



# Le LCPP, Laboratoire de Chimie et Procédés de Polymérisation - Partenaire de Mettler-Toledo pour un large panel d'équipements et des technologies de pointe en caractérisation macromoléculaire

**Le LCPP, Laboratoire de Chimie et Procédés de Polymérisation, fait figure de référence en matière de synthèse et de caractérisation des polymères. Son parc instrumental est impressionnant, en particulier dans le domaine analytique où se côtoient les techniques de caractérisation spectroscopique et thermique, les techniques séparatives et de mesure conformationnelle, ou encore, celles de fractionnement thermique appliquées aux polyoléfines.**

Olivier BOYRON, ingénieur d'étude CNRS, nous reçoit aujourd'hui. En charge de l'exploitation et du développement des technologies propres à la caractérisation des polymères, il occupe un poste clé, à l'interface des différentes équipes de recherche. « La caractérisation des produits de la polymérisation est primordiale pour connaître les propriétés des matériaux, mais également pour comprendre les mécanismes chimiques fins mis en jeu lors des étapes de polymérisation », explique M. BOYRON. « Mon travail m'amène donc à m'intégrer dans les différentes équipes du laboratoire afin de proposer les techniques analytiques les mieux adaptées à leurs problématiques... »

Poursuivons notre interview et cherchons notamment à en savoir davantage sur la collaboration initiée depuis plusieurs années déjà entre le LCPP et la société Mettler-Toledo, pour ses équipements de caractérisation macromoléculaire...

**La Gazette du Laboratoire (LGdL) : « Quand a été créé le Laboratoire de Chimie et Procédés de Polymérisation ? Avec quelle vocation première ? »**

Olivier BOYRON (O.B.) : « Le Laboratoire de Chimie et Procédés de Polymérisation a été créé en janvier 1995 en tant qu'UMR 140, sur le site du CNRS de Solaize, au sud de Lyon... avant de déménager au sein de l'Ecole Supérieure de Chimie Physique Electronique de Lyon (CPE Lyon). Son objectif premier est d'étudier les grands polymères sur le plan de la chimie, du génie chimique et des procédés de polymérisation. Mettre au point des procédés plus efficaces et plus propres (sans solvant, sans composant toxique) et concevoir des matériaux polymères plus performants... avec pour piliers : la catalyse de polymérisation et la chimie en milieu dispersé aqueux. Depuis sa création, notre laboratoire a sensiblement élargi ses activités de

recherche, autour de la diversification des applications de la catalyse de polymérisation, mais également dans le domaine de la chimie radicalaire contrôlée ainsi que le développement des nanomatériaux hybrides où il compte parmi les pionniers du sujet... »

**LGdL : « Quel statut possède aujourd'hui le LCPP ? Quels sont ses organismes de tutelle ? »**

O.B. : « Le Laboratoire Chimie et Procédés de Polymérisation est rattaché au CNRS, à l'Université Claude Bernard Lyon 1 et à l'École Supérieure de Chimie Physique Electronique de Lyon (CPE Lyon). Depuis quatre ans, il s'est associé au LCOMS (Laboratoire de Chimie Organométallique de Surface) pour constituer le laboratoire C2P2, laboratoire Chimie Catalyse Polymères et Procédés, UMR 5265.

Forte de ses deux composantes aux approches différentes, mais complémentaires, l'Unité travaille sur tous les grands domaines de la catalyse et de la chimie : de la pétrochimie à la chimie fine, des grands polymères industriels aux architectures macromoléculaires complexes, des nanomatériaux organiques et inorganiques aux nanoparticules hybrides, ceci dans un souci permanent d'intégration des procédés. La qualité scientifique des 2 équipes LCPP et LCOMS et de l'ensemble de l'UMR a été reconnue lors de l'examen de l'AERES 2010 par la notation A+ »

