



Elaboration et caractérisation d'hétérostructures graphène – polymères – nanoparticules métalliques pour la capture de gaz

M. DIENG¹, B. CARBONNIER¹, S. MAHOUCHE-SERGUI¹,
D. GRANDE¹

¹ *Univ Paris Est Creteil, CNRS, ICMPE, UMR 7182, 2 rue Henri Dunant,
94320 Thiais, France*

* Auteur correspondant : mbye.dieng@cnrs.fr

**49^{èmes} Journées
d'Etudes des Polymères
(JEPOs 2022)**

**Du 2 au 7 octobre 2022
À Bussang (Vosges)**



Plan de la Présentation



Contexte & objectifs

Synthèse & Caractérisations

Adsorption de CO₂

Conclusions & perspectives

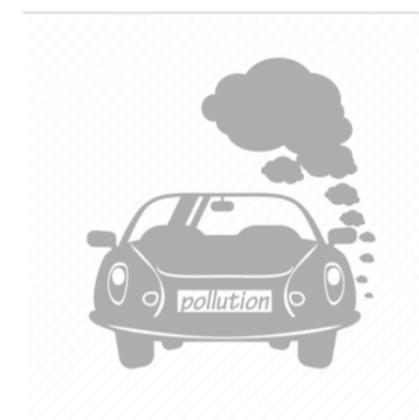
Contexte & objectifs

❖ Augmentation croissante de la quantité de CO₂ dans l'atmosphère

- Activités humaines
- Activités industrielles

Impact environnemental

Gaz à effet de serre



❖ Des investissements croissants pour limiter la quantité de gaz à effet de serre

▪ Techniques de capture de CO₂

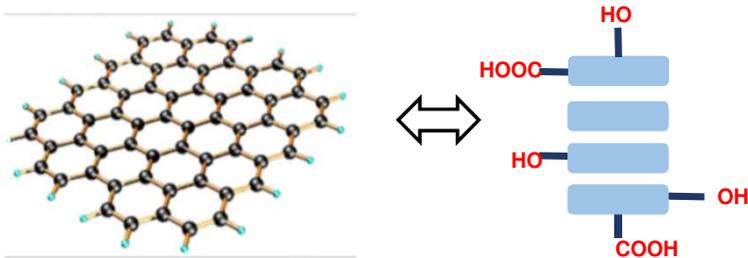
Développement de nouveaux matériaux nanocomposites faciles à mettre en évidence capables de capturer sélectivement le dioxyde de carbone.

Contexte & objectifs

□ Nanocomposites ternaires pour la capture du CO₂

○ Graphène-polyéthylèneimine-nanoparticules métalliques

❖ Graphène



- Surface spécifique élevée = 2600 m².g⁻¹
- Excellentes propriétés mécaniques = module Young 1 TPa.

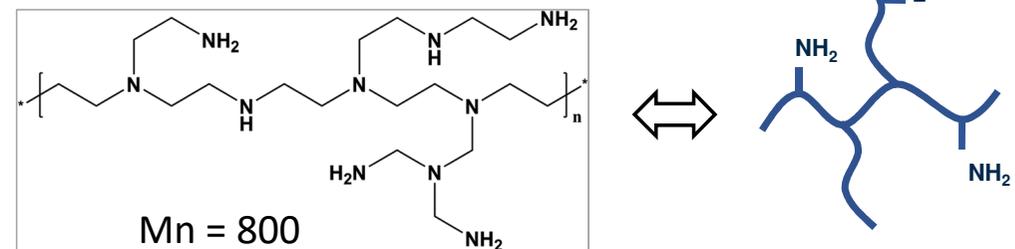
Lee et al. SCIENCE. Jul 2008; Vol 321:385-388.

Wang et al. Nat Chem. août 2010;2(8):661-5.

❖ Polyéthylèneimine (PEI)

- Densité élevée de fonctions amine
- Complexation des nanoparticules métalliques
- Affinité vis-à-vis du CO₂

Mei et al. Sci Technos. Sep 2018;53(11):1628-37.



