

1994-2014

20 ans de recherches universitaires à Saint-Avold

l'ICPEES
**Du soleil pour de
l'eau propre**

Le LMOPS
**De la fibre à la lumière et des
polymères qui résistent au feu**

Le LCP-A2MC
Mission dépollution



Sommaire

3 Editorial

5 Historique

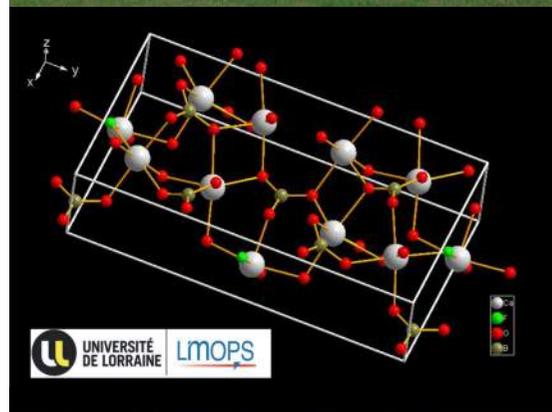
7 Tableau de bord : les chiffres des 20 ans

8 Le LMOPS- EA 4423

16 Le LCP-A2MC-EA 4632

31 L'ICPEES- UMR CNRS 7515

39 La PFT Plastinnov



Editorial

Les chiffres

Seul département d'IUT en chimie du grand Est de la France, le nombre de diplômés depuis 1994 est éloquent :

- 821 diplômés du DUT chimie depuis 1994;
- 302 diplômés de licence en plasturgie et composite depuis 2000;
- 104 diplômés de licence professionnelle chimie de la formulation depuis 2006;
- 25 thèses;
- 6 HDR.



Le site de Saint-Avold est un exemple de délocalisation réussie

Le département chimie de l'IUT de Moselle-est à St-Avold fête son XXème anniversaire en 2014 ! C'est le moment de faire un premier bilan et mesurer un peu le chemin parcouru.

Ce document a l'ambition de faire un focus particulier sur les activités de recherche et de transfert de technologie menées à l'IUT, qui sont essentielles au dynamisme et au rayonnement de l'institut et doivent être le socle de la pédagogie dans une formation universitaire. Nous espérons vous montrer que ce département rayonne par ses activités et s'est parfaitement intégré dans le tissu économique régional.

Le département chimie contribue aux projets de développement économique du territoire en formant de jeunes diplômés, qui viennent renforcer le potentiel économique régional. Ce sont ainsi plus de 1200 étudiants de niveau bac+2 et bac+3 qui ont obtenu leur diplôme à Saint-Avold.

Mais aussi, et on ne le sait pas suffisamment, 25 thèses de doctorat en chimie ont été préparées et présentées à l'IUT à St-Avold et 10 doctorants sont encore inscrits en 2014. Ce sont encore 6 HDR (Habilitation à Diriger la Recherche) qui ont été présentées suite aux travaux menés à St-Avold ! Le dynamisme de la recherche à l'IUT est le fruit de l'investissement des enseignants-chercheurs (Professeurs, Maîtres de conférences et ingénieurs) du site et de leur volonté de contribuer largement au développement d'une recherche universitaire de qualité, reconnue nationalement et internationalement.

Ce sont, par exemple, 4 congrès internationaux qui ont été organisés à St-Avold, rassemblant entre 100 et 120 participants.

Editorial

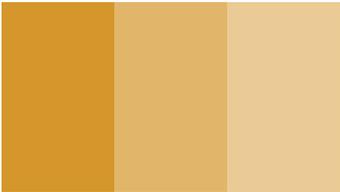


Ce bilan, on le doit aussi aux politiques volontaristes de soutien à la recherche de l'IUT mises en place depuis la création du département par les différents responsables de l'IUT. Ceci a aussi été rendu possible par un soutien sans faille de la ville de St-Avold qui a financé en 1994 la construction des surfaces de recherche, puis par le soutien apporté par la Communauté de Commune du Pays Naborien aux différents projets menés par les équipes de recherche.

Les chercheurs et enseignants-chercheurs espèrent vivement que ce document contribuera à mieux vous faire connaître l'activité du site de l'IUT à St-Avold en recherche, en transfert de technologie, ainsi que les événements qui s'y produisent.

Bonne lecture

Thierry ZIMNY
(Directeur de l'IUT de Moselle-Est)



HISTORIQUE

Du laboratoire unique à 3 équipes de recherche reconnues dans le monde entier

Le LCI, premier laboratoire universitaire de recherche en Moselle-Est

A la création du département chimie de l'IUT de Metz, à Saint-Avold en 1994, l'ensemble des enseignants chercheurs était rattaché au LSMCL (UFR SciFa de l'université de METZ). En septembre 1996, sous l'impulsion du professeur *J.V. Weber*, nous avons créé le Laboratoire de Chimie Industrielle (LCI) qui à l'époque était un des seuls laboratoires Français à être rattaché à un IUT. Le LCI (JE 2124) était alors constitué d'un Professeur des Universités (*J.V. Weber*), de 3 maîtres de Conférences (*T. Zimny*, *O. Heintz* et *D. Robert*), d'un ingénieur d'étude (*A. Koch*) et d'une doctorante (*G. Finqueneisel*). Il y avait deux grands thèmes de recherche : les adsorbants carbonés et la photocatalyse appliquée à l'environnement.

L'arrivée de *M. Cochez* en 1997 (Maitre de conférences) et *M. Ferriol* l'année suivante, (Professeur des Universités), fut l'occasion de développer d'autres sujets. C'est ainsi que débutèrent les travaux dans les domaines des fibres monocristallines de matériaux pour l'optique non-linéaire et de l'amélioration du comportement au feu des polymères. La même année, *G. Finqueneisel* devenait la première étudiante à soutenir une thèse de doctorat en Moselle-Est.

En avril 2000, fut organisée la première édition du colloque européen "Solarchemistry and Photocatalysis: Environmental applications SPEA", attirant plus d'une centaine de participants venus d'Europe, mais aussi du Japon et des Etats-Unis. Organisé tous les deux ans dans une ville européenne différente, il est devenu le rendez-vous incontournable des spécialistes de ce domaine.

2001 : création du LCA

Dans le cadre de la restructuration de la recherche en chimie de l'université, le LCI fusionne avec une équipe du LCO (Laboratoire de Chimie Organique). C'est ainsi qu'en janvier 2001, naît le Laboratoire de Chimie et Applications (E.A. n°3471). *M. Ferriol* en prend la direction jusqu'en 2004, année où sont organisées les 30èmes Journées d'Étude des Équilibres entre Phases (JEEP), colloque international ayant réuni 120 participants, preuve de la vitalité du site de Saint-Avold.

Cette époque voit l'arrivée de 2 nouveaux maîtres de conférences : *N. Chaoui* en 2002, puis *B. Azambre* (ancien doctorant du LCI), en 2003. Tous deux intègrent le LCA sur les thèmes des matériaux carbonés et de la photocatalyse. Sous l'impulsion de ces recrutements, de nouvelles thématiques voient le jour en catalyse environnementale : catalyse DéNOx et couches minces de semi-conducteurs.

C'est aussi à cette période que sont soutenues les premières HDR (*D. Robert* et *T. Zimny*). De nombreuses collaborations sont mises en place avec la Côte d'Ivoire, la Pologne, l'Espagne...

2005 : nouvelle restructuration : naissance du LCME et migration vers le LMOPS

Pour la première fois depuis 1994, deux laboratoires de recherches ont des antennes présentes à Saint-Avold. En effet, l'équipe de *M. Ferriol* rejoint une unité mixte de recherche du CNRS : le LMOPS, seul laboratoire des quatre universités lorraines spécialisé dans le domaine des matériaux pour l'optique. Il fait également partie de la fédération de recherche GL2M. En 2005, *A. Laachachi*, doctorant ayant préparé sa thèse au département, est récompensé par le Premier prix de thèse décerné par la Région Lorraine, autre signe de la qualité des travaux développés par les enseignants-chercheurs du département.

Dans le même temps, un autre laboratoire de l'université de Metz (le LTAC) fusionne avec le LCA pour donner le Laboratoire de Chimie et Méthodologie pour l'Environnement (LCME). En juin 2007, le LCME rejoint l'Institut Fédératif Jean Barriol (UPV-M et Nancy I) de Chimie et

de la chimie photocatalytique, a su profiter de l'expérience acquise aux cours de la thèse de doctorat de son fondateur.

En 2011, l'équipe du LMOPS organise un colloque national SCF autour de la problématique du remplacement des retardateurs de flamme halogénés et de l'émergence des polymères bio-sourcés. Parallèlement, des collaborations internationales (Shasta Crystals (San Francisco, USA), IPEN-CNEN et Université fédérale (Sao Paulo, Brésil) dans le domaine des fibres monocristallines sont mises en place. 2012 voit également l'arrivée de *H. Vahabi* (maître de conférences) au LMOPS, pour renforcer l'équipe dans le domaine du comportement au feu. Il est suivi en 2013 par *C. Vagner* (MCF à l'université d'Aix-Marseille) dans le cadre d'une convention d'échange.

Le LCME développe progressivement de nombreuses collaborations dans le cadre des thématiques DÉNOx et DéSuie du GDRI Catalyse Environnementale (Pologne, Espagne...).

2002 voit la création de PLASTINNOV, unique Plate-Forme Technologique de l'Université de Lorraine. Portée par l'IUT de Moselle-Est, elle intervient dans le transfert des technologies issues des laboratoires de recherche au bénéfice de l'industrie de la plasturgie.

Physique Moléculaire et Biomoléculaire (FR 2843). *D. Robert* est nommé directeur-adjoint et responsable scientifique et administratif du thème «Chimie de l'Environnement et Procédés Propres» du LCME. En 2007, *G. Finqueneisel* lui succède.

Les activités de l'équipe du LCME se développent dans le cadre de réseaux nationaux et internationaux soutenus par le CNRS et adoptent une démarche fondamentale permettant de répondre à des problématiques environnementales soulevées par les industriels (GdF, Renault), ou des organismes tels que l'ADEME par exemple.

2009 : Trois équipes de recherches à Saint-Avold

C'est en 2009, que les structures de recherches actuelles ont été mises en place. Ainsi outre les équipes du LCME et du LMOPS, une troisième équipe voit le jour. En effet *D. Robert* intègre le Laboratoire des Matériaux, Surface et Procédés pour la Catalyse de l'Université de Strasbourg (LMSPC-UMR 7515), ce qui amène une nouvelle antenne sur le site de Saint-Avold.

Cette année là, *A. Piscopo*, ancien doctorant du LCI, crée sa Startup (Titanium Innovations) sur le site. L'entreprise spécialisée dans l'assistance technique et le conseil d'expert dans le domaine

En 2012, date de la création de l'Université de Lorraine, une nouvelle restructuration de la recherche entraîne la disparition du LCME au profit du LCP-A2MC (Laboratoire de Chimie et Physique, Approche Multi Echelle des Milieux Complexes, EA 4632), qui provient du regroupement de la plupart des laboratoires de physique et chimie de l'ex-université de Metz. Ce nouveau laboratoire est structuré en 5 thèmes. *G. Finqueneisel* prend la direction du thème « Chimie durable et Environnement ». En 2011, *M. Badawi* vient renforcer l'équipe « Contaminants et dépollution » en apportant des compétences en modélisation appliquée aux processus d'adsorption et catalyse.

Début 2013, le LMSPC devient l'Institut de Chimie et Procédés pour l'Energie, l'Envir. et la Santé (ICPEES-UMR 7515), et son antenne de Saint-Avold obtient 2 projets ANR et étend ses collaborations vers le Canada et l'Indonésie. Enfin, au travers de la PFT Plastinnov, l'IUT de ME est responsable d'un projet de technologie C-PIA, pour Customized Polymers for Industrial Applications. Le volet «ignifugation des polymères » du projet est l'occasion de développer une collaboration directe entre chercheurs du LMOPS et du LCP-A2MC dans le cadre d'une co-direction de thèse réunissant les compétences des deux antennes.

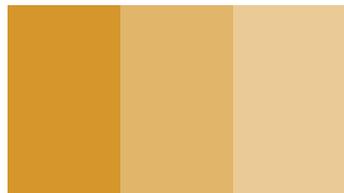
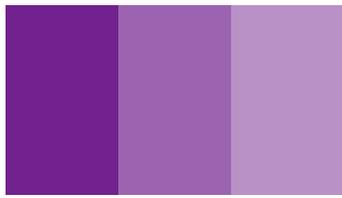


Tableau de bord : Les chiffres des 20 ans

EN 2014, le site de Saint-Avold de l'UNIVERSITE DE LORRAINE, c'est : 4 Professeurs des Universités (dont un émérite), 6 Maîtres de Conférences et 10 doctorants, répartis dans 3 équipes de recherche reconnues internationalement (LMOPS, LCP-A2MC et ICPEES), auxquels s'ajoute une start'up et une plateforme de transfert de technologie unique en Lorraine.

En 20 ans, les chercheurs de l'Est mosellan ont développé de nombreux projets de recherches et des collaborations fructueuses qui ont non seulement dépassé les frontières de la Lorraine, mais aussi celles de la France et de l'Europe. Ainsi, il n'est pas rare de croiser dans les couloirs, de l'IUT des étudiants venant d'Afrique, d'Amérique du Nord ou d'Asie. Nous présentons ci-dessous une synthèse de la production scientifique issue de ces collaborations.

- **192 publications** dans des revues internationales à comité de lecture (rang A)
- **302 communications** orales ou par affiches dans des colloques nationaux ou internationaux
- **18 séminaires et conférences invités**
- **1 brevet**
- **11 éditions d'ouvrages ou chapitres d'ouvrage**
- **6 colloques internationaux ou nationaux** organisés à Saint-Avold.
- **8 Projets européens**
- **4 Projets ANR**
- **25 thèses soutenues**
- **10 thèses en préparation**
- **6 Habilitations à Diriger les Recherches**
- **9 chercheurs invités**
- **10 stages de master**



LMOPS - E.A. 4423

Université de Lorraine - Supélec

Les activités de recherche de l'antenne naborienne du LMOPS sont centrées sur deux thématiques :

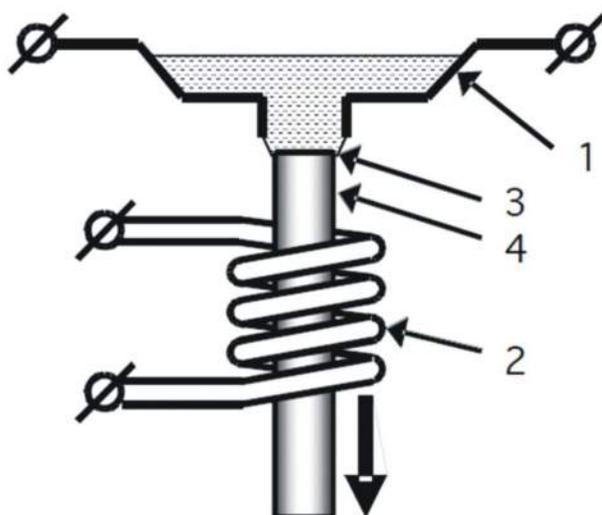
- 1/ croissance et caractérisation de fibres monocristallines de matériaux pour l'optique non-linéaire
- 2/ amélioration du comportement au feu des polymères

Croissance et caractérisation de fibres monocristallines

Les lasers ont peu à peu envahi notre vie quotidienne depuis la réalisation du premier dispositif en 1960 par Maiman avec un cristal de rubis.