**LGdL : « Combien de personnes collaborent aujourd'hui au sein de votre laboratoire ? »**

O.B. : « Le C2P2 emploie aujourd'hui 29 permanents : chercheurs, ingénieurs et techniciens. Ses effectifs sont complétés de longue date par la présence de deux chercheurs émérites prestigieux : Yves CHAUVIN, lauréat du prix Nobel 2005, et Emile KUNTZ, Grand Prix de l'Académie des Technologies 2005. Une cinquantaine de doctorants, étudiants en master et post-doctorants est par ailleurs accueillie au sein de l'équipe... »

**LGdL : « Quelles sont aujourd'hui les thématiques de recherche développées par le LCPP ? »**

O.B. : « Le but de l'équipe CPP est aujourd'hui de mieux comprendre et d'optimiser la synthèse de polymères et de matériaux directement issus de polymères : colloïdes, matériaux hybrides organiques/



**Appareil d'analyse thermique DSC et ATG pour l'étude du comportement thermique des polymères commercialisé par Mettler Toledo**

inorganiques. Nos recherches portent sur la chimie fondamentale, la physico-chimie, le génie chimique, l'analytique, la science des matériaux par une collaboration étroite avec le monde industriel. Nous sommes ainsi spécialisés dans l'élaboration de nouveaux polymères par la compréhension et la mise au point de stratégies de polymérisation originales. Trois thématiques principales se distinguent : les chimies de polymérisation (catalyse, polycondensation, radicalaire, ionique...), les matériaux colloïdaux (latex, émulsion...) et l'architecture macromoléculaire ».

**LGdL : « De quelles installations et équipements bénéficie votre équipe aujourd'hui ? »**

O.B. : « L'ensemble du laboratoire C2P2 occupe environ 3000 m<sup>2</sup>, également répartis sur deux niveaux. Au sein de ces installations, le LCPP est doté d'un vaste panel d'équipements pour la synthèse des polymères, dont une boîte à gants pour la préparation des catalyseurs sous atmosphère inerte et de nombreux réacteurs de polymérisation : un réacteur haute pression (jusqu'à 300 bars), trois réacteurs "Turbosphere" 2,5 litres (30 bars) pour la polymérisation des oléfines en phase gaz, un multi-réacteur pour étude à « haut débit » permettant jusqu'à 20 polymérisations simultanées jusqu'à 70 bars, des réacteurs en verre pour des polymérisations

sans pression et deux réacteurs "stopped flow" pour l'étude des premiers instants de réaction, à partir de 40 ms... »

Un parc instrumental particulièrement complet est dédié à l'analyse et la caractérisation des polymères issus de ces différents réacteurs :  
• techniques séparatives : chromatographie d'exclusion stérique (haute température 150°C, température ambiante en phase organique et en phase aqueuse), chromatographie en phase gazeuse ;  
• analyse spectroscopique : infrarouge (IRTF) et UV ;  
• analyse thermique : analyse calorimétrique différentielle (DSC) et analyse thermogravimétrique (ATG) ;  
• techniques de mesure conformationnelle : diffraction et diffusion de la lumière (dynamique et statique) ;  
• techniques de fractionnement thermique des polyoléfines, avec un équipement innovant dont le laboratoire a fait récemment l'acquisition : la technologie CRYSTAF/TREF, CRYSTalination Analysis Fractionation/ Temperature Rising Elution Fractionation (PolymerChar).

Le laboratoire possède par ailleurs deux spectromètres RMN (300 MHz liquide et 500 MHz solide) et dispose également d'un accès privilégié à un équipement 400 MHz, dans le cadre d'un partenariat avec une plate-forme de polyméristes.

