



HAL
open science

Quantification post-synthèse par sp-ICPMS de nanoparticules de magnétite encapsulées dans un nanocomposite hybride cœur-coquille

Antonia Toska, Fanny Claverie, Dominique Foix, Christophe Pecheyran,
Joachim Allouche

► To cite this version:

Antonia Toska, Fanny Claverie, Dominique Foix, Christophe Pecheyran, Joachim Allouche. Quantification post-synthèse par sp-ICPMS de nanoparticules de magnétite encapsulées dans un nanocomposite hybride cœur-coquille. Spectratom 2022, May 2022, PAU, France. 2022. hal-04718351

HAL Id: hal-04718351

<https://univ-pau.hal.science/hal-04718351v1>

Submitted on 2 Oct 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Quantification post-synthèse par sp-ICPMS de nanoparticules de magnétite encapsulées dans un nanocomposite hybride cœur-coquille

Toska Antonia*, Claverie Fanny, Dominique Foix, Pécheyran Christophe, Allouche Joachim

Institut des Sciences Analytiques et de Physico-Chimie pour l'Environnement et les Matériaux, Université de Pau et des Pays de l'Adour France

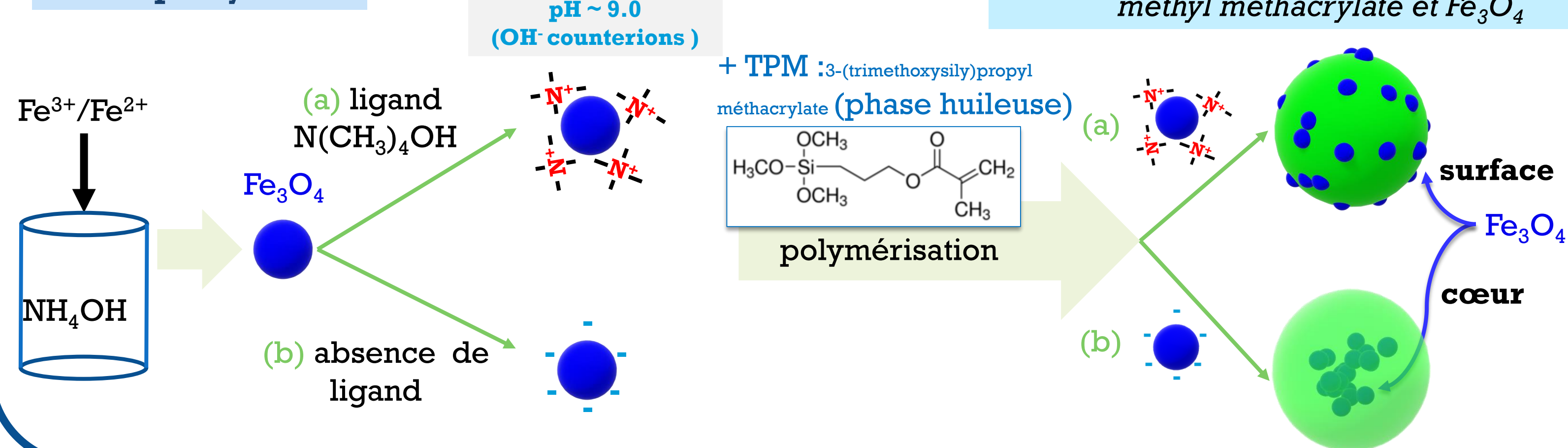
*email: aitoska@univ-pau.fr

Résumé

Avec l'essor des nanosciences au cours des dernières décennies, la conception et le développement de nanomatériaux fonctionnels avancés ont connu une expansion importante et rapide en raison de leur potentiel élevé dans un large éventail d'applications telles que l'électronique, le stockage de l'énergie, l'optique, la catalyse et la nanomédecine.¹ En particulier, les nanoparticules cœur-coquille multifonctionnelles sont apparues comme des entités nanométriques attrayantes et prometteuses, car elles sont capables de combiner plusieurs fonctions en une seule unité. Dans ce contexte, la conception de particules contenant des colloïdes d'oxyde de fer est devenue un domaine de recherche intense en raison de leurs grandes potentialités pour les applications biomédicales.^{1,2} Les principaux défis dans ce domaine comprennent un contrôle précis de la taille de dispersion des colloïdes magnétiques et des particules encapsulantes, un équilibre subtil entre une charge élevée en oxyde de fer et une bonne dispersion des colloïdes piégés, ainsi qu'une chimie de surface appropriée qui devrait garantir la biocompatibilité des particules et, si nécessaire, permettre une bio-fonctionnalisation ultérieure.³ Dans ce travail, nous décrivons une stratégie utile pour contrôler le taux de magnétite intégrée dans des particules hybrides de silice/méthacrylate, en utilisant ICPMS fonctionnant dans le mode de particule unique (sp). Les résultats fournissent une quantification post-synthèse des colloïdes d'oxyde de fer dans le noyau qui a été corrélée aux propriétés magnétiques et permettent l'optimisation des conditions d'élaboration. Enfin, pour fournir une image complète des propriétés physico-chimiques des matériaux, notamment en termes de localisation de l'oxyde de fer, de taille des particules et de composition chimique, des techniques de microscopie électronique (SEM, TEM) et de spectroscopie photoélectronique (XPS, Auger) ont également été utilisées en combinaison avec le sp-ICPMS.