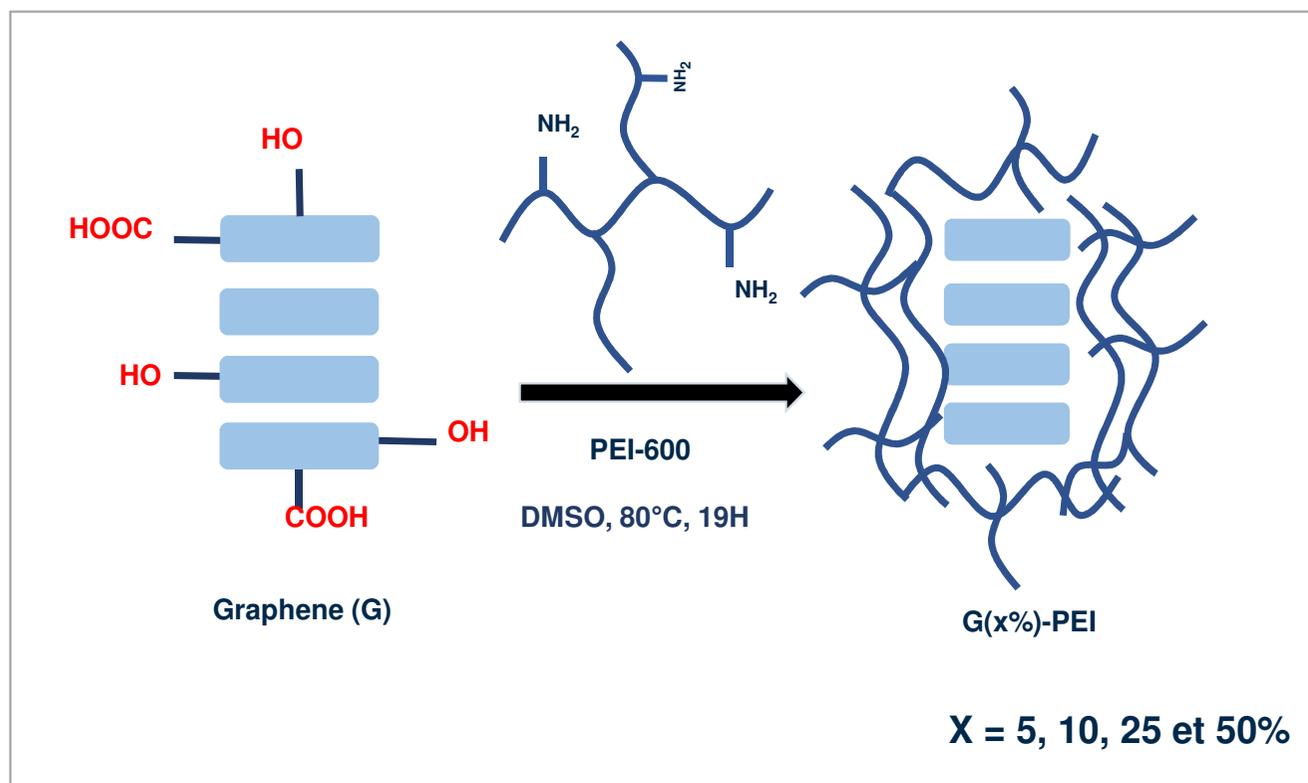
❖ Nanoparticules métalliques

- Amélioration de la surface spécifique
- Affinité vis-à-vis du CO₂

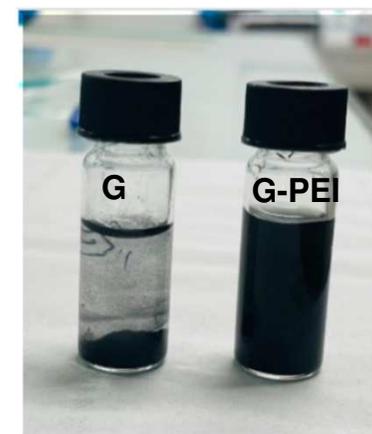
Synthèse & Caractérisations

□ Synthèse de nanocomposites binaires: G(x%)-PEI

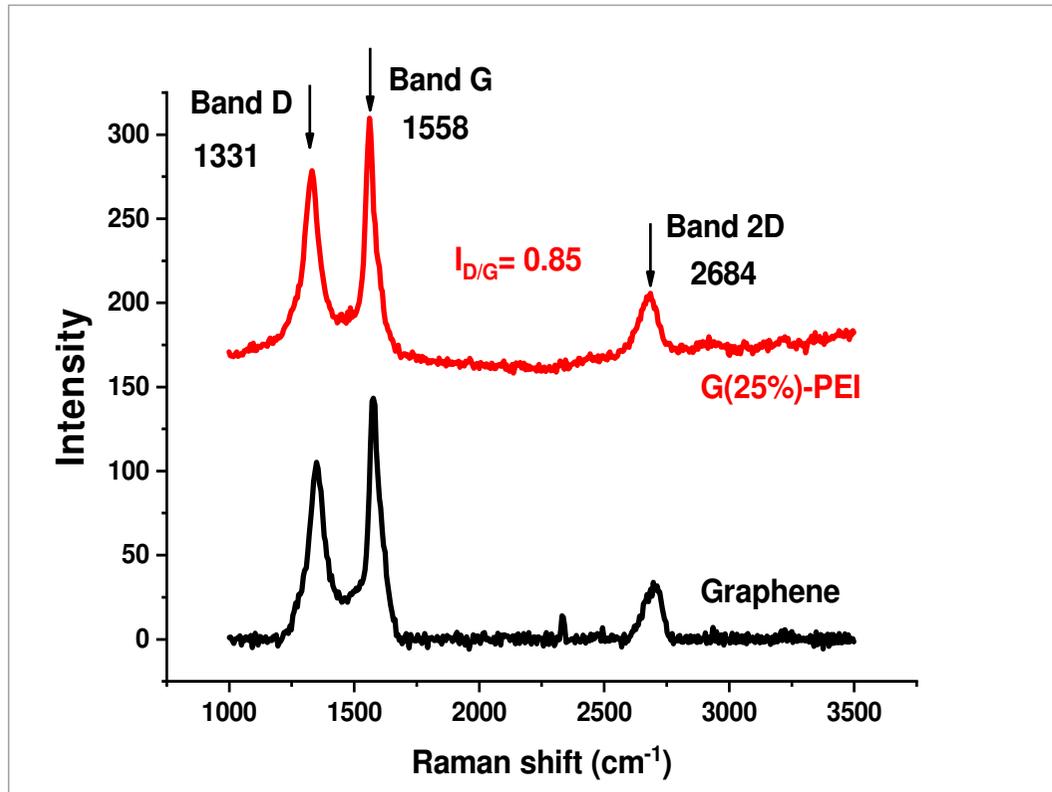
▪ Protocole



- Graphène et G-PEI en suspension dans l'eau après 1 heure sans agitation



