

LA GAZETTE DU LABORATOIRE nº 198 - mai 2014

# Créé en 2009 CANOE, Centre technologique des matériaux avancés et composites en Aquitaine, s'équipe de trois systèmes d'analyse thermique METTLER TOLEDO

depuis Activement soutenue par Conseil d'Aquitaine. Régional CANOE (Composites en Aquitaine et Nanostructures OrganiquEs) est une plate-forme d'innovation en plein essor. Spécialiste des composites organiques et matériaux nanostructurés, CANOE profite d'une mutualisation d'équipements et de compétences rares, permettant de balayer tout le cycle de vie des composites, de l'élaboration à la destruction. Le transfert de technologies et le développement processus industriels font partie de ses missions prioritaires, avec pour objectif d'accompagner l'essor tissu économique local sur les filières industrielles de la Région, telles que l'aéronautique, les transports, énergies renouvelables, le design-mode ou encore la navigation.

CANOE assure ainsi la valorisation et industrielle, la caractérisation, industrielle, technologique conception, formulation et la mise en œuvre de matériaux procédés nouveaux et novateurs dans son domaine d'expertise : les matériaux composites nanostructurés

Depuis quelques mois, trois nouveaux systèmes d'analyse thermique sont venus compléter le parc instrumental de la plateforme: TGA (thermogravimétrie), DSC (calorimétrie différentielle à balayage) et DMA (analyse mécanique dynamique), tous de marque METTLER TOLEDO. L'occasion

de vous présenter CANOE et sa collaboration étroite avec METTLER TOLEDO, fournisseur incontournable sur le marché de la préparation

### La mutualisation de compétences et d'équipements de pointe, au service des filières régionales

Avec trois salariés au départ, la plateforme compte aujourd'hui près de 20 collaborateurs - pour la plupart ingénieurs et docteurs - sous la direction de Patrice GAILLARD, expert en science des matériaux et polymères, fort de plus de 30 ans d'expérience en recherche industrielle. Son activité historique. développée à Pessac (33) au sein de l'École Nationale Supérieure de Chimie, Biologie et de Physique de Bordeaux (ENSCBP, membre de l'Institut Polytechnique de Bordeaux), est centrée sur les technologies de filage de matières plastiques formulées façon et d'imprégnation de fibres commerciales. Le site centralise également des moyens de dépôt de couches minces et de caractérisation et de contrôle non destructif. Le site comporte en outre des salles dédiées et spécialement conçues pour la manipulation de nanomatériaux. Parallèlement, CANOE n'a cessé depuis cinq ans d'élargir son champ d'expertise tout en s'implantant sur trois autres sites aux spécialités complémentaires :

· A Pessac Bersol (33) ont été créés un service de formation et une unité ciblant la



Jean-Marie Morvan, Responsable du pôle Caractérisation et Contrôle Non Destructifs des matériaux de CANOE.

mise en œuvre de matériaux composites. notamment ceux de grandes dimensions telles que des coques-bateaux ou des pales d'éoliennes, par des techniques conventionnelles (infusion, stratification) ou en développement (type RTM light).

A Pau (64), au sein de la Technopole Hélioparc, et à Lacq (64), dans le cadre de la plate-forme Chemstart'up -où l'activité est principalement centrée sur la plasturgie : la formulation et le compoundage et la mise en œuvre de matière plastiques chargées (renforts naturels, synthétiques) et d'élastomères.

Des interactions fortes sont engagées sur chacun de ces sites avec des laboratoires scientifiques de renommée internationale tels que le CRPP (filage et matériaux carbonés), l'IPREM (adhérence, interface charge // matrice), le LCPO (nanocelluloses) ou encore le Groupement de Recherche de Lacq. La plate-forme CANOE est ouverte à tous les acteurs académiques ou industriels.