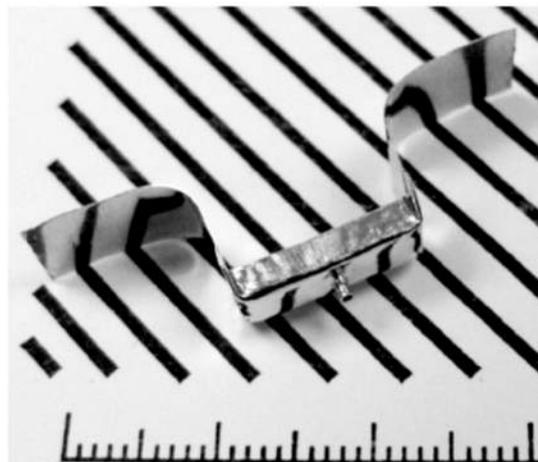
Ils trouvent de plus en plus d'applications (stockage d'informations (CD, DVD, Blu-ray), médecine, chirurgie, télémétrie, nettoyage, micro-usinage, ...). Mais toutes les longueurs d'onde ne sont pas accessibles directement et nécessitent l'utilisation de cristaux convertisseurs de fréquences. L'équipe du LMOPS de Saint-Avold a pour vocation d'élaborer ce type de cristaux. La technique utilisée, dite de la micro-goutte pendante, permet d'obtenir des fibres cristallines pouvant atteindre plusieurs dizaines de centimètres de longueur dont la forme est favorable à la propagation de la lumière et va dans le sens de la miniaturisation de plus en plus poussée des dispositifs. Un seul autre laboratoire utilise également cette technique en France.

Dans cette technique, la poudre du matériau, dont une fibre cristalline doit être obtenue, est fondue dans un creuset en platine chauffé par résistivité et dont le fond est muni d'un capillaire. La goutte de liquide formée à l'extrémité du capillaire est alors placée en contact avec un germe. Son déplacement vers le bas entraîne la solidification du liquide s'écoulant par le capillaire et la formation du cristal sous forme d'une fibre cylindrique. Les caractéristiques de la méthode permettent des vitesses de tirage élevées selon les matériaux et l'obtention de cristaux homogènes en composition tout le long de l'axe de tirage. D'autre part, la méthode utilise peu de matière première et il est possible d'obtenir rapidement plusieurs cristaux de composition variable là où des techniques plus conventionnelles comme la méthode de Czochralski demandent plusieurs jours.

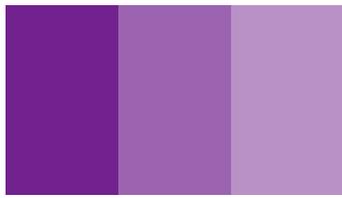


1: creuset en Pt, 2: anneau de recuit
3: interface liquide-solide, 4: cristal en croissance

Schéma de principe de la micro-goutte pendante et creuset en platine



Les cristaux obtenus sont ensuite caractérisés par différentes techniques (diffraction des rayons X, spectrométrie micro-Raman, microscopie optique et électronique...). Elles permettent de vérifier l'absence de macro-défauts (bulles, fractures, inclusions...) et de contrôler l'homogénéité de composition et les défauts structuraux (dislocations, macles...). Les conditions expérimentales de tirage sont ainsi optimisées afin d'obtenir des cristaux de qualité optique maximale. A partir de là, différentes propriétés optiques sont étudiées (coefficients non linéaires, efficacité de conversion de fréquences, transmission optique...)



Différents cristaux ont ainsi été étudiés. Ils appartiennent à des familles importantes de matériaux pour l'optique non linéaire :

- famille des niobates : LiNbO_3 (pur ou dopé Fe) matériau "roi de l'opto-électronique" en raison de la combinaison unique de propriétés piézo-électriques, électro-optiques et non-linéaires qu'il présente, $\text{K}_3\text{Li}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ pour ses propriétés de doubage de fréquences dans le bleu et le proche UV

- famille des borates : $\text{Ca}_5(\text{BO}_3)_3\text{F}$, $\text{Bi}_2\text{ZnB}_2\text{O}_7$ et LaBGeO_5 pour leur efficacité de conversion d'une lumière

laser infra-rouge dans le domaine ultra-violet.

Plusieurs collaborations internationales ont vu le jour dans le cadre de ce thème de recherches, notamment :

- Shasta Crystals (Dr. G. Maxwell, San Francisco, U.S.A)
- IPEN-CNEN (Dr. S. Baldochi, Sao Paulo, Brésil)
- Université Fédérale de Sao Paulo (Dr. A.M. do Espirito Santo, San José dos Campos, Brésil)

Amélioration du comportement au feu des matériaux polymères

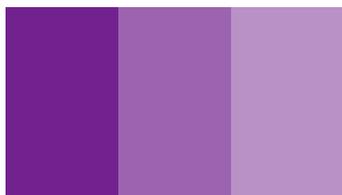
Nos habitations, lieux de travail et moyens de transport contiennent un potentiel calorifique de plus en plus important sous forme de matériaux polymères fortement combustibles visant à remplacer des matériaux plus traditionnels (bois, alliages métalliques...) et à améliorer notre confort (meubles, tapis, jouets, équipements électriques ménagers et de loisirs, informatique...). Les sources potentielles d'incendie tendent également à augmenter avec la multiplication et la miniaturisation des équipements électriques et électroniques.

Outre les atteintes directes aux biens, à la santé et à la vie des personnes (en Europe, il y a chaque jour environ 12 morts et 120 blessés graves dus à des incendies), les incendies peuvent

avoir des répercussions non négligeables en termes de développement durable et d'environnement (destruction totale ou partielle d'infrastructures, production et dissémination de composés toxiques et/ou corrosifs : CO, dioxines, HCN, composés aromatiques polycycliques...).

L'impact créé par ces graves conséquences conduit à une exigence accrue vis-à-vis du feu. Différents secteurs d'activité majeurs (bâtiment et génie civil, moyens de transport, câblerie et matériel électrotechnique...) sont directement concernés.

Dans ce contexte, nous nous sommes engagés depuis plus de dix ans dans la thématique de l'amélioration du comportement au feu des polymères.



Un polymère est un matériau à forte concentration en carbone et hydrogène, éléments bien connus pour leur comportement réducteur. Il contient donc une charge combustible importante libérant de grandes quantités d'énergie si les conditions nécessaires pour qu'il s'enflamme sont réunies. Pour que la combustion ait lieu, il faut que soit constitué le « triangle du feu » qui nécessite la réunion de trois éléments :

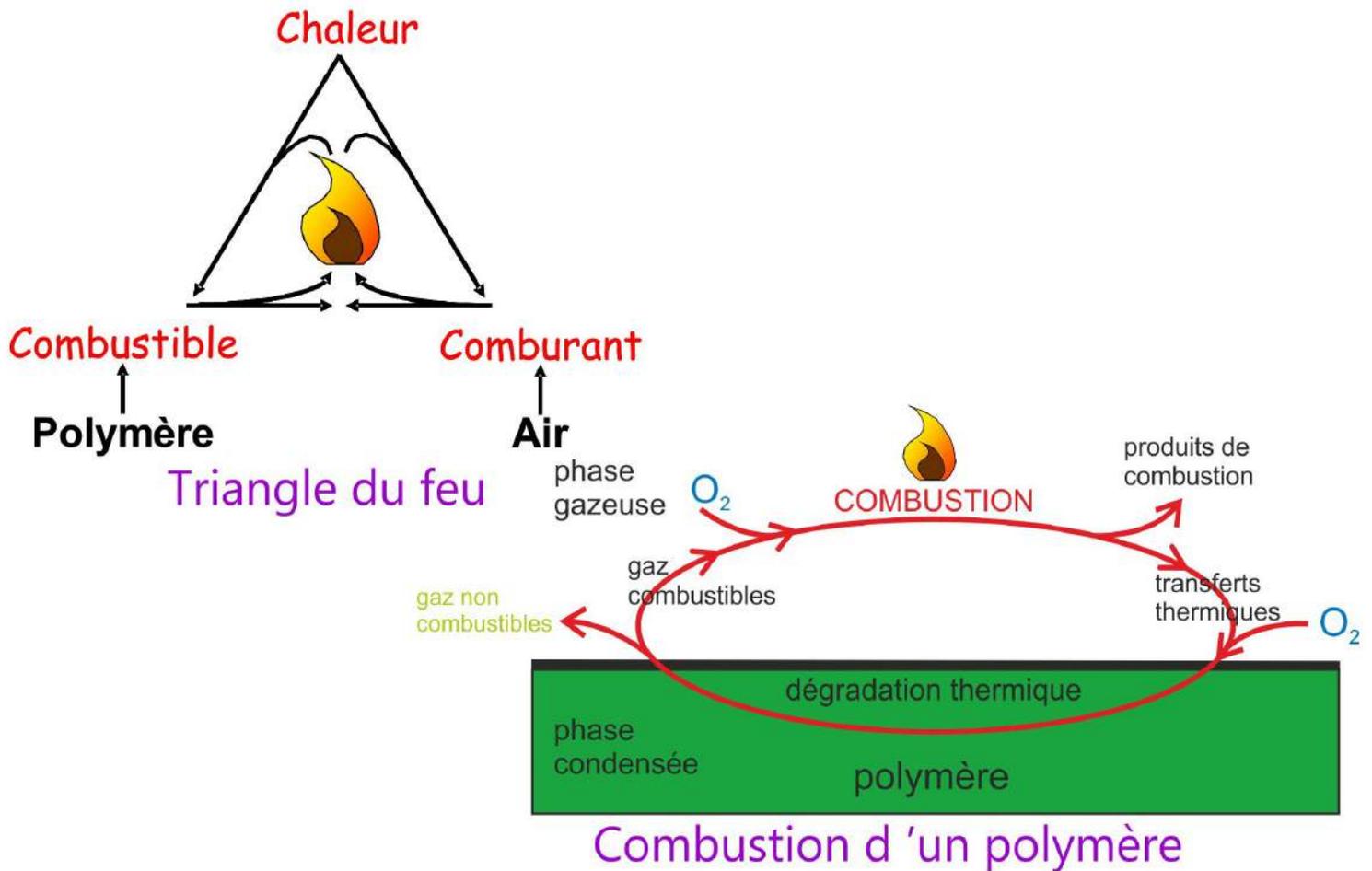
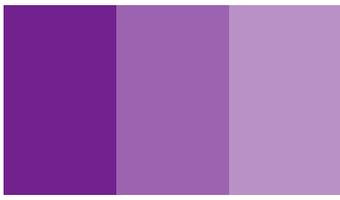
- un combustible : le polymère
- un comburant : l'oxygène de l'air
- une source de chaleur

La combustion se passe schématiquement en deux temps :

1/ la dégradation thermique du polymère, génératrice de gaz combustibles ou non, s'effectuant

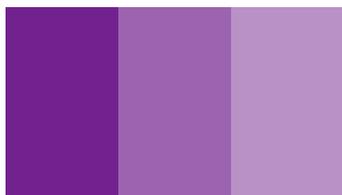
généralement selon trois mécanismes pouvant entrer éventuellement en compétition : dépolymérisation, scission aléatoire de la chaîne polymère, dégradation des groupes latéraux.

2/ l'inflammation des gaz combustibles et la propagation de la flamme selon un mécanisme radicalaire fortement exothermique où les radicaux H° et HO° , dits « radicaux chauds », jouent un rôle prépondérant et conduisant aux produits de combustion (CO , CO_2 , suies, gaz toxiques ou non,...). La chaleur produite à ce niveau et les transferts thermiques qui s'ensuivent, entretiennent la dégradation du polymère et ainsi, l'alimentation de la flamme en gaz combustibles. Le phénomène est donc auto-entretenu.



La réduction du risque de départ de feu en cas de contact avec une source de chaleur ou le ralentissement de la combustion si le polymère ou un matériau proche a déjà pris feu, nécessite l'adjonction de composés spécifiques : les « retardateurs de flamme ». La diversité des polymères à protéger, les exigences différentes en termes de tenue au feu selon les secteurs d'applications et les réglementations et normes en vigueur, nécessitent une grande diversité de composés utilisables. D'autre part, l'optimisation du comportement au feu impose également l'utilisation d'une combinaison de composés opérant en synergie afin de limiter les quantités introduites et la détérioration des propriétés mécaniques et fonctionnelles du matériau.

Dans le cas des polymères thermoplastiques, nous avons imaginé d'associer des nanoparticules d'oxydes (Al_2O_3 , SiO_2 , AlOOH , Fe_2O_3 ,...) à des composés retardateurs de flamme conventionnels à base de phosphore (polyphosphate d'ammonium, phosphates, phosphinates métalliques,...) et, le cas échéant, avec des silicates lamellaires (argiles de type montmorillonite) à la base des nanocomposites connus et étudiés depuis plusieurs années et présentant des effets "retard au feu" prometteurs. Ces formulations, viables économiquement, permettent de limiter les taux de charge des polymères et donc, de conserver les propriétés fonctionnelles des matériaux.



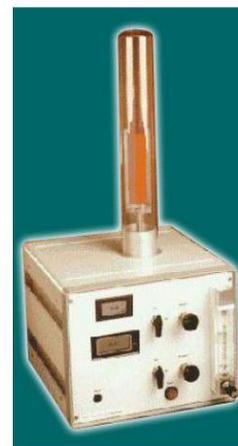
cône calorimètre



épiradiateur



UL 94



IOL

Nous étudions également l'impact de la modification de surface des particules sur leur dispersion, point clé de leur efficacité sur les propriétés "retard au feu".

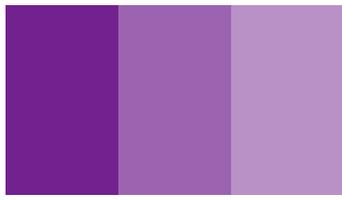
Nos travaux ont montré que ces oxydes contribuent efficacement à la formation d'un effet barrière important et au renforcement de la couche charbonnée développée lors de la combustion, sous l'influence d'additifs retardateurs classiques phosphorés et/ou azotés dont la présence permet le développement de synergies efficaces, les oxydes ne pouvant pas constituer à eux seuls des retardateurs de flamme viables. La fonctionnalisation des nanoparticules permet également d'améliorer la dispersion des charges et des fonctions retardatrices de flamme

éventuellement portées par les particules. Les résultats obtenus sur des polymères comme le PMMA et le PS montrent que cette voie est très prometteuse.

Les compétences développées ont débouché sur le projet C-PIA porté par la PFT Plastinnov, qui a permis de doter l'IUT d'une plateforme instrumentale de caractérisation et d'essais au feu sans équivalent dans le Nord-Est de la France :

- cône calorimètre
- micro-calorimètre de combustion
- IOL (indice d'oxygène limite)
- UL 94
- épiradiateur

Nous participons également au projet "Résines idéales" soutenu par la Région Lorraine et impliquant Arkema et le Pôle de Plasturgie P.P.E.