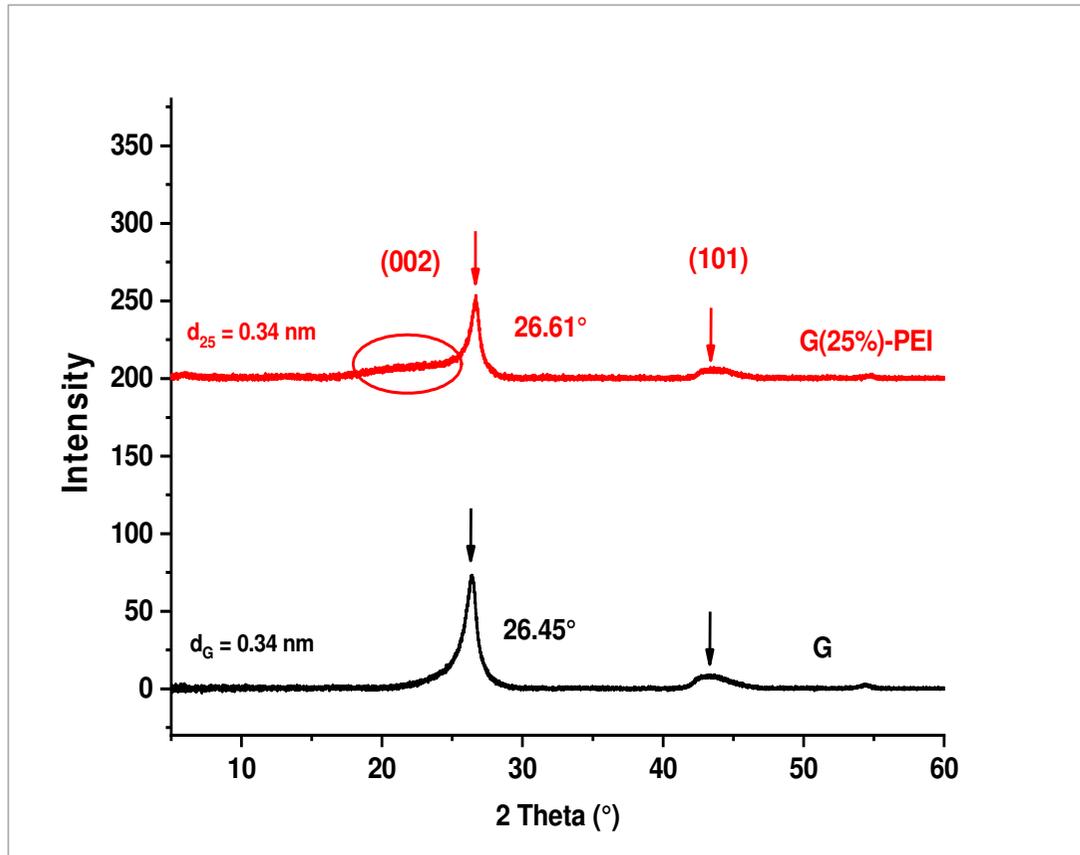
□ Spectroscopie Raman



- Apparitions des bandes D (1331 cm⁻¹), G (1558 cm⁻¹) et 2D (2684 cm⁻¹) caractéristiques du graphène, confirmant la présence du graphène dans les nanocomposites synthétisés.

- Graphene : multicouches et présence de défauts sur sa structure cristalline
- L'ajout de la PEI n'a pas d'effet sur la structure cristalline