Synthèse et caractérisation des nanoparticules

1^{ère} étape: Synthèse



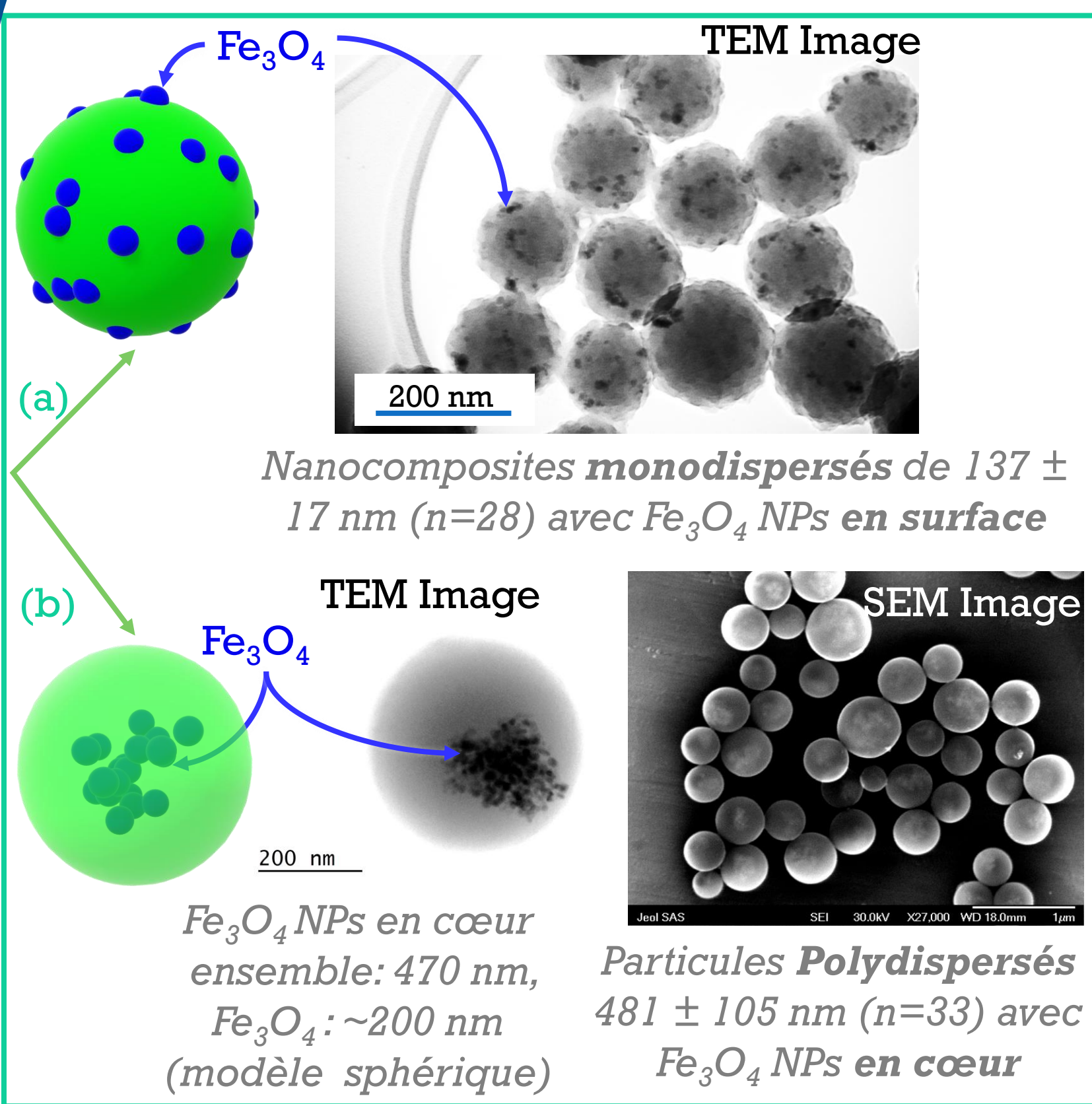
2^{ème} étape : Caractérisation

- Sp-ICPMS : Agilent 8900 ICP-QQQ (mode MS/MS, H₂ 7 ml/min) (Fe₃O₄ fraction massique en Fe=1.381) : analyse inorganique
- X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) : analyse chimique de la surface (>10 nm)
- Spectroscopie Auger : cartographie chimique de surface/ coupe transverse
- Microscopie électronique SEM et TEM