## Des solutions composites et matériaux avancés au service de l'innovation

De la formulation à la mise en œuvre des matériaux organiques nanostructurés, jusqu'à leur caractérisation et industrialisation. les ressources mutualisées de CANOE couvrent toute la chaîne composite. Cinq technologies clés s'y distinguent tout particulièrement, au sein de départements dédiés :

# 1/ la formulation de polymères

L'équipe CANOE a développé une grande expertise dans la formulation de polymères performances thermoplastiques hautes nanochargés et la dispersion de polymères hydrosolubles nanochargés en milieu solvant. Elle est également spécialiste développement de thermoplastiques renforcés par des fibres

naturelles. Différents types de mélangeurs (mono/double vis - comalaxeur) permettent l'intégration de particules et de divers additifs, pour le développement de nouveaux granulés de polymères, naturels ou synthétiques, ou l'optimisation de formules existantes pour améliorer les propriétés finales des matériaux.

## 2/ le filage de matières plastiques

A partir des matériaux formulés, CANOE met en œuvre principalement des fibres, mais aussi des plaques ou bandes préimprégnées. Deux approches sont alors

 La voie traditionnelle, autrement dit le filage en voie fondue, consiste à faire fondre les granulés de polymères et à les extruder - ou coextruder - à travers de filières pour obtenir des filaments de matériaux plastiques, qui une fois refroidis et cristallisés, aboutissent à des fibres composites thermoplastiques.

Une voie nouvelle de filage en voie liquide (solvant) a été développée par l'équipe CANOÉ, en collaboration avec le Centre de Recherche Paul Pascal (CRPP, Pessac). « Nous travaillons dans ce cas à partir de solutions de polymères, des formulations liquides innovantes dotées de nouvelles fonctionnalités grâce à l'addition de charges fonctionnelles ou de particules telles que nanotubes de carbone, graphène, nanocellulose, particules « intelligentes », explique M. Simon JESTIN, ingénieur d'étude. Une ligne de filage composée d'une filière d'injection de 100 trous, unique en France, permet le filage continu de filaments de 10 à 100 µm de diamètre.

« Les fibres composites peuvent ensuite être utilisées par nos partenaires soit par tissage, comme par exemple dans le domaine des textiles intelligents, ou soit directement telles qu'elles en les imprégnant ou les recouvrant d'une matrice afin d'en faire un





Utilisateurs des équipements METTLER TOLEDO chez CANOE, de gauche à droite : Johan Broustau, Jean-Marie Morvan, Célia Mercader et Simon Jestin.

# LABORATOIRES PUBLICS

LA GAZETTE DU LABORATOIRE nº 198 - mai 2014

matériau composite. De nouvelles propriétés, comme par exemple la conductivité électrique, sont alors conférées au matériau final. « Tous les secteurs industriels sont directement concernés »

## 3/ Les technologies composites

a - L'imprégnation et le gainage de fibres Les fibres créées par CANOE peuvent être associées à d'autres fibres commerciales (carbone, verre, basalte ou lin par exemple) afin de concevoir de nouveaux matériaux textiles. Ces derniers peuvent être alors imprégnés d'un polymère thermoplastique en voie fondu. « Le procédé d'imprégnation consistant à répartir le polymère de manière homogène entre toutes les fibres pour former un matériau composite sous forme de bande aux dimensions calibrées » précise M. Thibaut SAVART, ingénieur d'étude. Ces matériaux sont alors utilisables en dépose robot automatisée pour fabriquer des pièces composites structurelles dans les domaines de l'automobile ou de l'éolien par exemple.

De même, CANOE utilise la technologie de gainage pour enrober une fibre ou un ensemble de fibres d'un polymère. dans un but de protection mécanique, de conductivité/ isolation thermique/électrique ou de fonctionnalisation

### b - La mise en œuvre composite

Des techniques conventionnelles (infusion, stratification) ou en développement (type RTM light) sont utilisées pour la mise en œuvre de ces matériaux innovants. CANOE possède un atelier de 600 m² dédié à la conception et à la fabrication de grandes pièces composites comme des coques et éléments de bateaux ou encore pâles d'éolienne ou d'hydrolienne. Le site développe également les technologies de moule chauffant et de résines thermoplastiques recyclables.

