma) :** est une méthode courante utilisée en chimie analytique pour déterminer la concentration de fer dans un échantillon. Voici comment cela fonctionne :

**1- Optical optima 8000 :** C'est l'instrument principal utilisé pour effectuer l'analyse. L'ICP est un instrument sophistiqué capable de vaporiser et d'ioniser les échantillons en les exposants à un plasma d'argon à haute température. L'excitation de l'échantillon dans le plasma génère des émissions lumineuses caractéristiques qui sont ensuite mesurées pour détecter des éléments présents dans l'échantillon.

**2- Générateur de plasma:** Cet équipement de l'ICP est responsable de la production du plasma d'argon à haute température. Le plasma est maintenu à une température d'environ 10 000 °C, ce qui permet la vaporisation et l'ionisation efficaces de l'échantillon.

**3- Autosampler S10 :** Il s'agit d'un système automatisé d'échantillonnage qui permet de traiter plusieurs échantillons de manière séquentielle, sans nécessiter une intervention manuelle à chaque fois. Cela permet une analyse efficace et reproductible des échantillons, ce qui est particulièrement utile pour des analyses régulières comme celles effectuées une fois par semaine.

**4- Ordinateur :** L'ICP est généralement connectée à un ordinateur qui contrôle l'instrument, collecte les données et effectue les calculs nécessaires pour déterminer la concentration des éléments dans les échantillons.

Pour effectuer une analyse de fer avec cet équipement, un échantillon contenant du fer est préparé et introduit dans l'ICP à l'aide de l'auto sampler. Le plasma d'argon vaporise l'échantillon et excite les atomes de fer, ce qui entraîne l'émission de lumière à des longueurs d'onde spécifiques. Cette lumière est ensuite dispersée et détectée par l'ICP, et les données sont analysées par l'ordinateur pour déterminer la concentration de fer dans l'échantillon sous forme d'un spectre à l'aide d'un logiciel.





Figure .III. 5 : Appareillage d' ICP

## III.2.Synthèse de gel de silice

### III.2.1.Préparation d'acide chlorhydrique

Nous avons préparé 500 ml d'une solution d'acide chlorhydrique à 10% par dilution à partir d'une solution concentrée à 32%, leur caractéristique présente dans le tableau suivant (III.1)

Tableau. III. 1: Caractéristique de HCl

Pourcentage de chlore active	30-32
Chlore libre (ppm)	10
Le taux de fer (ppm)	0.2
Densité moyenne (g/l)	1.14

La formule de dilution :

$$C1 \times V1 = C2 \times V2$$

Où :

C1 = 32% = 0.32 (concentration de solution mère)

V1 = volume de la solution concentrée dont nous avons besoin

C2 = 10% = 0.10 (concentration finale souhaitée)

V2 = 500 ml (volume total de la solution diluée que nous souhaitons préparer)

On calculer V1 :  $V1 = C2 \times V2 / C1$

$$V1 = 10 \times 500 / 32$$

$$V1 \approx 156.25$$

Donc, avec une éprouvette graduée, on prend environ 156.25 ml de la solution concentrée et on les verse dans une fiole jaugée de 500 ml. Ensuite, remplit le jusqu'à le trait de jauge avec de l'eau distillée.



Figure .III. 6: Acide chlorhydrique dilué

### III.2.2. Préparation de silicate sodium

Pour préparer notre échantillons de silicate de sodium à 0,9% ; 1,8%; 2,7 %; 3,6% et 4,5%). En le diluant à partir de la solution mère de concentration 45,71%, tableau (III.2) présente les caractéristiques spécifiques du silicate de sodium utilisé.

Tableau. III. 2: Caractéristique de silicate sodium

Caractéristiques	Silicate de sodium (standard)
Ratio	2.05
Densité kg/m <sup>3</sup>	1530
Température °C	22
Pourcentage totale	45.71
Pourcentage de Na <sub>2</sub> O	15
Pourcentage de SiO <sub>2</sub>	30.71

Par l'équation de dilution :

$$C1 \times V1 = C2 \times V2$$

Exemple de calcul V1

$C1 = 45,71\%$  (concentration de la solution concentrée)

$V1$  = le volume de la solution concentrée dont nous avons besoin

$C2 = 0,9\%$  (concentration finale souhaitée)

$V2 = 500$  ml (volume total de la solution diluée que nous souhaitons préparer)

$$V1 = C2 \times V2 / C1$$

$$V1 = 0,9 \times 500 / 45,71$$

$$V1 \approx 10 \text{ ml}$$

Donc, avec une éprouvette graduée, on prend  $V1$  du silicate sodium (45.71%) pour chaque préparation et on les verse dans une fiole jaugée de 500 ml et remplir la fiole jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée.

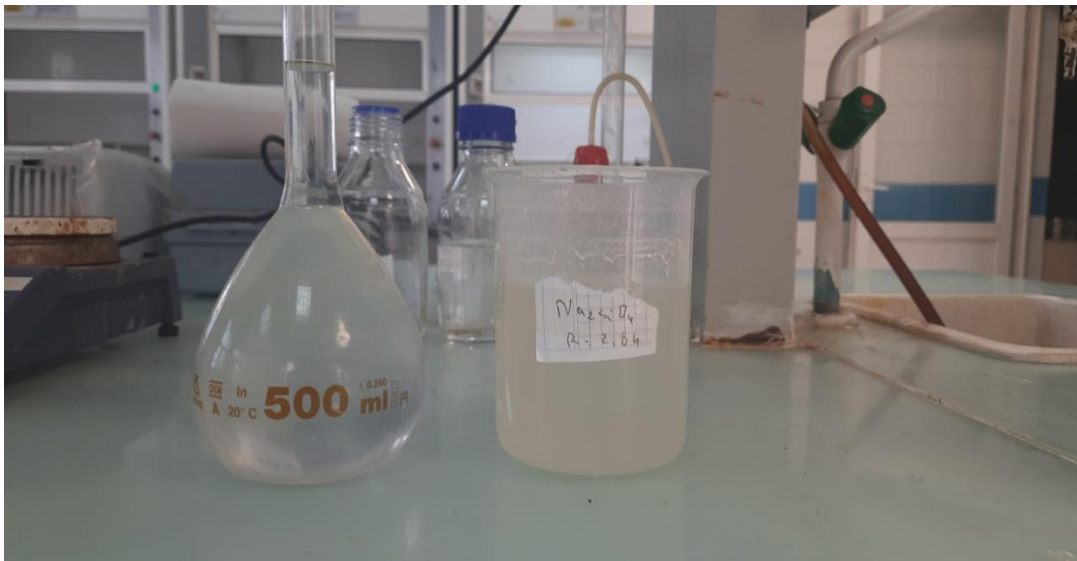


Figure .III. 7: Silicate de sodium

### *III.2.3. Formation de gel de silice*

Pour étudier l'influence des paramètres de réaction sur le rendement de gel silice, nous avons varié les paramètres suivants : température, la concentration de silicate de sodium et le temps de l'agitation.

