



Nanotubes de Carbon

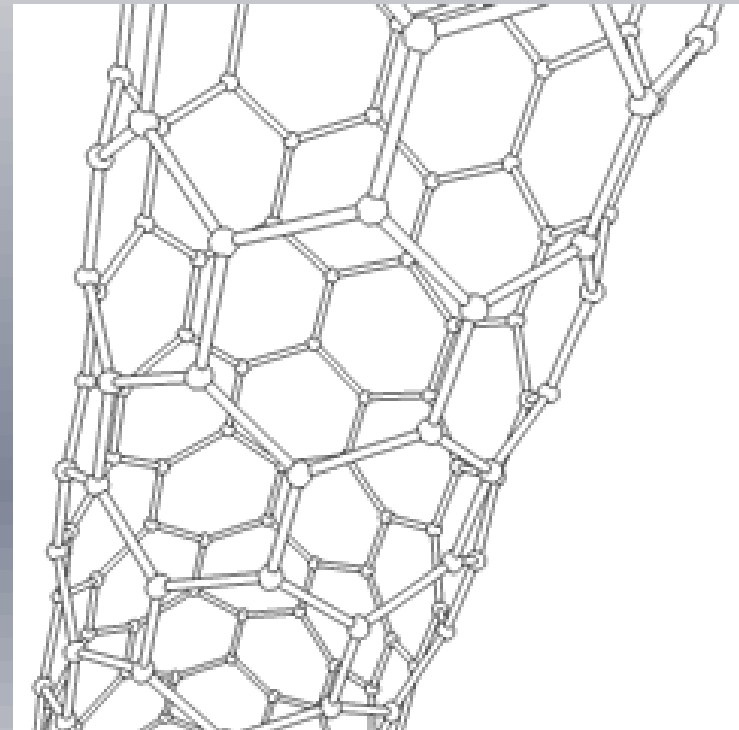
Dirks, Carina.¹, Happel, S.², Jungclas, H.¹

[1] Radiochemistry, Department of Chemistry, Philipps-University Marburg, Marburg, Germany

[2] TrisKem International, Bruz, France

Sommaire

- Qu'est-ce que les nanotubes de carbone?
 - Propriétés
- Imprégnation des nanotubes
- Tests en batch
 - Sélectivité
- Tests en colonne
 - Débits
- Conclusions
- Perspectives



Dimensions des Nanotubes

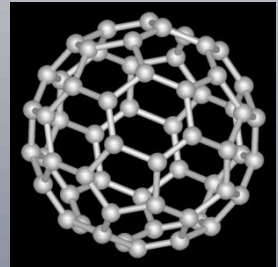
➤ **Nano** du Grec (nanos = nain)



➤ 1 Nanomètre = **1/1 000 000 mm** \approx 3 atomes d'or

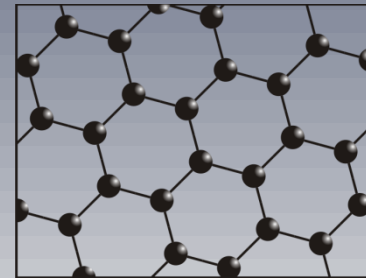
Qu'est-ce que les nanotubes de carbone?

- Une autre forme allotropique cristalline du carbone comme le graphite et les fullerènes, et dont l'élément structurel de base est le graphène
- Hybridation en sp^2
- Structure hexagonale \rightarrow feuillet(s) de graphène enroulé(s) sur lui-même
- Diamètre entre 0,4 et 100 nm
- Longueur jusqu'à 1 mm (record 20 cm ^[a])
- Variété de propriétés intéressantes
- Surface spécifique importante: réactivité élevée



Fullerène C₆₀

<http://fr.wikipedia.org/wiki/Fuller%C3%A8ne>

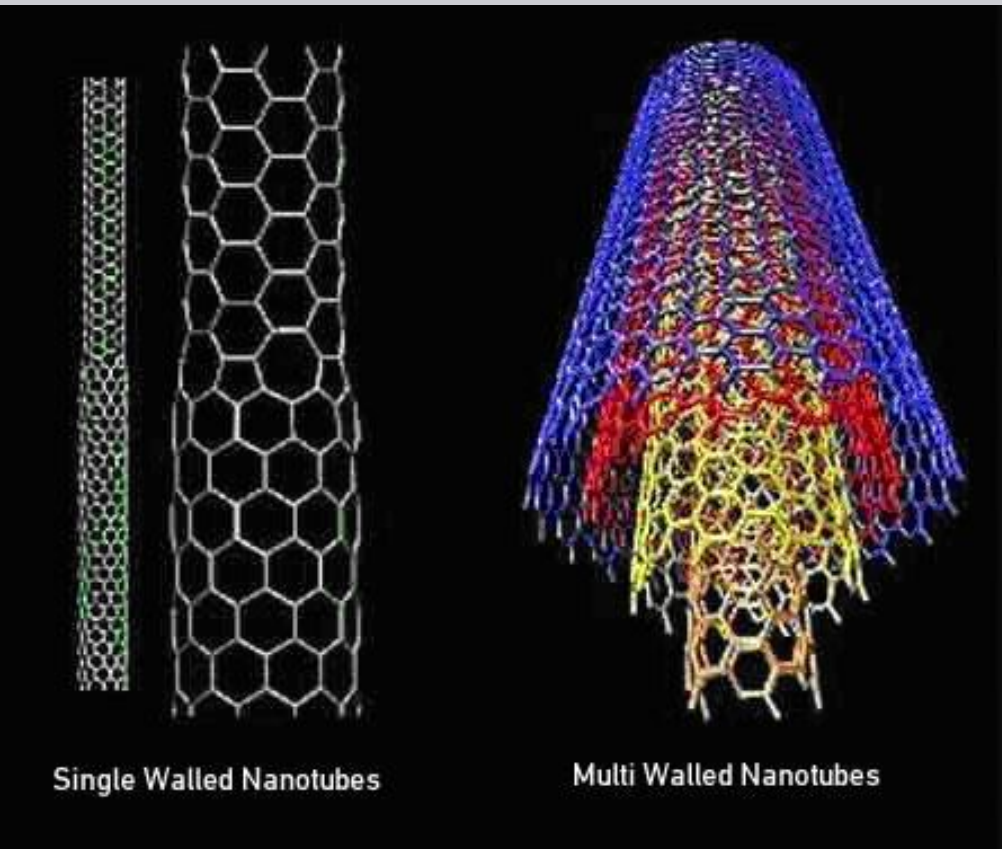


Graphène

(<http://fr.wikipedia.org/wiki/Graph%C3%A8ne>)

[a] H.W. Zhu, C.L. Xu, D.H. Wu, B.Q. Wei, R. Vajtai und P.M. Ajayan, Science 2002, 296, 884.