### 4/ les technologies couches minces

Autre procédé et département clé de CANOE, les technologies couches minces permettent un dépôt de très faible épaisseur sur un substrat souple ou rigide. Issues de l'industrie, elles sont mises en œuvre à des fins de recherche et de développement au bénéficie des entreprises. Les applications de ces dépôts sont très variées (anti reflet, dureté, conductivité de surface, imperméabilité à l'air...)

« CANOE est la seule structure en Europe à maîtriser et proposer ces technologies dans le cadre de partenariats ou prestations R&D auprès des grands groupes comme des PME », ajoute M. Loic BAILLY, ingénieur d'étude. Le dépôt en voie liquide par spray ultrasonique bénéficie d'un équipement acquis il y a quelques mois, offrant une grande homogénéité de dépôt et un taux de transfert très important (95%).

# 5/ la caractérisation mécanique et le contrôle non

Le contrôle et l'évaluation non destructive (CND / END) des matériaux est réalisée par CANOE principalement par contrôle ultrasonore et thermographie infra-rouge. L'expertise de son équipe appliquée au contrôle qualité des matériaux, à la détermination des propriétés élastiques (module d'Young, coefficients de Poisson, modules de cisaillement) et la détection de défauts (fissures, inclusions, porosités...) notamment, sont au cœur de projets collaboratifs, de formations et de prestations de haut niveau.

Les matériaux, enfin, sont caractérisés au sein de la plate-forme par de multiples technologies : des essais mécaniques standards (traction, flexion, compression...) aux tests rhéologiques et analyses thermiques (DSC, TDA, TGA, DMA). « Nous avons fait l'acquisition des systèmes DSC, TGA et DMA en septembre dernier », précise M. MORVAN, responsable du département. CANOE met ainsi désormais en œuvre ces technologies dans le cadre d'études où l'expertise de son équipe et l'encadrement personnalisé qu'elle propose offrent une réelle plus-value.

CANOE est également un centre de formation majeur en technologies et mise en œuvre des composites. Son plateau technique de pointe et le savoir-faire de son équipe concourent à l'organisation de sessions intra et inter-entreprises pour tout niveau de compétences : « spécialisation » pour les ingénieurs, chefs d'entreprises et experts; « qualification » pour les techniciens supérieurs et opérateurs ; ou encore « spécifique » en fonction des transferts de technologie à acquérir.

Enfin, CANOE dispose d'installations sécurisées et dédiées et à la manipulation de poudres, conçues sur le modèle des salles blanches

# Trois nouveaux équipements d'analyse thermique...

Depuis septembre dernier, trois nouvelles technologies phares de l'analyse thermique ont pris place au sein de la plate-forme CANOE. Chacune caractérise le matériau d'une . façon spécifique, en fonction du temps et de la variation de la température :

- la TGA thermogravimétrie qui mesure les variations de masse, permet de quantifier la composition des matériaux (% de charges, de fibres, de volatils...) et d'étudier leur stabilité
- la DSC calorimétrie différentielle à balayage évalue le flux de chaleur d'un échantillon pour déterminer des valeurs telles que point de fusion, transition vitreuse, cristallinité...
- la DMA analyse mécanique dynamique qui mesure la déformation d'un échantillon en fonction d'une force appliquée, est beaucoup utilisée par l'industrie, notamment l'aéronautique, pour identifier la température de transition vitreuse des matériaux.

« Pour ces trois techniques de pointe, essentielles à la caractérisation des matériaux, nous avons fait le choix d'équipements METTLER TOLEDO », souligne Simon JESTIN. « Nous avons été convaincus de l'expérience acquise sur ces systèmes par l'une de nos collaboratrices -Célia MERCADER - pendant son doctorat, et avons vu notre décision confortée par l'engagement de METTLER TOLEDO au plus près de nos besoins, pour nous accompagner dans l'acquisition et la maîtrise de ces nouvelles compétences »

« Les équipements de caractérisation thermique METTLER TOLEDO permettent de caractériser les polymères formulés sur la plate-forme pour déterminer leur température de fusion et ainsi aiuster les paramètres de mise en œuvre du procédé d'imprégnation. Ils permettent aussi de caractériser les matériaux composites imprégnés, notamment en termes de cristallinité, qui est un paramètre essentiel pour juger de leur résistance mécanique, chimique et thermique » conclut Thibaut SAVART.