#### **III.2.3.1. Variation de la concentration du silicate de sodium**

Dans cette première expérience :

- 1- On prépare cinq(5) échantillons de 50 ml avec différentes concentrations de silicate de sodium (0.9 ; 1.8 ; 2.7 ; 3.6 ; 4.5%) dans des béchers distincts.
- 2- À chaque échantillon, on ajoute 4 à 5 gouttes de phénolphtaléine, ce qui produit une couleur rose.
- 3- Sur une plaque chauffante, avec agitation, à une température maintenue à 50 °C et une vitesse de rotation de 300 tr/min, on neutralise chaque échantillon avec de l'acide chlorhydrique (HCl) à 10 % jusqu'à ce que la couleur rose disparaisse, indiquant la neutralisation.



**Figure .III. 8:** Neutralisation de silicate sodium par HCl

- 4- On laisse chaque échantillon agiter sur la plaque chauffante pendant 30 minutes pour assurer une réaction complète.



**Figure .III. 9:** Formation de gel

- 5- Après cette période, on filtre chaque échantillon et on le sèche dans une étuve à 100 °C pour évaporer toute l'humidité.



Figure. III.10: Filtration sous vide



Figure .III. 11: Gel silice hydraté

### III.2.3.2. Variation de la température

Dans la deuxième expérience, nous avons modifié la température, ce qui nous conduit à :

- 1- Dans des béchers préparer cinq échantillons de 50 ml de silicate de sodium d'une concentration de 0,9 %.
- 2- Met 4 à 5 gouttes de phénolphtaléine à chaque échantillon pour obtenir une couleur rose.
- 3- Placer chaque échantillon sur une plaque chauffante avec agitation à différentes températures (30 °C, 50 °C, 70 °C, 90 °C et 110 °C) et à une vitesse de rotation de 300 tr/min. Neutraliser chaque échantillon avec de l'acide chlorhydrique (HCl) à 10 % jusqu'à ce que la couleur rose disparaisse, indiquant la neutralisation.

- 4- Laisser chaque échantillon agiter sur la plaque chauffante pendant 30 minutes pour garantir une réaction complète.
- 5- Après les 30 minutes, filtrer et sécher chaque échantillon dans l'étuve à 100 °C pour évaporer toute l'humidité.



Figure .III. 12: Gel silice déshydraté

### III.2.3.3. Variation de temps d'agitation

Dans cette expérience en étude l'influence de temps sur la formation de gel, voici le protocole :

- 1- Préparer 5 échantillons de 50 ml de silicate de sodium de concentration de 0,9 % dans des béchers.
- 2- Met 4 à 5 gouttes de phénolphtaléine à chaque échantillon pour obtenir une couleur rose.
- 3- Sur une plaque chauffante, avec agitation, à une température maintenue à 50 °C et une vitesse de rotation de 300 tr/min, on neutralise chaque échantillon avec de l'acide chlorhydrique (HCl) à 10 % jusqu'à ce que la couleur rose disparaisse, indiquant la neutralisation.
- 4- Laisser chaque échantillon agiter sur la plaque chauffante pendant différentes périodes (20min, 30 min, 40min, 50min et 60min) pour garantir une réaction complète.
- 5- Après ses périodes, filtrer et sécher chaque échantillon dans l'étuve à 100 °C.

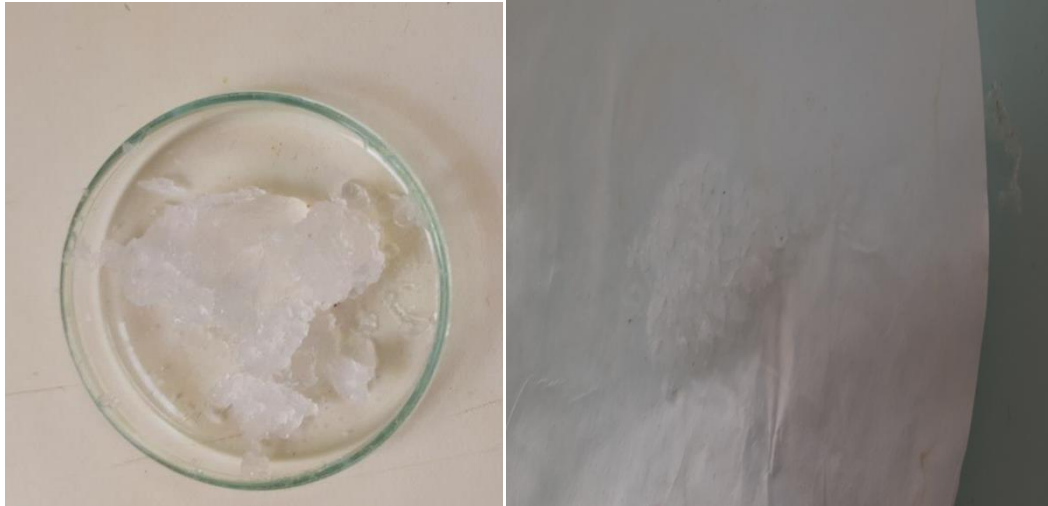


Figure .III. 13: Gel de silice de 40min

### III.3. Contrôle physico-chimique de silicate de sodium

#### III.3.1. Densité

A/- **Méthode** : densimètre

B/- **procédure** :

- 1- Remplissez le récipient avec la solution de silicate de sodium jusqu'à ce qu'il soit suffisamment plein pour immerger complètement le densimètre.
- 2- A l'aide d'un thermomètre, prend la température T de silicate
- 3- Mettre le densimètre dans la solution de silicate de sodium, ou qu'il soit complètement immergé et à ce qu'il ne touche pas les parois du récipient.
- 4- Lisez la densité  $D_1$  indiquée sur le densimètre

C/- **Calcul** :

$$D = (T - 20) * F * D_1$$

Avec :

$$F = 0.00065 \text{ (facteur de correction)}$$

#### III.3.2. Concentration de silicate sodium

B/- **procédure** :