Classification des Nanotubes



SWCNT

Nanotubes de carbone monofeuillets (*Single-walled-carbon-nanotubes*): feuillet de graphène enroulé sur lui-même et fermé à ses deux extrémités par une demi-sphère

Diamètre

- **1 nm**

MWCNT

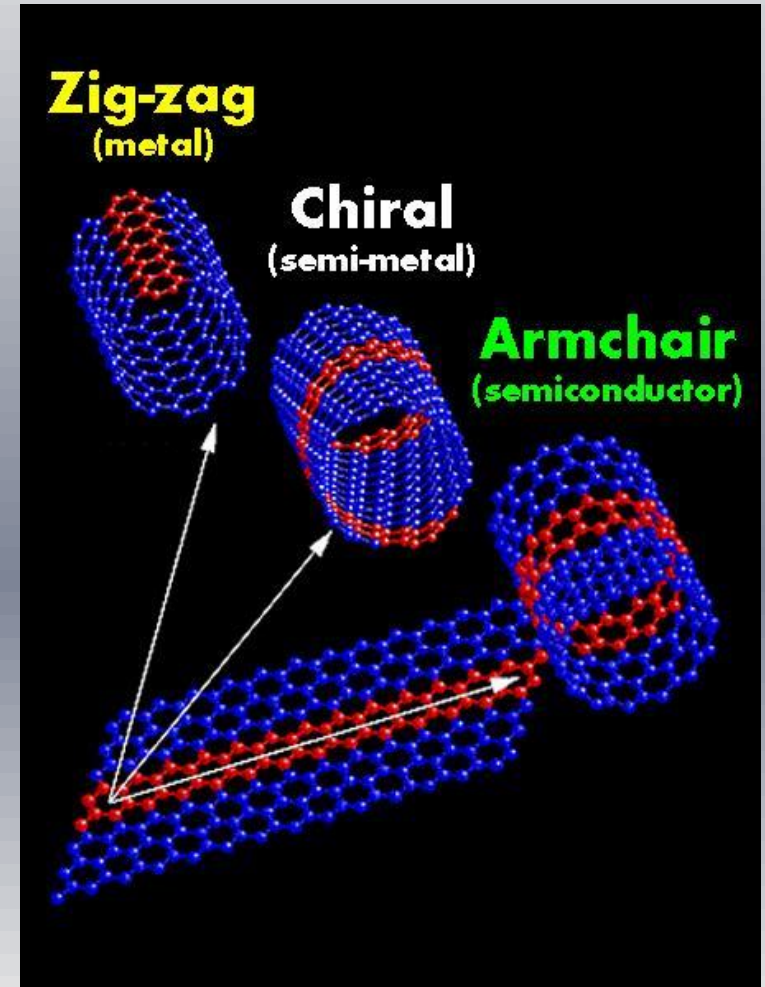
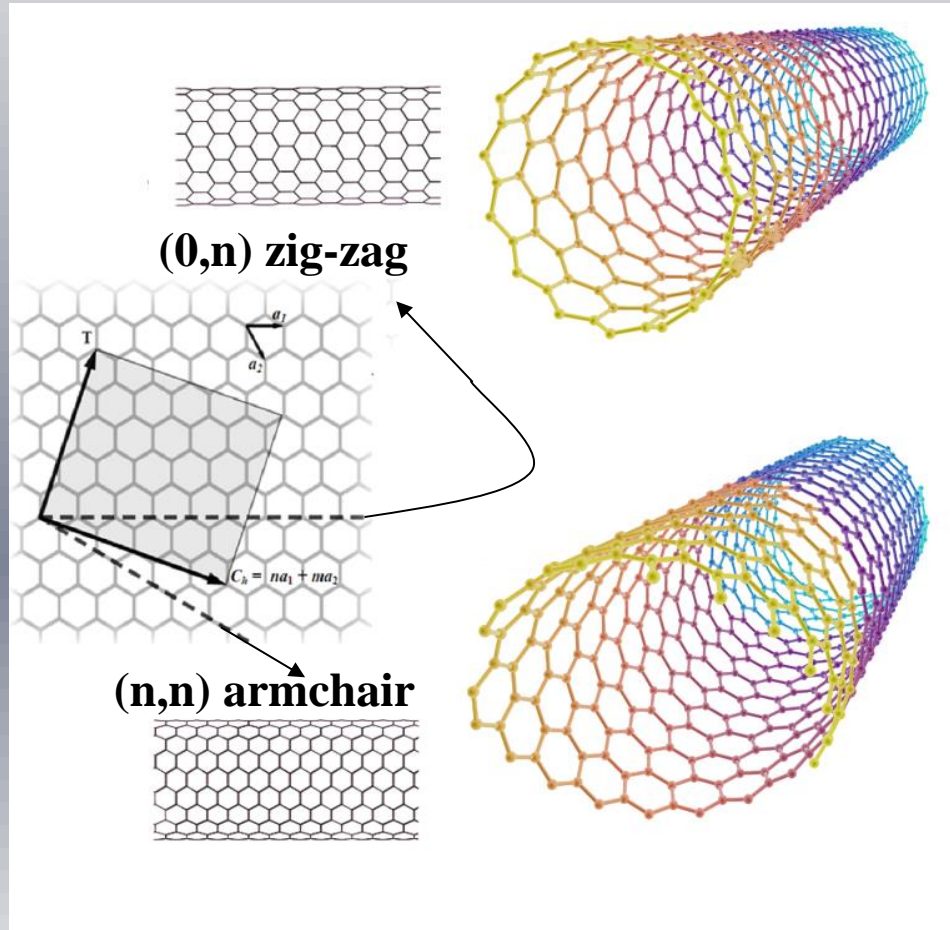
nanotubes de carbone multifeuillets (*Multi-walled-carbon-nanotubes*):

Diamètre

Nanotubes de carbone monofeuillets concentriques

- **5-80 nm**

Nanotubes de carbone monofeuillets



Propriétés des formes allotropiques du carbone

Allotrope	Dureté	Résistance à la traction	Comportement à la fusion	Conductivité
Charbon	+	+	+	No
Graphite	++	++	+++++	+++++
Diamant	+++++	unknown	+++	No
Fullerène (Buckyballs)	+++++	++++	+	+
Nanotubes du Carbone	+++++	+++++	+++++	+++++

Nanotubes de Carbone

➤ Propriétés:

- Résistance à la traction plus importante que l'acier bien que beaucoup plus léger
- Conductivité similaire à celle de Cu
- Conductivité thermique similaire à celle du diamant
- Peut être conducteur ou semi-conducteur
- **Haute résistance chimique**

