



Gros plan sur ... La plate-forme Analyse Thermique du LMI, Laboratoire des Multi-matériaux et Interfaces, UMR 5615 CNRS – Université Claude Bernard Lyon 1

Le LMI, Laboratoire des Multi-matériaux et Interfaces, est né en 1990 à Lyon du regroupement de plusieurs unités de recherche, sous la tutelle de l'Université Claude Bernard Lyon 1 et du CNRS. Spécialiste de l'architecture et du génie des molécules et matériaux par voie chimique, il développe une recherche combinant des programmes fondamentaux en synergie avec des projets applicatifs et industriels. Sa plate-forme d'analyse thermique se caractérise par la richesse de son parc instrumental, l'expertise de son équipe et sa grande capacité d'innovation. Elle travaille en interaction étroite avec de nombreux secteurs d'activités dans le cadre de programmes de recherche, de prestations d'analyses et de contrats de collaboration. Elle entretient par ailleurs un partenariat privilégié avec Mettler Toledo, fournisseur incontournable du laboratoire et acteur clé de son approche innovante en matière d'analyse thermique et calorimétrique. Gros plan !

Une expertise sur l'ensemble du cycle de recherche de molécules et de matériaux innovants

Le LMI, UMR 5615 CNRS / UCBL, réunit sous la direction du Pr. Christian BRYLINSKI plus de 80 membres : chercheurs, ingénieurs, techniciens, post-doctorants et doctorants, dont 38 permanents. Laboratoire associé au CNRS et à l'Université Claude Bernard Lyon 1, il est également membre de deux fédérations locales : l'Institut Carnot (I@L) et l'Institut de Chimie de Lyon (ICL).

Ses travaux sont structurés autour de trois pôles d'expertise - Molécules, Nanostructures, Matériaux - et organisés en quatre équipes centrées sur quatre grandes thématiques de recherche :

- Epitaxie et réactivité d'interface ;
- Nanostructures et matériaux fonctionnels ;
- Cristallographie et ingénierie moléculaire ;
- Biomatériaux et interfaces biologiques (une thématique émanant de l'ex-laboratoire d'Etude des Interfaces et des Biofilms, EA 637, qui a rejoint le LMI en 2007).

Ainsi le LMI, dont la vocation première est de démontrer la faisabilité de molécules et matériaux nouveaux, est présent sur l'ensemble du cycle de recherche de ces nouvelles matières. Grâce au savoir-faire de ses équipes et à ses ressources technologiques, il intervient depuis le design moléculaire et la modélisation cristallographique, jusqu'au processus de synthèse par voie chimique et son industrialisation, en passant par la transformation et la caractérisation des matériaux : structurale, mécanique, optique et thermique, spécificité du Laboratoire !

Des nanostructures jusqu'aux matériaux : des activités en interaction forte avec l'Industrie !

« Nos recherches intéressent une gamme de composés très étendue, depuis des molécules dont la taille est inférieure au nanomètre, jusqu'aux matériaux macroscopiques à l'échelle du mètre », précise M. BRYLINSKI.

→ **Molécules** : le LMI possède en effet une longue expérience dans l'élaboration de molécules complexes magnétiques, en chimie de coordination et chimie des précurseurs, ainsi que dans le domaine de la chimie des surfaces et interfaces, intégrant en particulier greffage et fonctionnalisation.

→ **Matériaux** : le Laboratoire est par ailleurs bien connu pour ses matériaux semi-conducteurs ou mésoporeux (à porosité

nanométrique), ses composites inorganiques métal/céramique, ses matériaux moléculaires magnétiques, ou encore des matériaux tels que des implants à base de titane destinés à la réparation et la régénération des tissus en odontologie.

→ **Nano-objets** : enfin, à l'interface entre les molécules et les matériaux, il a su développer un solide savoir-faire dans l'élaboration par voie chimique et la caractérisation de toutes sortes de couches minces, hétérostructures et nanostructures telles que des nanofils, nanotubes et nanoblocs spécifiques.

« Une des spécificités du laboratoire est la synthèse de matériaux supramoléculaires par épitaxie, en phase vapeur (CVD) ou en phase liquide (VLS) », complète le directeur du Laboratoire.

Intimement lié au monde de l'Industrie et à l'optimisation de ses process, le LMI développe en parallèle plus d'une dizaine de collaborations avec des entreprises de toutes tailles. Des synergies sont créées dans le cadre des recherches les plus fondamentales, par exemple dans les domaines de la chimie moléculaire, de la cristalllogénèse et du magnétisme moléculaire, tandis qu'en aval, au-delà des prestations de service, le Laboratoire met à profit son expertise scientifique et technique pour conseiller et soutenir ses partenaires dans la valorisation de ses travaux. Depuis la fin des années 2000, les secteurs des matériaux, de l'énergie, de l'environnement et de la santé sont au cœur de ses priorités.

La plate-forme d'analyse thermique, au cœur de l'innovation du LMI

Travaillant ainsi sur des molécules et des matériaux très divers, la plate-forme d'analyse thermique est un service commun, maillon clé des activités de recherche et prestations du LMI. A sa tête, Mme Rodica CHIRIAC, PhD, Ingénieur CNRS, est passionnée par son métier ; elle nous présente avec enthousiasme sa plate-forme, moteur de l'innovation en matière d'analyse thermique et calorimétrique.