**LGdL : « Avez-vous développé des partenariats avec d'autres structures ? »**

O.B. : « Notre parc analytique original, dont je suis chargé de la mise en œuvre, est ouvert aux prestations de services. Nous collaborons à ce titre avec différents laboratoires publics, universités internationales et grands groupes industriels liés à la pétrochimie. Nous avons par ailleurs développé des partenariats avec des fabricants d'équipements et d'autres unités académiques pour la mise au point de nouvelles techniques ou de nouveaux couplages analytiques :  
- la caractérisation par chromatographie liquide des polyoléfines ramifiées, en collaboration avec le Deutsches Kunststoff Institut (DKI) à Darmstadt ;  
- l'étude d'une semi-micro chromatographie d'exclusion stérique, permettant de diminuer les temps d'analyse et les quantités de solvant utilisés (Green GPC), et le développement d'une chromatographie 2 dimensions, pour une caractérisation précise des copolymères complexes synthétisés au laboratoire, en partenariat avec la société lyonnaise SRA et la société allemande Polymer Standard Service (PSS) ;  
- le couplage TGA/IRTF en partenariat avec les sociétés Thermo Fisher Scientific et Mettler-Toledo - une collaboration pour de la prestation analytique avec la société Malvern Instrument... »

## Evaporation Solutions



### ROTAVAPOR BUCHI R-3 l'essentiel de l'évaporation

- Les Basiques BUCHI à votre service: verrerie à surface d'échange maximale, conduit de vapeur 1 pièce, système de fixation combi-clip exclusif, joint d'étanchéité durable, élévation manuelle robuste, bain chauffant indépendant
- Flexibilité et simplicité: contrôle manuel direct, éléments modulaires, faible encombrement, réglages simplifiés (rotation & T°)
- La sécurité en maître mot: géométrie stabilisatrice, verrerie plastifiée, contrôle digital du bain, butée de l'élévateur, combi-clip...
- La qualité BUCHI, pour une maintenance minimale et une durabilité, reconnues par vous, utilisateurs.
- Le service BUCHI, toujours à votre disposition à travers son équipe technique, commerciale et SAV.

BUCHI Sarr  
94656 Rungis Cedex/France  
T +33 1 56 70 62 50  
France@buchi.com

www.buchi.fr

Quality in your hands



**Chromatographie d'exclusion stérique haute température : cette technique est dédiée à la mesure des masses et distributions de masse des polyoléfines - fonctionne à 150°C dans le Trichlorobenzène.**

**LGdL : « Depuis quand travaillez-vous avec des équipements Mettler Toledo? Quels sont-ils aujourd'hui? »**

**O. B. :** « Il y a de nombreuses années déjà que nous sommes équipés d'une TGA Mettler-Toledo pour l'étude de la stabilité thermique de nos polymères. Notre collaboration avec Mettler-Toledo nous a ensuite conduit à compléter notre parc instrumental avec une nouvelle DSC haute sensibilité dotée de 56 thermocouples et d'un passeur d'échantillons. Cet équipement, à modulation de température, nous permet d'étudier la dégradation et le vieillissement des polymères photosensibles sous UV et de suivre visuellement l'évolution de l'échantillon par couplage avec la microscopie.

La TGA existante a par ailleurs été renforcée avec une nouvelle TGA Mettler-Toledo haute résolution à four horizontal, remédiant aux problèmes de la poussée d'Archimède. La microbalance utilisée dans la TGA permet la détection de faibles pertes de masse de l'ordre du µg ainsi que le suivi des phénomènes enthalpiques grâce au couplage avec un détecteur DSC haute température.

Nous disposons également au laboratoire du couplage de la TGA avec l'infrarouge à transformé de Fourier, pour des informations précises sur les composés issus de la dégradation des échantillons de polymères.

D'autre part nous venons d'acquérir un titrateur Mettler-Toledo dédié à la mesure des bouts de chaînes de nos polymères. Cette méthode originale permet de déterminer la masse molaire des polymères que nous ne pouvons pas mesurer au laboratoire par les techniques classiques de chromatographie d'exclusion stérique.