Liste des thèses

Les deux thématiques de recherche de l'équipe ont donné lieu à la préparation et à la soutenance de six thèses de doctorat en tout ou partie à l'IUT. Trois autres thèses sont en préparation actuellement. La thèse d'Abdelghani Laachachi a obtenu le **Premier Prix de la Thèse 2005** décerné par la Région Lorraine.

Thèses soutenues et en cours

- **Farah Assi** "Recherche, élaboration et caractérisation de fibres cristallines de nouveaux matériaux pour la conversion de fréquences dans l'ultra-violet" (soutenance prévue en Août 2015)
- **Qing Lin** "Recherche, mise au point et caractérisation de systèmes retardateurs de flamme pour de nouveaux composites à fibres continues" (soutenance prévue en Février 2015)
- **Nicolas Burger** "Amélioration de la conductivité thermique et des propriétés de retard au feu d'une résine époxy" (soutenance prévue en Août 2014)
- **Nader Kozhaya** "Nouveaux matériaux pour l'optique : croissance et caractérisation de fibres monocristallines" (soutenu le 12 Décembre 2011)
- **Blandine Friederich** "Développement de nouveaux matériaux ignifugeants à base de nanocomposites plus amicaux pour l'environnement" (soutenu le 30 Août 2011 au CRP Henri Tudor à Esch sur Alzette)
- **Gabriella Dravec** "Etude des équilibres entre phases et croissance cristalline dans le système ternaire $A_2O-Li_2O-M_2O_5$ ($A=K, Rb, Cs, M=Nb, Ta$)" (Thèse en co-tutelle avec Institut de Recherche sur la Physique et l'Optique de l'Etat Solide de l'Académie Hongroise des Sciences à Budapest, soutenue le 25 Mai 2009 à Budapest)
- **Nicolas Cinausero** "Etude de la stabilité thermique de nanocomposites à matrice particulière" (soutenu le 29 Janvier 2009 à l'Ecole des Mines d'Alès)
- **Abdelghani Laachachi** "Recherche et étude de nouveaux retardants de flamme pour polymères acryliques. Application au PMMA et recherche de synergies" (soutenu le 18 Mai 2005)
- **Anne Gentilhomme** "Synthèse et caractérisation de polymères méthacryliques phosphorés à propriétés retardatrices de flamme" (soutenu le 22 Octobre 2003)

Bibliométrie

L'équipe qui appartient au LMOPS de Saint-Avold a vu le jour en 1998.

Depuis cette date, elle a produit :

* **41 publications** dans des revues internationales à comité de lecture (rang A)

* **97 communications** orales ou par affiches dans des colloques nationaux ou internationaux

* **7 séminaires et conférences invités**

* **1 brevet**

* **5 éditions** d'ouvrages ou chapitres d'ouvrage

Elle a organisé à Saint-Avold trois colloques internationaux ou nationaux.

Composition actuelle de l'équipe:

Michel FERRIOL (Professeur des Universités, Responsable du groupe)

Marianne COCHEZ (Maître de Conférences HDR)

Hossein VAHABI (Maître de Conférences)

Christelle VAGNER (Maître de Conférences)



De gauche à droite :

H. Vahabi, M. Cochez, M. Ferriol, Farah Assi (doctorante), Qing Lin (doctorant) et C. Vagner

Laboratoire de Chimie et de Physique Approches Multi-échelles des Milieux Complexes(LCP-A2MC-EA 4632)

Les activités de recherche de l'antenne de Saint-Avold du LCPA2MC sont centrées principalement sur:

- **la dépollution en phase aqueuse ou gazeuse par adsorption et/ou catalyse** (activité principale)
- **la valorisation thermochimique de la biomasse** .

"Une implication dans les programmes de recherche d'envergure"

"Historiquement, les travaux de recherche de l'équipe de Saint-Avold en **dépollution** ont été initiés dans le cadre d'actions mettant en jeu des collaborations sur le plan national et international telles que **les PICS** (1992 – 1998) et **un GDRE « Adsorbants carbonés et environnement »** CNRS-PAN (Académie Polonaise des Sciences) (1998 – 2002). Ces collaborations se sont poursuivies dans le cadre d'**un Jumelage CNRS-PAN « Matériaux carbonés et catalytiques pour l'environnement »** (2002-2006). Le Laboratoire intervint dans ce jumelage sur trois axes : adsorbants carbonés, deSuie et deNOx. La thématique deNOx sources fixes s'inscrit dans le cadre d'un contrat ADEME-Gaz de France et d'un **projet Eurêka "Stationocat"** (2005-2008). Depuis 2006, les activités en dépollution se poursuivent dans un **G D R I** intitulé **« Catalysis for Environment : Clean and sustainable Energy and Fuels »**. L'équipe intervient sur trois thématiques sur six que compte ce groupe de recherche international (Autriche, Brésil, France, Italie, Pays-Bas, Pologne, Portugal, Espagne, Vietnam). Ces trois thématiques sont le deNOx, l'oxydation catalytique des suies, et le traitement catalytique de l'eau. Le Laboratoire est impliqué dans **l' ANR « Charco »** dont la thématique est la séquestration du dioxyde de carbone. Actuellement le Laboratoire participe à **l'ANR "Mire"** et au **projet européen "PASSAM"** sur la mitigation des rejets iodés volatils lors d'accidents nucléaires graves.

Sur la thématique **biomasse**, le laboratoire a également été impliqué dans différents réseaux de recherche et de transfert de technologie et de recherche (projets **INCO-Copernicus "Bioval"**, **NATO**, centre d'excellence **CONBIOT, ACI "Biomasters"**).

Dépollution: "de la nature des interfaces molécule/matériau... jusqu'au procédé"

Une approche multi-échelle des surfaces solides et de leur réactivité

Formulation/synthèse d'adsorbants et de catalyseurs:

- formulation sur mesure en fonction des effluents à traiter
- post-fonctionnalisation des solides (mx carbonés, silices mésoporeuses, oxydes...)
- préparation des catalyseurs supportés

Caractérisation macroscopique des propriétés d'adsorption des solides :

- phase gazeuse: isothermes et cinétiques d'adsorption, texture poreuse (BET, distribution en taille des pores)
- phase liquide: isothermes, cinétiques et effet du pH

Caractérisation des sites actifs de surface (acido-basiques, oxydo-réduction):

- spéciation des espèces de surface par spectroscopies IR de molécules sondes adsorbées (CO, NO, pyridine...)
- stabilité thermique et force relative des sites (TPD, ATG)
- caractérisations de solides par DR-UV-Vis, Raman, DRX

Caractérisation de l'adsorbat en tant qu'intermédiaire réactionnel:

- Etude des liaisons chimiques à l'interface solide-gaz (IR-DRIFTS)
- Aspects quantitatifs, cinétiques et compétitifs de l'adsorption en milieu réactif complexe (courbes de percée...)

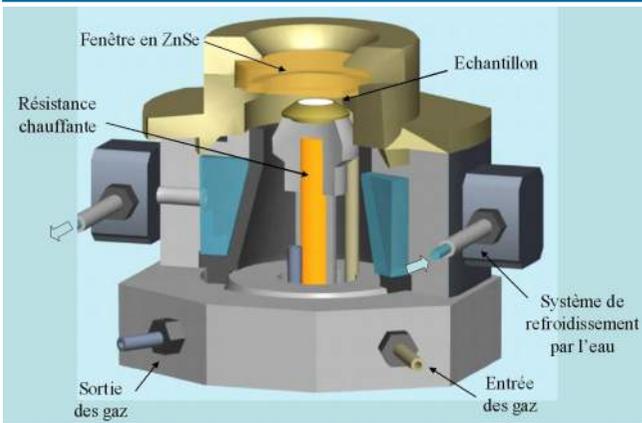
Chimie théorique / Modélisation moléculaire :

- Calculs *ab initio* périodiques (surface, VASP) et moléculaire (Gaussian) prise en compte de P et T dans les calculs DFT (post-trait. statistique), détermination des mécanismes réactionnels et des énergies d'activation.

Mise en place de tests de réactivité (adsorption, catalyse):

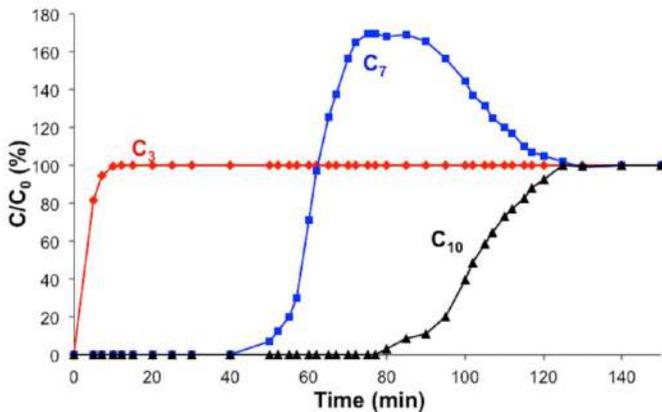
- interprétation fine des résultats - feedback sur formulation
- détection des intermédiaires/mécanismes

La spectroscopie infrarouge: "Un outil au service de la réactivité des solides"



▲ Etude des interfaces solide-gaz en f(t, T°, atmosphère)

Le suivi spectrocinétique de l'adsorption et de la transformation des molécules adsorbées est réalisé par IR en réflexion diffuse (DRIFTS) *in situ*.

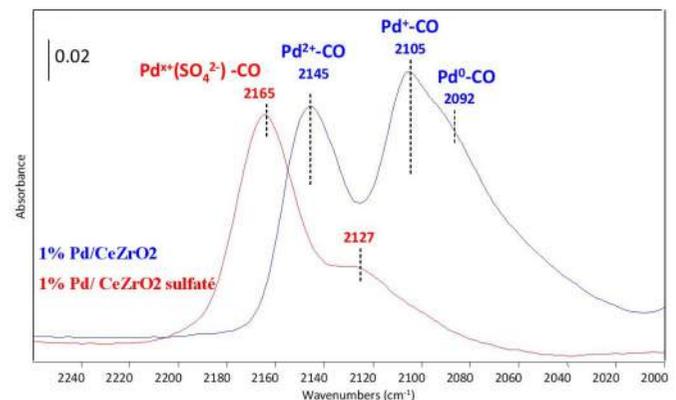


► Adsorption en phase liquide - propriétés vibrationnelles

La Réflexion Totale Atténuée (ATR) et/ou la DRIFTS permettent d'étudier les interfaces solide-liquide et la fonctionnalisation des solides.

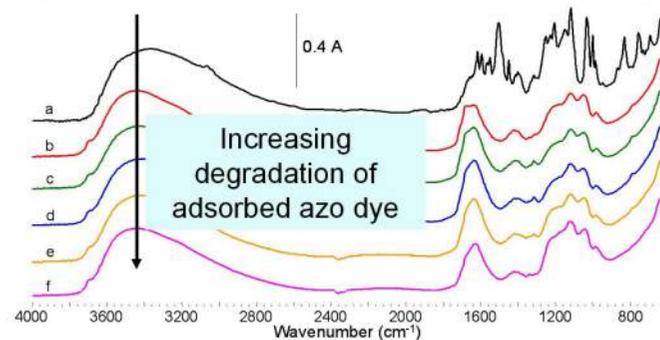
▼ Caractérisation des sites acide-base et redox de surface

Les spectres IR-DRIFTS de molécules sondes à l'état adsorbé donnent des informations indirectes sur la nature des sites présents sur les surfaces solides.

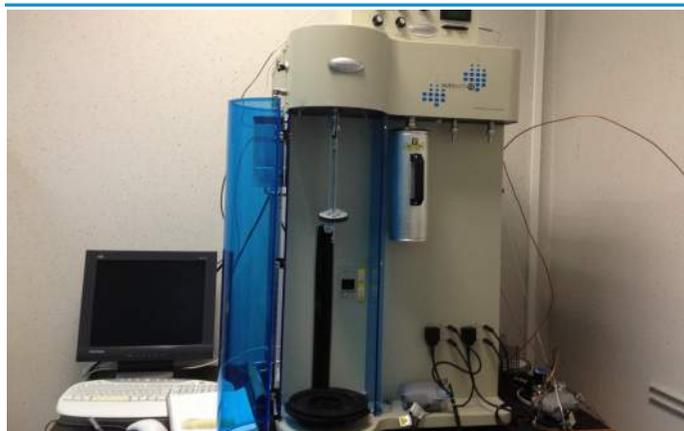


◀ Analyse des gaz réactifs et des produits gazeux de réaction

Une cellule gaz (parcours optique 2 m) couplée à un spectromètre FTIR nous permet de détecter et quantifier les gaz émis en entrée/sortie de réacteur.

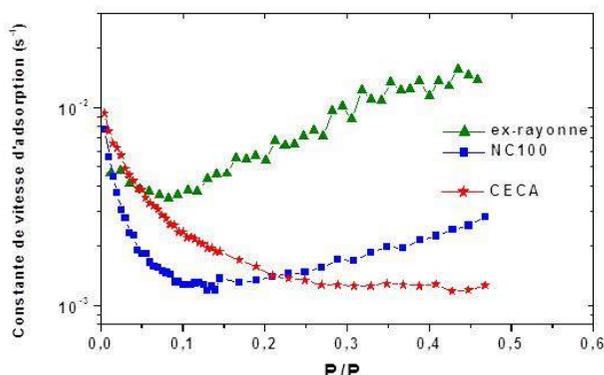


La sorptométrie par gravimétrie ou volumétrie



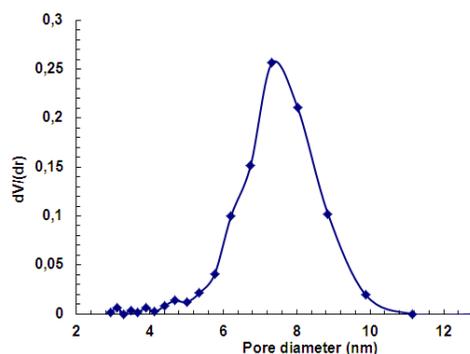
▲ iQ Quantachrome: caractérisation de la texture poreuse

BET, distribution en taille des pores
TPD, TPR...



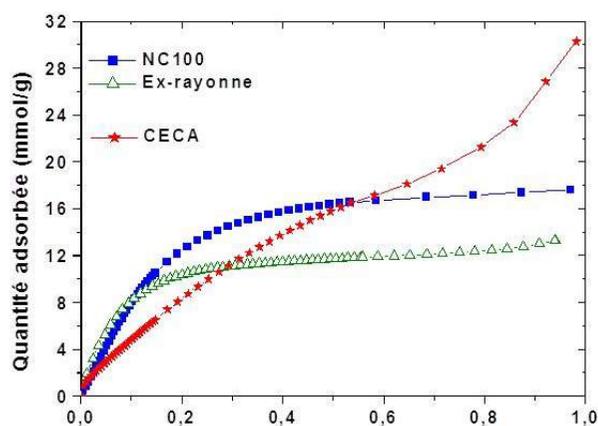
Distribution en taille des pores

Echantillon de SBA-15, synthétisé au laboratoire



▼ Isothermes d'adsorption en mode statique et dynamique

Exemple: adsorption du méthanol à 25°C sur des matériaux carbonés

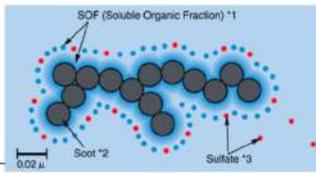


◀ Etude des cinétiques d'adsorption

Obtention d'informations sur les phénomènes d'adsorption (mécanismes d'adsorption, diffusion interne dans les pores de l'échantillon...).