Résultats

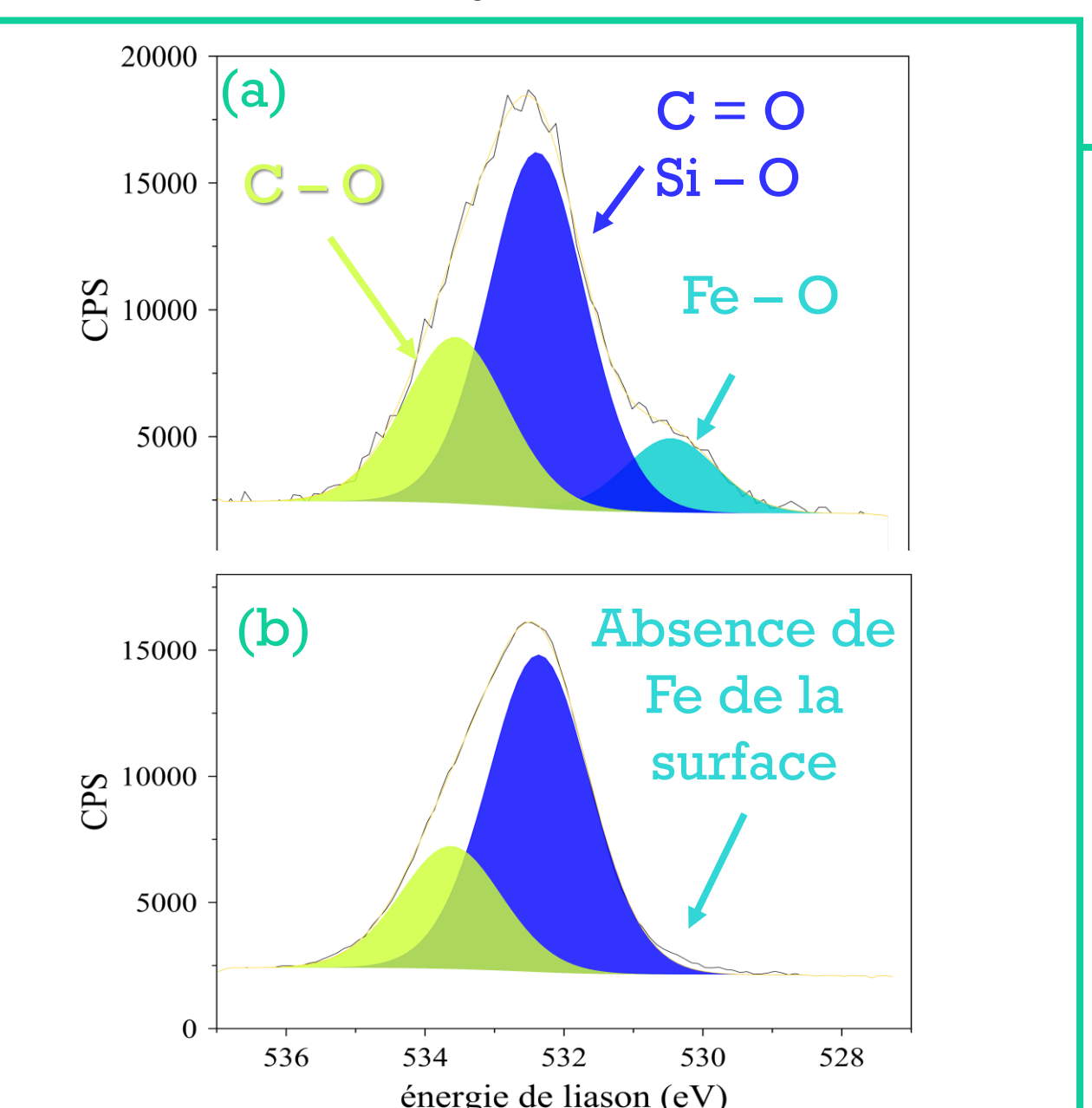
SEM/TEM

Différences de morphologie des produits de polymérisation de TPM en présence de Fe₃O₄, selon le mode de synthèse – (a) avec (b) sans ligand :