□ Diffraction des Rayons X



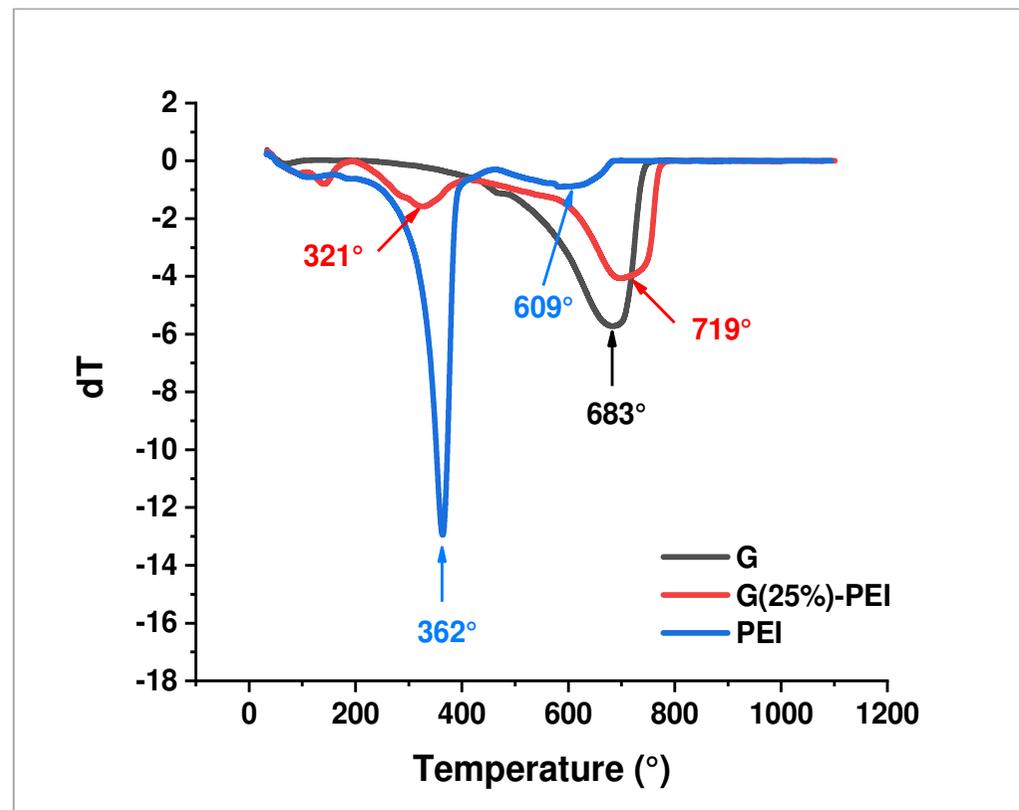
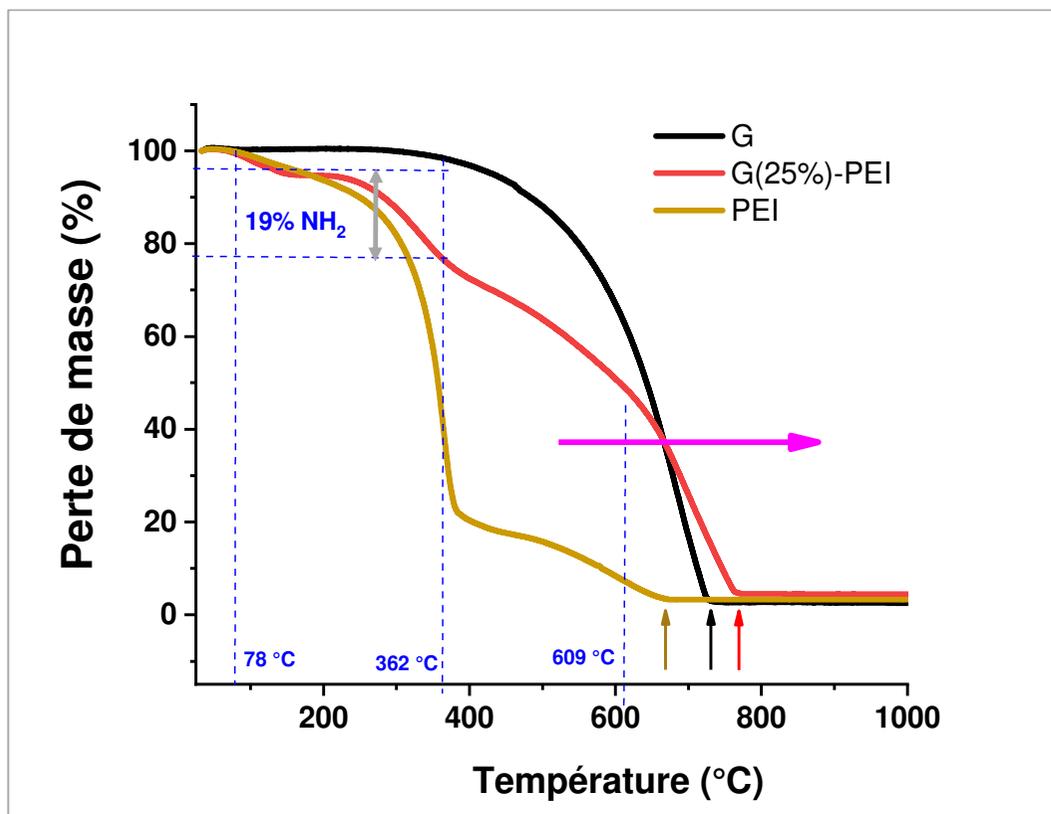
- Présence des pics caractéristiques du graphène : (002) à $26,45^\circ$ et (101) à $43,5^\circ$
- $d=0,34 \text{ nm} = \text{cte}$, donc l'ajout du PEI ne modifie pas la structure cristalline du graphène.
- Cette interaction est due à l'interaction du type liaisons hydrogène entre les NH_2 du PEI et les OH_{ext} du graphène.

❖ Pas de déplacement du pic ($2\theta = 26,45^\circ$) du graphène dans les composites G(x%)-PEI.



Pas d'intercalation de la PEI entre les feuillets du graphène

□ Analyse thermogravimétrique



❖ PEI

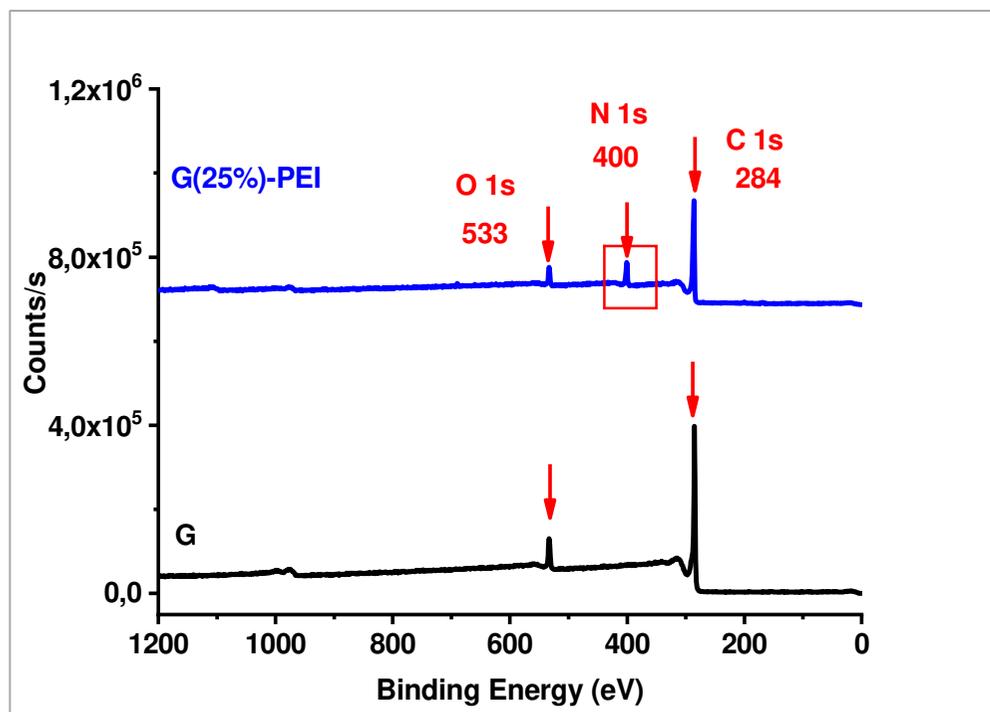
362 °C : Décomposition des fonctions amine
609 °C : Décomposition des ramifications