Les trois instruments installés en septembre dernier au sein de la plate-forme CANOE sont aujourd'hui pleinement opérationnels et sollicités dans de nombreuses études.

sont associés à l'utilisation d'une balance XA 105 METTLER TOLEDO, qui leur transfère automatiquement les données de pesée via le logiciel STARe. Cette étape est un préalable indispensable à chaque mesure.

Les utilisateurs de CANOE ont ainsi particulièrement apprécié la conception à un seul degré de liberté du bras des passeurs. Celle-ci lui confère une grande fiabilité et garantit un positionnement très précis de l'échantillon. L'automatisation des analyses associée à la possibilité d'en lancer jusqu'à 34 en simultané a par ailleurs radicalement changé les processus : la programmation se faisant en amont, il suffit de charger les échantillons et de lancer l'analyse qui se fait automatiquement. « Un gain de temps énorme quand on sait qu'auparavant on consacrait en moyenne 2h pour une seule analyse! » précise M.SAVART. Dès lors, l'opérateur peut en profiter « pour se consacrer à d'autres tâche » ajoute-t-il.

Aujourd'hui, CANOE maîtrise toutes les étapes de la chaîne de traitement de caractérisation des matériaux et apporte ainsi une réelle valeur ajoutée à ses clients. « Nous avons grandement gagné en productivité et compétitivité ! »,

## ... et un partenariat clé avec METTLER TOLEDO

C'est de fait un véritable partenariat qui unit aujourd'hui le fournisseur et la plate-forme aquitaine CANOE. Bénéficiant du support technique METTLER TOLEDO et de son accompagnement préférentiel dans la maîtrise de ces nouvelles technologies, l'équipe CANOE entend valoriser cette expertise pour développer ses activités sur le marché de l'analyse thermique

La plate-forme offre quant à elle à METTLER TOLEDO l'opportunité de disposer d'un laboratoire de démonstration, référent dans le domaine novateur des nanostructures, et lui permet de profiter de sa renommée pour capitaliser sur ces applications Composites en région Aquitaine. Ensemble, ils communiquent désormais et organisent un premier séminaire en commun le 12 juin. Celui-ci, qui se tiendra dans les locaux de CANOE, a pour thématique les « matériaux composites » avec un focus particulier sur les applications et les techniques de caractérisation. Cette journée rassemblera des intervenants universitaires et industriels, spécialistes

Pour en savoir plus et s'inscrire au séminaire :

Mettler-Toledo SAS: Laurent Zoppi, Responsable gamme Analyse Thermique Tél : 0 820 22 90 92 (0,09€ TTC/min) - fr.mt.com/TA

www.plateforme-canoe.com





# SeqCap Epi Enrichment System

Une solution d'enrichissement complète et « à façon » pour vos recherches en Epigénétique

Un design de sondes innovant, ciblant simultanément les 2 brins d'ADN pour la détection d'événements de méthylation complexes ou rares

Une meilleure résolution et sensibilité des échantillons grâce à la conversion au bisulfite en amont de la capture et l'utilisation de la librairie KAPA

Une gamme SeqCap Epi adaptée à la taille de vos projets:

Design catalogue pour les groupements CpG

SegCap Epi CpGiant Enrichment Kits

80,5 Mb

Design « à façon » sur le génome humain

SeqCap Epi Choice Enrichment Kits

30, 60 et 90 Mb (formats S. M et L)

Design « à façon » sur tous les génomes

(humain, animal, végétal, ...) SeqCap Epi Developer Enrichment Kits

> 30, 60, 90 et 210 Mb (formats S, M, L et XL)

Retrouvez tous ces produits sur le site :

www.nimblegen.com



www.rochediagnostics.fr

NIMBLEDESIGN, NIMBLEGEN et NIMBLEDESIGN, NIMBLEGEN EL SEQCAP sont des marques déposées de Roche. KAPA est une marque déposée de Kapa Biosystems, Inc.

S. DENIS

ROCHE 2014 - PA-096-14 / Avril 2014 - Photos: Droits