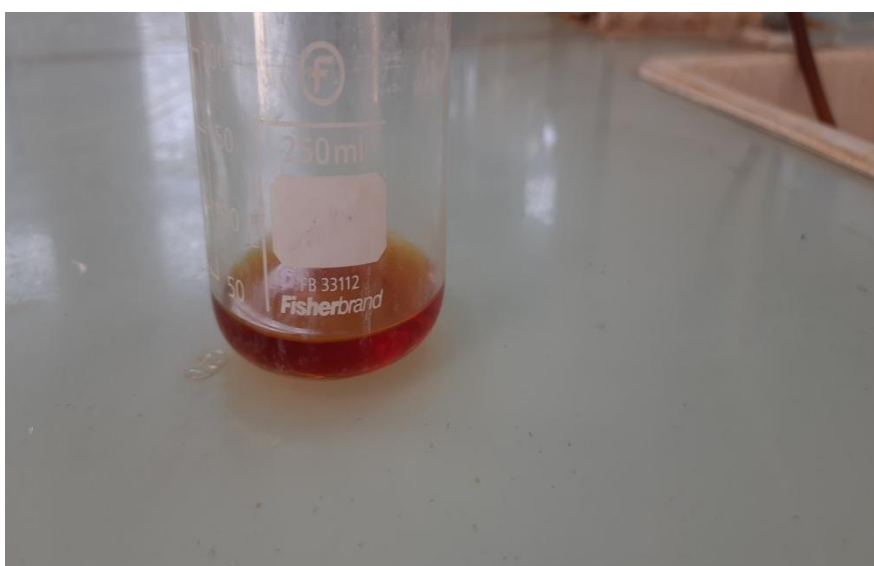
La concentration de silicate de sodium est calculée par un programme Excel spécifique. On entre la valeur de densité silicate de sodium dans le programme, puis le programme donne automatiquement la valeur de la concentration en pourcentage.

### *III.3.3. Reste en soude*

**A/- Méthode :** Titrimétrie

**B/- Procédure:**

- 1- Dans un bécher, peser avec précision  $m$  entre 0,1 et 0,3 g de silicate de sodium. Ensuite, le dissoudre dans 20 ml d'eau distillée.
- 2- Ajouter 4 à 5 gouttes de méthyl orange dans la solution préparée. Le méthyl orange est un indicateur coloré qui changera de couleur à mesure que la solution deviendra plus acide. Sa couleur passera de jaune à rouge brique lorsqu'elle atteindra le point virage.
- 3- On fait un titrage avec l'acide chlorhydrique (HCl) de concentration de 0.1N jusqu'à ce que le changement de couleur se produise, c'est-à-dire que la solution passe de orange à rouge brique. Le point d'équivalence du titrage est atteint lorsque tout le  $\text{Na}_2\text{O}$  dans le silicate de sodium a réagi avec l'acide chlorhydrique.
- 4- Noter le volume de solution d'acide chlorhydrique (HCl)  $V$  utilisé pour atteindre le changement de couleur.



**Figure .III. 14:** Test de reste en soude

C/- Calcul :

$$\text{Na}_2\text{O}\% = V_1 * N_1 * 31 * 100/m * 1000$$

$$\text{Si O}_2\% = [\text{Na}_2\text{SiO}_4] - [\text{Na}_2\text{O}]$$

$$\text{Ratio} = \text{SiO}_2\% / \text{Na}_2\text{O} \%$$

### III.4. Analyses de gel silice

#### *III.4.1. Analyse par spectrophotométrie infrarouge*

La spectroscopie infrarouge est une technique puissante utilisée dans l'analyse chimique. Elle repose sur la capacité des molécules à absorber les photons d'énergie infrarouge, ce qui provoque des vibrations moléculaires spécifiques. Ces vibrations sont caractéristiques des liaisons chimiques présentes dans la molécule, ce qui permet d'identifier les groupes et les compositions chimique de matériau.

Les vibrations fondamentales des molécules, celles qui sont les plus importantes pour l'analyse, se situent généralement dans la plage de  $4000 \text{ cm}^{-1}$  à  $400 \text{ cm}^{-1}$ . C'est dans cette région que se trouvent les bandes d'absorption les plus intenses et les plus caractéristiques des liaisons chimiques présentes dans les composés étudiés [25].

Les spectres des échantillons analysés ont été obtenus à l'aide d'un spectromètre infrarouge, Pour effectuer ces mesures, les composés sous forme de poudre sont déposés à la surface d'un cristal en aluminium.



Figure .III. 15: Spectre IR

### ***III.5. Chromatographie sur colonne***

Dans cette partie nous avons utilisé notre gel de silice formé comme une phase stationnaire dans la colonne (burette) pour la séparation de pigment de feuille d'arbre.

#### **III.5.1.Extraction de pigment**

- 1- Dans un mortier, couper quantité des feuilles d'arbre en petits morceaux



**Figure .III. 16:** les feuilles coupées

- 2- Ajouter un peu de sable et broyer à sec les feuilles.
- 3- Ajouter d'éthanol et continuer à broyer jusqu'à ce que le solvant soit vert foncé.



**Figure .III. 17:** feuilles écrasé

- 4- Filtrer le contenu du mortier dans un tube à essai.



**Figure .III. 18:** Filtration d'extrait

### III.5.2. Préparation de colonne

- 1- Dans une burette mettre petite morceau de coton puis versé faible quantité de sable pour régulée le niveau
- 2- Versé le gel de silice préparé dans la burette à l'aide d'un entonnoir et mettre encore quantité de sable
- 3- Préparé 10mL d'éluant contient 40% cyclohexane et 60% diéthylique éther
- 4- Ajouté à burette environ 20 gouttes de l'extrait puis versé l'éluant et laissé séparé

## Chapitre IV. Résultats et discussion

### IV.1. Analyses de l'hypochlorite de sodium

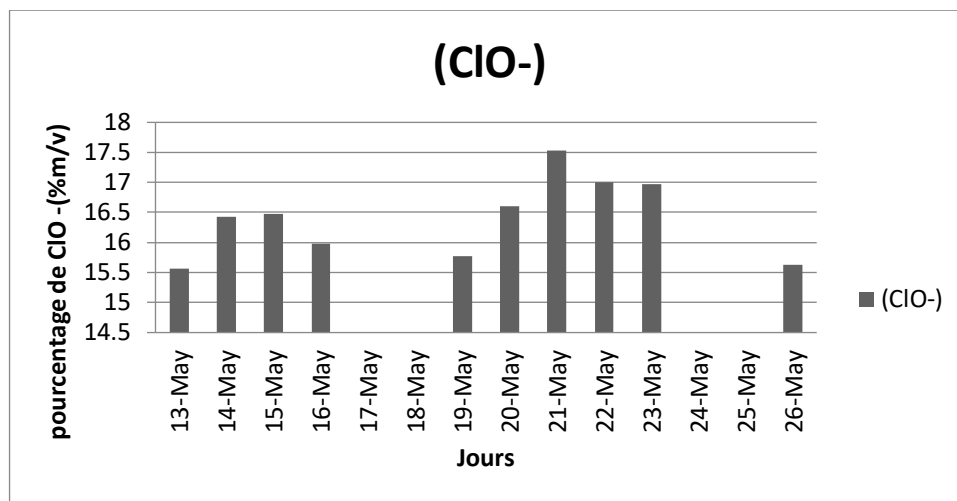
Dans cette partie, nous présentons les résultats des analyses de l'hypochlorite effectuées pendant notre période de stage. Le contrôle est effectué toutes les deux heures, et nos résultats représentent la moyenne quotidienne.