❖ Graphène

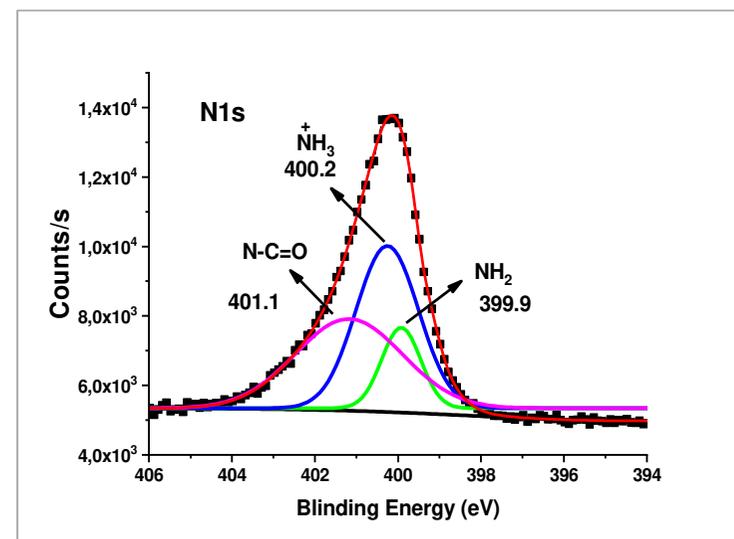
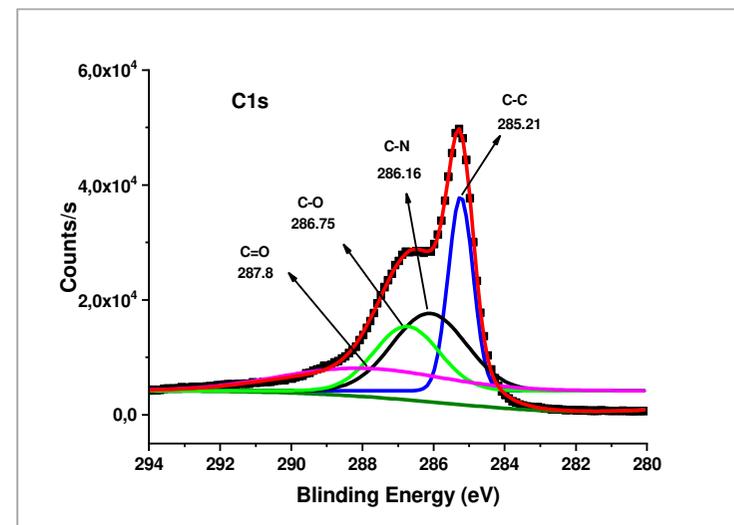
683 °C : Décomposition des liaisons carbone sp²