"Les suies diesel représentent un problème majeur pour la santé humaine et le climat. 42000 morts/an en France leur sont imputées. Elles sont le 2ème contributeur au réchauffement global après le CO₂."

La catalyse pour "brûler" les particules diesel

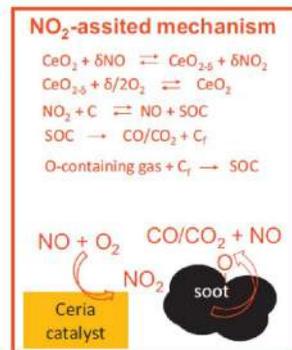
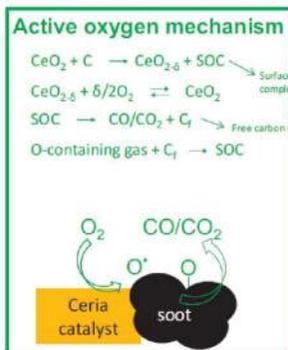
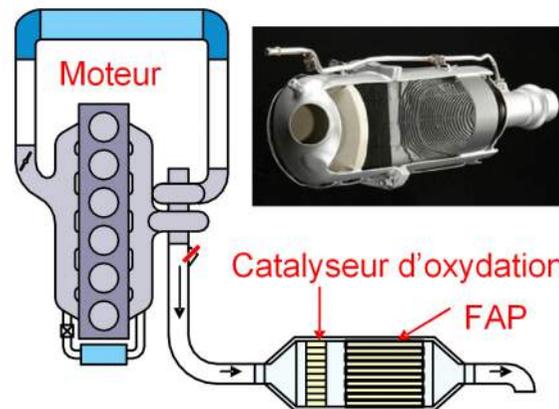
| | | | |
|--|------|--|-----|
| Fraction Organique Soluble non volatile | 10 % | FOS | FOV |
| Fraction Organique Soluble volatile à 600 °C | 10 % | | |
| Groupe-Oxygénés et autres tantes à 600 °C | 13 % | | |
| Sphérules de carbone | 64 % |  | |
| Inclusions minérales | 3 % | | |

La caractérisation des suies diesel et de leurs fractions organiques

Nous avons utilisé la **pyrolyse couplée à la GC-MS** pour décrire l'effet d'un catalyseur d'oxydation au platine sur la composition chimique des suies diesel.

Etude de la combustion catalysée des suies dans les Filtres à Particules

La détermination par thermogravimétrie des **cinétiques d'oxydation des suies** en absence/présence d'un catalyseur et de NO_x a permis à Renault de développer son modèle de FAP commercial.

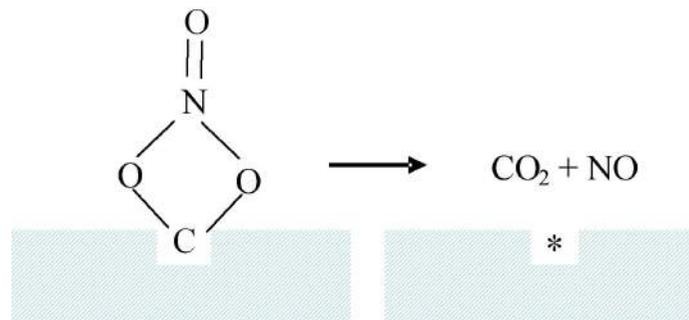


Réactivité de NO₂ avec d'autres formes allotropiques du carbone

L'identification par spectroscopie IR et TPD des complexes azotés et oxygénés à la surface du **diamant, de charbons et des nanotubes** est réalisée in situ.

Rôle des catalyseurs à base de cérium dans la combustion des suies

En collaboration avec l'Université d'Alicante, nous avons mis en évidence les **mécanismes d'oxydation des suies par la cérine (CeO₂) en présence de NO_x**.



"Le terme générique NOx désigne **NO et NO₂**. Le dioxyde d'azote est un irritant pulmonaire et il contribue aux pluies acides. Les NOx proviennent essentiellement de la combustion des combustibles fossiles à haute T°".

La réduction sélective des oxydes d'azote (NOx) en présence d'hydrocarbures



▲ Post-traitement des NOx issus des sources fixes

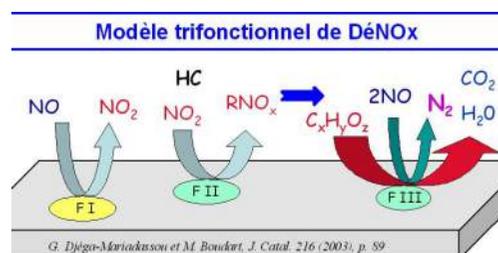
La réduction catalytique sélective (SCR) des NOx en présence d'HC contenus dans les effluents des chaudières industrielles est une technologie prometteuse puisqu'elle permet d'éliminer deux polluants simultanément (les NOx étant transformés en N₂) sans coût additionnel (ex: injection d'ammoniac).

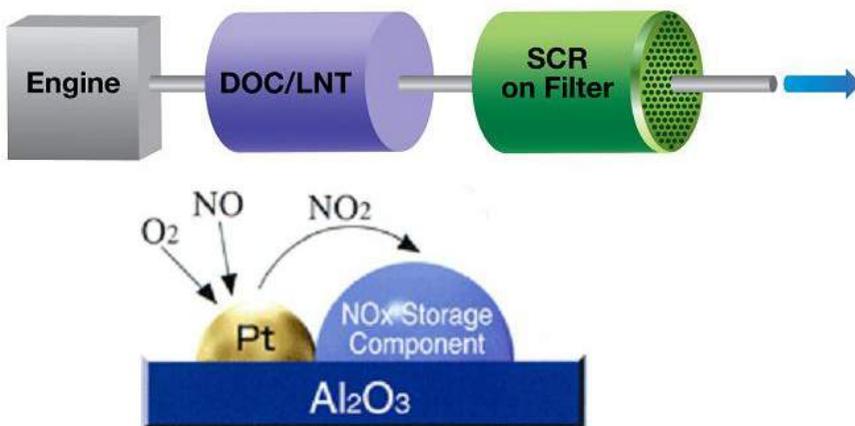
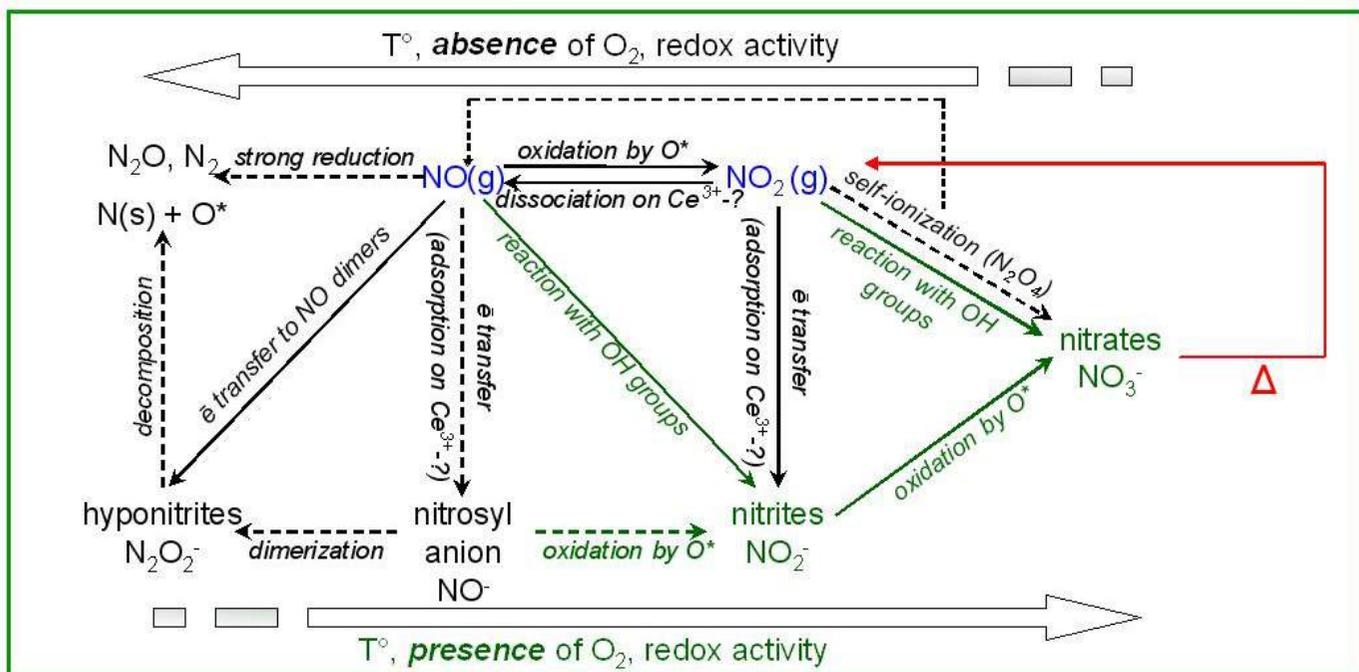
En partenariat avec l'ADEME, GdF-Suez et le LRS (UPMC), nous avons formulé, caractérisé et testé une série de catalyseurs à base de Pd et de cérine-zircone modifiée pour la SCR des NOx par le méthane (chaudière gaz naturel).

▼ Post-traitement des NOx issus des sources mobiles

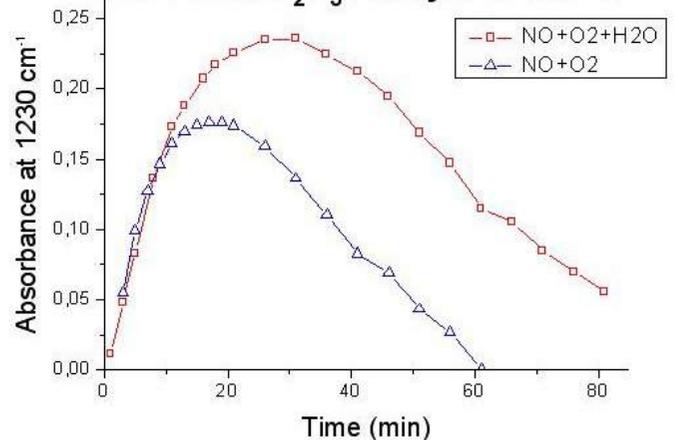
L'éthanol est un réducteur potentiellement intéressant pour le traitement des NOx issus des véhicules utilisant des carburants biosourcés. En collaboration avec l'IST de Lisbonne, nous étudions l'effet du support (cérine-zircone, zéolithe, alumine) sur le comportement de catalyseurs à l'argent dans le cadre de la SCR des NOx à l'éthanol.

Les mécanismes du "DéNOx" (transformation catalytique des NOx en N₂) sont étudiés par IR-DRIFTS dans des conditions "operando".





Effect of water on the storage of nitrites on a $Pt/Ba/Al_2O_3$ catalyst at $300^\circ C$



L'étude, notamment par spectroscopie IR, des **mécanismes d'adsorption des NOx** est fondamentale pour expliquer la réactivité de catalyseurs destinés à leur post-traitement (SCR, pièges à NOx, FAP...).

La figure ci-dessus précise les mécanismes de réactivité des NOx sur des oxydes $CeZrO_2$.

Les pièges à NOx sont une technologie concurrente aux catalyseurs SCR pour l'élimination des NOx issus des sources mobiles.

En collaboration avec le LGRE de l'UHA (Mulhouse), nous étudions les effets respectifs de l'eau et des particules carbonées sur le stockage des NOx sous forme de nitrites et nitrates dans des catalyseurs modèles de type $Pt/Ba/Al_2O_3$ ou des catalyseurs commerciaux (DPNR de Toyota).

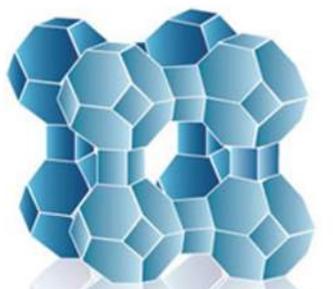
“Les phénomènes d'adsorption au service du piégeage des hydrocarbures imbrûlés ...”

Les gaz d'échappement Diesel sont réputés nocifs en raison de l'émission de polluants tels que les oxydes d'azote (NOx), les particules fines (PM), le monoxyde de carbone (CO) ou bien encore les hydrocarbures imbrûlés (HC). Depuis 1993, l'Union Européenne contraint ainsi les constructeurs automobiles à diminuer ces émissions au travers des différentes normes Euro de plus en plus contraignantes.

De nos jours, la majorité de ces polluants sont éliminés efficacement par les systèmes de post-traitement catalytique. Cependant, les catalyseurs d'oxydation des HC (DOC) sont "actifs" uniquement lorsque la température des gaz d'échappement dépasse les 250-300°C, ce qui ne permet pas de traiter la **pollution générée par les hydrocarbures imbrûlés lors des phases de démarrage à froid.**

