

Figure 1.a : Procédé de fabrication d'une microélectrode de carbone. Capillaire en verre de diamètre externe 1,0mm et de diamètre interne 0,5mm (1) étiré en son centre et coupé (2) pour former une ouverture de conique de diamètre faible. Introduction (3) d'une fibre de carbone de 7 μ m de diamètre dans l'ouverture formée puis scellage de l'extrémité (4) au chalumeau. Remplissage (5) du capillaire de poudre de graphite pour assurer un contact électrique. Insertion (6) d'un fil d'acier pour assurer la possibilité d'un contact et scellage de cette extrémité à la colle de silicone. Polissage sur papier abrasif micrograins P2500 (7) de la microélectrode pour assurer une surface de contact circulaire de 7 μ m de diamètre.

Figure 1.b : Photographie au microscope de la pointe d'une microélectrode fabriquée dans le cadre de nos recherches. Des micro bulles se sont formées autour de la fibre de carbone par combustion lors du scellage de l'extrémité au chalumeau.

Figure 1.c : Mesure volta ampérométrique dans l'Ethyl-Methyl Imidazolium Hydrogen Sulfate pur à 150 $^{\circ}$ c avec un montage à 2 électrodes (électrode de travail et contre électrode). La fenêtre électrolytique s'étend au-delà de -4V en réduction ce qui assure la capacité du système à réduire des ions Al³⁺ d'après la littérature.

Figure 2.a : Expérience de RMN 500MHz sur des noyaux d'aluminium.

L'échantillon donnant le signal violet est une suspension de Gibbsite (signal s'étalant de 10 à -5 ppm) dans de l'eau contenue dans un tube constitué d'aluminium (signal élargi entre 25 et 75ppm). Le pic fin vert 80 ppm semble être un artefact.

Le spectre vert correspond à un 0,245g de gibbsite dissoutes pendant 72h à 220°C dans 12,49g d'EMIM- HSO_4 . Le faible signal à 5 ppm correspond a de la gibbsite non dissoute.

Le triplet à -15ppm correspond à des ions aluminium en solution dans le liquide ionique.

Ce résultat confirme le pouvoir de dissolution du liquide ionique sur les oxyde d'aluminium.

