



Gros plan sur le Groupe Polymères de l'École des Mines de Douai Un utilisateur averti de la technologie Flash DSC, partenaire clé de METTLER TOLEDO

Voici bientôt deux ans qu'ont été inaugurées les nouvelles installations, au sein du pôle Recherche de Mines Douai, du Département « Technologies des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique » (TPCIM) qui célébrait la même année son 30ème anniversaire. Réhabilitation et extension des laboratoires, mais aussi investissements alloués au renouvellement de son parc instrumental et à l'acquisition de nouvelles technologies : le Département a su pleinement profiter de ce vaste programme de développement.

M. Jérémie SOULESTIN, PhD, responsable du Groupe Polymères, nous fait part de son expérience et nous invite à découvrir plus précisément une technologie émergente, fort prometteuse pour la recherche sur les matériaux et les procédés de transformation des polymères : la Flash DSC de METTLER TOLEDO.

Une technologie de pointe que le Groupe Polymères a su mettre en œuvre et dont il compte aujourd'hui parmi les meilleurs spécialistes français, dans le cadre d'un partenariat exemplaire avec METTLER TOLEDO. Témoignage...

Une recherche résolument partenariale, labellisée Carnot

Créée en 1878, Mines Douai est une Grande École d'ingénieurs rattachée au Ministère chargé de l'Industrie. Ses actions sont centrées sur la formation, la recherche, le transfert de technologies et la création d'entreprises. Membre de l'Institut Mines-Télécom et membre fondateur du PRES Lille Université Nord de France, elle est également impliquée au sein de six pôles de compétitivité : IAR (Agro-ressources), Up-Text (Textile haute performance), MATIKEM (Matériaux, chimie et chimie verte), PICOM (Industries du Commerce), TEAM2 (Ecotechnologies) et i-Trans (ferroviaire, pôle à vocation mondiale).

Mines Douai compte cinq départements d'enseignement et de recherche, dont les thématiques prennent largement en compte les enjeux du développement durable : Sciences de l'Atmosphère et Génie de l'Environnement, Énergie Industrielle, Génie Civil et Environnemental, Informatique et Automatique, Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique.

Créés initialement pour doter l'École d'un vivier d'enseignants-chercheurs proches du milieu industriel, ses laboratoires de recherche ont évolué pour répondre aux besoins des entreprises et plus généralement de la société. Plus de 250 personnes participent ainsi aujourd'hui aux activités de recherche et de transfert de technologie des Mines Douai : environ 70 docteurs, près de 35 ingénieurs, 80 doctorants et une vingtaine de post-docs. Les laboratoires disposent d'une surface totale de 17 000 m² répartis sur deux sites douaisiens : sur le site du Centre de

Recherche pour la majorité, et sur le site de l'école pour le département Chimie et Environnement.

« La recherche menée au sein de l'École des Mines de Douai est résolument partenariale. Son haut niveau scientifique, reconnu notamment au travers de nombreuses publications internationales, et son implication forte dans la formation, s'enrichissent chaque jour des collaborations engagées avec différents organismes de recherche et des relations étroites tissées avec l'industrie », souligne M. SOULESTIN.

Précisons que l'Institut Carnot M.I.N.E.S., centre de recherche constitué par convention entre les Ecoles des Mines et Armines, est labellisé « Institut Carnot » depuis 2006. Son objectif ? Renforcer de façon durable le transfert de connaissances et de compétences vers l'Économie dans les domaines de recherche des Ecoles des Mines, et ceci dans la perspective d'une compétition mondiale.

TPCIM, « Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique »

Créé en 1983 à la demande de la Fédération de la Plasturgie et des Composites, et du Ministère de l'Industrie et de la Recherche, le Département « Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique » des Mines Douai a été la première unité de formation d'ingénieurs et de recherche technologique mise en place en France dans le domaine de la plasturgie. Historiquement orienté sur les procédés d'élaboration et de transformation des polymères et composites, il constitue un laboratoire pluridisciplinaire, dont les champs d'expertise s'étendent de la science des matériaux et des procédés, à la mécanique des structures et des fluides (rhéologie et écoulement dans les milieux poreux), jusqu'à la thermique et la caractérisation physico-chimique et structurale.

Au cœur de ses activités de formation, de recherche et de transfert de technologie :

→ l'optimisation de la mise en forme des matériaux et des pièces industrielles en polymères et composites (plasturgie), avec pour finalité une meilleure compréhension des interactions entre les matériaux constitutifs, des paramètres de transformation (procédés et outillages), des phénomènes physico-chimiques, thermo-mécaniques et rhéologiques associés aux procédés de fabrication, de la qualité et des performances des pièces fabriquées, en intégrant leur cycle de vie.