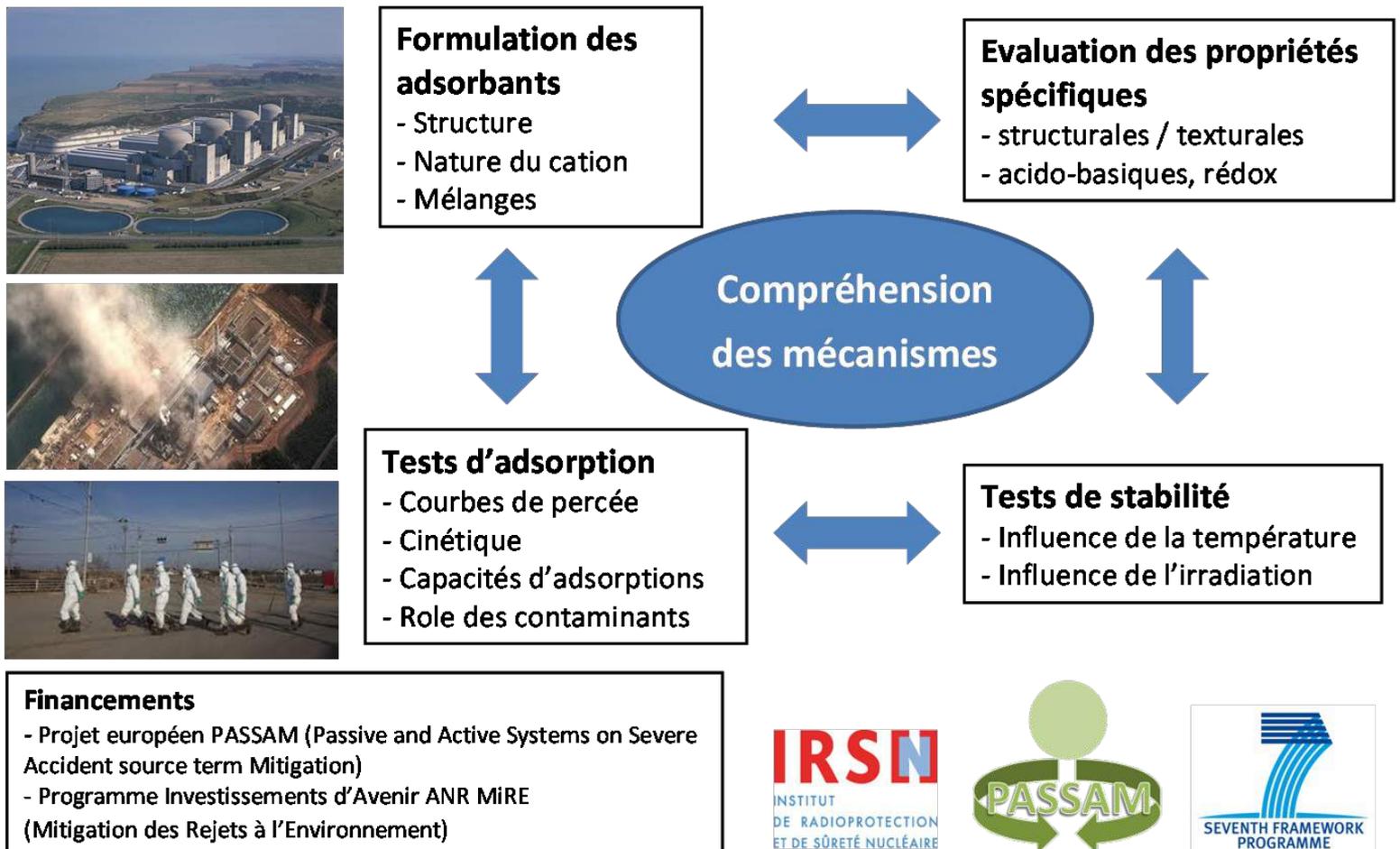
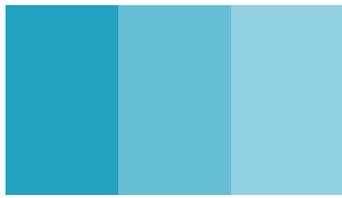
Une méthode prometteuse consiste à piéger sur un adsorbant microporeux de type **zéolithe** (du grec zeô ou zein: « bouillir » et (lithos) : « la pierre ») l'intégralité des HC imbrûlés émis à $T < 250^{\circ}\text{C}$. Les HC adsorbés sont ensuite traités par le catalyseur d'oxydation (DOC), lorsque celui-ci devient actif à $T > 250^{\circ}\text{C}$.

Dans notre cas, un mélange modèle constitué d'HC (propène, toluène, décane) et d'inhibiteurs (eau, CO, NO) a été utilisé pour imiter la composition chimique d'un effluent diesel. La méthodologie expérimentale a consisté à corréliser les résultats des courbes de percée/TPD et des tests cold-start avec certains paramètres structuraux et chimiques des zéolithes. **Nous avons pu montrer qu'il était possible d'ajuster sur mesure certaines caractéristiques des zéolithes, comme le rapport Si/Al, la topologie poreuse et la nature du cation compensateur pour optimiser le piégeage et l'élimination des HC.**



La période de démarrage à froid ("cold-start" en anglais) correspond aux 120 premières secondes après le démarrage du moteur, c'est à dire lorsque les gaz d'échappement sont encore froids.

Environ 80% de la totalité des HC imbrûlés résiduels sont émis pendant cette période.



“... et de la sûreté nucléaire”

En cas d'accident nucléaire grave, certains composés volatils comme I_2 et CH_3I ne seraient pas piégés par le filtre U5 qui est le dispositif actuel pour retenir les radionucléides dans l'enceinte de confinement de la centrale. Or ces composés sont très nocifs à cause de leur radioactivité.

En collaboration avec l'IRSN, l'UCCS de Lille ainsi que de nombreux partenaires français et européens, nous avons pour objectif de développer des filtres innovants dont les propriétés auront été ajustées sur mesure pour fonctionner dans les conditions accidentelles ($T = 80-150^\circ C$, atmosphère humide et irradiée).

Au laboratoire, nous étudions et évaluons l'adsorption de ces espèces iodées sur différents matériaux poreux comme les zéolithes.

Certaines caractéristiques des zéolithes peuvent être modifiées pour optimiser l'efficacité du piégeage :

- Structure (MFI, FAU, MOR ...)
- Rapport Si/Al (nombres de sites d'adsorption et hydrophobicité)
- Nature du cation compensateur (Ag, Ni, Pb ...)

Ces adsorbants, évalués à l'aide d'essais paramétriques pendant lesquels ils sont soumis à un flux gazeux contenant une concentration donnée d'espèces iodées volatiles (I_2 et/ou CH_3I), sont optimisés selon la démarche scientifique présentée dans le schéma ci-dessus.

La séquestration du CO₂ dans les veines de charbon

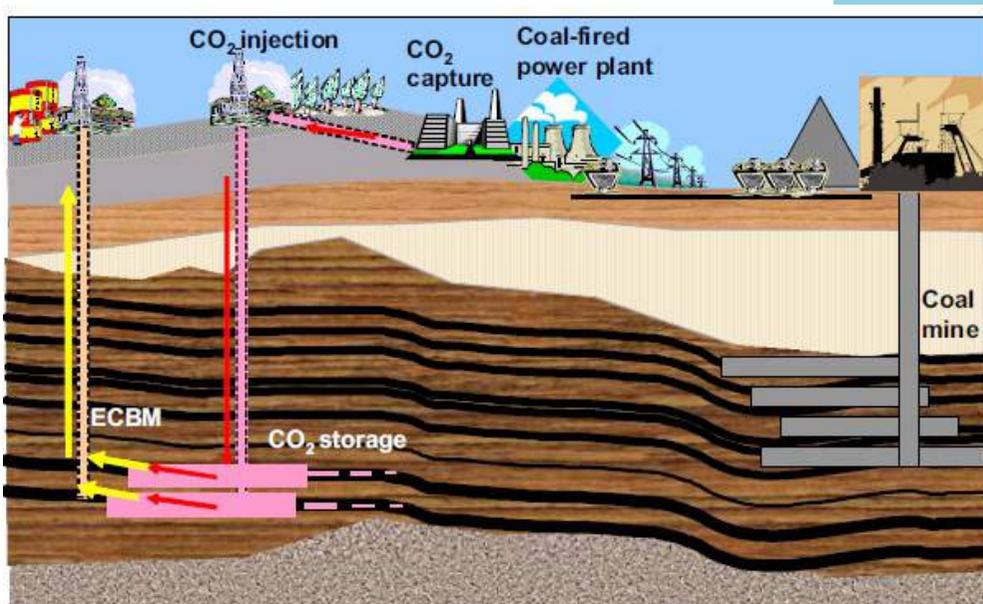
L'effet de serre, qui contribue au réchauffement climatique, est l'objet de préoccupations de plus en plus grandes. En effet, certains gaz impliqués dans ce processus, tels que le dioxyde de carbone (CO₂), le méthane (CH₄), l'oxyde nitreux (N₂O), ... ont vu leurs concentrations augmenter à cause de l'activité humaine. Une des voies de recherche envisagées pour réduire la quantité de gaz à effet de serre dans l'atmosphère est le stockage du CO₂ dans les veines de charbon.

Les objectifs de cette étude sont :

- **la détermination des capacités d'adsorption du CO₂** en fonction des propriétés pétrographiques et physicochimiques des charbons.

- **l'identification des mécanismes de sorption** de mélanges gazeux ou encore du CO₂ sur le charbon, en présence de l'humidité et du gaz endogène du gisement (méthane)

- **l'explication des mécanismes de sorption des gaz** (et en particulier du CO₂) sur le charbon dans les gisements ennoyés (totalement ou partiellement)
Ce thème est intégré dans le projet CHARCO labellisé par l'ANR intitulé "Expérimentation et Modélisation de l'échange de gaz dans les charbons en vue d'une séquestration du CO₂" (2006-2010).



Les partenaires de cette ANR sont:

le BRGM
l'INERIS
l'ISTO
le LAEGO
TOTAL comme partenaire industriel.

Traitement de l'eau par le procédé Fenton en phase hétérogène

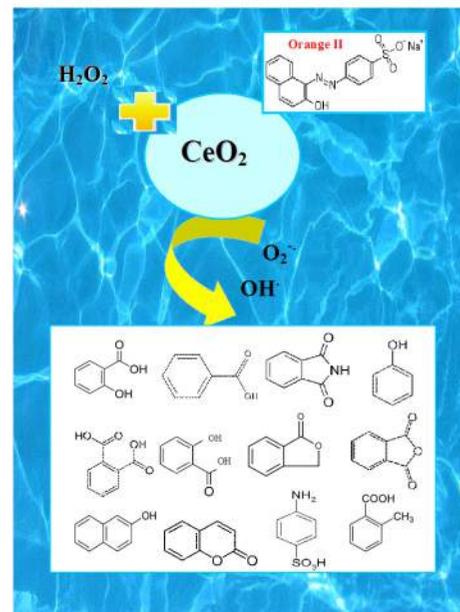


La pollution de l'eau : un signal d'alarme

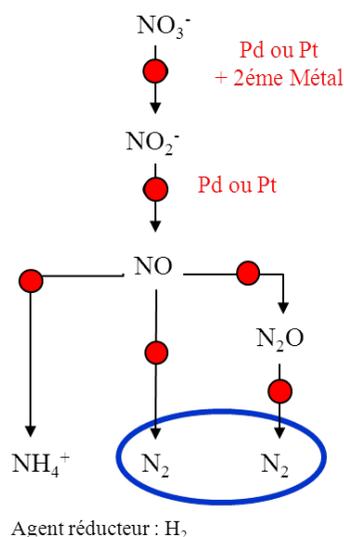
Aujourd'hui, les colorants constituent une véritable industrie (production mondiale 800 000 t/an dont 60-70% sont des colorants azoïques). Durant la dernière décennie, il a été montré qu'une dégradation presque totale des colorants azo peut être obtenue par le procédé Fenton en phase hétérogène. Cette technologie s'appuie sur la réaction entre un agent oxydant (H_2O_2) et un métal de transition supporté (Fe, Cu, Mn, Co..) afin de générer des radicaux ($OH\cdot$, $O_2\cdot^-$) ayant un pouvoir oxydant élevé.

Les nanoparticules d'oxyde de cérium comme réactif de Fenton

Au laboratoire, nous étudions la dégradation de différents colorants modèles (Orange II, vert de malachite...) en présence d'oxydes mixtes à base de cérium et/ou de fer supporté. Les modes d'adsorption des colorants (par interactions électrostatiques) et de l'eau oxygénée (formation des espèces peroxydes) sont mis en évidence par des techniques spectroscopiques. Les mécanismes de dégradation sont étudiés grâce à un suivi des intermédiaires en HPLC, GC/MS, DRIFTS et DR-UV-Vis.



Utilisation des matériaux carbonés pour le traitement des effluents aqueux



● Agent réducteur : H_2

Supports : Matériaux carbonés

▲ Réduction catalytique des nitrates dans les eaux de consommation

Etude de la relation entre la structure physico-chimique et l'activité (et la sélectivité) du catalyseur (platine, palladium, cuivre) dans la réduction des nitrates (catalyseur supporté sur des charbons actifs).

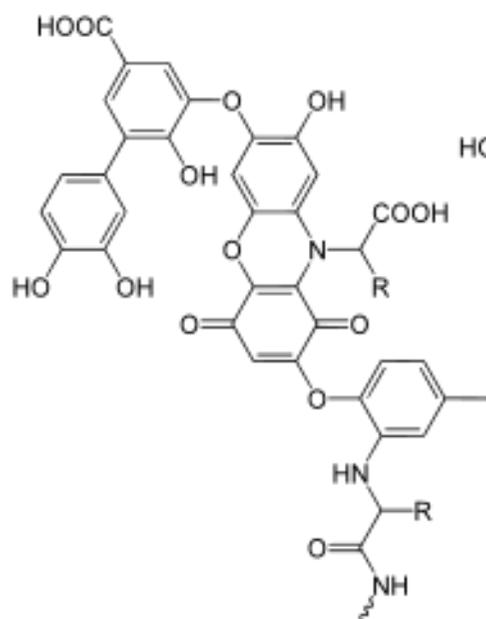
Cette thèse s'est déroulée en cotutelle avec University of Technology, Department of Coal and Petroleum de Wrocław (Pologne)

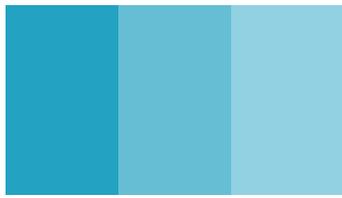
▼ Adsorption des acides humiques sur charbon actif et/ou argile

Cette étude qui vient de débiter au laboratoire s'inscrit dans le cadre d'une thèse en cotutelle avec la Côte d'Ivoire.

L'objectif est de réduire la quantité d'acide humique présent dans les eaux de consommation en utilisant des matériaux du pays comme les noix de coco (pyrolysées et activées afin d'obtenir des charbons actifs, l'argile...).

L'influence de divers paramètres comme la fonctionnalité de la surface, la porosité, les matières minérales sera étudiée.





Valorisation de la biomasse

Etude de la pyrolyse des composants

- Analyses des différentes fractions (solide, liquide et gaz)
- Paramètres thermiques (débit, température, vitesse...) et effet sur les rendements
- Paramètres cinétiques de la dégradation (énergie d'activation, ordre de la réaction...)
- Mécanismes de dégradation
- Influence d'un catalyseur

Etude de biomasses réelles à l'échelle du laboratoire et pilote

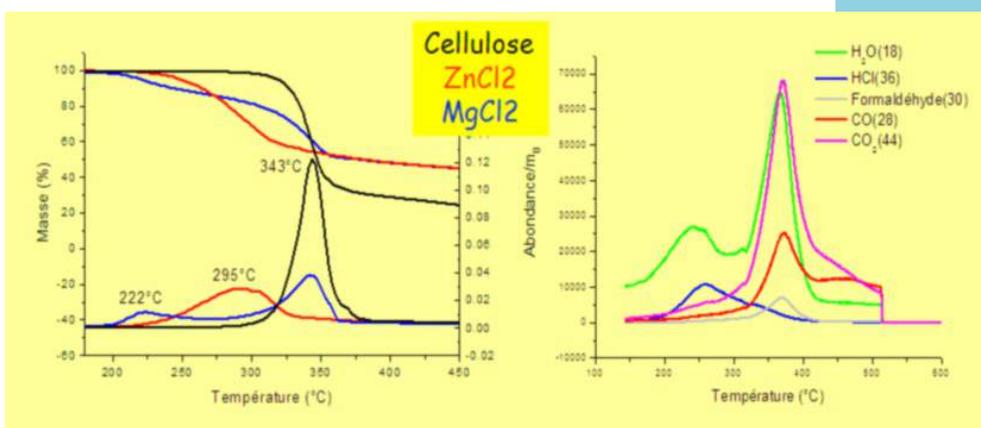
- Etude de mélange bois/plastiques -
- Etude de la combustion de la biomasse

Projet Copernicus BIOVAL NETWORK : « Etude du comportement thermique et valorisation des déchets du bois » (2001)

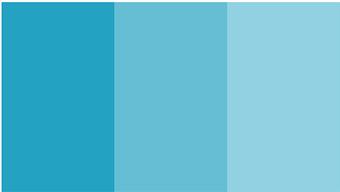
Projet FLORBIO « Faisabilité d'une filière de valorisation de la biomasse en Moselle-Est » (2005-2006)

Projet OTAN sur la copyrolyse des déchets plastiques et de la biomasse (2004-2005)

ACI Biomasters "Etude des mécanismes primaires de pyrolyse du bois" (2005-2008à)



Etude des mécanismes primaires de pyrolyse de la cellulose par Analyse thermogravimétrique (ATG) et Pyrolyse-spectrométrie de masse (Py- MS) : étude de l'influence des minéraux



Thèses

Le laboratoire forme chaque année des doctorants et accueille des stagiaires de master ainsi que des chercheurs invités étrangers. Actuellement, 5 thèses sont en cours au laboratoire.