✓ Le graphène améliore la stabilité thermique du nanocomposite G-PEI

□ Spectrométrie photoélectronique X

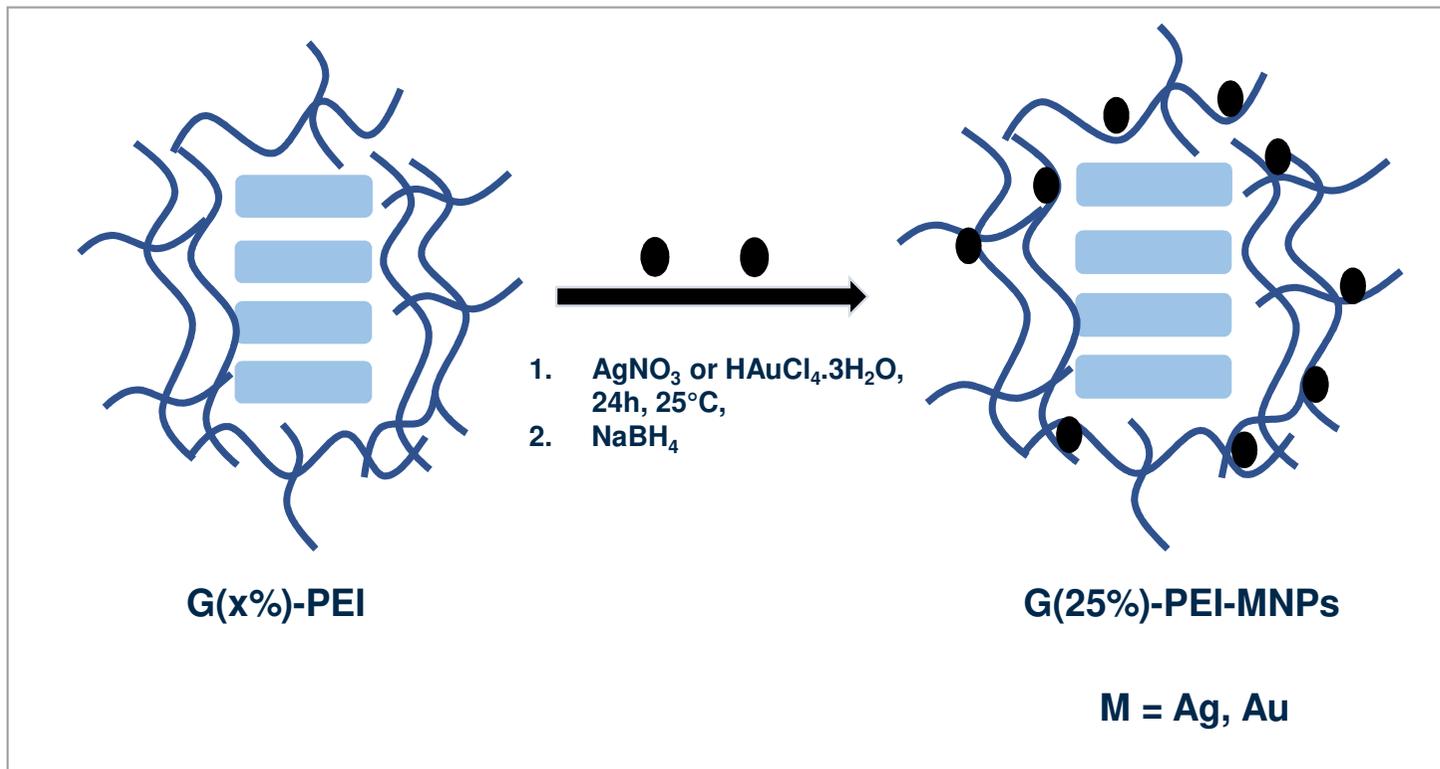


- Apparition du pic de l'azote à 400 eV
- Spectre C1s montre la présence de trois pics à 285.21, 286.16, 286.75 et 287.8 eV correspondant à C-C, C-N, C-O et C=O, respectivement.
- Le spectre N1s montre trois pics à 399.9, 400,2 et 401.1 eV correspondant aux NH_2 , NH_3^+ et N-C=O.



□ Synthèse de nanocomposites ternaires

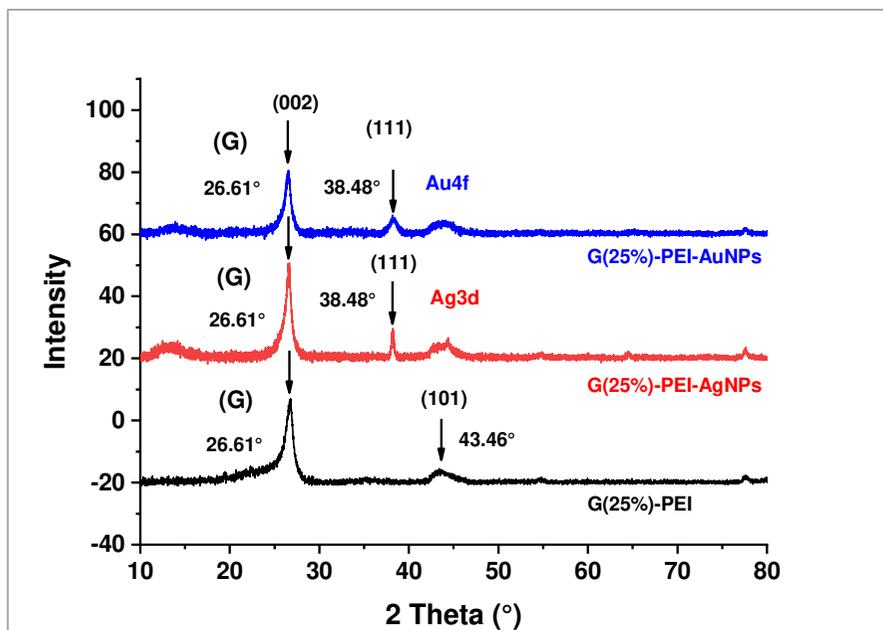
❖ G(25%)-PEI-AgNPs et G(25%)-PEI-AuNPs



Concentration :

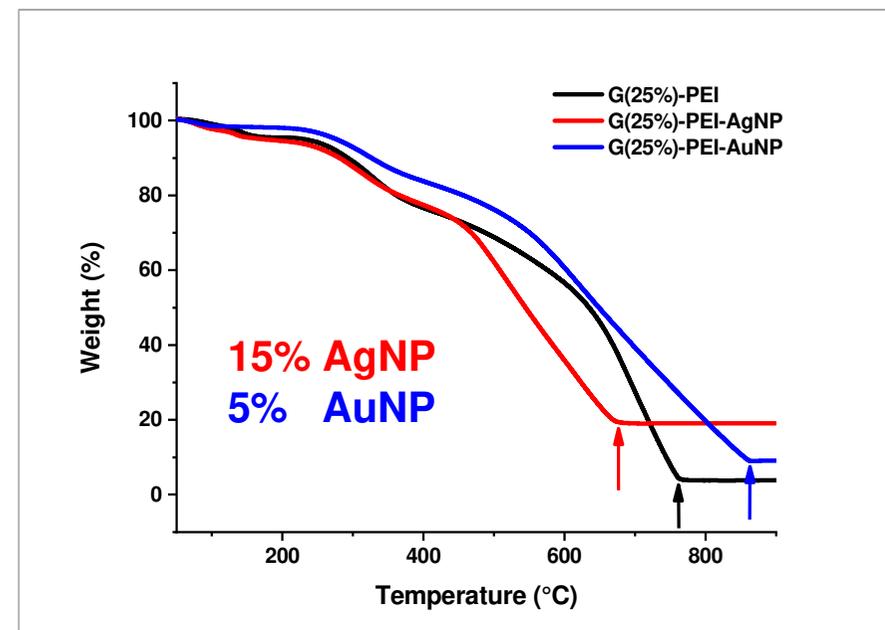
- $\text{Ag}(\text{NO}_3) : 10^{-3} \text{ M}$
- $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O} : 10^{-3} \text{ M}$