→ l'analyse du comportement des structures mécaniques, dans l'optique de fiabiliser la conception et d'améliorer la durabilité des pièces et des structures plurimatériaux (organiques, métalliques, hybrides), en tenant compte de la technologie de fabrication, des sollicitations, de la microstructure du matériau, de la géométrie et du milieu environnant.

L'équipe « Technologies des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique » compte 70 enseignants/chercheurs, ingénieurs, techniciens, personnels administratifs, doctorants et post-doctorants répartis en deux groupes « Polymères » (Polymères et composites à base de polymères thermoplastiques) et « Composites et hybrides » (Composites de structure).

Le Groupe « Polymères », dirigé par M. SOULESTIN, réunit 25 personnes parmi lesquelles 6 enseignants-chercheurs. Ses laboratoires ont profité d'un vaste programme de réhabilitation et d'une extension de 2200 m² des bâtiments dédiés aux procédés de plasturgie et à la caractérisation des matériaux avancés, dans le cadre du projet EXTREMOM (EXTension du pôle de Recherche pour la Mise en Œuvre des Multimatériaux). Inaugurées en octobre 2013, les nouvelles installations s'étendent désormais sur 7500 m² dont 3800 m² d'ateliers et plateaux techniques, labellisés HQE, en conformité avec la démarche de développement durable de l'école. Le montant total de l'opération s'est élevé à près de 8 M€, financés par la Région Nord Pas de Calais, l'Europe (FEDER) et l'École des Mines.

« Au-delà du budget consacré à la rénovation des bâtiments, une enveloppe conséquente (près de 2 M€) du projet EXTREMOM a été allouée aux outils scientifiques », rappelle Jérémie SOULESTIN. « Nous avons pu ainsi procéder au renouvellement de notre parc instrumental et faire par ailleurs l'acquisition de nouveaux équipements de pointe. Les techniques de transformation des polymères et les moyens de caractérisation, dont la Flash DSC de METTLER TOLEDO, ont directement bénéficié de ces investissements. »

Des technologies de transformation des matériaux aux méthodes d'analyse physico-chimique, thermo-mécanique, rhéologique...

« Nos travaux sur les polymères se focalisent notamment sur deux techniques majeures de mise en forme et de transformation des matériaux, très utilisées également par l'industrie : l'injection et la (co-)extrusion de tubes, profilés ou films », explique M. SOULESTIN. « Notre parc instrumental est équipé depuis l'échelle du laboratoire à celle de la production, avec par exemple une presse triinjection trimatière Billion, acquise il y a quatre ans dans le cadre du projet EXTREMOM. Il est doté également de technologies de la plasturgie, telles que le rotomoulage et le thermoformage que nous appliquons notamment à la recherche sur les produits biosourcés. Nous avons également développé en interne un outil de modélisation des procédés de rotomoulage, à fort potentiel pour l'industrie de la plasturgie. »

Outre les technologies de transformation des matériaux, le groupe Polymères possède un vaste panel d'équipements dédiés à la caractérisation :

→ caractérisation des propriétés thermo-mécaniques et rhéologiques : rhéomètre capillaire, rhéomètre rotationnel, microextrudeuse équipée d'un rhéomètre en ligne...

→ caractérisation des paramètres dimensionnels : microscope optique et microscope couplé à l'infra-rouge, microscope électronique à balayage

équipé d'une sonde EDX et diffraction RX, système de métrologie 3D sans contact...
→ caractérisation des propriétés physico-chimiques, thermiques et structurales : spectroscope infra-rouge à Transformée de Fourier (IR-TF), spectroscope IR couplé à un microscope (en transmission et en réflexion), balance et analyseur d'humidité Karl Fisher, diffractomètre rayons X pour la mesure de contraintes résiduelles *in-situ*, spectromètre UV « utilisé notamment pour caractériser le relargage des principes actifs dans le cadre d'applications biomédicales », souligne M. SOULESTIN. « Parmi nos acquisitions les plus récentes, nous comptons également un dispositif d'analyse des tensions interfaciales & énergies superficielles, adapté aux hautes températures pour les mesures sur polymères fondus, un spectromètre mécanique dynamique (DMA), un analyseur thermogravimétrique (TGA) couplé à un spectroscope infra-rouge, un analyseur enthalpique différentiel couplé Raman (DSC modulée), ainsi que l'équipement Flash DSC acquis en 2014 dans le cadre d'un partenariat étroit avec METTLER TOLEDO. »

L'histoire d'un partenariat gagnant-gagnant avec METTLER TOLEDO

« Nous étions déjà équipés de plusieurs matériels METTLER TOLEDO – notamment d'un analyseur Karl Fisher ainsi que de balances – mais une collaboration plus étroite s'est instaurée entre nos deux équipes il y a cinq ans, quand nous nous sommes intéressés au système Flash DSC 1, alors tout juste introduit par METTLER TOLEDO sur le marché français », explique M. SOULESTIN. « Nous avons participé au séminaire de lancement de la technologie, en juin 2011, et immédiatement apprécié la qualité de la relation initiée avec les interlocuteurs techniques METTLER TOLEDO. De vrais spécialistes, à l'écoute et très compétents, avec lesquels nous avons engagé un dialogue constructif sur les différentes techniques d'analyse thermique. »

