



GFEC 2015

Colloque Francophone du Carbone

Du 18 au 21 mai 2015

Les Karellis - Savoie





www.gfec.net

Bureau du GFEC :

Président : Rolland Pellenq

Vice-Président : Eusebiu Grivei

Secrétaire : Pascale Launois

Trésorier : Philippe Azais

Organisateur :

Laurent Duclaux (LCME, Université Savoie Mont Blanc)

Comité d'Organisation :

Laurence Reinert (LCME, Université Savoie Mont Blanc)

Jonathan Outin (LOCIE, CNRS-Université Savoie Mont Blanc)

Michel Ondarts (LOCIE, CNRS-Université Savoie Mont Blanc)

Alfonso San Miguel (ILM, CNRS-Université Lyon 1)

Vittoria Pishedda (ILM, CNRS-Université Lyon 1)

Sylvie Le Floch (ILM, CNRS-Université Lyon 1)

Sites internet du colloque :

<http://www.lcme.univ-savoie.fr/index.php/fr/gfec2015>

<http://www.eevent.eu/Gfec2015/>



Le Groupe Français d'Etude du Carbone (GFEC) a été fondé en 1961 par un groupe comprenant à la fois des universitaires et des industriels travaillant dans le domaine des carbones. Tous les ans, une entité différente et membre du GFEC organise un colloque qui comprend d'une part des exposés pédagogiques généraux et de mise au point centrés sur un thème spécifique, et d'autre part des communications données souvent par les étudiants en thèse sur leurs recherches en cours, essentiellement sous forme d'oraux, mais aussi sous forme de "posters".

Pour cette édition de 2015, et pour la première fois de son histoire le colloque annuel du GFEC s'est transformé en « Colloque Francophone du Carbone » en s'ouvrant à l'ensemble de la communauté scientifique francophone. Cette année, ce colloque se tiendra du 18 au 21 mai, aux Karellis, au cœur de la Savoie.

Le but de ce colloque est d'une part de donner un état de l'art sur des technologies performantes ou des connaissances récentes, par le biais d'exposés pédagogiques donnés par des orateurs invités, et d'autre part d'échanger sur les actions de recherche en cours.

Le **Colloque Francophone du Carbone** aborde différents thèmes, tels que le stockage de l'énergie, les problématiques liées à l'environnement, les suies, la fonctionnalisation des carbones, les méthodes spectroscopiques et d'exploration structurale appliquées au carbone, les composites C/C ou C/autres matrices et les nanomatériaux carbonés tel que le graphène et les nanotubes.

Des conférences invitées ont été programmées dans les différentes thématiques abordées.

Le comité d'organisation vous souhaite à tous un très bon colloque, fertile en échanges et en réflexions.

Lundi 18 mai 2015

A partir de 11h *Accueil des participants*

12h30 – 14h00 *Déjeuner*

14h00 – 14h20 *Ouverture du colloque*

Session 1

Nanotubes

Président de séance : **Marc Monthieux**

14h20 – 14h50 **K1** Nanotubes de carbone comme matériau semi-conducteur pour l'électronique plastique : trier ou ne pas trier?
Pascale Chenevier, UGA CEA, Grenoble

14h50 – 15h10 **O1** Size dependent phase diagrams of Nickel-Carbon nanoparticles
Yann Magnin, CINaM-CNRS, Marseille

15h10 – 15h30 **O2** Influence du champ électrique sur la conductivité et sur le seuil de percolation de composites huiles de silicones-nanotubes de carbone
Mathieu Badard, LEPMI LMOPS, Le Bourget du Lac

15h30 – 15h50 **O3** Evaluation des propriétés d'émission électronique de nanocônes de carbone
Mathieu Delmas, CEMES, Toulouse

15h50 – 16h10 **O4** Effondrement radial de nanotubes induit par la pression : effets atomistiques et de chiralité
David Dunstan, Queen Mary University of London/ILM-Lyon

16h10 – 16h40 *Pause-café et session posters*

Session 2

Carbones pour l'énergie

Présidente de séance : **Nathalie Job**

16h40 – 17h10 **K2** Les carbones pour les batteries au plomb
Angel Kirchev, CEA-LITEN, Le Bourget du Lac