□ Diffraction des Rayons X



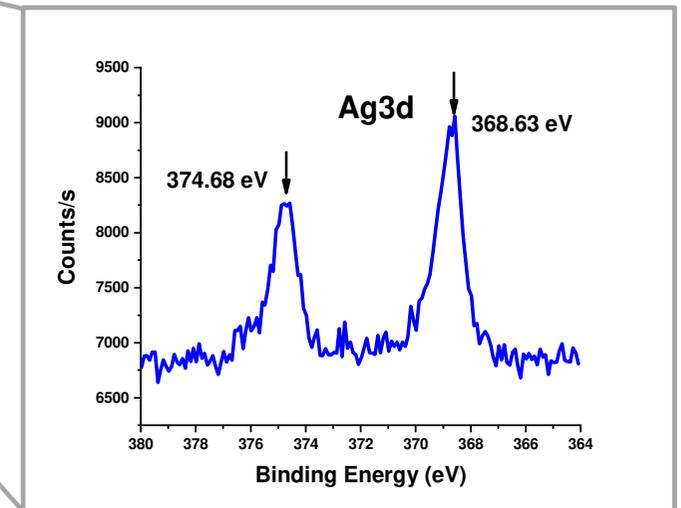
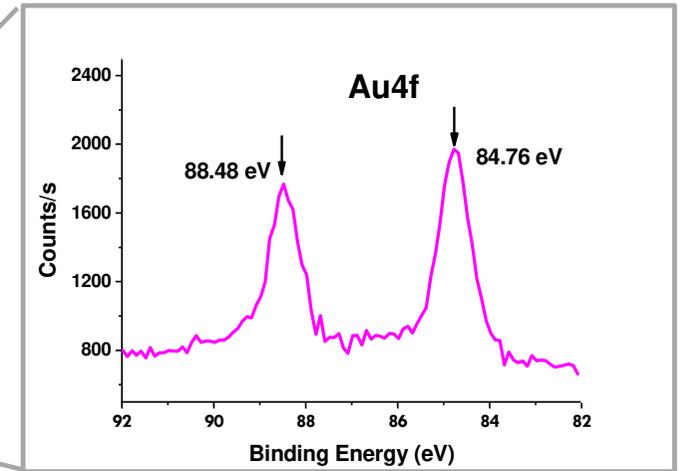
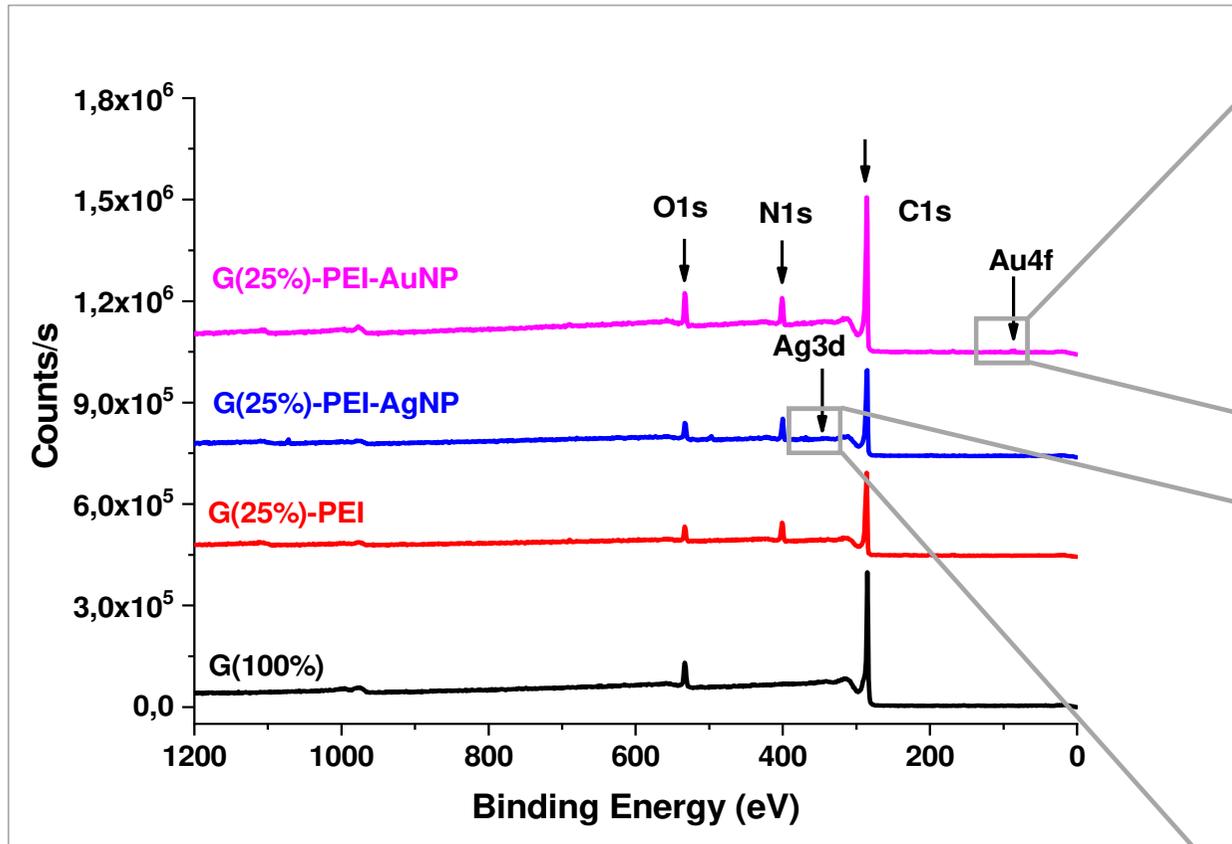
- Le pic à $2\theta = 38,48^\circ$ correspond au Ag (111) des AgNPs.
- Le pic à $2\theta = 38,48^\circ$ correspond au Au (111) indiquant la structure cristalline de Au réduit.
- On détecte, en plus du pic de graphène à $26,61^\circ$, la présence d'autres pics liés aux atomes d'Ag et Au.