XPS

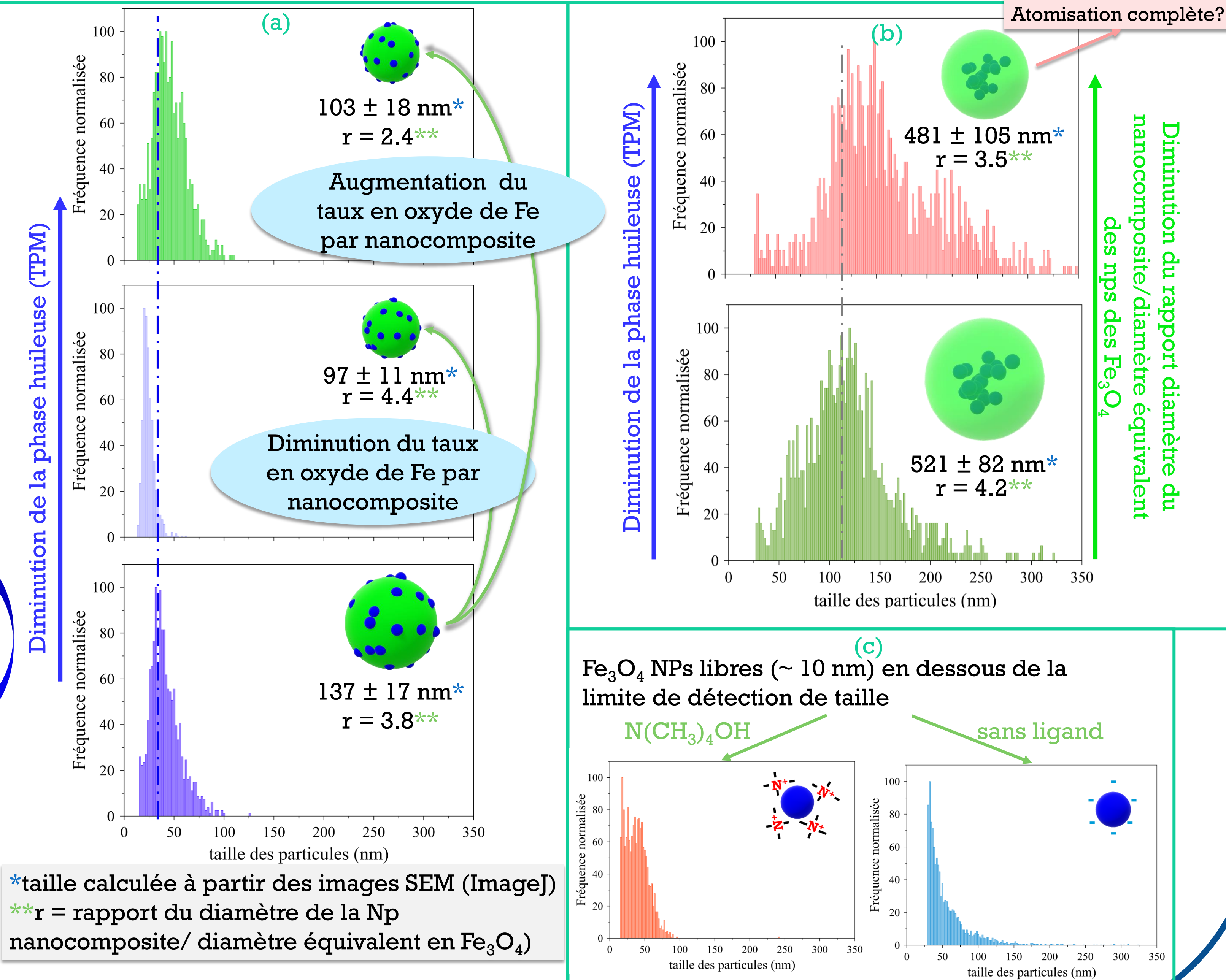
Absence de O 1s signal de la liaison Fe-O de la surface des nanocomposites préparés avec Fe₃O₄ sans ligand :