17h10 – 17h30 **O5** Xérogels de carbone en tant qu'anode de batterie Li-ion : Vers une relation texture - performances électrochimiques
Marie-Laure Piedboeuf, Dep. of Chemical Engineering, Liège

17h30 – 17h50 **O6** Evaluation d'aérogel de carbone fluoré comme support de catalyseur de PEMFC plus résistant à la corrosion
Sandrine Berthon-Fabry, MINES ParisTech

17h50 – 18h10 **O7** Mousses de carbone pour le stockage thermique saisonnier
Alain Celzard, IJL, Epinal

18h10 – 18h30 **O8** Supercondensateur hybride low-cost
Philippe Azaïs, CEA-LITEN, Grenoble

18h30 – 20h00 *Conseil d'Administration du GFEC (G30)*

20h00 – 21h00 *Dîner*

21h00 *Assemblée générale GFEC*

Mardi 19 mai 2015

Session 3

Matériaux carbonés pour composites

Présidente de séance : **Sylvie Bonnamy**

8h00 – 8h30

K3 Formulation, compréhension et simulation au service des matériaux de friction
Patrice Brender, Messier-Bugatti-Dowty, Villeurbanne

8h30 – 8h50

O9 Propriétés mécaniques des pyrocarbones laminaires – de l'échelle moléculaire à l'échelle macroscopique
Gérard Vignoles, LCTS, Pessac

8h50 – 9h10

O10 Étude des interactions brai – charge par calorimétrie sous flux
Alexandre Lacombre, IS2M, Mulhouse

9h10 – 9h30

O11 Etude de dépôt de phosphates de calcium sur des tissus de fibres de carbone activées pour des applications biomédicales
Lise Guichaoua, ICMN, Orléans

9h30 – 9h40

Présentation exposant : Karima Fadoul – Sétaram, Caluire

9h40 – 10h10

Pause-café et session posters

Session 4

Suies et Environnement Président de séance : **Rolland Pellenq**

10h10 – 10h40

K4 Approches à l'échelle moléculaire pour simuler les particules de suie et leurs propriétés
Sylvain Picaud, UTINAM, Besançon

10h40 – 11h00

O12 Gaseous and particulate matter emissions from a domestic boiler fired by pellet-biofuels
Marzouk Lajili, EMIR, Monastir

11h00 – 11h20

O13 Modèles moléculaires réalistes de kérogènes matures et immatures
Colin Bousige, UMI-MIT Cambridge USA

11h20 – 11h40

O14 Décontamination de déchets de graphite nucléaire par carboxy-gazéification et conséquences sur les scénarios de gestion à long terme
Justin Pageot, CEA Saclay

11h40 – 12h00

O15 Eponges de carbone pour la dépollution par absorption de solvants et d'hydrocarbures
Aude Stolz, ILM-Lyon