Thèses soutenues dans le domaine de la dépollution et de la valorisation de la biomasse

Gisèle FINQUENEISEL "Préparation et caractérisation d'adsorbants carbonés ex-lignites pour la dépollution des eaux et des fumées" (1998)

Bruno AZAMBRE "Etude de l'oxydation de solides carbonés ex-cellulose et de leurs interactions avec des sels de cuivre supportés" (2000)

Laurent COSSARUTTO « Etude des mécanismes d'adsorption des Carbones Organiques Volatils sur coques actifs » (2000)

Nicolas MARIN « Etude du comportement thermique et valorisation des déchets du bois » (2001)

Christelle VAGNER «Caractérisation de surface d'adsorbants carbonés et étude des équilibres et cinétiques d'adsorption en phase gazeuse » (2003)

Bartosch GRZYB "Mechanism of co-pyrolysis of coal-tar pitch with polyacrylonitrile" (2003) Co-tutelle de thèse avec l'Université de Wrocław - Pologne

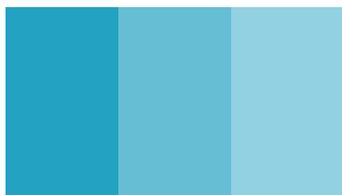
Salvatore COLLURA «Réactivité des suies diesel sous atmosphères oxydantes » (2004)

Laila ZENBOURY (2009) "Réduction Catalytique Sélective des NOx par le méthane sur des catalyseurs supportés sur cérine-zircone modifiées"

Anissa KHELFA « Biomasse : Maîtrise de la structure, des conditions thermiques et de la réactivité pour une sélectivité donnée » (2009)

Pryianka GHEEK « Réduction catalytique des nitrates dans les eaux de consommation » (2010) Co-tutelle de thèse avec l'Université de Wrocław - Pologne

Alexandre WESTERMANN «Elimination sélective d'un mélange d'hydrocarbures imbrûlés Diesel par adsorption sur des matériaux zéolithiques» (2013)

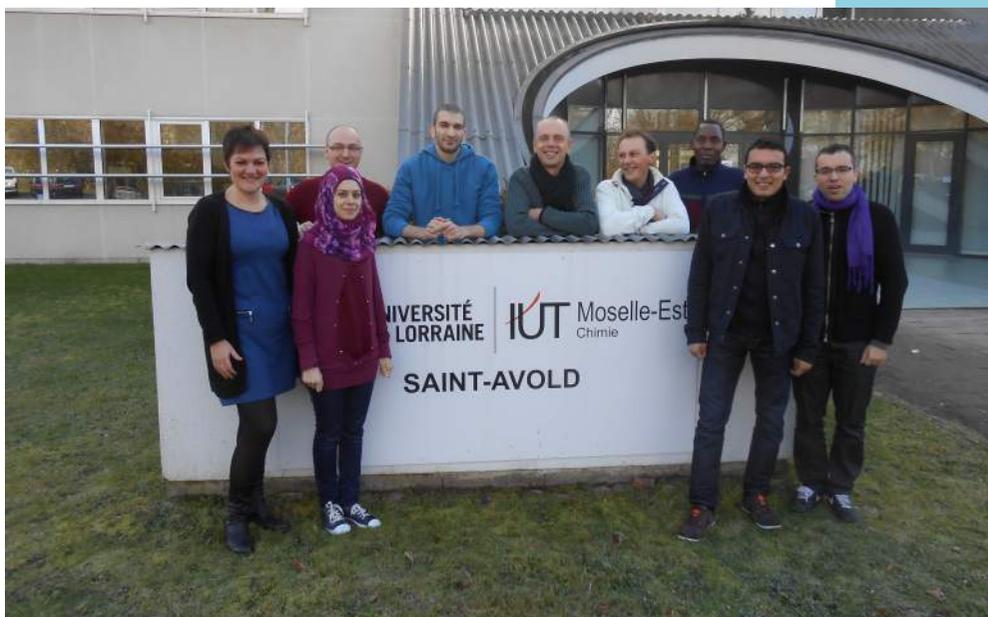


Bilan des 20 ans et présentation de l'équipe actuelle du LCP-A2MC, site de Saint-Avold

- 3 HDR
- 76 articles
- 1 article de revue dans un livre
- 11 proceedings (> 6 pages)
- 6 conférences invitées;
- 52 communications orales avec actes et posters dans des congrès internationaux et français
- 50 présentations en anglais dans des réseaux de recherche européens
- 2 ANR, 3 projets européens, ...

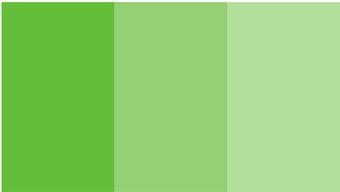
En 2014, l'antenne du LCPA2MC, implantée au département chimie à Saint-Avold est constituée de 5 enseignants-chercheurs:
 Bruno AZAMBRE, Maître de Conférences, HDR;
 Michael BADAWI, Maître de Conférences;
 Gisèle FINQUENEISEL, Professeur des Universités;
 René GRUBER, Professeur émérite des Universités;
 Thierry ZIMNY, Professeur des Universités

5 thèses en cours:
 H. ISSA HAMOUD; M. CHEBBI; M. MATAR; S. GUEU et A. FILLIUNG



de gauche à droite:

G. Finqueneisel
 H. Issa Hamoud
 A. Westermann
 M. Matar
 T. Zimny
 B. Azambre
 S. Gueu
 M. Chebbi
 M. Badawi



Institut de Chimie et Procédés pour l'Energie, l'Environnement et la Santé-UMR CNRS 7515

L'Institut de chimie et procédés pour l'énergie, l'environnement et la santé (ICPEES) est une unité mixte de recherche (UMR 7515) sous la cotutelle du CNRS et de l'Université de Strasbourg. Depuis 2009, l'ICPEES possède une antenne à Saint-Avold dirigée par Didier ROBERT, rattachée au groupe "Photocatalyse et Photoconversion" .

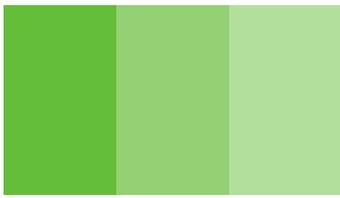
“Nous développons les photocatalyseurs du futur activés par le soleil.”

La transversalité des compétences présentes au sein de l'Institut permet de traiter des problématiques globales allant de la synthèse des molécules à l'élaboration de l'objet final en fonction des applications visées. A la pointe des nouvelles technologies portant sur l'élaboration de matériaux innovants, l'Institut développe trois grands axes de recherche : le premier traite de chimie fonctionnelle, de spectroscopie et réactivité, le deuxième concerne l'ingénierie des polymères et le troisième se focalise sur la catalyse et les procédés.

L'équipe de Saint-Avold du groupe «photocatalyse et photoconversion» de l'IPCEES est spécialisée dans le traitement de l'eau (colorants, pesticides, polluants organiques, COV et aussi mécanismes de dégradation photochimique) par photocatalyse hétérogène sous irradiation UV ou Visible (solaire).

Nous concevons des matériaux photocatalytiques de nouvelle génération permettant de remplacer ou d'améliorer les performances des catalyseurs utilisés jusqu'à présent dans le proche UV (UVA), mais aussi et surtout de développer les catalyseurs du futur, actifs dans le visible (semi-conducteurs à base de TiO₂ modifié ou non par dopage ou couplage avec d'autres SC...).

Nous travaillons notamment sur le remplacement de réacteurs basés sur des suspensions de photocatalyseurs en poudre, par des photoréacteurs structurés intégrant des substrats commerciaux (matières cellulosiques, en verre ou en fibres de quartz ...) ou des médias photocatalytiques tridimensionnels à géométrie alvéolaire adaptée et flexible permettant à la fois une bonne transmission de la lumière et un écoulement optimal pour un contact accru entre le revêtement photocatalytique actif et l'eau polluée. C'est le cas des médias/mousses photocatalytiques tridimensionnelles (à base de carbone, de SiC ou de TiC-SiC) développées à l'IPCEES depuis quelques années).



Concevoir des photoréacteurs intégrés

Un autre point important de nos travaux est la conception et l'optimisation de réacteurs de photocatalyse, ainsi que le couplage avec d'autres technologies de traitement de l'eau (par exemple par adsorption ou biotechnologies) à des échelles allant de quelques ml au réacteur semi-pilote de quelques litres sous irradiation solaire.

Ainsi en 2004 avec le Département de Biotechnologie Environnementale de l'U.T. de Gliwice en Pologne, nous avons travaillé sur la mise au point d'un pré-traitement photocatalytique des lixiviats de décharges municipales, afin d'en augmenter le taux de carbone biodégradable. Nous avons aussi travaillé sur des échantillons réels de lixiviats, notamment sur les installations pilotes de la plate-forme solaire d'Almería.

La chimie douce comme voie de synthèse d'oxyde de titane et d'hétérojonctions

La formation de TiO₂ par voie sol-gel (chimie douce) a permis d'obtenir, sous différentes conditions, des nanoparticules de TiO₂ (anatase et rutile) ayant une bonne activité photocatalytique. Nous avons fait le lien entre les propriétés structurales des TiO₂ préparés et leurs activités photocatalytiques que nous avons comparées à celles des TiO₂ commerciaux. Nos études sur le dopage de TiO₂ par K, Na et Li a mis en évidence l'effet bénéfique de Li sur les vitesses de dégradation de certaines molécules organiques.

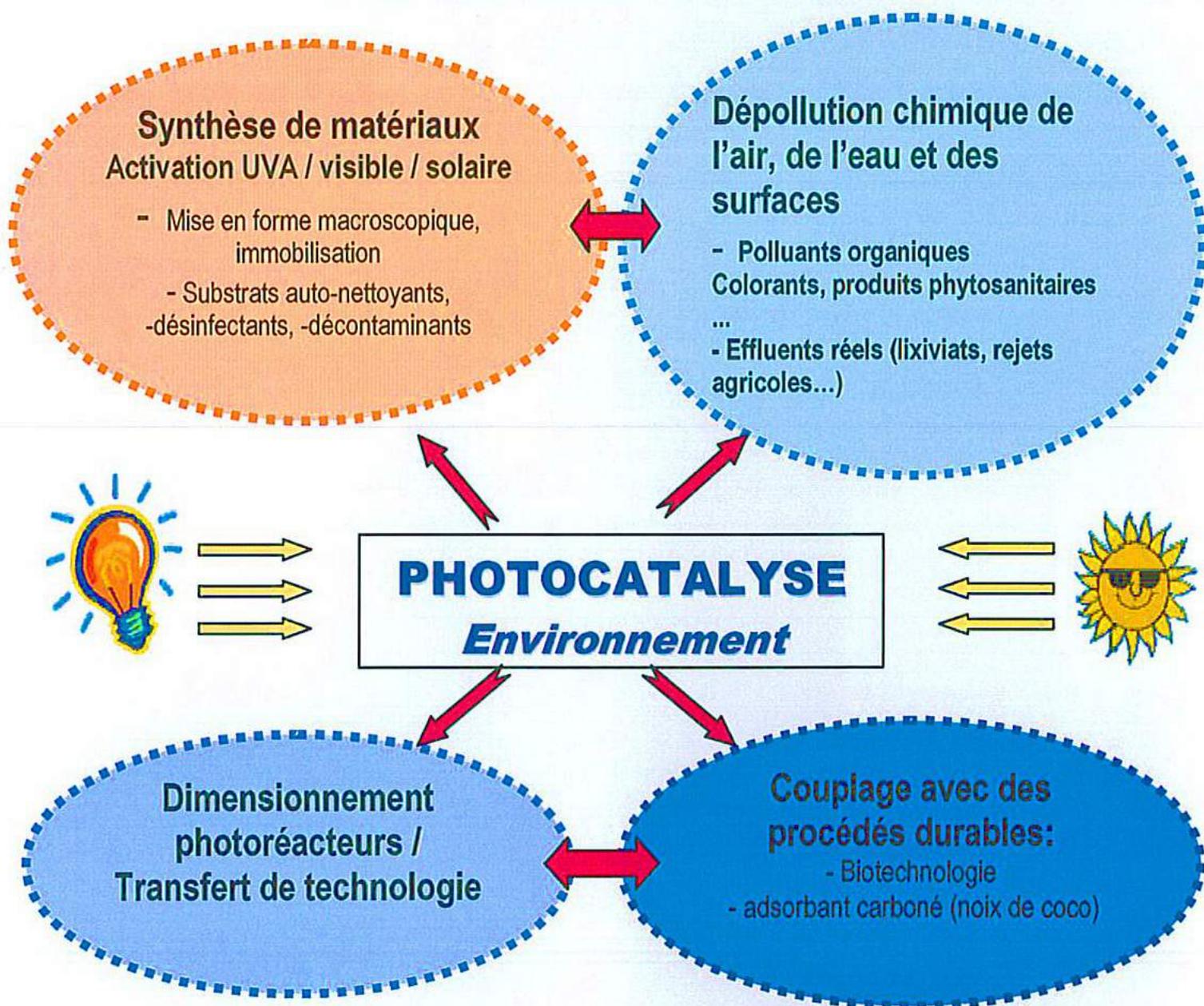
Le devenir de la photocatalyse comme procédé efficace et durable nécessite que la communauté scientifique impliquée dans ce domaine relève un certain nombre de défis.

“5 millions de personnes meurent chaque année de maladies liées à la consommation d'eau insalubre”

Des collaborations actives avec la Côte d'Ivoire depuis 2002.

Nous travaillons sur un procédé de traitement durable (à partir des ressources naturelles du pays) des eaux contaminées et notamment l'eau des puits des quartiers précaires d'Abidjan. L'originalité de ce projet réside dans la combinaison de la photocatalyse solaire et de l'adsorption sur charbon actif pour l'élimination des composés tels que les pesticides et les herbicides. Cet assemblage permet d'obtenir un effet synergique conduisant à une élimination totale du COT. Nous avons déjà montré la faisabilité technique et économique du procédé, et nous étudierons la possibilité de mise sur le marché à moindre coût, d'un appareil (réacteur) commercial dérivant de notre pilote. Une thèse est en cours, dont le sujet concerne le couplage des procédés photocatalytiques et floculation/décantation pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine (soutenance en 2015).