#### IV.1.1. Pourcentage de Chlore actif $\text{ClO}^-$ dans l'Hypochlorite

Les résultats des pourcentages de  $\text{ClO}^-$  dans l'hypochlorite, mesurés pendant notre période de stage, sont présentés dans le tableau (IV.1) et la figure (IV.1) suivants.

**Tableau. IV. 1:**Résultats de chlore actif

Jours	12-mai	13-mai	14-mai	15-mai	16-mai	19-mai	20-mai	21-mai	22-mai	23-mai	26-mai
Pourcentage (%) de $\text{ClO}^-$	arrêt	15,56	16,42	16,47	15,98	15,78	16,61	17,53	17	16,97	15,63



**Figure. IV. 1 :** Pourcentage de  $\text{ClO}^-$

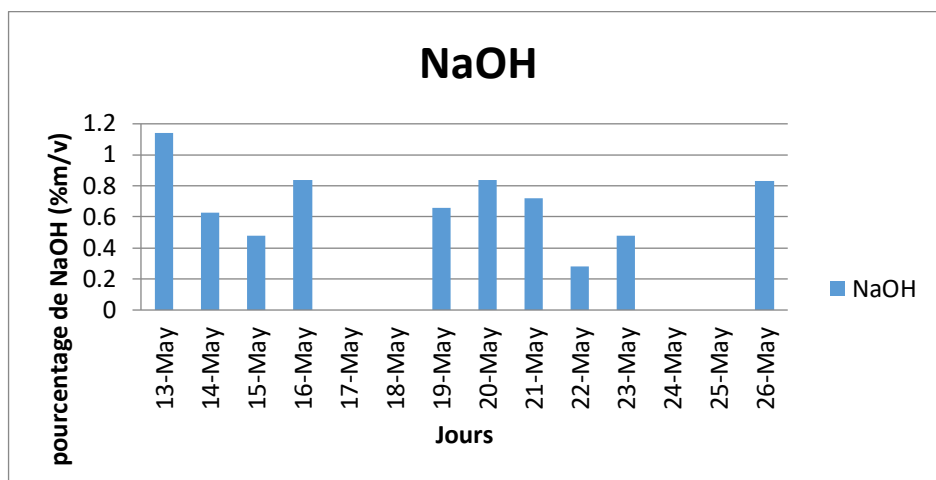
D'après les résultats obtenus ; on constate que le pourcentage de  $\text{ClO}^-$  dans l'hypochlorite se situe entre 15,56 % et 17,53 %. Ces valeurs se situent généralement dans la plage acceptable définie par les normes, qui préconise un pourcentage supérieure à 15 % et inférieure à 17 %. Cependant, pendant la période du 21 et 22 Mai il a été enregistré un pourcentage qui dépassant la limite supérieure de la plage acceptable. Pour corriger cette situation, un recyclage a été nécessaire, impliquant l'ajout de NaOH.

**IV.1.2. Pourcentage d'Hydroxyde de sodium NaOH dans l'Hypochlorite**

Les résultats des pourcentages de NaOH dans l'hypochlorite obtenus sont présentés dans le tableau (IV.2) suivant.

**Tableau. IV. 2: Résultats de pourcentage de NaOH dans NaOCl**

Jours	12- mai	13- mai	14- mai	15- mai	16- mai	19- mai	20- mai	21- mai	22- mai	23- mai	26- mai
Pourcentage (%m/v)	arrêt	1,14	0,63	0,48	0,84	0,66	0,84	0,72	0,28	0,48	0,84



**Figure. IV. 2: Evolution du pourcentage de NaOH**

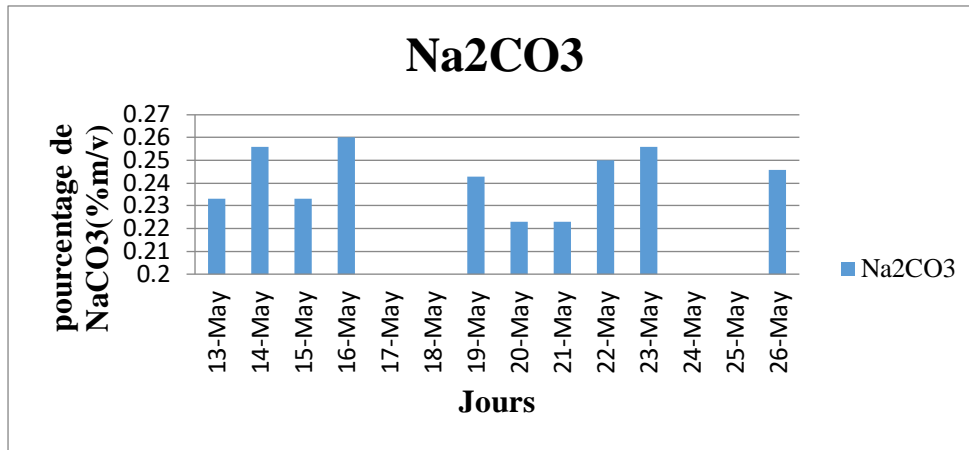
En analysant les données par rapport aux normes établies pour la teneur en NaOH (0,7-1,1 %), il est clair que certaines valeurs se situent dans cette plage acceptable, tandis que d'autres se trouvent en dehors de cette fourchette. Cela indique un besoin potentiel d'actions correctives pour réajuster les concentrations de NaOH et les ramener dans les limites acceptables. Il est crucial de maintenir une surveillance continue pour assurer la qualité et la conformité du produit final.

**IV.1.3. Pourcentage carbonate de sodium Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dans l'hypochlorite**

Les valeurs du pourcentage de carbonate de sodium Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dans l'hypochlorite sont illustrées en figure (IV.3) et résumées en tableau (IV.3)

**Tableau. IV. 3:** Valeurs de pourcentage de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Jours	13/mai	14/mai	15/mai	16/mai	19/mai	20/mai	21/mai	22/mai	23/mai	26/mai
Pourcentage (%m/v)	0,233	0,256	0,233	0,26	0,243	0,223	0,223	0,25	0,256	0,246



**Figure. IV. 3:** Pourcentage de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dans  $\text{NaOCl}$

Les résultats démontrent que les pourcentages de carbonate de sodium dans l'hypochlorite, mesurés sur plusieurs jours, restent en dessous de 0,4%. Cette conformité aux normes reflète un contrôle de qualité efficace et une cohérence dans la composition du produit, assurant ainsi sa fiabilité et sa sécurité.