12h30 – 14h00

Déjeuner

Session 5

Composites Carbone-polymères

Président de séance : **Jacques Thebault**

- 14h00 – 14h30** **K5** Le carbone dans les équipements aéronautiques, état de l'art et perspectives sur les fibres de carbones pour composites à matrice organique
Jean-Christophe Rietsch, Safran Composites, Itteville
- 14h30 – 14h50** **O16** Green multifunctional composites of natural rubber and nanocarbon from food waste
Katerina Kampioti, CRPP, Bordeaux
- 14h50 – 15h10** **O17** Polystyrène-greffé-fullerène C60 : « Extrudabilité » et applicabilité en couches actives à hétérojonction D/A de cellule solaire PhotoVoltaïque
Ali Nourdine, LEPMI LMOPS, Le Bourget du Lac
- 15h10 – 15h30** **O18** Composites polyamide-nanotubes de carbone : amélioration des propriétés de transport sous l'effet de la pression
Alfonso San-Miguel, ILM, Lyon
- 15h30 – 15h50** **O19** Nanocomposites PVP-nanocharges carbonées : de l'hydrophilie à la superhydrophobicité
Jinlong Zha, ICCF, Aubière
- 15h50 – 16h00** *Présentation exposant : Michèle Mercer, Mercer Instruments, Passy*
- 16h00 – 16h30** *Pause-café et session posters*
- Session 6** **Environnement** Présidente de séance : **Christine Vautrin-UI**
- 16h30 – 17h00** **K6** Contraintes environnementales liées à la production de produits carbonés à l'échelle industrielle
Gérard Berlioux, ancien responsable environnement SGL Carbon
- 17h00 – 17h20** **O20** Adsorption de micropolluants sur tissus et feutres de carbone activé
Sylvain Masson, LCME, Le Bourget du Lac
- 17h20 – 17h40** **O21** Conception d'une colonne à partir des données d'adsorption en procédé batch du bleu de méthylène par du charbon actif issu des noyaux d'olive
Nouredine Benderdouche, SEA2M, Mostaganem
- 17h40 – 18h00** **O22** Carbon xerogel microspheres derived from flavonoid tannins
Liudmila Grischechko, IJL, Epinal
- 18h00 – 18h20** **O23** Gazéification au CO₂ de carbones issus de biomasse : Influence de la texture, la structure, et la chimie de surface
Zeineb Bouraoui, IS2M, Mulhouse
- 18h20 – 18h40** **O24** Optimisation de l'élaboration de charbons actifs à partir d'écorce de jujubier et de noyaux de jujube
Lamya Bouziane, Université Ouargala, Algérie
- 19h00 – 20h30** *Dégustation savoyarde – Session posters*
- 20h30 – 21h00** *Dîner*

Mercredi 20 mai 2015

Session 7

Raman et structures Président de séance : **Alfonso San-Miguel**

8h00 – 8h30

K7 Versatilité de l'observation Raman dans l'étude des matériaux carbonés
Pascal Puech, CEMES, Toulouse

8h30 – 8h50

O25 Suivi par spectroscopie Raman *in situ* de la formation de carbone par la réaction de Boudouard sous gaz CO et CO + H₂
Nicolas Bost, CEMHTI, Orléans

8h50 – 9h10

O26 Suivi In situ par spectroscopie Raman de la croissance et de la fonctionnalisation par plasma de Nanotubes de carbone (NTC)
Thibault Labbaye, GREMI, Orléans

9h10 – 9h30

O27 Modélisation des carbones non-graphitiques et analyse des paramètres structuraux obtenus par DRX et MET
Patrick Weisbecker, LCTS, Pessac

9h30 – 9h50

O28 Etude par HRTEM, XPS et NEXAFS des particules carbonées émises par un turboréacteur fonctionnant à différents régimes : (nano)structure, texture et caractéristiques chimiques
Daniel Ferry, CINaM, Marseille

9h50 – 10h00

Présentation exposant : Philippe Alphazan, Revol, Villeurbanne

10h00 – 10h30

Pause-café et session posters

Session 8

Graphène

Président de séance : **Alain Pénicaud**

10h30 – 10h50

O29 Exfoliation électrochimique de graphite fluoré pour l'obtention de graphène multicouches
Nicolas Batisse, ICCF, Aubière

10h50 – 11h10

O30 Influence du traitement thermique sur la synthèse de multi-layer graphene par voie solvothermale
Lucie Speyer, IJL, Vandœuvre-lès-Nancy

11h10 – 11h30

O31 Développement de capteurs à base de graphène pour la détection électrochimique de micropolluants
Jimmy Nicolle, ICMN, Orléans

11h30 – 11h50

O32 Industrial scale few layer graphene from food waste and its applications
Kai Huang, CRPP, Pessac

11h50 – 12h10

O33 Strategies for the selective chemical functionalization of graphene oxide
Isabella Anna Vacchi, IBMC, Strasbourg

12h30 – 14h00

Déjeuner

14h00 – 18h30

Visite de l'usine Trimet ou musée de l'Aluminium ou randonnée

19h30 – 21h00

Banquet suivi d'une animation musicale

Jeudi 21 mai 2015

Session 9

Fonctionnalisation des carbones

Président de séance : **Alain Celzard**

8h30 – 9h00

K8 Versatilité de la liaison C-F dans les (nano)carbones fluorés, du fondamental aux applications
Marc Dubois, ICCF, Aubière