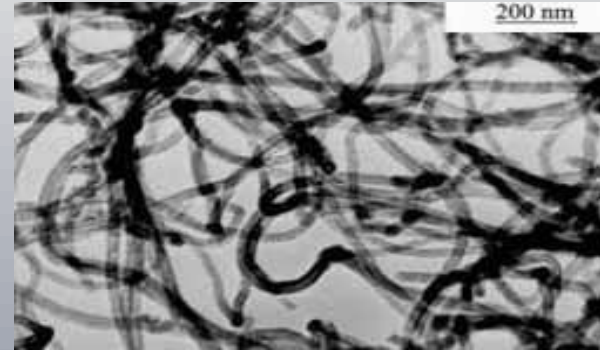
➤ Utilisation en colonne:

- nanotubes de carbone multifeuillets (MWCNT) plus facile à manipuler et coût réduit

Nanotubes de carbone multifeuillets (MWCNTs) modifiés

➤ MWCNT utilisé:

- Production industrielle (Chemical Vapor Deposition)
 - Diamètre: > 50 nm
 - Longueur 10-20 mm

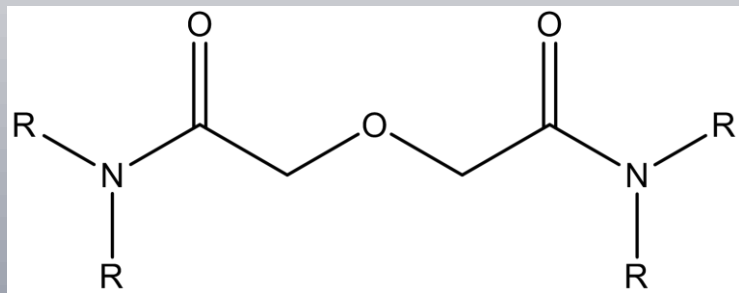


Transmission Electron Microscopy (TEM)

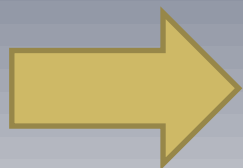
- Imprégnation de MWCNT avec différents extractants
- Tests en batch avec U-238 et Am-241 pour comparaison avec les résines DGA et TRU:
 - **TDNC vs. DGA**
 - **TTNC vs. TRU**

Extractants

DGA



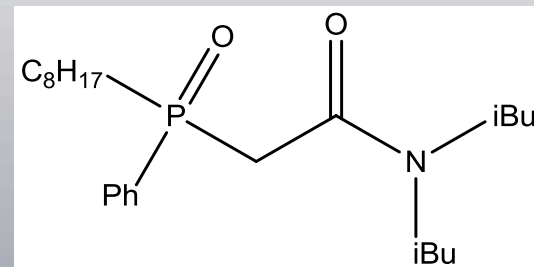
N,N,N',N'-tetra-n-alkyl-3-oxopentandiamide
(R=C8)



TDNC

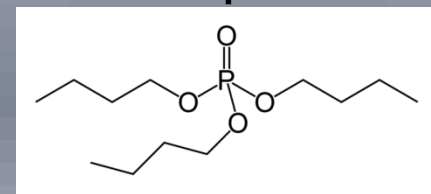
et

TRU

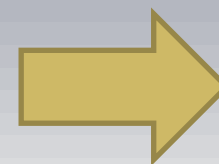


CMPO: (Octyl(phenyl)-N,N-Diisobutyl
Carbamoylmethyl Phosphin oxide

+



TBP: Tributylphosphate



TTNC

Procédure générale

Tests en batch

D_w (Coefficient de distribution - *Weight distribution coefficient*)

- Peser 50 mg de la résine considérée dans un tube 2mL
- Ajouter 400 μ L de la solution acide testée
- Fermer le tube et agiter 30 min (pré-conditionnement)
- Ajouter 1mL de la solution échantillon (p.ex. 1 mL de solution multi-élément)
- Fermer le tube et agiter 30 min (extraction de l'analyte)
- Centrifuger
- Pipeter 1 mL de surnageant, Analyse (ICP-MS)

- Toutes les valeurs D_w déterminées en triple

D_w

$$D_w = \frac{N_{A_0} - N_A}{N_A} \times \frac{V}{m_R}$$

• D_w grand = Extraction

• D_w petit = Elution

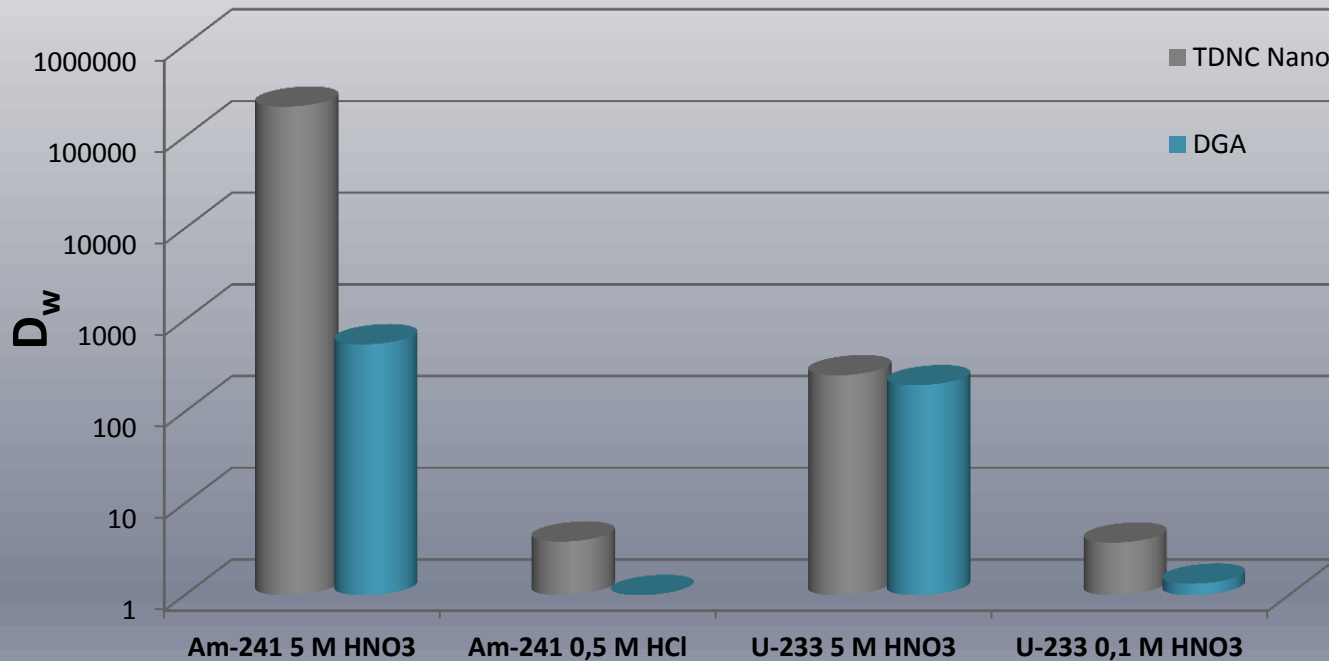
N_{A_0} = Taux de comptage net initial de l'échantillon A_0 ,