Les priorités d'achat de M. SOULESTIN et son équipe ont tout d'abord porté fin 2012 sur une solution clé en main proposée par METTLER TOLEDO en matière d'analyse thermogravimétrique : une TGA METTLER TOLEDO couplée à un spectroscope infra-rouge THERMO FISHER. « Nous avons ensuite fait l'acquisition d'une DSC à modulation de température et sommes toujours pleinement satisfaits, au-delà de l'excellence du matériel METTLER TOLEDO, par la pertinence des conseils et des interventions des experts du Groupe, leur réactivité et leur disponibilité », poursuit Jérémie SOULESTIN.

Une vraie collaboration s'est ainsi intensifiée entre les deux équipes, mettant à profit leurs compétences et leurs visions complémentaires – de fabricant et d'utilisateur – pour avancer ensemble sur le développement de nouvelles méthodologies et solutions techniques. « Ce qui nous a séduit dans la démarche METTLER TOLEDO, c'est ce partenariat gagnant-gagnant », ajoute Jérémie SOULESTIN. « Notre collaboration avec ses spécialistes nous permet de nous rapprocher d'autres acteurs industriels et académiques. Notre expertise et notre capacité d'innovation sont valorisés. »

La Flash DSC : une révolution pour la caractérisation des matériaux !

« Nos premiers essais sur »

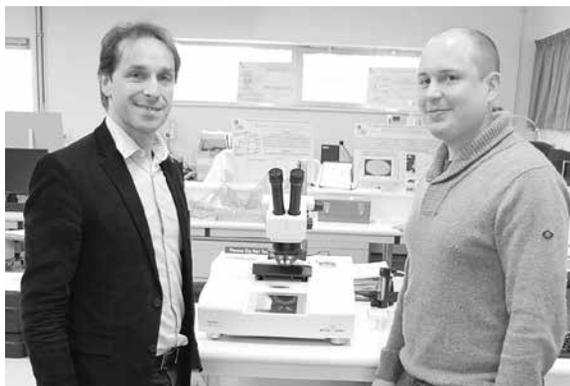


la Flash DSC1 de METTLER TOLEDO ont débuté il y a près de trois ans, en collaboration avec un laboratoire belge déjà équipé de la technologie. Nous avons trouvé dans ce système, grâce à des vitesses de chauffe et de refroidissement beaucoup plus élevées qu'en DSC conventionnelle, la capacité d'étudier des procédés de cristallisation et de réorganisation des polymères qui n'avaient jamais pu être mesurés jusqu'à présent », confie Jérémie SOULESTIN.

Le Groupe Polymères a pu faire l'acquisition du système Flash DSC1 début 2015. Il a bénéficié, pour son installation et sa mise en route, d'une journée complète de formation sur site et d'un accompagnement personnalisé de l'équipe METTLER TOLEDO, qui lui ont permis d'être opérationnel dès mars 2015.

« L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) constitue la principale méthode d'analyse thermique. Son principe repose sur la mesure du flux de chaleur d'un échantillon en fonction de la température ou du temps, pour quantifier les énergies mises en jeu lors des transformations physico-chimiques : fusion, cristallisation, réorganisation moléculaire... », rappelle M. Laurent ZOPPI, Directeur des Ventes Analyse Thermique METTLER TOLEDO. « Les performances de la DSC classique sont toutefois limitées par des vitesses de chauffe et de refroidissement insuffisantes pour appréhender les phénomènes de cristallisation et de réorganisation des polymères ». Repousser ces limites est précisément ce qu'offre la Flash DSC1 de METTLER TOLEDO !

Unique au monde, la Flash DSC1 est en effet le complément idéal de la DSC classique pour la caractérisation thermique des matériaux modernes et pour l'optimisation des processus de fabrication (thermoformage, injection mise en forme de polymères, moulage, soudage...). Le capteur et le four comptent parmi les innovations majeures portées par la Flash DSC. Tous deux tiennent désormais sur une micropuce, intégrant la technologie MEMS (microsystème électromécanique). Le



M. Laurent ZOPPI et M. Jérémie SOULESTIN

creuset de la DSC standard est ainsi éliminé au profit du capteur sur lequel l'échantillon est directement placé ; la quantité d'échantillon nécessaire à l'analyse évolue du milligramme au nanogramme.

