

## Résumé :

Au cours de ce travail nous avons utilisé un mélangeur à flux continu pour étudier une synthèse rapide de nanoparticules d'or (AuNPs). Ces particules sont obtenues par la réduction en solution aqueuse de  $\text{HAuCl}_4$  par l'acide ascorbique sans ajout de tensioactifs. Un montage permettant le mélange rapide de réactifs et un flux continu (à l'échelle micro ou milli) a été mis au point. Les expériences ont été menées en variant le pH initial du réducteur et la concentration des précurseurs. Les états finaux ont été caractérisés en utilisant la spectroscopie UV, la microscopie électronique à transmission and la diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS). Nous avons ainsi démontré que pour le schéma réactionnel choisi, le pH initial de la solution de réducteurs est un paramètre efficace permettant le contrôle final de la taille des nanoparticules. Les influences du mode de mélange et des débits d'écoulement sont également discutées. Les cinétiques de réduction et de croissances ont été suivies *in situ* par UV, SAXS et absorption X avec une résolution inférieure à la seconde. Les concentrations d'objets, leur taille et distribution ainsi que le taux de réaction et la spéciation des atomes d'or en solution ont été obtenus au cours du temps. On montre en particulier que la réaction est plus rapide à haut pH et conduit à des nanoparticules plus petites. Suivant le pH initial du réducteur, la nucléation et la croissance des nanoparticules peuvent être simultanées ou séparées dans le temps. Finalement, nous avons interprété les résultats dans le cadre d'un modèle couplant la théorie classique de la nucléation, des règles de croissance pour les objets en dispersion avec une loi d'injection de monomères.

## Abstract :

In this work, we used a continuous flow mixing device to study a fast synthesis of gold nanoparticles (AuNPs). These particles are obtained by the reduction of  $\text{HAuCl}_4$  by ascorbic acid in aqueous medium without any surfactant. An experimental setup based on rapid mixing of the reactants and a continuous flow (either at the milli or microfluidic scale) has been built. A series of experiments were carried out by varying the initial pH of the reducing agent and the concentration of the precursors. The final states of the colloidal samples were characterized using UV, TEM and SAXS. We demonstrated that in the chosen scheme of reaction, the initial pH of the reducing agent solution is an effective parameter to control the final size of the nanoparticles. The influence of the mixing mode and flow rates are discussed. The kinetics of reduction and growth were followed by *in situ* UV, SAXS and XANES with a sub-second resolution. The number density, size distributions of the AuNPs together with the yield of the reaction as well as the speciation of gold solution have been obtained with time. It shows in particular that the reaction is faster for higher pH, yielding smaller particles. Depending on the initial pH of reducing agent, the nucleation and growth can be either simultaneous or separated in time. Finally, we interpreted the results using a model that couples the Classical Nucleation Theory, growth rules for the objects in dispersion with an injection law of monomers.