□ Analyse thermogravimétrique



- Pourcentage massique de métal dans le matériau :
 - 15% AgNPs
 - 5% AuNPs

□ Spectroscopie photoélectronique aux rayons X

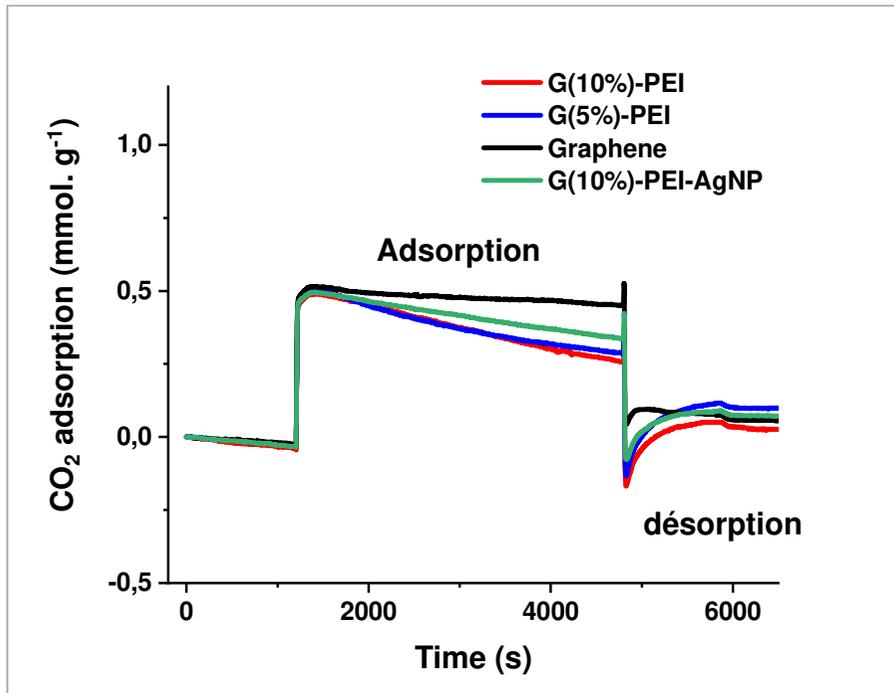
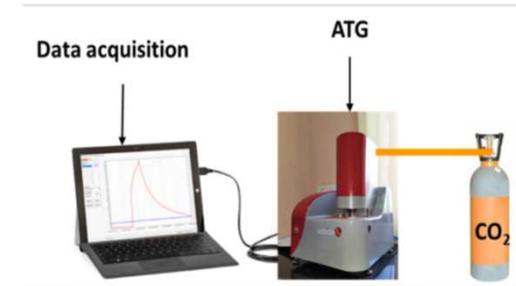


- ✓ La détection des atomes Ag et Au permet de confirmer l'immobilisation des nanoparticules à la surface des nanocomposites G(25%)-PEI.

Adsorption de CO₂

❖ Conditions expérimentales

- Phase de stabilisation : 200 °C
- Pression = 1 bar
- Température d'adsorption = 80 °C
- Température de désorption = 150 °C



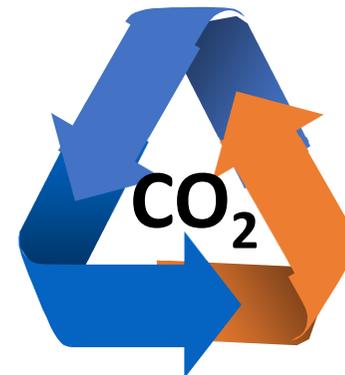
Nanocomposites	CO ₂ ads mmol/g	CO ₂ ads mmol/g (G)	CO ₂ ads mmol/g (PEI)
Graphene	0,52	-	-
G(10%)-PEI	0,5	0,41	0,09
G(5%)-PEI	0,48	0,38	0,1
G(10%)-PEI-AgNPs	0,5	-	-

Conclusions

- ✓ Spectroscopie Raman, DRX, ATG et XPS ont confirmé la synthèse des nanocomposites G(x%)-PEI
- ✓ DRX montre qu'il n'y a pas d'intercalation entre la PEI et le graphène
- ✓ Immobilisation des NMPs confirmée par la présence des pics Ag et Au réduits sur les spectres DRX et XPS
- ✓ ATG montre une meilleure immobilisation des NMPs d'Ag (15%) que les celles d'Au (5%)
- ✓ PEI contribue à l'amélioration de l'adsorption du CO₂

Perspectives

- Optimisation des conditions d'exfoliations du graphène
- Pression, température de désorption
- Forme, taille et concentration des NMPs
- Valorisation du CO₂



Merci pour votre attention !

Mbaye DIENG
mbaye.dieng@cnr.fr