« Grâce à une vitesse de chauffe ultrarapide et une vitesse de refroidissement également très élevée, comparée à la DSC conventionnelle, la Flash DSC1 nous permet d'étudier les phénomènes de cristallisation des polymères en conditions de process ; ce qui nous était impossible jusque-là », confirme M. SOULESTIN. « En réduisant considérablement le temps de mesure, le système permet en outre d'analyser la structure du matériau avant même que sa structure ne soit modifiée sous l'effet du changement de température. Les résultats obtenus caractérisent donc parfaitement le matériau tel qu'il est après transformation, sans interférence des processus de réorganisation ».

La Flash DSC METTLER TOLEDO, au cœur des projets de recherche du groupe Polymère TPCIM

« La Flash DSC nous sera très utile ces prochaines années pour mener à bien nos nouveaux projets de recherche sur des technologies émergentes telles que la fabrication additive 3D », explique Jérémie SOULESTIN. « La technique que nous utilisons principalement aujourd'hui est basée sur le dépôt de microgouttelettes, de 150 à 200 µm de

diamètre. Le faible diamètre des gouttes induit une vitesse de refroidissement extrêmement rapide - supérieure à cent degrés par seconde - qui rend impossible la caractérisation des phénomènes de cristallisation par DSC conventionnelle, mais donne tout son sens à la Flash DSC ».

L'une des grandes forces du Laboratoire repose sur l'étendue et la qualité des moyens et compétences dont il dispose en termes de procédés et caractérisation de matériaux. Jérémie SOULESTIN et son équipe sont d'ailleurs fortement impliqués dans la recherche partenariale avec les industriels, notamment dans le domaine de l'impression 3D. Ils participent à de nombreux programmes européens (Horizon 2020) et inter-régionaux (Interreg IV et V associant France et Belgique). Le laboratoire est également associé et membre fondateur d'IFMAS (Institut Français des Matériaux Agrosourcés) visant à développer une filière de valorisation des ressources agricoles régionales dans le domaine des biomatériaux, porté par sept partenaires académiques, le pôle de compétitivité Matikem et les industriels Roquette frères, A&A Mäder, et Florimond Desprez.

« Dans le domaine du biomédical plus précisément, notre Groupe intervient sur un projet financé par l'Institut Carnot M.I.N.E.S. pour l'évaluation des propriétés biomécaniques et structurales de prothèses de valves cardiaques ainsi que pour la mise au point et la caractérisation de nouvelles valves

polymères (silicone/polyuréthane ou polyoléfine) », poursuit M. SOULESTIN. « De même, toujours sous l'égide de l'Institut Carnot M.I.N.E.S., nous travaillons à appliquer la fabrication additive 3D à la création de valves composées de différents matériaux pour tendre vers des propriétés spécifiques ».

À la pointe de la technologie, le Groupe Polymères des Mines Douai réaffirme plus que jamais sa volonté d'ouverture aux industriels. « Son expertise et sa dynamique d'innovation en font depuis plusieurs années déjà un partenaire clé de METTLER TOLEDO dans le domaine de l'analyse thermique », ajoute M. Joël GOURSOT, Responsable MarCom/Division Laboratoire METTLER TOLEDO SAS. « Notre collaboration se renforce aujourd'hui encore dans le cadre de prestations de services et l'organisation de démonstrations clients au sein même du laboratoire de Mines Douai. Ensemble également, nous projetons d'animer en 2016 un séminaire sur les différentes techniques d'analyse thermique appliquées aux procédés ».

Notez enfin qu'un colloque international dédié à la Flash DSC est programmé par METTLER TOLEDO du 5 au 7 décembre prochains à Zurich (Suisse). Tous les spécialistes et utilisateurs potentiels de la Flash DSC y sont conviés.

Pour en savoir plus :
Mettler-Toledo SAS :
Nos solutions en Analyse Thermique :
www.fr.mt.com/TA

S. DENIS





High Precision in Spectro-Optics

APERÇU DE VOS AVANTAGES :

- // Qualité de travail et conformité aux normes élevées (Ph.Eur. ; DAB ; GLP ; ISO ...)
- // Conformité aux références standards du NIST
- // Certification DAkkS (# du Cofrac en Allemagne)

Des mesures fiables à coup sûr...

... VERIFIEZ VOS SPECTROMETRES UV-VIS GRÂCE A NOS MATERIAUX DE REFERENCE, ETALONS SOLIDES ET/ OU LIQUIDES (CUVES SCELLÉES) CERTIFIES, POUR LA VERIFICATION DES POINTS SUIVANTS :

// Précision de l'absorbance	// Pouvoir de résolution
// Précision des longueurs d'ondes	// Lumière diffuse
	// Linéarité



Deutsche Akkreditierungsstelle
D-K-18752-01-00

DIN EN ISO 17025

Retrouvez plus d'informations sur :
www.hellma-analytics.com/tips

Une question ?
Contactez Hellma France :
T: 01 42 08 01 28
info.fr@hellma.com