9h00 – 9h20

O34 Etude comparative du greffage électrochimique de carbone par oxydation d'amines et par réduction de sels de diazonium : Application à la détection de micropolluants prioritaires
Christine Vautrin-UI, ICMN, Orléans

9h20 – 9h40

O35 Elaboration d'électrodes carbonées sérigraphiées : optimisation du procédé de mise en oeuvre des électrodes
Emilie Mathieu, ICMN, Orléans

9h40 – 10h10

Pause-café et session posters

Session 10

Adsorption et confinement Président de séance : **Roger Gadiou**

10h10 – 10h30

O36 Adsorption de colorants anioniques sur différents carbones activés
Abdelbaki Reffas, LMI, M'sila

10h30 – 10h50

O37 Modélisation et interprétation des isothermes d'adsorption binaire de deux liquides ioniques et de l'ibuprofène sur un tissu du carbone activé
Lotfi Sellaoui, Faculté de Monastir

10h50 – 11h10

O38 Nanoconfinement of biomolecules inside carbon nanotubes
Vittoria Pischedda, ILM, Lyon

11h10 – 11h30

Clôture

11h30 – 13h00

Déjeuner

13h00

Départ de la navette pour Saint Jean de Maurienne

Liste des Conférences Invitées

- K1** Nanotubes de carbone comme matériau semi-conducteur pour l'électronique plastique : trier ou ne pas trier ?
Pascale Chenevier, Université Grenoble Alpes, CEA, Grenoble.
- K2** Les carbones pour les batteries au plomb
Angel Kirchev, CEA-LITEN, Le Bourget du Lac.
- K3** Formulation, compréhension et simulation au service des matériaux de friction
Patrice Brender, Messier-Bugatti-Dowty, Villeurbanne.
- K4** Approches à l'échelle moléculaire pour simuler les particules de suie et leurs propriétés
Sylvain Picaud, Institut UTINAM, Université de Franche-Comté, Besançon.
- K5** Le carbone dans les équipements aéronautiques, état de l'art et perspectives sur les fibres de carbones pour composites à matrice organique
Jean-Christophe Rietsch, Jean-Charles Malenfant, Nicolas Piccerelli, Safran Composites, Itteville.
- K6** Contraintes environnementales liées à la production de produits carbonés à l'échelle industrielle
Gérard Berlioux, ancien responsable environnement de SGL Carbone.
- K7** Versatilité de l'observation Raman dans l'étude des matériaux carbonés
Pascal Puech, CEMES, Toulouse.
- K8** Versatilité de la liaison C-F dans les (nano)carbones fluorés, du fondamental aux applications
Marc Dubois, Institut de Chimie de Clermont-Ferrand, Aubière.

Liste des Présentations Orales

- O1** Size dependent phase diagrams of Nickel-Carbon nanoparticles
Yann Magnin, CINaM-CNRS, Marseille.
- O2** Influence du champ électrique sur la conductivité et sur le seuil de percolation de composites huiles de silicones-nanotubes de carbone
Mathieu Badard, LEPMI LMOPS, Le Bourget du Lac.

- O3** Evaluation des propriétés d'émission électronique de nanocônes de carbone
Mathieu Delmas, CEMES, Toulouse.
- O4** Effondrement radial de nanotubes induit par la pression : effets atomistiques et de chiralité
David Dunstan, Queen Mary University of London/ILM-Lyon.
- O5** Xérogels de carbone en tant qu'anode de batterie Li-ion : Vers une relation texture - performances électrochimiques
Marie-Laure Piedboeuf, Department of Chemical Engineering, Liège.
- O6** Evaluation d'aérogel de carbone fluoré comme support de catalyseur de PEMFC plus résistant à la corrosion
Sandrine Berthon-Fabry, MINES ParisTech.
- O7** Mousses de carbone pour le stockage thermique saisonnier
Alain Celzard, IJL, Epinal.
- O8** Supercondensateur hybride low-cost
Philippe Azaïs, CEA-LITEN, Grenoble.
- O9** Propriétés mécaniques des pyrocarbones laminaires – de l'échelle moléculaire à l'échelle macroscopique
Gérard Vignoles, LCTS, Pessac.
- O10** Étude des interactions brai – charge par calorimétrie sous flux
Alexandre Lacombe, IS2M, Mulhouse.
- O11** Etude de dépôt de phosphates de calcium sur des tissus de fibres de carbone activées pour des applications biomédicales
Lise Guichaoua, ICMN, Orléans.
- O12** Gaseous and particulate matter emissions from a domestic boiler fired by pellet-biofuels
Marzouk Lajili, EMIR, Monastir.
- O13** Modèles moléculaires réalistes de kérogènes matures et immatures
Colin Bousige, UMI-MIT Cambridge USA.
- O14** Décontamination de déchets de graphite nucléaire par carboxy-gazéification et conséquences sur les scénarios de gestion à long terme
Justin Pageot, CEA Saclay.