Le premier est la mise au point de matériaux photocatalytiques de nouvelle génération permettant d'améliorer les performances des catalyseurs dans le visible (activables par le soleil). C'est dans cet objectif que nous avons développé avec succès des photocatalyseurs mixtes à base de TiO₂ en l'associant avec d'autres semi-conducteurs absorbant dans le visible, tels que CdS, Bi₂S₃ ou WO₃. Les avantages sont une extension du domaine d'action dans le visible, et des transferts de charges photogénérées entre le semi-conducteur choisi et TiO₂ pouvant limiter les phénomènes de recombinaison des paires électrons/trous. Nous avons en outre confirmé le transfert d'électrons entre particules, expliquant en partie le processus de photosensibilisation de TiO₂ par l'autre semi-conducteur. Les photocatalyseurs TiO₂-WO₃, TiO₂-Bi₂S₃ et plus récemment avec Bi₂O₃, se sont avérés très efficaces pour la dégradation de polluants dans l'eau sous irradiation visible. Ces études font référence dans le domaine car elles ont été de nombreuses fois citées.



Le projet de recherche développé depuis 1996 est entièrement consacré à la thématique PHOTOCATALYSE.

Celle-ci se caractérise par sa nature transversale axée non pas sur un matériau ou sur une réaction mais sur un mode d'activation, applicable à de nombreuses familles de réactions.

Les axes actuels de la photocatalyse hétérogène sur lesquels nous travaillons sont principalement tournés vers des applications environnementales :

- traitement des effluents aqueux
- traitement de l'air
- surfaces autonettoyantes.

Le schéma ci-dessus représente les domaines d'actions dans lesquels l'équipe travaille.

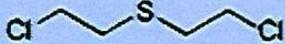
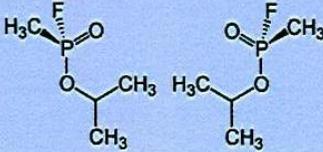
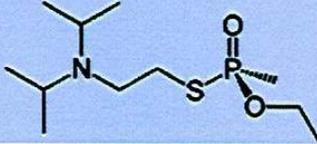
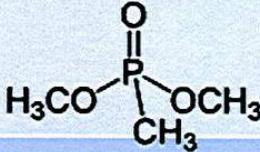
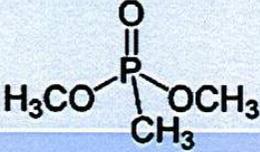
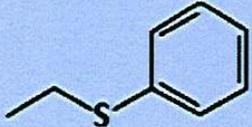


Dépolluer l'eau dans les plantations de palmiers à huile en Indonésie

L'Indonésie est le 1er producteur d'huile de palme au monde. Mais ceux-ci sont attaqués par une variété de parasites qui réduit la qualité et la quantité des fruits. Pour cette raison de grandes quantités de pesticides sont répandues dans les plantations mettant en péril la qualité de l'eau qui en ressort.

Les objectifs de cette collaboration entre l'ICPEES et l'**Université d'Indonésie à Jakarta** sont d'une part de développer des matériaux photocatalytiques de pointe ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$) actifs sous lumière solaire, et d'autre part de concevoir des photoréacteurs solaires intégrés dans lesquels les polluants (en particulier le paraquat -un pesticide) pourront être dégradés. L'objectif à court terme est de construire des systèmes efficaces pour la récupération et le traitement des effluents pollués dans les zones reculées .

Ce projet, d'une durée de trois ans, est financé par l'Institut Français d'Indonésie et le ministère de la recherche indonésien.

| Agent réel | Ypérite | Sarin | VX |
|----------------------|---|--|--|
| |  |  |  |
| Simulant(s) utilisés | <chem>CCSCC</chem> Diéthylsulfure |  |  |
| |  Phényléthylsulfure | dimethyl methyl- phosphonate | <chem>CCSCC</chem> Diéthylsulfure |

3



Réalisation d'un dispositif d'élimination d'agents chimiques toxiques dans l'air et dans l'eau par photocatalyse

Le projet est orienté vers une approche « nanomatériaux », consistant à synthétiser, caractériser, et mettre en forme des nanomatériaux à base de TiO₂ et à les intégrer dans des dispositifs de traitement de l'air et de l'eau. Ces matériaux actifs seront immobilisés sur des mousses 3D alvéolaires, parfaitement appropriées d'un point de vue hydrodynamique pour traiter des débits d'air ou d'eau importants.

Les agents chimiques toxiques visés seront spécifiques au milieu liquide ou gazeux à décontaminer : (1) Pour l'air, nous ciblerons les agents neurotoxiques à travers des simulants utilisables en laboratoire (2) Pour l'eau, le but sera de traiter des eaux de rinçage de véhicules ou de vêtements contaminés par des agents chimiques toxiques tels que le Sarin, le Soman ou le VX. Des simulants de ces molécules seront également employés en toute sécurité.

Financement: thèse DGA

Prisca AYEKOE



Didier ROBERT

Les membres de ICPEES à St-Avold

L'équipe est dirigée par Didier ROBERT (MCF-HDR). Elle accueille en moyenne 2 à 3 thésards et des stagiaires venant de nombreux pays (Maroc, Côte d'Ivoire, Algérie, Canada, Indonésie, Pologne...). Actuellement, 2 étudiantes y préparent leur thèse: Prisca AYEKOE en cotutelle avec l'Université ivoirienne de Nangui Abrogoua et qui travaille sur la préparation de catalyseurs supportés à base de $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ et Armelle PÉRARD (coencadrement avec Valérie KELLER) sur la décontamination par photocatalyse d'agents chimiques toxiques.

En 2014, l'unité va accueillir un nouveau doctorant et un post-doc dans le cadre des ANR PRUMOS (Microréacteurs photocatalytiques utilisant des oxydes métalliques semi-conducteurs sensibilisés par quantum dots à base de CuInS_2) coordonnée par D. Robert et COPHOTOFE (Couplage Photocatalyseurs supportés-oxydation par les Ferrates : vers une solution innovante pour le traitement des effluents aqueux).

8 THESEES ont été soutenues en photocatalyse depuis 1998

La première thèse dans ce domaine a été soutenue à Saint-Avold en 2002. Depuis ce jour, 7 autres étudiants ont obtenu leur doctorat. Actuellement 3 étudiants préparent leurs thèses sous la co-direction de Didier ROBERT (responsable du groupe). A noter qu'en 2012 Natalie Kouamé a obtenu le prix de la meilleure thèse en science décernée par l'AMOPA pour l'Université de Strasbourg.

Thèses soutenues (et devenir des étudiants)

- *Antoine PISCOPO* : "Chimie solaire et traitements photocatalytiques des eaux polluées : Applications aux traitements sélectifs et exemples d'utilisations de catalyseurs supportés » (2002). Fondateur et gérant de la société « Titanium Innovation »
- *Jaroslav WISZNIOWSKI*: Cotutelle de thèse avec l'U.T. de Silésie, Pologne) " Couplage des méthodes biologiques et photocatalytique dans les processus d'épuration des lixiviats de décharges municipales" (2004) Chercheur en poste à l'université de Gliwice (Pologne)
- *Yassine BESSEKHOUD* : «Propriétés photocatalytiques de TiO₂ nanocristallins dopés par des cations (Li⁺, Na⁺ et K⁺) et d'hétérojonctions à base de sulfures et d'oxydes métalliques/TiO₂.». (2003) : Maître de conférences à l'Université d'Alger
- *Drissa BAMBA*: Cotutelle de thèse avec l'école normale supérieure d'Abidjan (Côte d'Ivoire) « L'élimination du Diuron dans l'eau à partir des ressources naturelles de la Côte d'Ivoire : Photocatalyse solaire et adsorbant carboné de noix de coco» (2007). Maître assistant à l'Ecole Normale Supérieure d'Abidjan
- *Nawfal GHAZZAL* : «Synthèse et optimisation de films minces à base de TiO₂ : évaluation de leur performance photocatalytique et superhydrophile à l'aide d'un nouveau photoréacteur » (2008) Postdoc à l'Université de Louvain la Neuve (Belgique)
- *Patrick ATHEBA*: Cotutelle de thèse avec l'université Cocody d'Abidjan (Côte d'Ivoire) « Traitement des eaux par action combinée de la photocatalyse solaire et de l'adsorption sur charbon actif : conception et réalisation du procédé» (2009) Post-doc au Canada
- *Angela ALONSO-TELLEZ*, «Traitement de COV et H₂S dans les calles de bateaux par photocatalyse hétérogène» (2011) ATER à l'Université de Lorraine
- *Natalie Amino KOUAME*: «Nouveaux matériaux photocatalytiques structurés à base de TiO₂/β-SiC et conception d'un photoréacteur intégré pour le traitement de l'eau» (2012) ATER à l'Université de Paris-Sud.

Bilan et productions scientifiques de l'ICPEES : site de St-Avold

75 Publications

J. Photochem. Photobio. A: Chem (10), Cata Today (7), Env. chem. Let. (4), Applied cata B:Env (5), Water Scien. Techn. (3), Int J. of Photoenergy (3)...

Articles de revues

Chemical review, Catalysis today, Env. Chem. Let., STOTEN, L'actualité chimique, Entropie...

8 Conférences invités

Universités de Cocody Abidjan, Rabat-Maroc, Bejaia-Algérie, Nova-Gorica-Slovénie, Jakarta-Indonésie, INRS Québec...

105 Communications orales et affiches

55 communications orales
60 posters

Organisation de Congrès

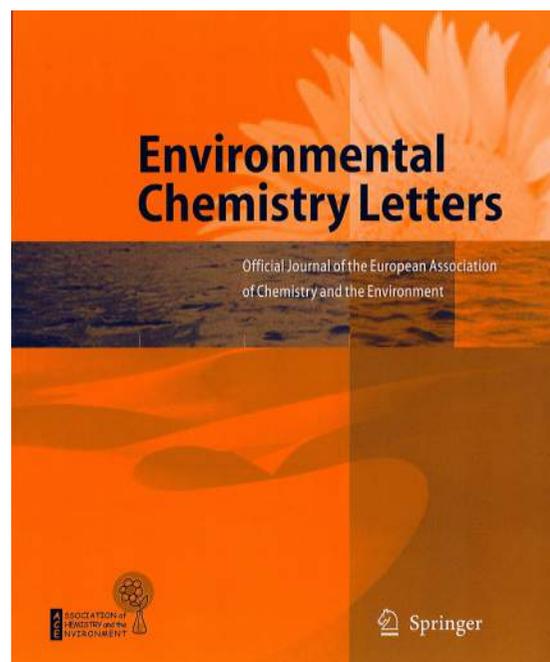
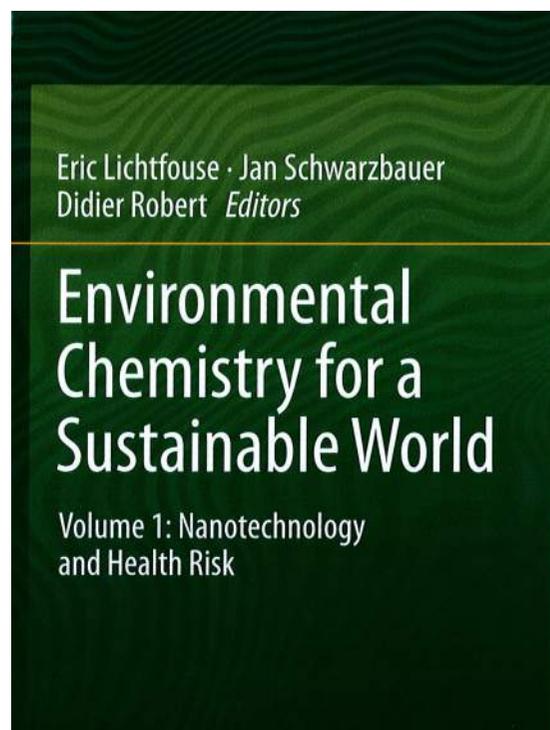
Le groupe est créateur de la série de conférences SPEA «European Meeting on Solarchemistry and Photocatalysis : Environmental Applications »

Editeur en chef de "ECL"

D. Robert est éditeur en chef et co-fondateur du périodique : Env. Chem. Let, publié par Springer depuis 2003. www.editorialmanager.com/ecle/

Directeur de collection

D. Robert est Co-directeur de la collection "Env. chemistry for a sustainable world" publié par Springer (5 volumes sont parus depuis 2011).



PLASTINNOV

PFT

Plate Forme Technologique (PFT) labellisé par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche, Plastinnov a pour mission de favoriser le développement des PME de la plasturgie en Alsace-Lorraine.

La plasturgie en chiffres

3900 entreprises de Plasturgie sont répertoriées en France
270 millions de tonnes de plastique sont transformés dans le monde.

Nos entreprises

1947 : Plateforme chimique (*Charbonage de France, Ugilor, Orkem, Atochem, Atofina, TPF/Arkema*)

1950 : Création de Troby devenu Trolitan

1963 : Ouverture de Rehau et de Continental (Sarreguemines)

1970 : Grundig (Creutzwald injection)

1972 : Grundfos

1975 : Chemo Technique

12 ans de transfert de technologie au service des PME

1973 : Ouverture du premier CAP Chaudronnerie - Plastiques renforcés - Formeurs usineurs - Thermoformage

1974 : Achat des premières presses à injecter pour la formation

1992 : Première simulation numérique

2002 : Création officielle de PLASTINNOV

2004 : Construction d'un laboratoire de rhéologie

2006 : Lancement du programme CND Raman

2008 : Premiers travaux menés dans le domaine de l'ignifugation des polymères

2013 : Formulation à façon des thermoplastiques



12 ans de transfert de technologie au service des PME

Ce rôle de transfert de technologie se fait en partenariat avec un réseau de laboratoires de recherche, d'entreprises et d'établissements de formations locaux (lycées techniques et professionnels, IUT, ...). La mutualisation et le renouvellement permanent des moyens et des compétences des partenaires permet aux entreprises d'accéder à des savoir-faire de pointe tout en s'appuyant sur un vivier de jeunes diplômés en adéquation avec leurs besoins.

