



L'ISA, Institut des Sciences Analytiques, répond aux besoins d'analyses du monde industriel et académique : gros plan sur les techniques de spectroscopies vibrationnelles et notamment sur le Moyen Infra-Rouge avec l'utilisation du spectromètre ReactIR 15 METTLER TOLEDO !

L'ISA, Institut des Sciences Analytiques, a emménagé il y a près d'un an dans un bâtiment flambant neuf sur le campus de la Doua, à Lyon. Partagées entre recherche, prestation analytique et formation, ses activités sont développées en lien étroit avec l'industrie, dans l'optique d'accompagner l'essor de procédés plus « sobres et propres ». Mme Anne BONHOMME, Ingénieur en Chimie analytique, spécialiste des spectroscopies vibrationnelles, témoigne de ces relations fortes avec l'industrie, et fait le point en particulier sur le projet INNovAL soutenu par la Région Rhône-Alpes. Elle nous présente les technologies et équipements mis en œuvre notamment en matière de spectroscopie vibrationnelle, et expose plus précisément les atouts de l'analyse par spectroscopie dans le Moyen Infra-Rouge, au travers de l'utilisation du spectromètre ReactIR15 METTLER TOLEDO.

Au cœur du plus grand centre européen de chimie analytique

L'Institut des Sciences Analytiques, UMR 5280 (tutelles CNRS – UCBL – ENS) créée en janvier 2011, est issu du regroupement de trois laboratoires : le Centre européen de RMN à très hauts champs, le Laboratoire des Sciences Analytiques (LSA) et le Service Central d'Analyse (SCA), fort de plus de 50 ans d'existence. Depuis décembre 2012, les trois entités sont réunies sur le site CLEA (Cité Lyonnaise de l'Environnement et de l'Analyse) à côté du campus de la Doua, à Lyon, dans un bâtiment de 11 000 m², spécifiquement conçu, aménagé et équipé pour le développement optimal de leurs activités.

Plus de 220 chercheurs, ingénieurs, techniciens, enseignants, administratifs, doctorants et post-doctorants, bénéficient d'une plateforme technologique unique, au champ analytique extrêmement vaste. De l'analyse organique et moléculaire à l'inorganique, la séparation et la spéciation, ou encore les couplages, les technologies mises en œuvre sont pointues et très variées : spectrométrie de masse, couplages chromatographie en phase liquide à haute performance, RMN, analyse thermique (ATG, DSC), spectrométries infra-rouge et de diffusion Raman...

Avec l'ISA, l'agglomération lyonnaise s'est dotée du plus grand centre de recherche à l'échelle européenne, dédié à la chimie analytique et à ses applications industrielles.

Une interaction forte et permanente avec l'industrie

L'Institut vise à accompagner l'essor de procédés industriels plus « sobres et propres » grâce au développement de dispositifs permettant un contrôle en ligne et une surveillance permanente. Son expertise en chimie analytique

est appliquée aux domaines environnementaux, produits naturels, santé, cosmétique, agro-alimentaire, chimie durable, matériaux et procédés, sous trois axes clés :

- la recherche, pour répondre aux besoins socio-économiques, industriels et scientifiques, actuels et futurs ;
- les prestations d'analyses afin de préparer les méthodes pour les analyses chimiques de demain, de répondre aux besoins actuels en analyse et caractérisation, et aux besoins d'expertise - réalisées sous certification ISO 9001 ;
- la formation initiale et continue à la carte en techniques d'analyses et gestion de la qualité.

L'industrie et ses problématiques, notamment en termes de qualité et de productivité, sont omniprésentes dans la définition des objectifs et la mise en œuvre des projets de l'ISA. Parmi ceux-ci, le programme de R&D INNovAL associe aux équipes de l'ISA de grands groupes industriels et des PME régionales, sur le thème de l'analyse en ligne.

INNovAL, l'analyse en ligne au cœur du procédé !

Le programme de R&D INNovAL (chef de file IFP Energies nouvelles), labellisé par le pôle de compétitivité AXELERA, a été retenu au 9^{ème} appel à projets du FUI-OSEO, en mars 2010. D'une durée de 42 mois, d'octobre 2010 à février 2014, il vise au développement d'outils d'analyses en ligne miniaturisés pour un meilleur contrôle des procédés dans l'industrie chimique, dans un esprit de chimie durable.

« Le contrôle des procédés dans l'industrie chimique garantit la qualité des produits, la gestion des coûts, le maintien de la productivité et la maîtrise des risques », explique Mme BONHOMME. « L'analyse menée directement au cœur du process – contrairement aux prélèvements en fin de batchs - constitue la voie la plus efficace, mais le marché se heurte à l'absence de solutions fiables et sécurisées, capables d'offrir un spectre large d'applications ».