Enfin, bien évidemment, comme beaucoup de laboratoires, nous sommes équipés d'un grand nombre de balances Mettler-Toledo... »

**LGdL : « Quelles recherches réalisez-vous à partir de ces équipements Mettler-Toledo ? »**

**O. B. :** « La TGA nous permet de contrôler la tenue thermique de nos polymères. L'une de nos thématiques de recherche porte sur l'étude des matériaux hybrides organique/inorganique. Le greffage de composés inorganiques sur les polymères permet de les rendre plus résistants à la température, à l'abrasion, au rayonnement UV... ; la TGA est donc un outil indispensable pour mesurer directement l'impact du composé inorganique sur la température de dégradation tout en contrôlant précisément la quantité des composés inorganiques greffés.

La DSC est largement utilisée pour mesurer les températures de transition vitreuse et de fusion caractérisant en particulier la distribution des unités de monomères et de co-monomères dans les chaînes.

Nous étudions ainsi par exemple aujourd'hui les ramifications des polyéthylènes. Ces ramifications peuvent être courtes, longues, comportant des cycles... ; elles ont un impact sur la cristallinité et la température de fusion des copolymères d'oléfines. Deux valeurs accessibles entre autres grâce à la DSC ! Nous étudions en parallèle sur ces mêmes molécules la complémentarité de la DSC et des techniques TREF et CRYSTAF... »

**LGdL : « Pourquoi avoir choisi Mettler-Toledo? »**

**O. B. :** « Mettler-Toledo est reconnu comme un acteur majeur sur le marché de l'analyse thermique et plus particulièrement dans le monde des polymères. Au-delà de la performance de ses équipements, Mettler-Toledo dispose d'un support applicatif de qualité permettant des échanges scientifiques enrichissants... »

**LGdL : « Souhaitez-vous faire l'acquisition prochaine de nouveaux systèmes? Pour quelles applications? »**

**O. B. :** « Nous étudions actuellement au laboratoire l'intérêt de nous équiper d'un réacteur de polymérisation couplé en ligne avec une sonde infrarouge. C'est une solution originale proposée par Mettler-Toledo. »

**LGdL : « Quels sont vos prochains sujets de recherche? »**

**O. B. :** « La structure des polymères synthétisés au laboratoire est de plus en plus complexe. Les mesures par spectroscopie (RMN, IRTF...) ne fournissent que des valeurs de composition moyennes et ne tiennent pas

compte des distributions de composition. Le laboratoire s'engage donc dans des techniques de caractérisation qui permettent de séparer les polymères en fonction de leur architecture locale (distribution des unités dans la chaîne) et globale (ramifications de chaînes).

Deux voies sont actuellement explorées au laboratoire : la technique TREF/CRYSTAF, pour séparer les polymères en fonction de leur température de cristallisation et déterminer des paramètres tels que le taux de ramification, et la chromatographie liquide d'adsorption (LAC) qui permet de séparer les polymères non plus en fonction de leur masse molaire, mais en fonction de leur composition chimique. Nous allons ainsi pouvoir caractériser de façon complète les copolymères nouveaux que nous développons au laboratoire. A terme nous souhaitons mettre en œuvre un couplage chromatographie liquide / chromatographie d'exclusion stérique (chromatographie 2D) et éventuellement envisager ce couplage à températures élevées nécessaires pour la caractérisation des polyoléfines. Les techniques émergentes de fractionnement

de polymères par Field Flow Fractionnement pourraient apporter une alternative à la chromatographie d'exclusion stérique. La chromatographie hydrodynamique capillaire (CHDF) encore peu développée pourrait aussi apporter de nouvelles solutions à nos problèmes de caractérisation des particules colloïdales... »

**LGdL : « Envisagez-vous de nouvelles acquisitions matérielles et/ou des recrutements en 2011? »**

**O. B. :** « Nous souhaitons recruter un nouvel ingénieur dédié au montage des réacteurs de la partie « polymérisation catalytique » du laboratoire et nous équiper de nouveaux matériels pour nos prochains sujets de recherche : LAC, chromatographie 2D, FFF, chromatographie d'exclusion stérique haute température... »

S. DENIS

**Pour en savoir plus :**  
<http://www.lcpp-cpe.com/>