- O15** Eponges de carbone pour la dépollution par absorption de solvants et d'hydrocarbures
Aude Stolz, ILM-Lyon.
- O16** Green multifunctional composites of natural rubber and nanocarbon from food waste
Katerina Kampioti, CRPP, Bordeaux.
- O17** Polystyrène-greffé-fullerène C60 : « Extrudabilité » et applicabilité en couches actives à hétérojonction D/A de cellule solaire PhotoVoltaïque
Ali Nourdine, LEPMI LMOPS, Le Bourget du Lac.
- O18** Composites polyamide-nanotubes de carbone : amélioration des propriétés de transport sous l'effet de la pression
Alfonso San-Miguel, ILM, Lyon.
- O19** Nanocomposites PVP-nanocharges carbonées : de l'hydrophilie à la superhydrophobicité
Jinlong Zha, ICCF, Aubière.
- O20** Adsorption de micropolluants sur tissus et feutres de carbone activé
Sylvain Masson, LCME, Le Bourget du Lac.
- O21** Conception d'une colonne à partir des données d'adsorption en procédé batch du bleu de méthylène par du charbon actif issu des noyaux d'olive
Nouredine Benderdouche, SEA2M, Mostaganem.
- O22** Carbon xerogel microspheres derived from flavonoid tannins
Liudmila Grishechko, IJL, Epinal.
- O23** Gazéification au CO₂ de carbones issus de biomasse : Influence de la texture, la structure, et la chimie de surface
Zeineb Bouraoui, IS2M, Mulhouse.
- O24** Optimisation de l'élaboration de charbons actifs à partir d'écorce de jujubier et de noyaux de jujube
Lamya Bouziane, Université Ouargala, Algérie.
- O25** Suivi par spectroscopie Raman *in situ* de la formation de carbone par la réaction de Boudouard sous gaz CO et CO + H₂
Nicolas Bost, CEMHTI, Orléans.

- O26** Suivi In situ par spectroscopie Raman de la croissance et de la fonctionnalisation par plasma de Nanotubes de carbone (NTC)
Thibault Labbaye, GREMI, Orléans.
- O27** Modélisation des carbones non-graphitiques et analyse des paramètres structuraux obtenus par DRX et MET
Patrick Weisbecker, LCTS, Pessac.
- O28** Etude par HRTEM, XPS et NEXAFS des particules carbonées émises par un turboréacteur fonctionnant à différents régimes : (nano)structure, texture et caractéristiques chimiques
Daniel Ferry, CINaM, Marseille.
- O29** Exfoliation électrochimique de graphite fluoré pour l'obtention de graphène multicouches
Nicolas Batisse, ICCF, Aubière.
- O30** Influence du traitement thermique sur la synthèse de multi-layer graphène par voie solvothermale
Lucie Speyer, IJL, Vandœuvre-lès-Nancy.
- O31** Développement de capteurs à base de graphène pour la détection électrochimique de micropolluants
Jimmy Nicolle, ICMN, Orléans.
- O32** Industrial scale few layer graphene from food waste and its applications
Kai Huang, CRPP, Pessac.
- O33** Strategies for the selective chemical functionalization of grapheme oxide
Isabella Anna Vacchi, IBMC, Strasbourg.
- O34** Etude comparative du greffage électrochimique de carbone par oxydation d'amines et par réduction de sels de diazonium : Application à la détection de micropolluants prioritaires
Christine Vautrin-Ul, ICMN, Orléans.
- O35** Elaboration d'électrodes carbonées sérigraphiées : optimisation du procédé de mise en oeuvre des électrodes
Emilie Mathieu, ICMN, Orléans.
- O36** Adsorption de colorants anioniques sur différents carbones activés
Abdelbaki Reffas, LMI, M'sila.