« Les domaines d'applications sont tout aussi variés que les molécules et matériaux étudiés : de la géologie à la pétrochimie et aux biocarburants, du monde du bâtiment et de l'acier à celui du textile, mais aussi bien sûr la pharmaceutique, la cosmétique, jusqu'à la micro-électronique », explique-t-elle. « Nous intervenons dans le processus même de synthèse des matériaux, comme sur les produits finaux pour déterminer leur stabilité thermique et leurs paramètres thermodynamiques. Les principales technologies mises en œuvre sont la calorimétrie (Calvet, DSC, DSC sous pression et nano-DSC), l'analyse thermogravimétrique (ATG), l'analyse thermomécanique (TMA), la µGC-MS ou encore la microscopie thermo-optique ».

Les recherches et prestations développées au sein de la plate-forme portent principalement sur le comportement thermique des différents matériaux, leur décomposition et l'identification des composés émis sous atmosphère et/ou vitesse de chauffe contrôlées, la détermination de températures, enthalpies de fusion, transitions vitreuses, chaleurs spécifiques, polymorphismes, cristallinité...

Donnons pour exemples :

→ la thermolyse des boranes et borohydrures, autrement dit l'étude de leur déshydratation



Rodica Chiriac est responsable de la plate-forme Analyse Thermique du LMI depuis 2009



Rodica Chiriac et François Toche (Ingénieur d'Etude) ont acquis une solide expérience du couplage TGA/GC-MS

thermique, appliquée au stockage de l'hydrogène pour les piles à combustible. « Les méthodes utilisées sont l'ATG, la DSC et l'ATG couplée à la µGC-MS. La valeur de l'énergie d'activation est elle aussi obtenue par DSC (méthode de Kissinger) à quatre vitesses de température différentes », précise Mme CHIRIAC.

→ la détermination de la stabilité thermique des différents borates par analyse thermogravimétrique MaxRes. « La méthode permet de contrôler la vitesse de chauffe en fonction de la perte de masse de l'échantillon. La résolution est optimisée et le temps d'analyse réduit de 53h à 6h ! », assure Rodica CHIRIAC.

→ l'étude des minéraux de type chondrites, pour la capture du CO₂, et la compréhension des phénomènes de thermo-réactivité liés à la présence d'eau. « Des projets de recherche sont menés sur le sujet en collaboration avec ISTerre, l'Institut des Sciences de la Terre de Grenoble. L'analyse thermogravimétrique nous permet de suivre la synthèse et la transformation de différents minéraux tels que la serpentine, la goéthite ou encore la magnésite. Les taux de carbonation de ces minéraux sont ensuite définis à l'aide des courbes ATG », ajoute la responsable de la plate-forme.

→ l'évaluation de la « tenue au froid » et du « profil paraffinique » des gazoles, fuels domestiques, huiles de chauffe, bitumes, biodiesel... Depuis les années 80, le LMI a travaillé à plusieurs reprises pour le groupe Total, notamment dans le cadre d'un projet visant à analyser le comportement du biodiesel à basse température, quand les esters d'huile végétale risquent de cristalliser. La microscopie thermo-optique est alors utilisée pour caractériser visuellement la morphologie et la taille des cristaux, tandis que la DSC en permet la quantification. « La stabilité à l'oxydation des biodiesels et l'impact d'additifs antioxydants, ont

également été étudiés en collaboration avec Total. C'est d'ailleurs dans le cadre de ce projet que nous avons fait l'acquisition d'un nouvel équipement DSC sous pression Mettler Toledo (HP-DSC) », complète Mme CHIRIAC.

Dans le domaine de la pharmaceutique et de la santé plus précisément, la plate-forme intervient également pour :

→ la caractérisation thermo-chimique des phosphates de calcium à intérêt biologique ;

→ l'étude des nanocomposites polymères/silices mésoporeuses utilisées comme résines dentaires. La DSC est alors employée pour déterminer la température de transition vitreuse ; l'analyse thermomécanique, pour obtenir le coefficient d'expansion thermique linéaire des polymères ;

→ l'étude des interactions générées dans les complexes polymères/protéines et leur dénaturation, par nano-DSC. « Cela nous permet de déterminer la température de décomposition de ces produits et l'enthalpie associée, afin de s'assurer notamment qu'ils ne se dégradent pas à 37°C », explique Mme CHIRIAC.

Quelque 5200 analyses ATG/DSC ont ainsi été réalisées au sein du LMI ces cinq dernières années. « Le nombre de mesures par ATG a triplé, avec un développement important des demandes émanant de la recherche académique », précise Mme CHIRIAC. « Les analyses par DSC, notamment pour la déformation de mélanges copolymères, sont quant à elles majoritairement industrielles... »

Des technologies de pointe, une volonté d'innovation permanente et un partenaire clé, METTLER TOLEDO !

En près de 25 ans d'existence, le LMI a su développer une réelle expertise ►►►