Sp-ICPMS

Contrôle du taux d'oxyde de Fe des nanocomposites avec Fe₃O₄ (a) en surface (b) en cœur. Comparaison avec la taille obtenue par SEM pour l'ensemble du nanocomposite :

Distributions de la taille des nanocomposites avec Fe₃O₄ NPs (a) en surface (b) en cœur, préparées avec différentes fractions volumiques huile et (c) Fe₃O₄ NPs libres



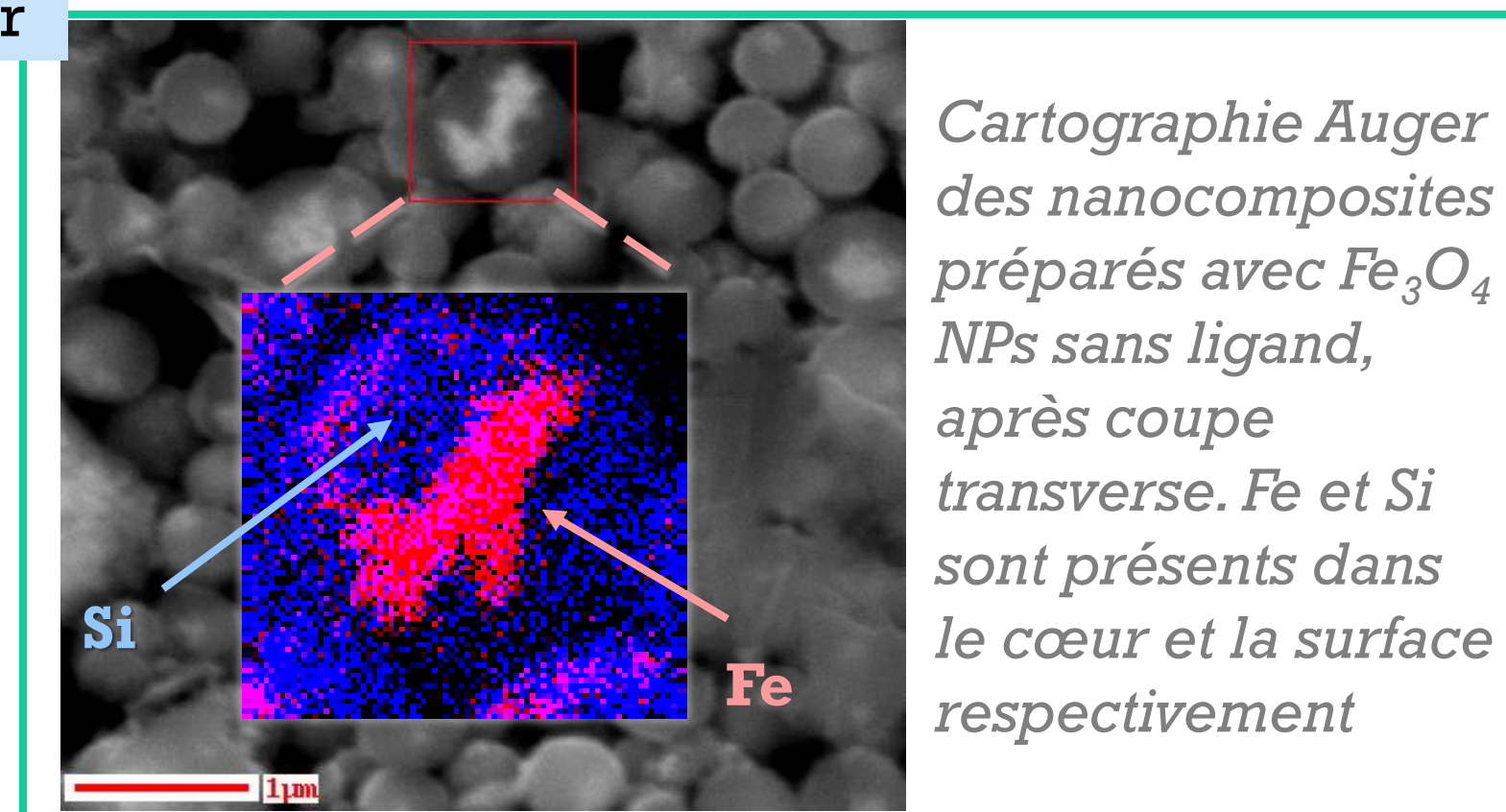
Coupe transverse et Auger

Fe en surface

Fe en cœur

En cours....

Fe présent dans le cœur des nanocomposites préparés avec Fe₃O₄ NPs sans ligand:



Conclusions

- Polymérisation de TPM en présence des Fe₃O₄ NPs en absence de cations ammonium quaternaires autour:
 - SEM/TEM : ~500-600 nm **polydispersés**
 - Localisation sélective des Fe₃O₄ NPs **au cœur** des nanocomposites polymérique hybrides (Si-méthyl méthacrylate) confirmée par analyse XPS et Auger. Cartographies des nanocomposites après coupe transverse
 - Fe₃O₄ par nanocomposite **non homogène**
 - Augmentation du taux de Fe** par ensemble quand le fraction volumique de TPM diminue (confirmé pour 2 fraction volumiques)