Dans ce contexte, le programme d'INNovAL vise à concevoir et à proposer des outils appliqués *in situ* à plusieurs catégories d'analyses et de matrices : liquides, gaz, milieux extrêmes et analyse élémentaire. Les développements en cours portent par exemple sur la mise au point d'un analyseur d'éléments en ligne miniaturisé LinLIBS pour la caractérisation *in situ* de contaminants dans les matrices liquides, des micro-technologies pour l'analyse moléculaire dans les liquides ou dans les gaz, ou encore des solutions adaptées à l'analyse en ligne multi-composés, non intrusives, en milieu gazeux agressif.

Les partenaires impliqués dans le projet INNovAL sont Arkema, Bluestar



Mme Bonhomme et M. Faure

Silicones, IFP Energies nouvelles, Solvay, Vencorex, IVEA, SRA Instruments, EIF, SISTEC, Armines laboratoire SPIN, ainsi que les départements anciennement LSA et SCA de l'ISA. Leurs chimies sont très différentes, mais tous ont en commun une problématique liée à l'analyse en ligne. Une dizaine de membres de l'ISA participe au projet et parmi eux, Anne BONHOMME, spécialiste des spectroscopies vibrationnelles. Elle intervient au service des industriels dans le domaine de l'analyse d'échantillons liquides, en mettant à leur disposition le matériel et l'expertise pour optimiser le suivi en temps réel de leurs procédés par méthode spectroscopique. Deux personnes supplémentaires - spécialistes des différentes technologies et modèles mathématiques - ont par ailleurs été recrutées dans le cadre du projet INNovAL. Elles transfèrent les différents instruments sur site clients et les intègrent à leur process, afin d'en comparer les performances et définir la technologie la mieux adaptée aux besoins des industriels.

Quand les spectroscopies vibrationnelles sont appliquées à l'analyse en ligne...

Les recherches et prestations développées par l'équipe de Mme BONHOMME concernent aussi bien l'identification que la quantification d'échantillons organiques, minéraux ou de fonctions spécifiques présentes dans ces composés. Elles portent également sur l'étude de défauts de surface (adhérence, couleur, aspect, pollution sur carte électronique, étude de surface réfléchissante...), la caractérisation des associations moléculaires (liaison hydrogène intra ou intermoléculaire), l'identification des isomères et l'état de cristallinité ainsi que sur le suivi cinétique de l'évolution d'un composé lors d'un chauffage, la caractérisation des intermédiaires de réaction ou encore l'analyse des gaz issus de la dégradation thermique d'un échantillon sous atmosphère contrôlée (N₂ ou air) entre la température ambiante et 1000°C.

Tous les types d'échantillons sont concernés : solides (poudres, matériaux finis ou formulés, durs ou tendres...), multi-couches (épaisseur

minimale des couches analysées 20 µm), dépôts, pollutions, inclusions, particules microscopiques (taille minimale 20 µm x 20 µm et inférieure si isolée) ou liquides (volatils, non volatils, gels, huiles, graisses, pâte, particules en suspension...).

En matière de spectroscopie vibrationnelle appliquée à l'analyse en ligne de liquides, les solutions proposées par Mme BONHOMME font principalement appel aux techniques de spectrométries RAMAN, UV-Visible, Proche et Moyen Infrarouge. Complémentaires et toutes accessibles en mode fibré pour une analyse délocalisée, elles permettent un suivi réactionnel *in situ* par immersion d'une sonde dans le milieu ou hors contact au travers de matériaux adaptés. « La spectrométrie Moyen Infra-Rouge nous est particulièrement utile pour l'étude structurale en ligne des échantillons liquides, la caractérisation des espèces formées et des intermédiaires, le contrôle et la maîtrise des paramètres réactionnels », ajoute Mme BONHOMME.

Au cœur du flux réactionnel avec le ReactIR 15 Mettler Toledo !

« L'équipe de Mme BONHOMME a fait l'acquisition fin 2010 d'un spectromètre MIR React IR15 et d'une sonde flexible ATR DSub AgX dotée d'une extrémité diamant pour une immersion en direct dans le flux réactionnel. L'Unité compte en outre parmi les premières en France à s'être équipée de deux sondes Micro Flow Cell avec cristal diamant et silicium », explique M. Benoit FAURE, ingénieur commercial METTLER TOLEDO.

Pourquoi avoir choisi le React IR15 ? Quels sont ses atouts et fonctionnalités clés ? « La taille et le poids réduits de l'instrument, l'absence d'exigences spécifiques concernant le gaz de purge, ainsi que le support du logiciel METTLER TOLEDO IC-IR, font du React IR15 un outil très simple d'utilisation », répond Mme BONHOMME.

Le logiciel IC-IR offre une interface très intuitive pour un suivi en temps réel de la composition du milieu réactionnel, et permet à partir de modèles mathématiques une interprétation optimale des spectres, tant sur le plan cinétique que quantitatif. « Grâce au React IR15, nous avons pu expliquer des résultats d'analyse ►►►