

**Dissolution des nanoparticules oxydées et métallique:
effet de la taille, morphologie, et réactivité interfaciale**

Acronyme : **NanoDissous**

Principaux résultats:

La dissolution des nanoparticules et le relargage d'ions toxiques est un paramètre souvent invoqué dans les études d'impacts des (éco)toxicologiques des nanomatériaux. Or à l'échelle nanométrique, les particules inorganiques (< 20-30 nm) ont un rapport surface/volume élevé et un excès d'énergie en surface qui peut leur conférer une réactivité en solution très spécifique. Elles ont donc un comportement en solution (e.g. dissolution, adsorption, agrégation) qui ne peut être prédit ou étudié comme celui de microparticules.

En 2011, dans le cadre du projet *NanoDissous* (financement FR-ECCOREV), une collaboration a été initiée entre le CEREGE et le Laboratoire Chimie de Provence afin de comprendre comment les lois de dissolution sont affectées par l'évolution de la surface lorsqu'on passe de l'échelle micrométrique à l'échelle nanométrique.

L'objectif du projet *NanoDissous* est d'étudier comment la taille des nanoparticules inorganiques, leur morphologie, leur cristallinité, influent sur le déplacement des constantes de dissolution. Ce projet s'est déroulé en deux phases. La première a concerné la synthèse et la caractérisation de nanoparticules (AlOOH et $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$) de taille, forme et nature cristalline définies. La deuxième phase concerne le suivi de la dissolution des nanoparticules par analyses chimiques et thermodynamiques.

L'étape 1 a été plus longue que prévue puisque des optimisations dans la synthèse des nano- AlOOH ont été faites. La boehmite est synthétisée par alcalinisation d'une solution de nitrate d'aluminium (0.1 M) par une solution de soude à 1 M à température ambiante et pH contrôlé à 8, 9 et 10. Les suspensions mûrissent ensuite pendant une semaine à 95°C. En sortie d'étuve, les particules sont récupérées par centrifugation, lavées 3 fois pour éliminer la force ionique, et redispersées dans l'eau milli-q.

Les points de charge nulle (PCN) des particules d' AlOOH synthétisées ont été mesurés par suivi du potentiel zéta (*Zetasizer, Malvern*) en fonction du pH (Figure 1). Indépendamment du pH de synthèse, les particules ont toutes un PCN vers pH ~ 8.7. Les diamètres hydrodynamiques des particules mesurés à pH = 3 (*nanoZS, Malvern*) sont assez hétérogènes allant de 80 nm pour les particules synthétisées à pH 8 à 450-500 nm pour les particules synthétisées à pH 9 et 10. Des analyses par microscopie électronique en transmission ont été effectuées au CP2M à St Jérôme pour déterminer la taille et forme des particules primaires (Figure 2).

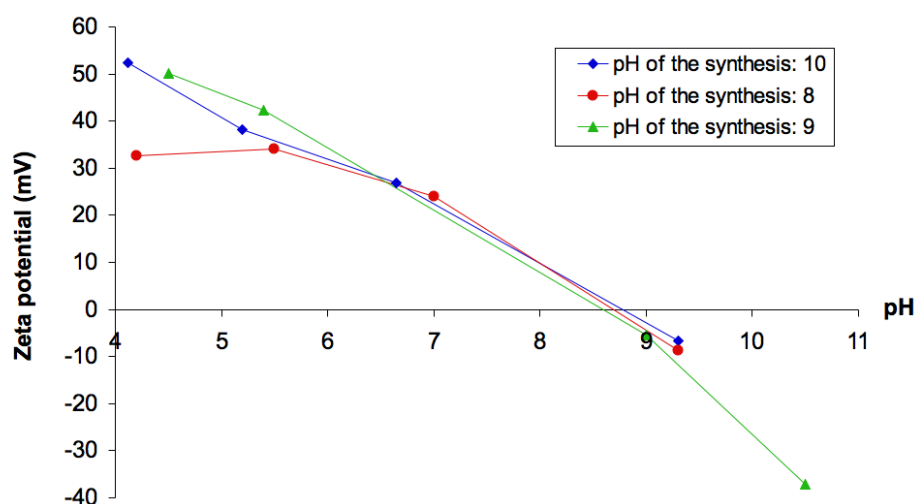


Figure 1. Évolution du point de charge nulle de particules d'AlOOH synthétisées à pH 8, 9 et 10. Concentration en AlOOH initiale : 20 mg/L