#### IV.1.4. Densité de l'hypochlorite

Les résultats de densité observés sont conformes à l'intervalle spécifié de 1200 à 1230, ce qui suggère une cohérence et une conformité aux normes pour la densité de l'hypochlorite mesurée sur les jours donnés.

Les valeurs de densité de l'hypochlorite sont présentées dans le tableau (IV.4) et la figure suivante (IV.4);

**Tableau. IV. 4:** Les valeurs de densité de l'hypochlorite

Jours	13/mai	14/mai	15/mai	16/mai	19/mai	20/mai	21/mai	22/mai	23/mai	26/mai
Densité	1227	1234	1230	1226	1224	1233	1241	1235	1234	1225



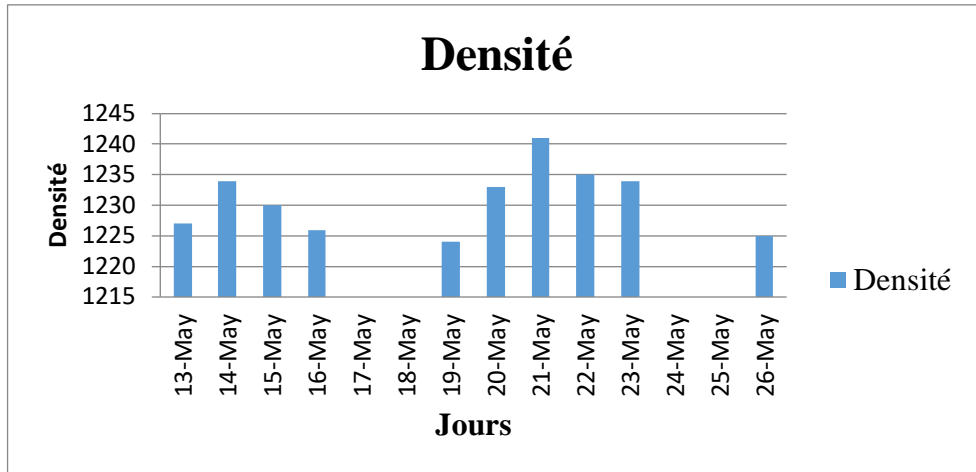


Figure. IV. 4: Valeurs de densité de l'hypochlorite

**IV.1.5. Détermination de taux de fer dans l'hypochlorite de sodium**

La figure (IV.5) montre que le taux de fer dans l'hypochlorite de sodium est très faible de l'ordre 0.014 mg/L

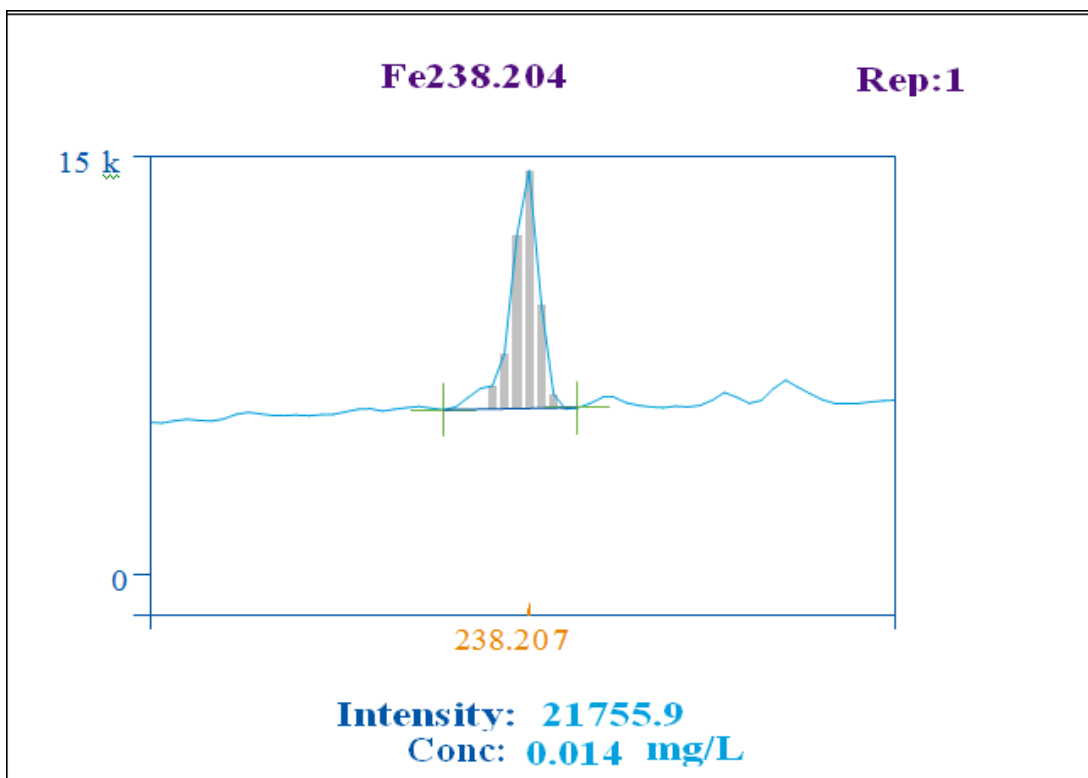


Figure. IV. 5: Taux de fer dans l'hypochlorite de sodium

## IV.2. Effet des conditions opératoires sur le rendement de formation de gel de silice

Cette partie présente notre étude visant à analyser l'impact de la concentration de silicate de sodium, de la température et de temps d'agitation sur le rendement de formation de gel de silice.

### IV.2.1. Effet de la concentration de silicate de sodium

Avant d'utiliser le silicate de sodium dans la préparation du gel de silice ; nous avons procédé à son caractérisation. Les résultats d'analyses sont résumés dans le tableau (IV.5)

**Tableau. IV. 5:** Résultats d'analyses de silicate sodium

Densité	1530
Concentration totale (% m/v)	45.71
Concentration de NaOH (% m/v)	15
Concentration de SiO <sub>2</sub> (% m/v)	30.65
Ratio	2.05

Les résultats de l'effet de la concentration de silicate de sodium sur le rendement de formation de gel de silice sont résumés en tableau IV.6 et illustrés en figure IV.6.