N_A = Taux de comptage net de l'échantillon

V = Volume de la phase aqueuse (1,4 mL)

m_R = masse de résine en g

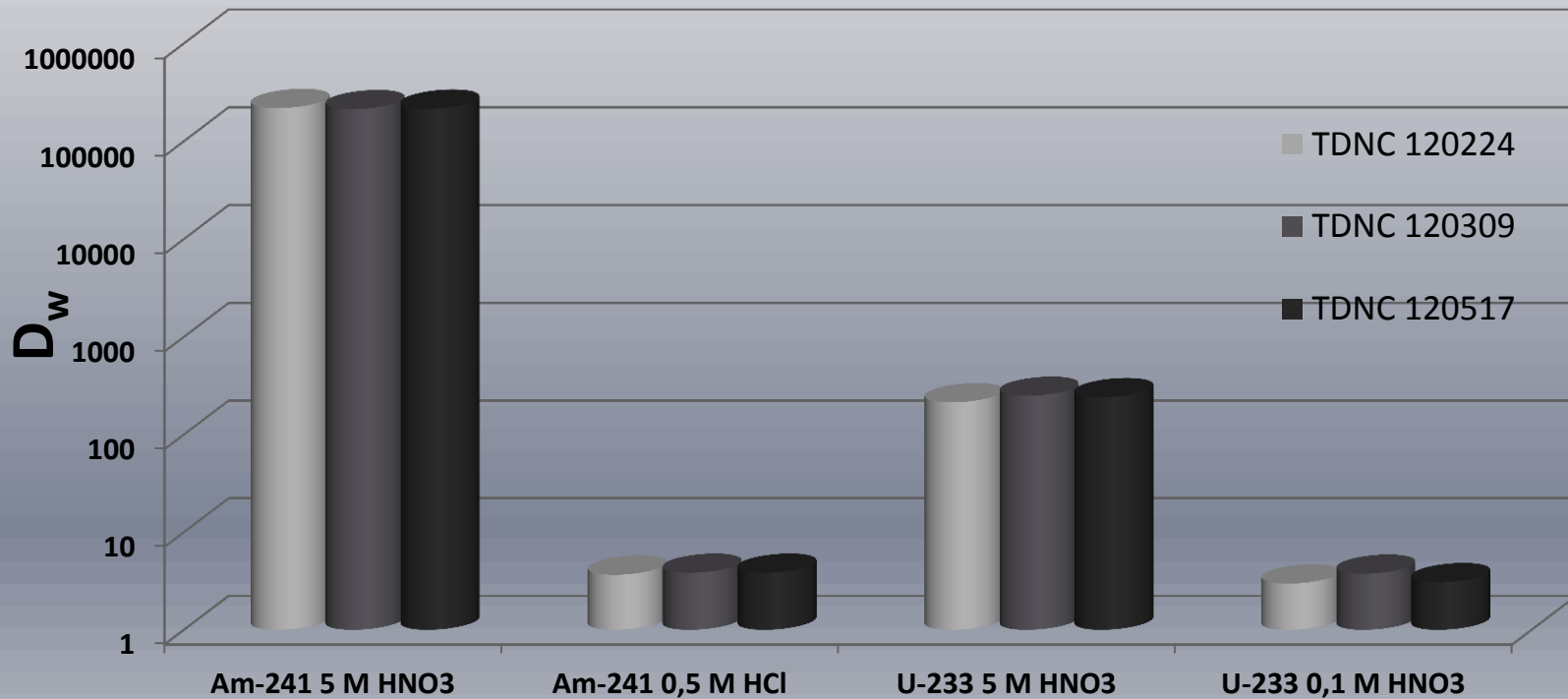
TDNC vs. DGA



Comparaison TDNC vs Résine DGA

D_w sur TDNC sont en général supérieurs à ceux sur Résine DGA, notamment pour Am ($D_w > 10E+6$)