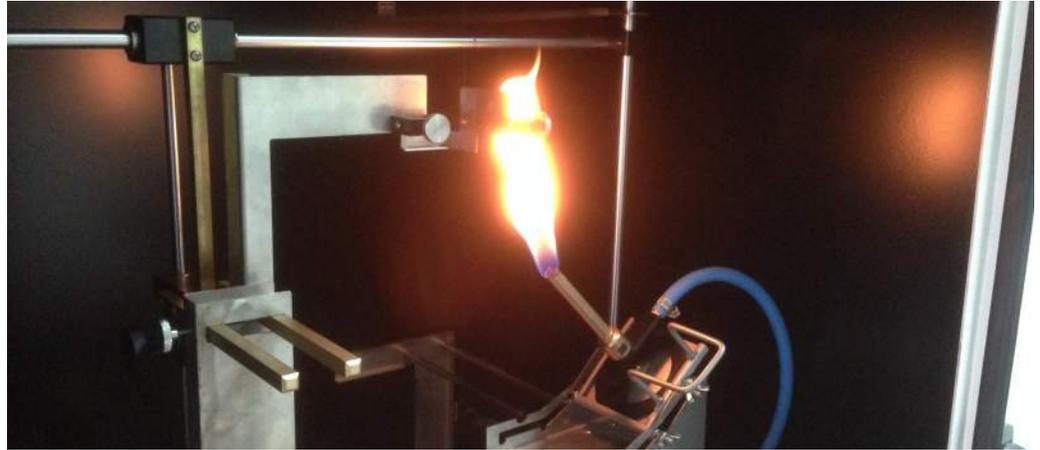
Si **PLASTINNOV** a été créée en 2002, les activités de transfert de technologie ont débuté en 1992. C'est à cette date qu'a été lancée la première d'une longue série de simulations numériques d'écoulement pour une entreprise spécialisée dans l'injection des polymères. Une formation spécialisée de niveau bac+3 a vu le jour cette même année dans le but de proposer au PME locales des jeunes diplômés spécialisés dans cette technologie innovante. Après plusieurs années de travail sur l'amélioration de la compréhension des phénomènes rhéologiques en injection, une nouvelle formation a été créée (cette fois dans le domaine de la simulation numérique d'extrusion). Première formation de ce type en France, elle a permis à de nombreux étudiants d'intégrer des entreprises locales et nationales. L'insertion professionnelle couplée à l'utilisation de jeunes diplômés comme vecteur de diffusion de notre savoir-faire est devenu la marque de fabrique de notre structure. C'est à cette époque qu'est née SIMUPLAST : structure de transfert de technologie spécialisée dans la simulation numérique des écoulements en injection, extrusion, thermoformage et soufflage. Riches de cette expérience de transfert de technologie en simulation numérique, nous avons envisagé la création d'une structure plus généraliste sur le même modèle. C'est ainsi qu'est née **PLASTINNOV** en 2002.

Notre devise : « **Placer la formation au cœur du développement technologique des PME de la plasturgie** ».

De nombreux projets ont ainsi été menés, en s'appuyant toujours sur des formations locales, des équipements mutualisés au sein des établissements partenaires et un sourcing auprès des laboratoires de recherche lorrains. De la simulation numérique à la formulation à façon des polymères, en passant par le développement de nouveaux outils de caractérisation, par le virtual prototyping, par des outils d'analyse et d'amélioration du comportement au feu des polymères, **PLASTINNOV** est aujourd'hui devenu une référence dans les PME de la plasturgie en Alsace et Lorraine. Également reconnue par le MESR (label PFT), **PLASTINNOV** est actuellement l'unique Plate-Forme technologique Lorraine.

Programme C-PIA

C-PIA comme Customized Polymers for Industrial Applications est un projet de recherche lorrain dont l'objectif est d'adapter les caractéristiques des matériaux polymères aux besoins des PME locales.

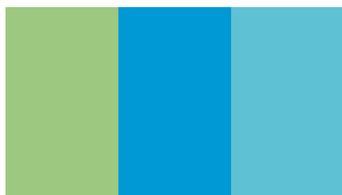


Ignifugation des polymères

Dans sa phase de mise en œuvre débutée en janvier 2013, ce programme se consacre principalement à l'étude de l'ignifugation des polymères de grande diffusion. Dans un premier temps, notre programme se consacre principalement à l'étude du comportement au feu des polymères. Notre ambition est triple : tout d'abord, nous souhaiterions catalyser localement l'émergence de nouvelles idées de développement dans le domaine de l'ignifugation des polymères. Ensuite, l'idée de C-PIA est de transférer les technologies et de diffuser nos savoir-faire auprès des PME partenaires au travers de formations initiales et continues et de programmes de transfert de technologies. Pour finir, nous souhaitons répondre aux besoins ponctuels de ces mêmes PME en termes de développement de nouvelles formulations.

Actuellement, C-PIA est constitué d'une équipe de quatre permanents : deux ingénieurs, un technicien et un étudiant en thèse. C-PIA s'appuie sur deux laboratoires de recherche, l'un spécialisé dans l'ignifugation des polymères, l'autre dans l'approche multi-échelle des milieux complexes. C-PIA dispose de moyens de production industriels (comme des lignes d'injection, d'extrusion, de thermoformage, de soufflage et de gonflage), de moyens de caractérisation (mécanique, thermique, spectroscopiques, microscopiques) et vient de s'équiper de divers matériels nécessaires à la caractérisation du comportement au feu des polymères (LOL, UL94, microcalorimètre de combustion, DSC/ATG, cône calorimètre et épiradiateur,...).

Le budget global du programme est de 1,2 M€, dont un tiers est consacré au matériel, un tiers à la recherche fondamentale et un tiers au fonctionnement. Dans un avenir proche nous disposerons de nouveaux locaux permettant d'accueillir les acteurs de la recherche fondamentale et appliquée, des entreprises souhaitant utiliser les équipements ainsi que les étudiants et des stagiaires en formation initiale et continue. Notre ambition est de mettre en place un lieu favorisant le transfert de technologie par la rencontre entre industriels, laboratoires et enseignants. Différents services sont ainsi proposés : la mise à disposition de moyens matériels propres sous contrat, l'accueil des chercheurs et des doctorants dans des bureaux équipés ainsi que l'apport de compétences spécifiques (technicien de laboratoire) dans le domaine de la formulation et de l'ignifugation. C-PIA constitue un lieu de formation et de communication qui favorise les échanges et l'émergence de projets. Notre but est d'initier de nouveaux travaux de recherche appliquée dans un premier temps dans le domaine de l'ignifugation comme par exemple la thèse que nous finançons actuellement avec la région Lorraine afin d'identifier de nouveaux systèmes retardateurs de flamme pour les polymères de grande diffusion.



Prototypage virtuel et simulation numérique

L'utilisation de la simulation numérique permet aux entreprises d'explorer les conditions de transformation de leurs produits. Celle-ci accompagne également les ingénieurs dans la validation des produits finaux avant fabrication, permettant ainsi de réduire le "time to market" et les coûts de conception et de développement.

Exemple d'un programme de R&D : conception et fabrication d'une filière d'extrusion PVC

Ce programme d'optimisation des sections d'écoulement permet de réduire le nombre d'essais de mise au point des outillages et par conséquent les coûts et les délais de mise sur le marché.

La première étape consiste à déterminer les propriétés rhéologiques du matériau et le comportement à l'interface entre le métal et le polymère.

Les hypothèses formulées sur le comportement matière sont ensuite vérifiées en reproduisant un écoulement existant. L'étude des nouveaux outillages débute sur la base d'une CAO de l'écoulement fournie par le client.

Les outils de simulation numérique apportent :

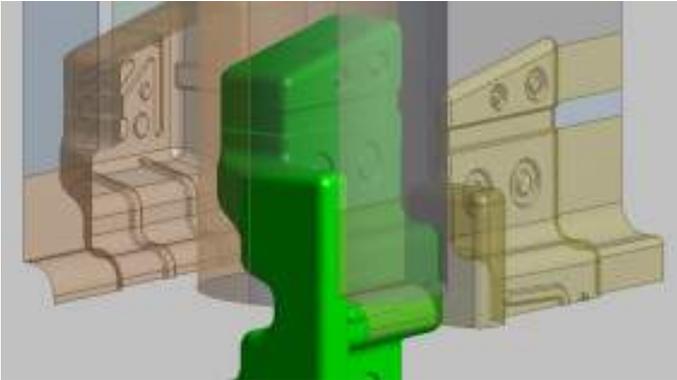
- un gain de temps
- une réduction des coûts et des consommations énergétiques
- une compréhension des écoulements
- une acquisition plus rapide du savoir-faire

Ils permettent de gagner en technicité et donc en valeur ajoutée.

Notre savoir-faire transféré dans l'entreprise :

- rhéologie des polymères
- simulation numérique des écoulements
- analyse de l'écoulement

Prototypage virtuel et simulation numérique



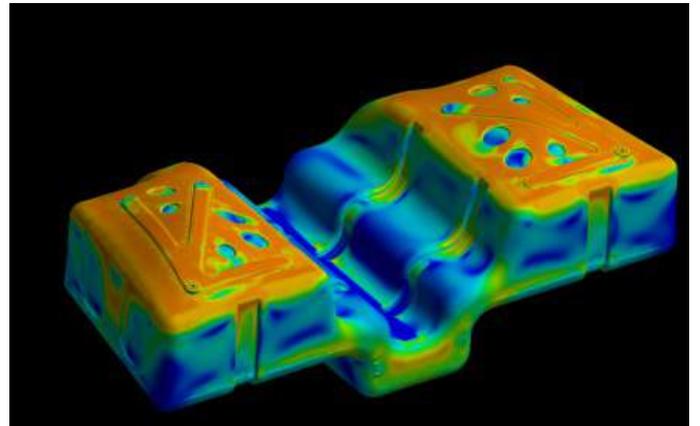
Optimisation du process d'extrusion soufflage pour une pièce technique

Dans l'industrie automobile, il est impératif de réduire les coûts, les temps de mise sur le marché, et les énergies nécessaires à la fabrication des pièces. C'est dans cette optique que nous avons développé en partenariat avec une start-up Est-mosellane un outil visant à coupler la simulation numérique des écoulements en soufflage et les analyses mécaniques. Le programme appelé "Design validation of a blow molded gaz tank" a pour objectif d'acquérir les compétences nécessaires à la validation d'une pièce et de son process de fabrication en remplaçant les prototypes « réels » par du prototypage virtuel.

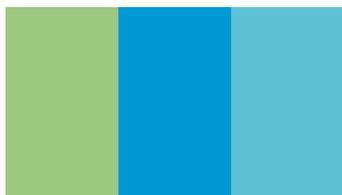
La première étape de cette étude consiste à prédire les épaisseurs de la pièce soufflée en fonction des paramètres du process et de valider les modèles utilisés.

La seconde étape novatrice consiste à exporter ces informations dans un logiciel d'analyse mécanique permettant de simuler un choc sur la pièce remplie d'un fluide.

La dernière étape permet alors d'optimiser les paramètres du process d'extrusion soufflage afin de réduire les quantités de matière utilisées tout en renforçant les zones fragiles mécaniquement.



La participation de PLASTINNOV dans ce programme, au travers d'étudiants et d'enseignants impliqués dans les phases de caractérisation rhéologique et mécanique et de soufflage, a permis à cette start-up de renforcer ses compétences. L'outil de « virtual prototyping » que propose aujourd'hui la société à ses clients nécessite toujours l'intégration de modèles dont les données d'entrée sont fournies par les équipes de PLASTINNOV. C'est ainsi qu'une collaboration régulière entre les deux entités a été mise en place depuis plusieurs années.



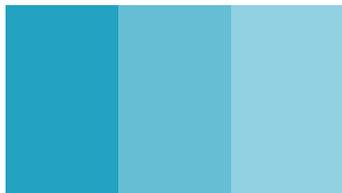
Programme "CND Raman Plasturgie"

Application de la spectro. Raman au développement de méthodes analytiques pour la conception d'analyseurs en ligne destinés au contrôle avancé de la production de PS.

Cette étude est consacrée à l'utilisation de la spectroscopie obtenue par diffusion Raman. Les propriétés vibrationnelles en cours de polymérisation et sous sollicitation mécanique permettent de montrer la pertinence de cette technique "in-situ" pour l'analyse fine du produit. Par la suite, l'étude post-mortem des produits finis (granulés) est menée pour le développement de modèles prédictifs de chimométrie sur les spectres Raman. De nombreuses corrélations ont été effectuées avec les méthodes d'analyses (chromato., RMN, IGTG, granulométrie, VICAT, MFI, choc, IZOD) et ont permis la détermination en continu des propriétés et la composition des granulés. Ces résultats démontrent que la spectroscopie Raman est efficace pour un contrôle en production. Dans une dernière partie, un modèle prédictif est appliqué à la production "at-line". La transition de production entre deux grades de PSEst modélisée et permet un suivi en temps réel du produit fini. En conclusion, une connaissance fine du polystyrène et la mise au point de modèles chimométriques appliqués à la spectroscopie Raman montre la possibilité industrielle de cette technique pour un contrôle avancé de production.

Étude par spectroscopie Raman du polypropylène isotactique au cours de sa déformation uniaxiale.

Dans cette étude on se propose d'utiliser la spectroscopie Raman comme une méthode optique rapide et non-destructive pour la caractérisation microstructurale des matériaux polymères. L'objectif est de fournir un ensemble de signatures spectrales Raman, dans le domaine des moyennes fréquences (150 à 3000 cm^{-1}), adapté au suivi de la cristallinité, de l'orientation macromoléculaire et de l'endommagement volumique du polypropylène isotactique soumis à une sollicitation mécanique de traction uniaxiale. La pertinence des signatures spectrales sous-entend la mise en oeuvre de corrélations avec d'autres techniques expérimentales éprouvées telles que les microscopies optique et électronique, la calorimétrie et la diffraction des rayons X. Les résultats permettent d'avoir un minimum d'essais mécaniques, une vue globale des mécanismes de la déformation uniaxiale de polypropylène isotactique, de la déformation viscoélastique au stade du durcissement structural en passant par la déformation plastique.



Programme "CND Raman Plasturgie"

Comportement thermomécaniques de polymères chargés selon différents chemins de déformation et traitement thermique.

L'industrie automobile s'intéresse au développement de composites "multimatériaux" à base d'acier et de polymère thermoplastique. Dans le cas particulier des ailes de voiture, le composite retenu est un matériau multicouche composé d'une lame d'acier sur laquelle est déposé un film mince de polypropylène choc chargé avec des particules minérales par l'intermédiaire d'une couche de polypropylène fonctionnalisé par le greffage d'anhyride maléique.

Étude par spectroscopie Raman du polypropylène isotactique au cours de sa déformation uniaxiale.

Dans cette étude on se propose d'utiliser la spectroscopie Raman comme une méthode optique rapide et non-destructive pour la caractérisation microstructurale des matériaux polymères. L'objectif est de fournir un ensemble de signatures spectrales Raman, dans le domaine des moyennes fréquences (150 à 3000 cm^{-1}), adapté au suivi de la cristallinité, de l'orientation macromoléculaire et de l'endommagement volumique du polypropylène isotactique soumis à une sollicitation mécanique de traction uniaxiale. La pertinence des signatures spectrales sous-entend la mise en œuvre de corrélations avec d'autres techniques expérimentales

éprouvées telles que les microscopies optique et électronique, la calorimétrie et la diffraction des rayons X. Les résultats permettent d'avoir un minimum d'essais mécaniques, une vue globale des mécanismes de la déformation uniaxiale de polypropylène isotactique, de la déformation viscoélastique au stade du durcissement structural en passant par la déformation plastique.

Contrôle avancé de production de polyéthylène par spectroscopie Raman.

Le Polyéthylène Basse Densité (PEBD) souffre d'une grande concurrence avec de nombreux polymères. Afin de conserver ses marchés et répondre exactement aux besoins des clients, des contrôles de laboratoire de plus en plus précis et de nouvelle génération doivent être envisagés dans les usines de production pour obtenir un produit de la meilleure qualité possible. Ce travail de thèse s'inscrit dans cette optique en faisant le choix de la spectroscopie Raman car, cette technique très performante, d'analyse qualitative et quantitative, est non-destructive et peut s'intégrer parfaitement dans l'industrie. L'usage des statistiques et de la chimométrie se révèle indispensable pour mener à bien ce projet. L'ensemble des résultats de cette thèse trouve son application dans le développement d'un démonstrateur at-line, lequel permet de valoriser ces travaux en démontrant la faisabilité de la technique Raman pour un contrôle avancé de la production du PEBD.