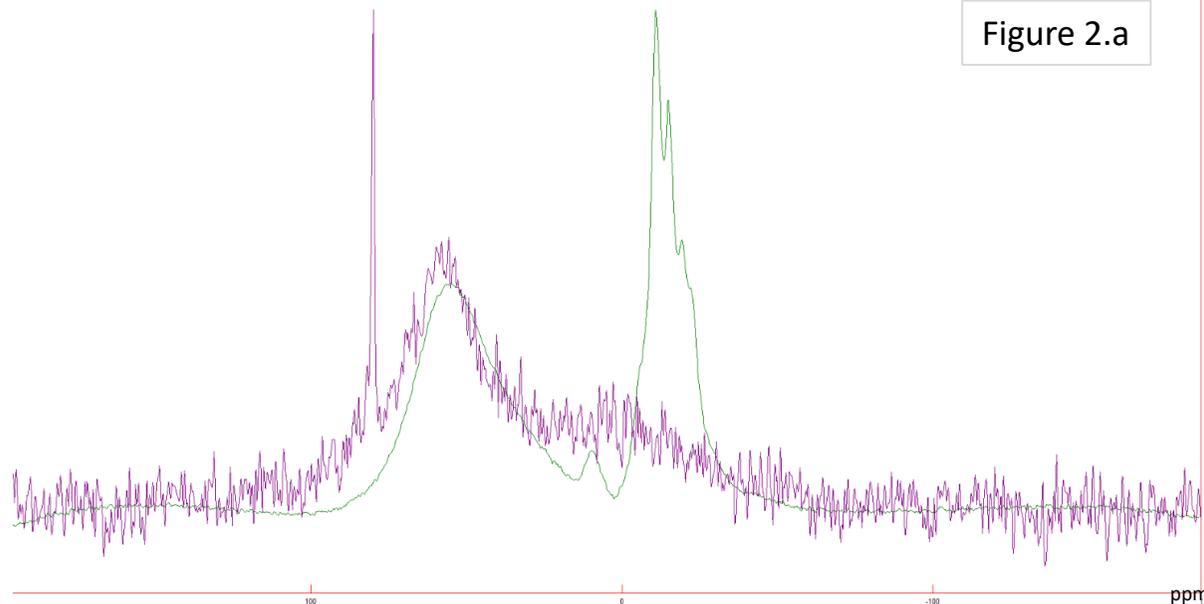


Figure 2.a

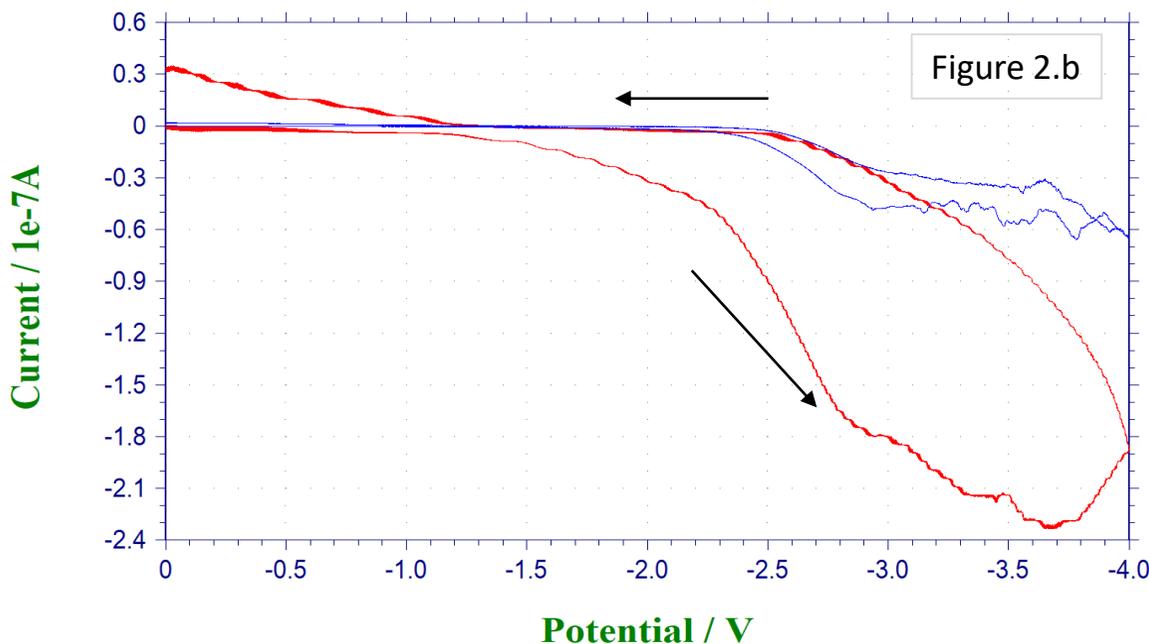


Figure 2.b

Figure 2.b : Expérience de voltamétrie sur le liquide ionique (EMIM- HSO_4) pur à 180°C (en bleu) et sur le liquide ionique contenant des ions Al^{3+} issus de la dissolution de Gibbsite à 217°C (en rouge).

La différence d'intensité relevée est directement due à la différence de température des deux solutions testées.

Il n'est pas observé de phénomène de réduction sur la courbe rouge, nos expériences n'ont pas permis de mettre en évidence la réduction des ions Al^{3+} malgré leur présence attestée par RMN.



Figure 3.a.

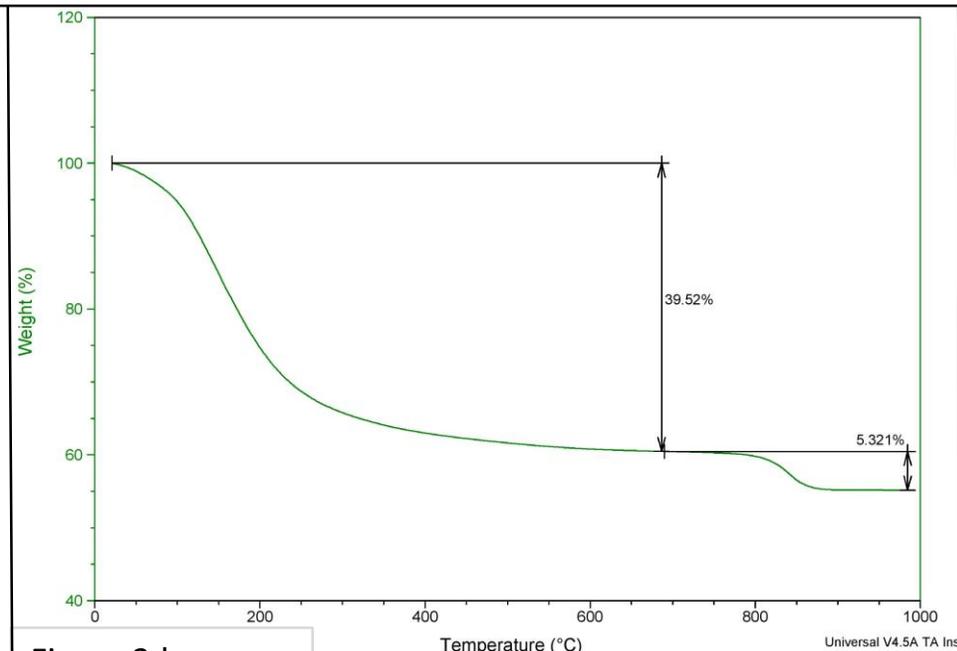


Figure 3.b.

Photographie (Figure 3.a.) : Electrodes de carbone (diamètre 1 mm) plongeant dans un mélange de Liquide Ionique (1-Ethyl-3-methylimidazolium sulfate d'hydrogène) et de Gibbsite ($\text{Al}(\text{OH})_3$) à 20% en masse introduite et 5% mesurés (quantification effectuée par RMN de l'Aluminium) pour $T = 160^\circ\text{C}$. La solution a précédemment été chauffée à 150°C pendant 48h à 0,025 bar afin de retirer l'eau adsorbée (cf Figure 3.b.). La faible quantité réelle de Gibbsite par rapport à celle initialement désirée est liée à la cinétique de dissolution de celle-ci dans le liquide ionique. Pour cette solution, la poudre de Gibbsite a été mise en solution à 180°C durant 43h. La présence de bulles sur la cathode indique la réduction de l'eau en dihydrogène gazeux. Celle-ci se produit à la place de la réduction souhaitée de la Gibbsite en Aluminium métallique.

Graphique (Figure 3.b.) : Courbe d'ATG (Analyse Thermogravimétrique) de 13,8750 mg de Gibbsite en poudre portée de 20°C à 1000°C avec une rampe de $20^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. La présence d'eau est largement avérée. La première perte de masse autour de 100°C constitue l'évaporation de l'eau résiduelle adsorbée. La seconde est liée à la formation d'Alumine alpha Al_2O_3 par calcination selon la réaction $2 \text{Al}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$. On notera par ailleurs que l'eau adsorbée ne s'échappe pas si la Gibbsite est mise en solution puis chauffée à pression atmosphérique. Il est nécessaire d'abaisser la pression sous 0,1 bar et de chauffer à $T = 150^\circ\text{C}$ afin de retirer cette eau.