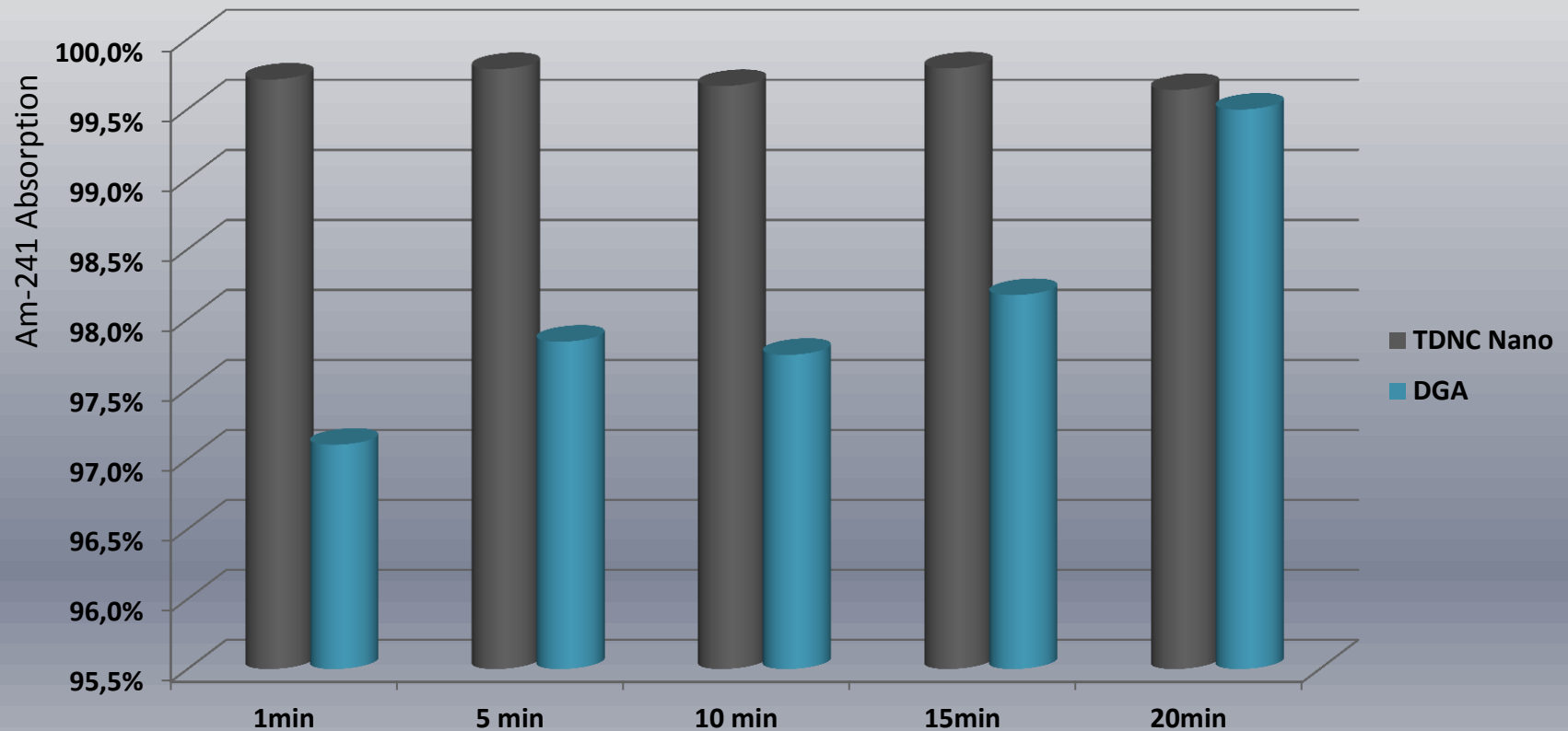
Reproductibilité de l'imprégnation TDNC



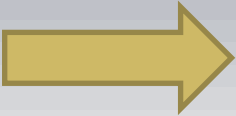
Comparaison des coefficients de distribution D_w de Am pour différents lots de nanotubes de carbones imprégnés (TDNC)

➤ Imprégnation reproductible

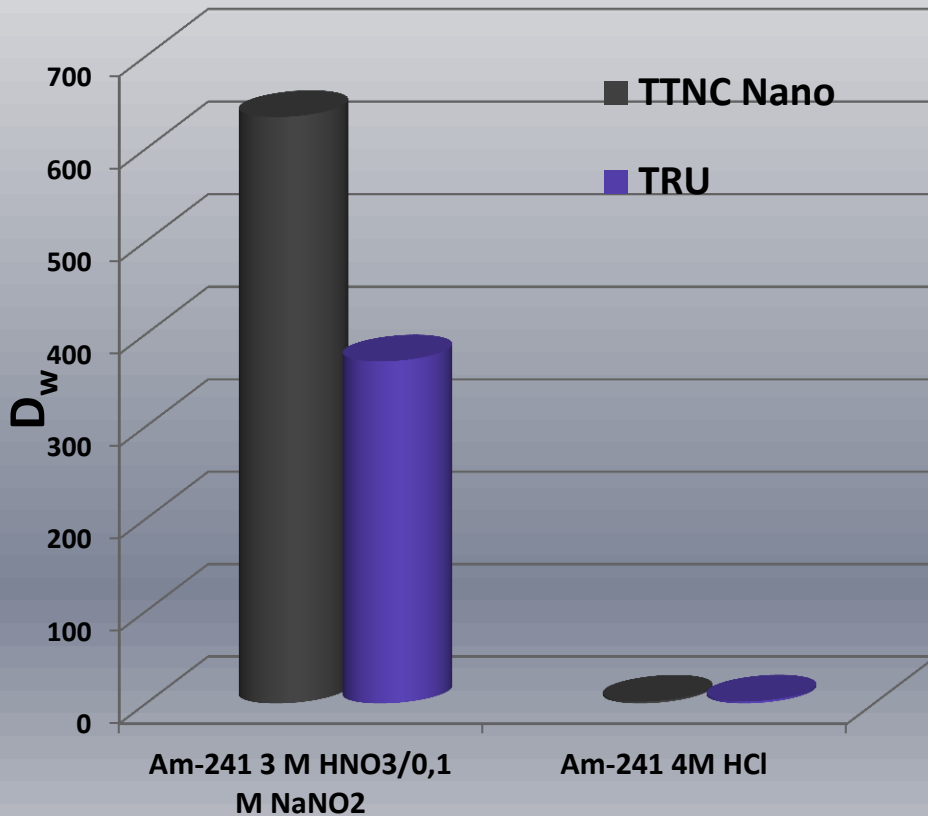
Cinétique: TDNC vs. DGA



Comparaison de la cinétique de rétention entre TDNC et la Résine DGA

 **Cinétique très rapide: équilibre atteint < 1min**

TTNC vs. TRU



D_w grand

D_w sur TTNC pour Am plus important que sur TRU

Comparaison du coefficient de distribution D_w de Am sur TTNC vs Résine TRU

Problèmes rencontrés en travaillant avec des Nanotubes

- Transfert des tests en batch aux tests en colonne difficile
- Débits faibles
- Utilisation de filtres/membranes avec une taille de pore adaptée

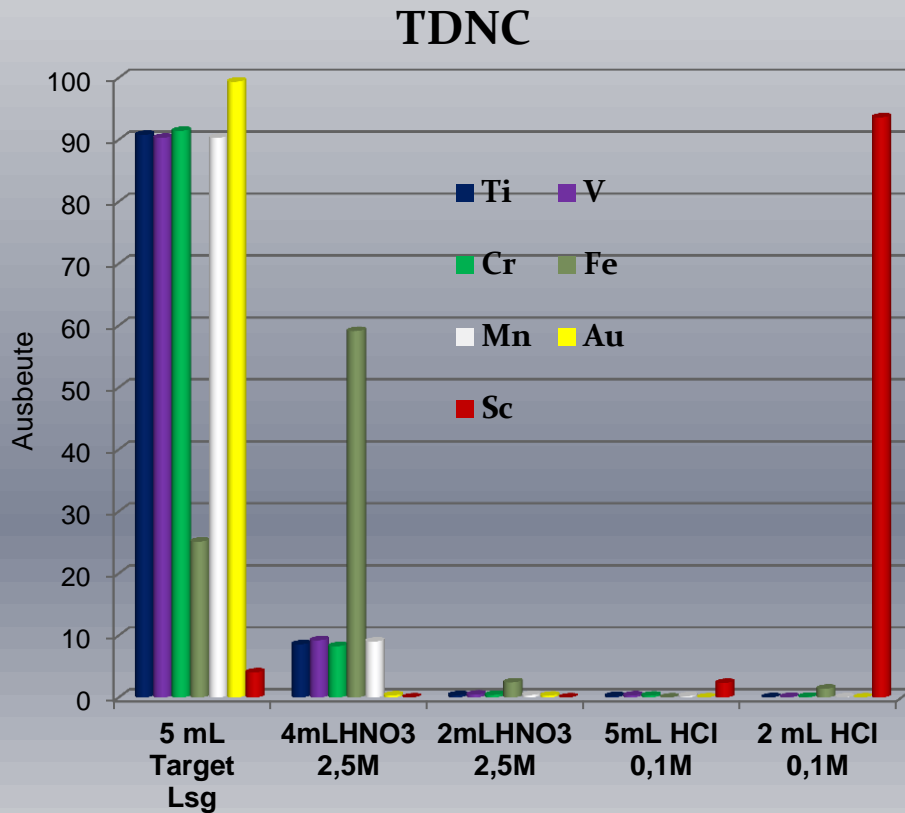
- Solutions apportées:
 - Technique de conditionnement spécifique
 - Identification de la taille de pores adéquate
 - Débits entre 1-5 mL/min possible (sous vide)