**Tableau. IV. 6 :** Résultats de variation de concentration

Essai	Concentration de Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (%m/v)	Masse de Si(OH) <sub>4</sub> (g)	Rendement (%)
1	0.9	0.4376	58.37
2	1.8	1.3093	87.31
3	2.7	2.0125	87.97
4	3.6	2.6385	89.46
5	4.5	3.4215	91.26

L'analyse des résultats révèle une tendance où la quantité de gel de silice formée augmente proportionnellement avec l'augmentation de la concentration dans chaque expérience. Cette augmentation de la concentration de silicate de sodium conduit à une amélioration du rendement, culminant à 91,26% avec une concentration de 4,5%.

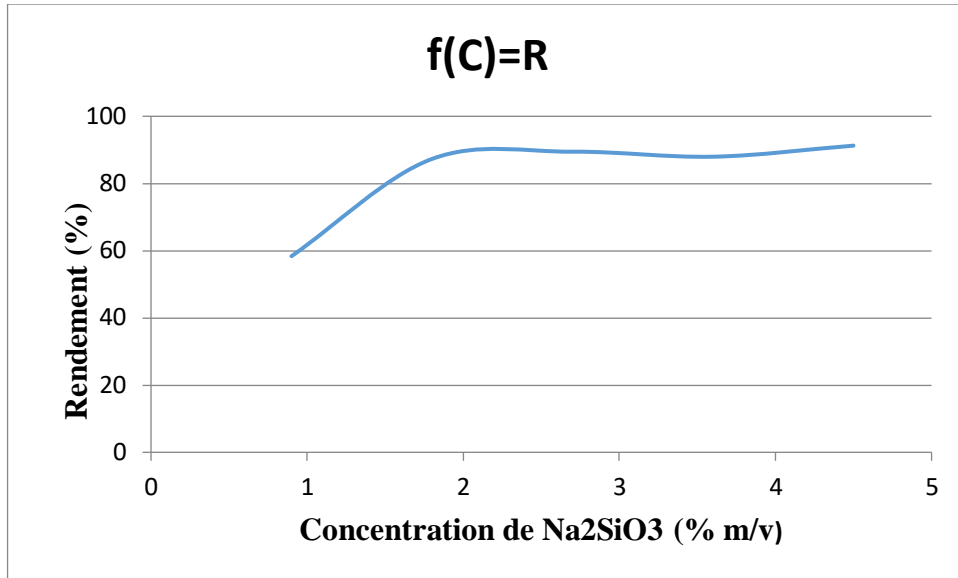


Figure. IV. 6: Evolution du rendement de gel en fonction de la concentration de Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>

#### IV.2.2. Effet de la température

En ce qui concerne l'effet du changement de température sur le rendement de formation de gel de silice, d'après la courbe présentée en Figure. IV.7 nous observons une augmentation du rendement avec l'augmentation de la température jusqu'à 70°C où un rendement maximum de 68,70% est atteint. Par contre au-delà de cette température une diminution de pourcentage de gel formé est enregistré, D'après ces résultats ont conclu que la température optimale est de l'ordre de 70°C.

Tableau. IV. 7: Résultats de variation de la température

Essai	Température (°C)	Masse de Si(OH) <sub>4</sub> (g)	Rendement (%)
1	30	0.3366	44.89
2	50	0.4356	58.37
3	70	0.5151	68.70
4	90	0.4957	66.11
5	110	0.4812	64.41

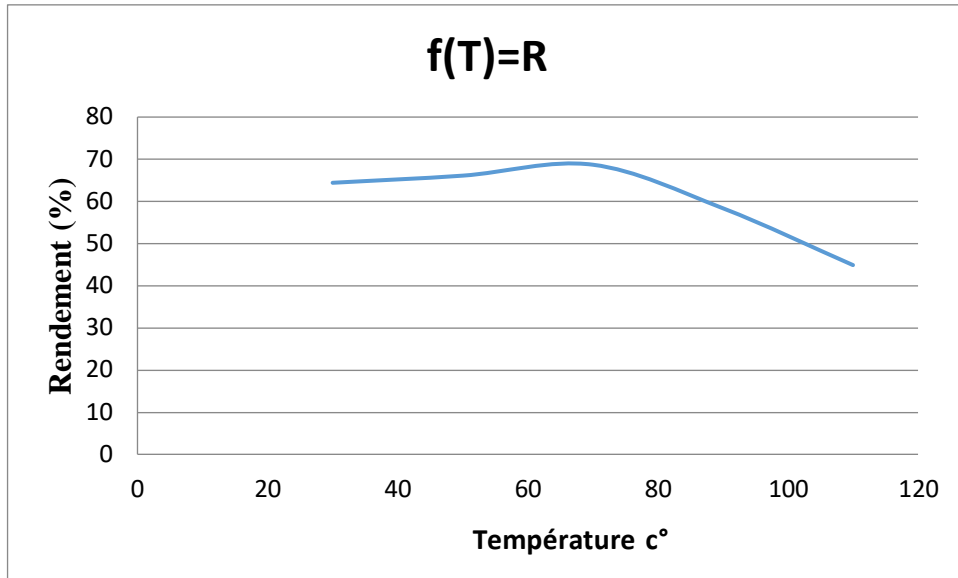


Figure. IV. 7: Variation du rendement en fonction de la température  $R=F(T)$

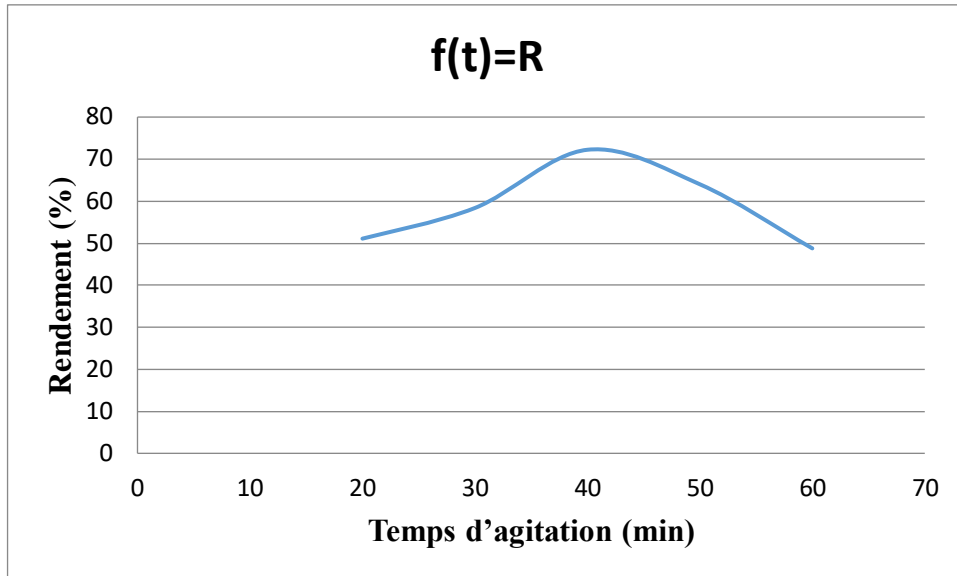
#### IV.2.3. Effet de temps d'agitation

Afin d'étudier l'effet du temps d'agitation sur le taux de formation du gel de silice, nous avons réalisé une série d'expérience en variant le temps d'agitation de 20 à 60 minutes à un intervalle de 10 minutes. Les résultats obtenus sont regroupés en tableau IV.8 et présentés en figure IV. 8 ci-dessous.