- Polymérisation de TPM en présence des Fe₃O₄ NPs avec de cations ammonium quaternaires autour:
 - SEM/TEM : ~100-130 nm **monodispersés**
 - Localisation des Fe₃O₄ NPs **en surface** des nanocomposites polymérique hybrides (Si-méthyl méthacrylate) confirmée par analyse XPS (coupes transverses et cartographies Auger en cours...)
 - Fe₃O₄ par nanocomposite **homogène**
 - Taux volumique maximal en oxyde de fer obtenu : 7 % (volume Fe₃O₄ équivalent/ volume Np nanocomposite)

Perspectives

- répétition des synthèses et sp-ICPMS pour confirmer la répétabilité
- Amélioration du limite de détection de la taille par sp-ICPMS
- Contrôle de la monodispersité des particules Fe₃O₄ NPs cœur- TPM polymérisé coquille

Références

- (1) S. Mourdikoudis et al., Adv. Sci. 8.12 (2021), 2004951
- (2) K. Li et al., Compos. B: Eng. 228 (2022), 109401
- (3) N. Zhu et al., J. Nanomater. 8.10 (2018) 810
- (4) S. Sacanna et al., Adv. Mater. 19.22 (2007) 3824-3826

Remerciements

Ce travail a été possible grâce au prix de Prix Eliane et Gérard Pauthier (fondation de France) et au financement (ANR Nanoscope 2021-2024)