Conclusions I

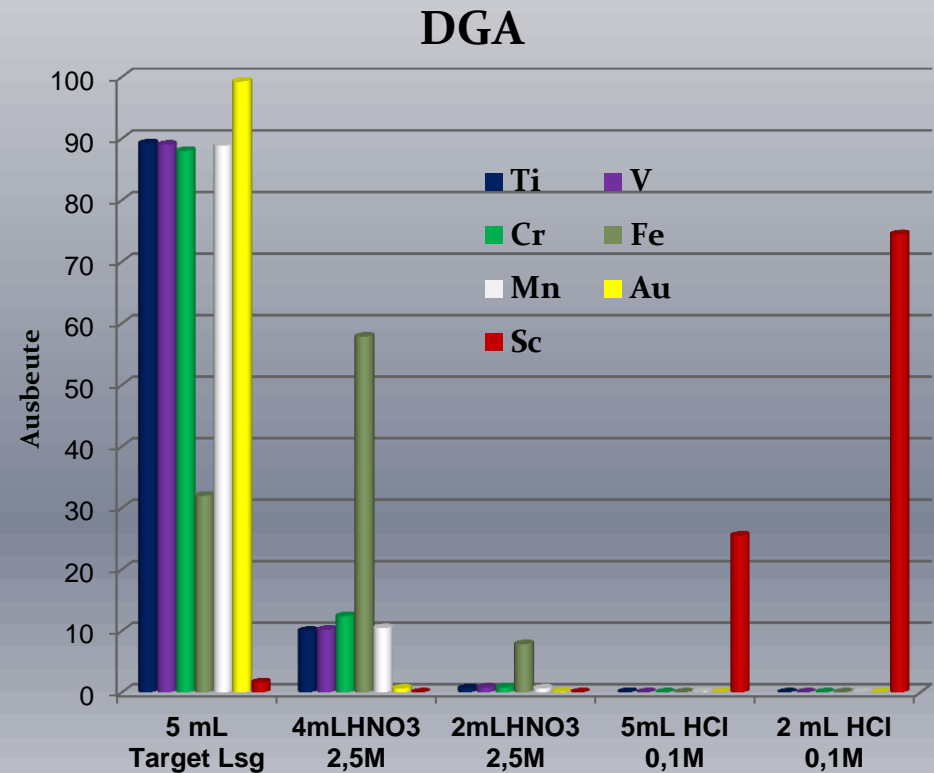
- ✓ D_w obtenus avec TDNC et TTNC pendant les tests en batch prometteurs
- ✓ Cinétique d'extraction très rapide
- ✓ Manipulation avec des colonnes possible
- ✓ Travail avec des débits corrects