Tableau. IV. 8: Résultats de variation de temps d'agitation

Essai	Temps d'agitation (min)	Masse de $\text{Si(OH)}_4(\text{g})$	Rendement (%)
1	20	0.3830	51.08
2	30	0.4376	58.37
3	40	0.5418	72.22
4	50	0.4799	64.01
5	60	0.3656	48.76

Nous constatons une augmentation du rendement dans la formation du gel de silice. La formation du gel débute à partir de 15 minutes dans chaque expérience et atteint le meilleur rendement 72,22% à 40 minutes, puis commence à diminuer à partir de 60 minutes.



**Figure.IV. 8:**Courbe présente  $R=F(t)$

D'après notre étude ont conclu que les conditions optimal de fabrication de gel de silice sont : la température  $70^{\circ}\text{C}$ , concentration 4.5 (%m/v) et temps d'agitation 40 min.

### IV.3. Analyses de gel de silice

#### *IV.3.1. Analyse par spectrophotometrique infrarouge*

La structure chimique de gel de silice préparé a été étudiée par la spectroscopie IRTF ; les spectres IRTF sont présentés en figure IV.9 et IV.10. On observe que les deux spectres sont presque identique, ils présentent plusieurs bandes caractéristiques de gel de silice à différentes longueurs d'ondes, par exemple une bande IR à  $3500\text{cm}^{-1}$  à  $3700\text{cm}^{-1}$  qui correspond au groupement OH de silanol (Si-OH) et une bande à  $1100\text{cm}^{-1}$  correspond aux vibrations d'allongement des liaisons (Si-O) siloxane.

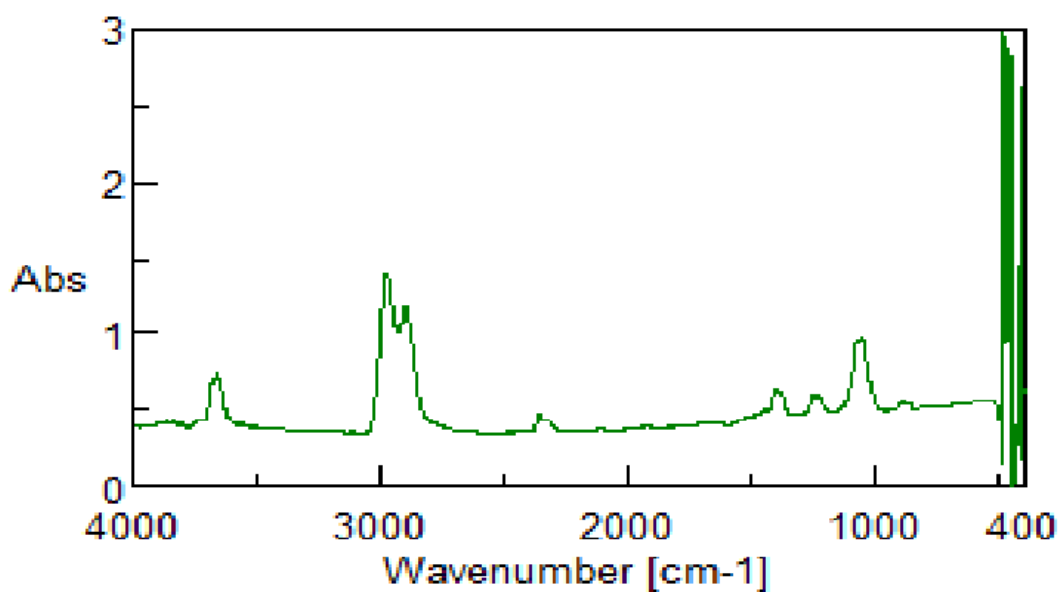


Figure. IV. 9: Spectres IR de gel silice à 50°C

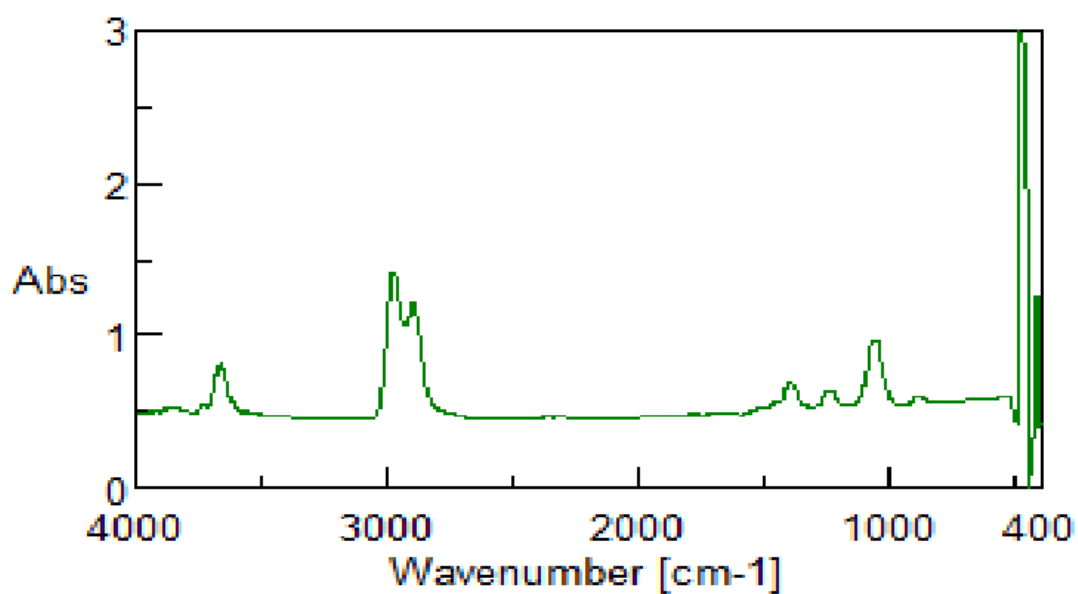


Figure. IV. 10: Spectres IR de gel silice (changement de concentration)

