

Etude par diffraction et spectroscopie d'absorption X de l'évolution structurale de nanotubes d'imogolite pendant un recuit thermique

Y. Pan¹, S. Rouzière¹, E. Elkaïm², N. Trcera², D. Vantelon², P. Launois¹ & E. Paineau¹

¹Laboratoire de Physique des Solides, CNRS, Université Paris-Saclay, 91405 Orsay, France

²Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, 91192 Gif-sur-Yvette Cedex, France

Courriel : erwan-nicolas.paineau@universite-paris-saclay.fr

Le traitement thermique est l'un des procédés les plus couramment utilisés pour modifier la structure, la porosité et les propriétés de réactivité de surface des minéraux argileux. Néanmoins, peu d'études se sont intéressées au suivi *in situ* de l'évolution structurale au cours du recuit thermique. Nous avons récemment montré la présence de plusieurs étapes intermédiaires lors de la transformation en température de nanotubes d'imogolite synthétiques hydrophiles ; de composition nominale $\text{Al}_2\text{GeO}_7\text{H}_4$, notés Imo-GeOH [1].

Nous nous intéressons ici aux nanotubes d'imogolite dont le cœur est hydrophobe (Imo-Si(Ge)CH₃, de composition nominale $\text{Al}_2\text{Si}(\text{Ge})\text{O}_6\text{CH}_6$) dont le mode d'enroulement diffère de celui de leurs équivalents hydrophiles (Imo-Si(Ge)OH) [2]. Nous avons suivi la transformation en température de ces nanotubes par des mesures *in situ* de diffraction des rayons X et spectroscopie d'absorption X au synchrotron SOLEIL, nous permettant d'étudier l'évolution de l'ordre à longue distance et, localement, la coordination des atomes d'Al et de Si le cas échéant. Les tubes se déforment radialement du fait de la déshydroxylation et/ou déméthylation jusqu'à 500°C, des transformations structurales plus complexes sont observées pour des températures plus élevées., conduisant à des états que nous nommons « méta-imogolite ». Elles s'accompagnent d'un changement de la coordination de l'Al, en coordination VI à température ambiante, avec une combinaison de sites Al^{IV}, Al^{VI} et probablement Al^V (Fig. 1). Pour aller plus loin, nous avons réalisé une analyse quantitative par Résolution Multivariée de Courbes par Moindres Carrés Alternés (MCR-ALS) [3] mettant en évidence des phases intermédiaires (Fig. 1) et des températures de transformation différentes selon la nature des nanotubes. La compréhension des modifications structurales des nanotubes d'imogolite à haute température servira de base à l'étude des propriétés physico-chimiques des différents stades de la méta-imogolite.

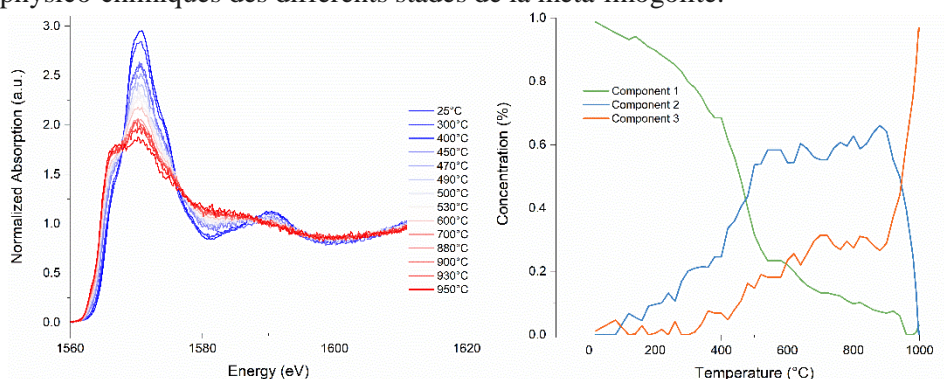


Figure 1. (Gauche) Evolution des spectres XANES de l'aluminium en fonction de la température pour des tubes Imo-GeCH₃. (Droite) Analyse MCR-ALS correspondante.

Références :

- [1] Monet G., Rouzière S., Vantelon D., Coelho Diogo C., Maurin D., Bantignies J.L., Launois P. & Paineau E. (2021) Mechanisms of structural reordering during thermal transformation of aluminogermanate imogolite nanotubes. *J. Phys. Chem. C*, **125**, 12414-12423.
- [2] Monet G., Amara M.S., Rouzière S., Paineau E., Chai Z., Elliott J.D., Poli E., Liu L.M., Teobaldi, G. & Launois P. (2018) Structural resolution of inorganic nanotubes with complex stoichiometry. *Nat. Commun.*, **9**, 2033.
- [3] Ruckebusch C. & Blanchet L. (2013) Multivariate curve resolution: a review of advanced and tailored applications and challenges. *Anal. Chim. Acta*, **765**, 28-36

Indiquer le nom de la personne à contacter :

Nom : Paineau

Prénom : Erwan

Courriel : erwan-nicolas.paineau@universite-paris-saclay.fr

Statut : Permanent

Indiquer votre mode de présentation préféré :

Communication orale