TDNC vs. DGA

Simulation d'une cible en Ti



Etude d'élution, cible Ti simulée, TDNC

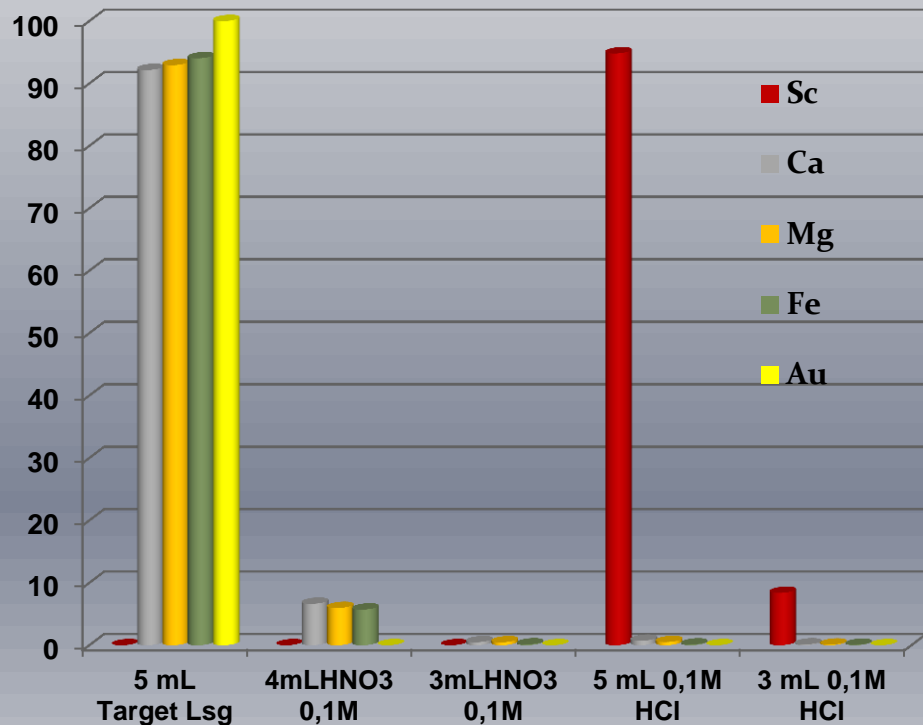


Etude d'élution, cible Ti simulée, Résine DGA

TDNC vs. DGA

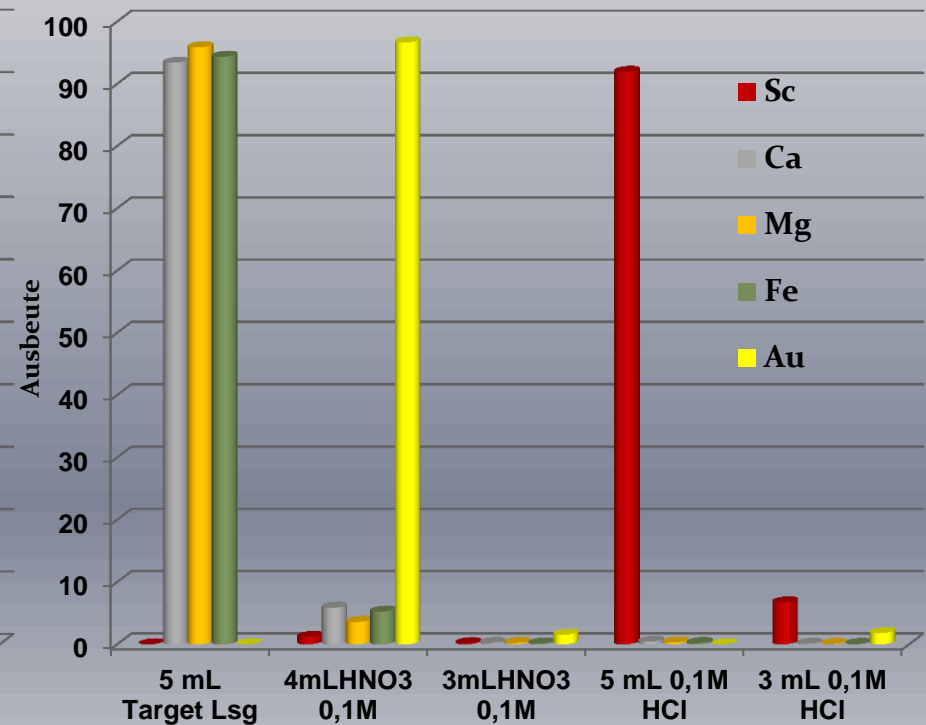
Simulation d'une cible en Ca

TDNC



Etude d'élution, cible Ca simulée, TDNC

DGA

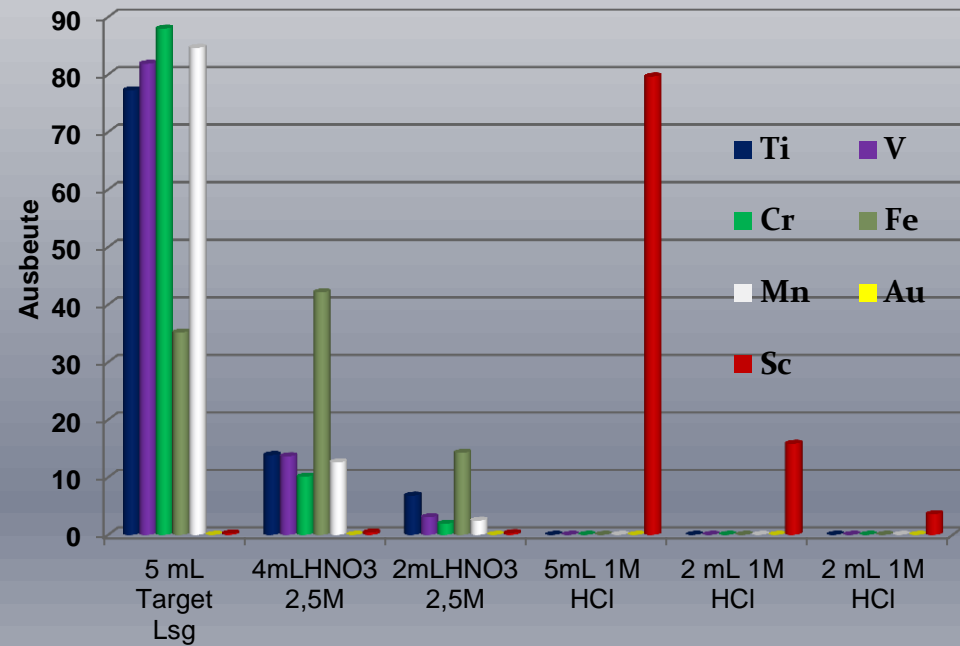


Etude d'élution, cible Ca simulée, Résine DGA

TTNC vs. TRU

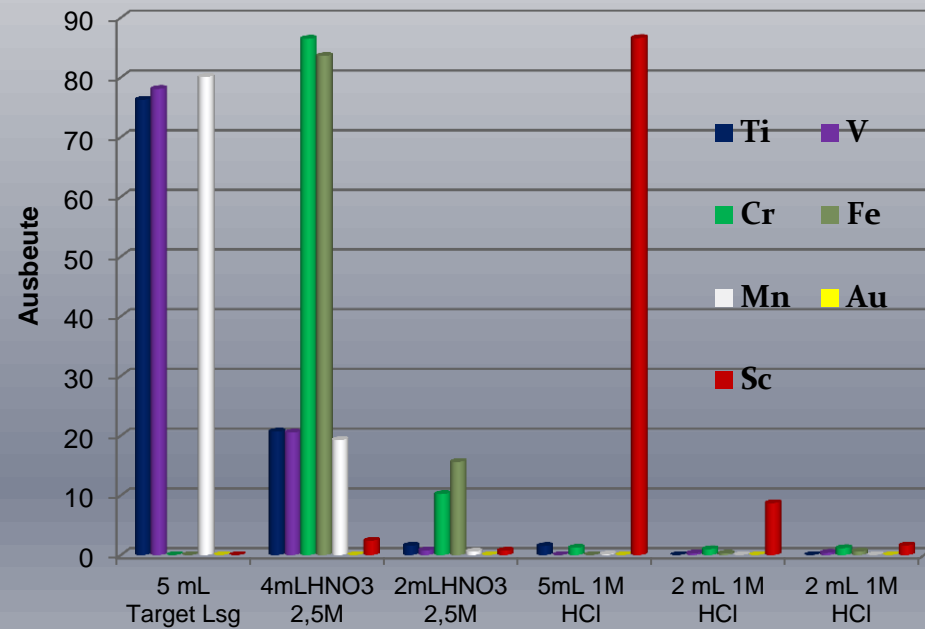
Simulation d'une cible en Ti

TTNC



Etude d'élution, cible Ti simulée, TTNC

TRU

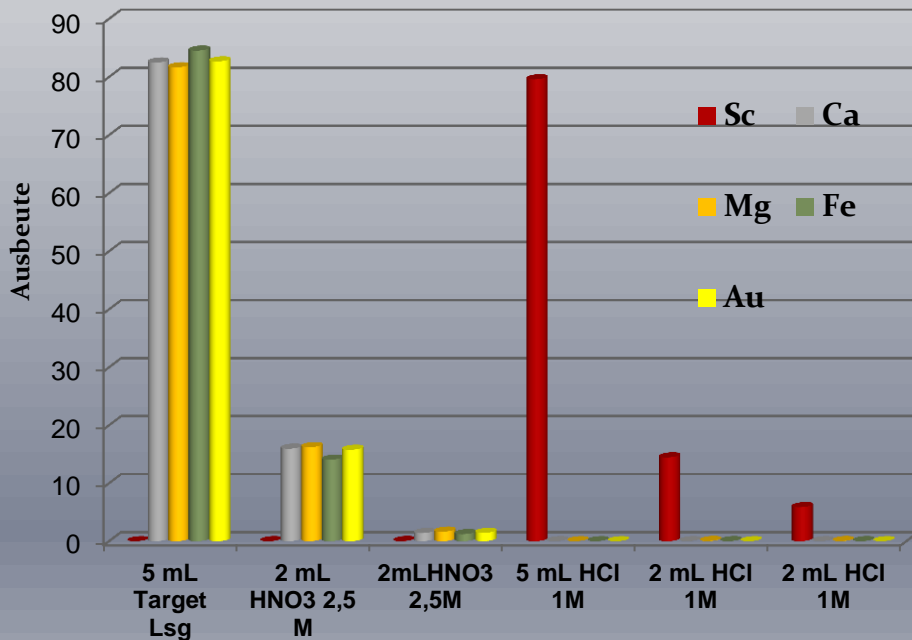


Etude d'élution, cible Ti simulée, Résine TRU

TTNC vs. TRU

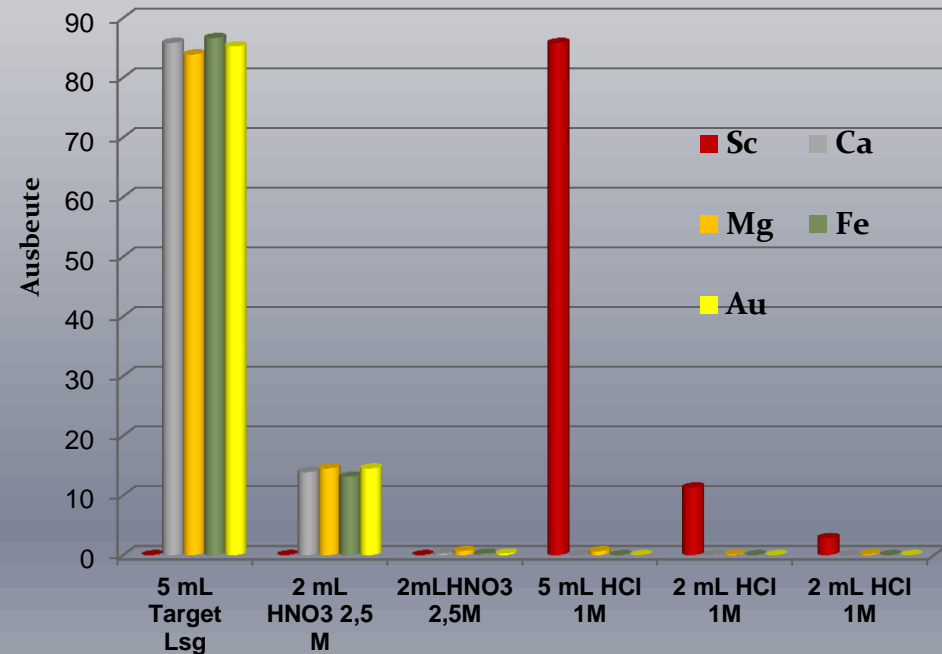