### IV.5. Chromatographie sur colonne

L'une des applications de gel de silice et la séparation par chromatographie sur colonne. D'après cette analyse nous avons essayé de séparer les différents extraits (pigments) d'une plante. Après l'ajout de l'éluant on observe le début de la séparation de phase d'extrait de différentes couleurs. D'après nos résultats ; les feuilles contiennent la chlorophylle b qui correspond à la couleur vert-jaune et le carotène de coloration orange

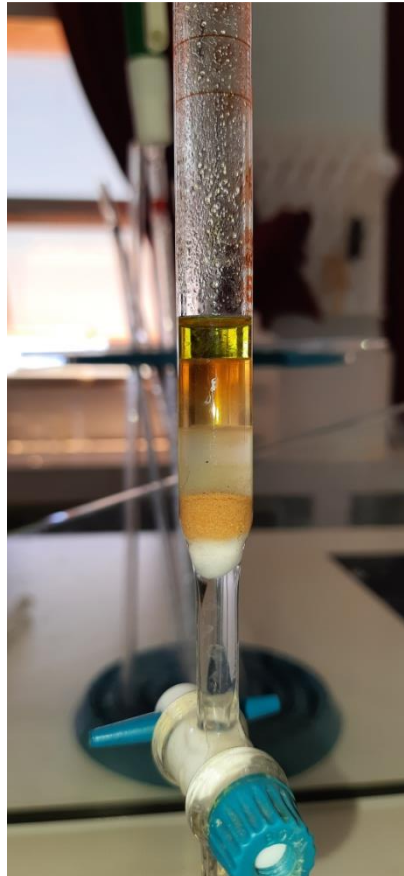


Figure. IV. 11: Début de séparation



**Figure. IV. 12:** les solutions colorées obtenus



## Conclusion

L'étude réalisée dans le cadre de ce mémoire a permis le suivi et le contrôle de qualité des produits commercialisés par l'entreprise ADWAN CHEMICALS ; d'une part et d'autre part une synthèse d'un gel de silice destiné pour une application de séparation en colonne est réalisée.

- Les différentes analyses réalisées sur l'hypochlorite de sodium ,ont montré que les résultats obtenus dépendent aux exigences des normes optimales
- L'effet des paramètres opératoires (température, concentration, temps d'agitation) sur le rendement de formation de gel de silice ont permis de conclure que les conditions idéales pour obtenir un rendement élevé sont une température de 70 c°, une concentration de 4.5 %m/v et un temps de 40 min.
- Pour vérifier l'efficacité de notre préparation de gel on l'a appliquée dans une colonne de chromatographie pour séparer des pigments des feuilles d'arbre. Les résultats de la chromatographie ont révélé l'efficacité du gel préparé et que les feuilles contiennent la chlorophylle b qui correspond à la couleur vert-jaune et le carotène de coloration orange.

## Références

- [1] : AMIRAT Baya et TOUBAN Djawhar, ETUDE DU GENERATEUR ELECTROCHIMIQUE DU CHLORE ACTIF POUR LA PRODUCTION DE L'EAU DE JAVEL, Université de Ghardaïa Faculté des Sciences et Technologies Département de Génie des Procédés 2019/2020
- [2] : Manuel de l'entreprise ADWAN CHEMICAL Algérie
- [3] : Siaka DIAKITE ; Utilisation des solutions d'hypochlorite de sodium au CHU du point-G ; UNIVERSITE DE BAMAKO ; Faculté de Médecine, de Pharmacie et D'Odontostomatologie Année Universitaire : 2007-2008
- [4] : Dossier L'Eau de Javel Solution aqueuse d'hypochlorite de sodium ,CSNEJ 05/2010
- [5] :Frédéric Élie, novembre 2009 - <http://fred.elie.free.fr> - page 9/9)
- [6] :AWWA (American Water Works Association). Standards des Hypochlorites. 1999, page : 921
- [7] :UIC (Union des Industries Chimiques). Molécules. 1983, page : 786
- [8] : <http://www.ecoconso.be/>)
- [9] : .I. Muranyi-kovacs, P. Micco. Pourquoi, quand et comment utiliser l'eau de Javel ? 1993, pages : 115
- [10] : Dennen, W.H. Stoichiometric substitution in natural quartz , Geochimica et Cosmochimica Acta n°30.(1966)
- [11] :Weil J.'A review of the EPR spectroscopy of the point defect in  $\alpha$ -quartz, in the decade 1982-1992
- [12] : Marteau P. avec la collaboration de Chassagnac D., Hom L., Jallon S., Lefebvre G. (2016) – Mémento Silice industrielle. Rapport final. Rapport BRGM/RP-66167-FR, 66 p. 29 fig., 5 tabl.
- [13] : AIBOUT Mahmoud -OUTMEZAB Elhadi, Synthèse et caractérisation d'un catalyseur à base des sous-produits siliceux du kaolin. Université A. MIRA - Béjaïa Faculté des Sciences Exactes, 2018-2019
- [14] : B. Blland et G. Barbottin, Defects in silica films, their nature. their properties tire d'instabilities in silicon devices, G.Barbottin et A.Vapaille, Elsevier editions, volume(1), pages 104-149 (1986).

- [15] : <http://nova-globe.com/silicate-de-sodium>
- [16] : D. Brahmi, « Utilisation des sous-produits siliceux du kaolin en vue de l'élaboration d'un matériau électrochrome », thèse de doctorat, Université A.Mira Bejaia, 2015.
- [17] : J.G. Vail, "Soluble silicates: Their properties and uses". Reinhold, New York, 1952.
- [18] : W.H. Dokter, H.F. Van Garderen, T.P.M. Beelen, J.W. de Haan, L.J.M. Van de Ven, R.A. Van de Santen, Gel transformations in silica: a combined NMR and SAXS study. Colloids and Surface A: physicochemical and Engineering Aspects, vol. 72, (1993), pp. 165-171.
- [19] : O. Anki, mémoire de master, de l'université de bejaia « Etudes des propriétés adsorptives du gel de silice produit à partir des sous-produits du kaolin » 2008.
- [20] : C.Salim, Propriétés des fenêtres optiques ZnO:Al pour cellules solaires en couches minces à base de cigs, mémoire de magister, université ferhat abbas –setif –ufas (algerie) ,2012,page30.
- [21] : E.Abdellah , Contribution au Développement des Matériaux Nano-Composites à Base de ZnO et Polymère Etude Structural et Optique, Mémoire de Magister en physique Université des Frere Mentouri Constantine,2015,page :21.27.45.
- [22] : V. Khenifi, Z.Bouberka, F.Kameche, Z.Derriche, « adsorption study of an industriel dye by an organic clay », adsorption 13(2007).
- [23] : M. J. Wyart, M. J. A. « Thomas, principes de radiocristallographie », ed. Masson et Cie, (1960).