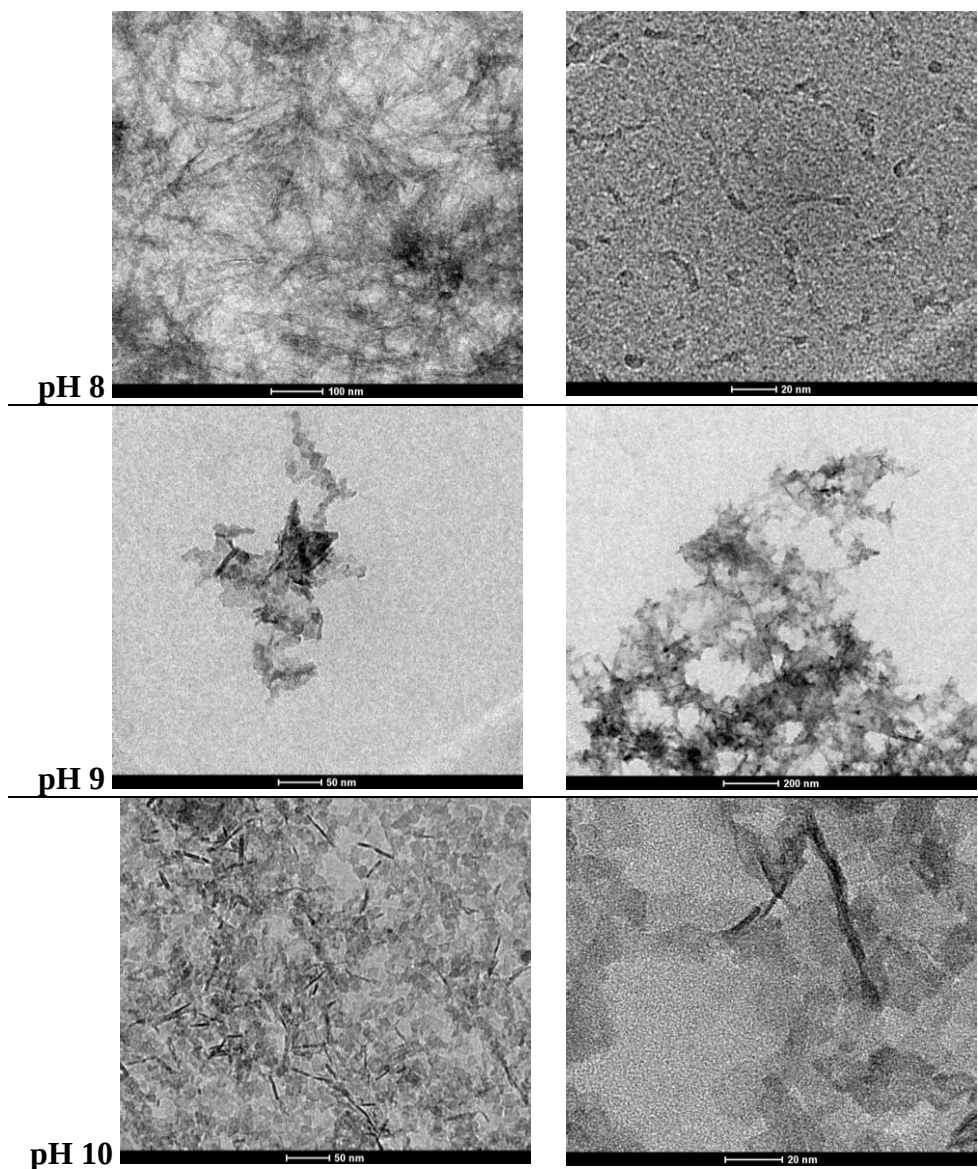


Figure 2. MET images des nanoparticules d'AlOOH synthétisées à pH 8, 9, et 10.

Les particules d'AlOOH synthétisées à pH 8 et 9 forment des agrégats d'aspect fibreux constitués de particules orientées. En revanche, les AlOOH synthétisées à pH 10 sont sous la forme de chapelets des nanoparticules pseudohexagonales. Ce changement de forme est le résultat attendu afin de pouvoir étudier la dissolution de nanoparticules présentant des faces cristallines différentes et donc des réactivités de surface différentes.

Dans le cadre de l'**étape 2** de *NanoDissous*, le financement de ce projet par la FR-ECCOREV nous a permis d'obtenir **un financement par le réseau C'nano PACA** de 8 000 euros pour de l'équipement (lyophilisateur + bain thermostaté). Cela nous a permis d'optimiser les protocoles expérimentaux permettant (i) de suivre la dissolution dans des conditions mieux contrôlées et (ii) de préparer les échantillons pour les analyses thermodynamiques (enthalpie d'immersion et d'adsorption). De plus, l'achat d'une ICP-MS par le CEREGE en 2012 va nous permettre de suivre finement la dissolution à de faibles doses. Ces expériences débuteront dans les semaines à venir

Communication orale:

Auffan, M.; (conférencière); Denoyel, R.; Beurroies, I.; Rose, J.; Masion, A.; Bottero, J.-Y. Comportement des nanomatériaux dans l'environnement: effet de la taille, forme, réactivité de surface sur la dissolution. Journées Scientifiques C'Nano PACA 2012, Juin 2012, Porquerolles.

Orateur:

Melanie Auffan, CEREGE, Europole de l'Arbois, BP80, 13545 Aix en Provence
auffan@cerege.fr
04 42 97 15 43

Apport de poster: non