Simulation d'une cible en Ca

TTNC



Etude d'élution, cible Ca simulée, TTNC

TRU

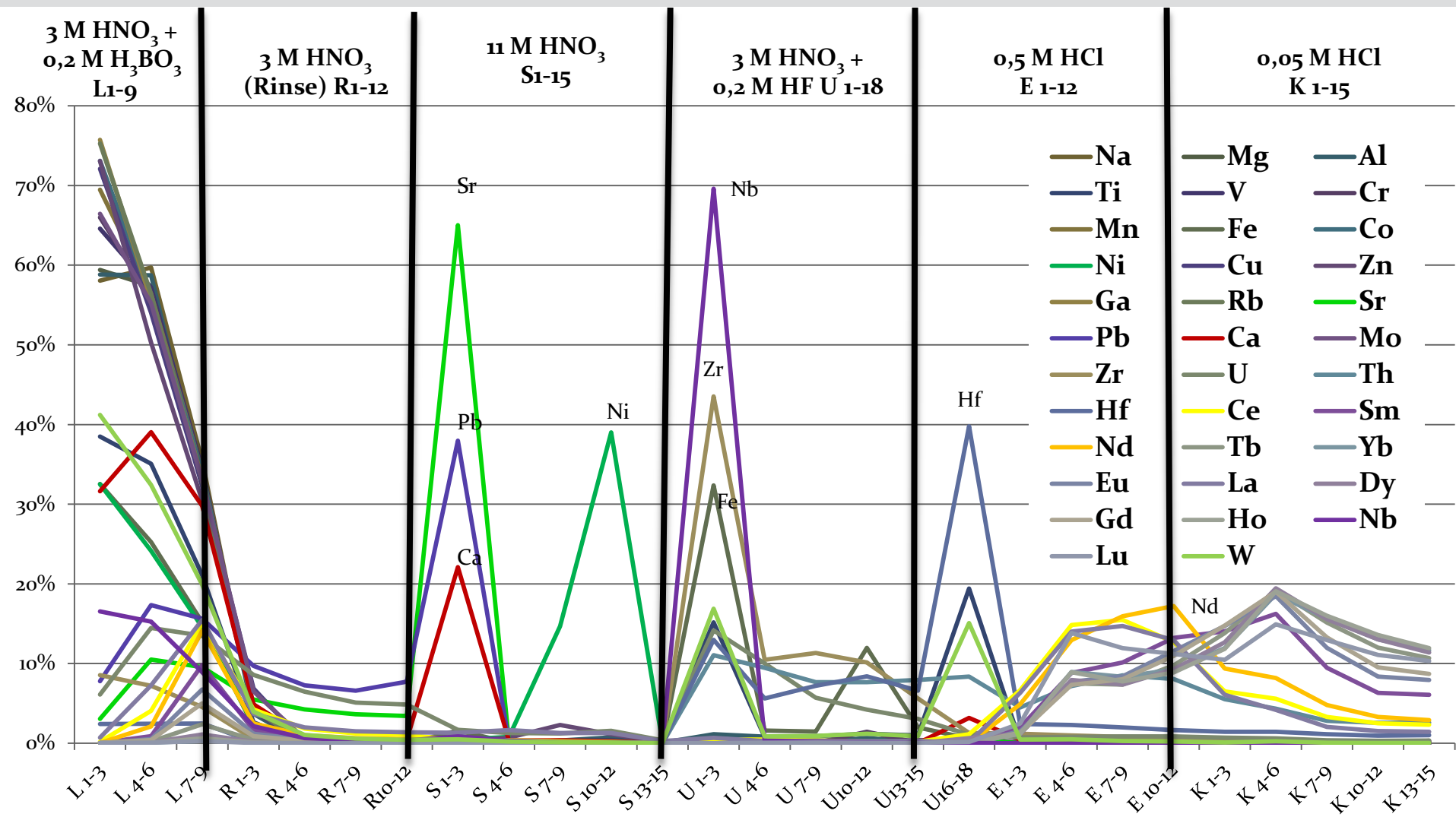


Etude d'élution, cible Ca simulée, Résine TRU

Conclusions II

- Développement de méthodes de séparation pour le Scandium (DGA et TRU) directement applicables au support en nanotubes de carbone imprégnés
- Performances de séparation très bonnes en tests colonne
- Débits adaptés

Séparation complexe sur TDNC



Perspectives

➤ Optimisation:

- Débit
- Ratio Extractant / Nanotube
- Volume de Colonne

➤ Amélioration / évolution des colonnes vides utilisées

Merci de votre attention

- ❖ Prof. Jungclas, Kernchemie Marburg
- ❖ TrisKem International