O37 Modélisation et interprétation des isothermes d'adsorption binaire de deux liquides ioniques et de l'ibuprofène sur un tissu du carbone activé
Lotfi Sellaoui, Faculté de Monastir.

O38 Nanoconfinement of biomolecules inside carbon nanotubes
Vittoria Pischedda, ILM, Lyon.

Liste des Communications par Affiche

A1 Carbonisation hydrothermale des grignons d'olive
A. Jeder, V. Fierro, A. Celzard, A. Ouederni.

A2 Influence de la fonctionnalisation de surface du charbon actif sur la fixation de certains polluants
B. Bestani, A. Belayachi, N. Benderdouche.

A3 Méthode indirecte pour l'intercalation d'un tiers-élément métallique : cas du système graphite-K-Au
M. Fauchard, S. Cahen, P. Lagrange, P. Berger, C. Hérold.

A4 Préparation et caractérisation d'une mousse polyuréthane imprégnée du charbon actif
M. Medjahdi, N. Benderdouche, B. Bestani, L. Duclaux, L. Reinert.

A5 Chemical vapor deposition of carbon nanotubes from Pt/Ti catalysts
L. Assaud, H. Vergnes, L. Salvagnac, V. Conédéra, L. Noé, P. Temple-Boyer, M. Monthieux, B. Caussat.

A6 Large-area graphene synthesized by catalytic CVD for biosensor application
L. Assaud, H. Vergnes, D. Evrard, L. Salvagnac, V. Conédéra, L. Noé, P. Temple-Boyer, P. Gros, M. Monthieux, B. Caussat.

A7 La fluoration pour amorcer le greffage covalent en phase gaz de polymères sur nanotubes de carbone
J. Zha, N. Batisse, W. Zhang, D. Clavec, M. Dubois, A. Kharitonov.

A8 Elimination de deux colorants de l'industrie textile par un biosorbant
A. Ouagued, B. Bensebia, F. Boumediene.

A9 Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption de polluants organiques sur charbon actif.
H. Debih, A. Barkatia.

- A10** Suie carbonée aéronautique : production d'analogues de laboratoire et étude de leurs propriétés physico-chimiques à l'échelle nanométrique par HRTEM, XPS et NEXAFS
I. Marhaba, P. Parent, C. Laffon, D. Ferry, F.-X. Ouf, J. Yon, A. Bescond, T.Z. Regier.
- A11** Etudes par spectroscopie Raman multi-longueurs d'onde expérimentales et modélisées de plusieurs matériaux carbonés
J.-M. Plewa, P. Mallet-Ladeira, P. Puech, R. Pellenq, M. Monthieux.
- A12** Structure and properties of kerogens from atomistic scale simulations
L. Atmani, C. Bichara, R. Pellenq.
- A13** Effet de la pression dans les nanotubes de carbone à faible nombre de parois : étude par spectroscopie Raman résonante
R.S. Alencar, A.C. Torres-Dias, D. Machon, Ch. Laurent, A. Soldatov, A.G. Souza Filho, A. San Miguel.
- A14** Confection d'un nouvel adsorbant hybride
K. Larbi, N. Benderdouche, M. Benadjemia.
- A15** Formes de nanographite défectueux sous haute pression
S.D. Silva Santos, P. Weisbecker, G.L. Vignoles, D. Machon, A. San-Miguel.
- A16** Etude structurale et détermination de la fonction de distribution radiale du graphène et du graphite
D.N. Kouetcha, H. Ramezani, N. Cohaut.
- A17** Adsorption sur carbone activé modifié par fluoration
G. Rzigà, S. Masson, L. Duclaux, L. Reinert, M. Dubois.
- A18** Synthesis of carbon-based catalysts functionalized through the grafting of carboxylic acids
A.-C. Doiseau, F. Rataboul, N. Essayem.
- A19** Adsorption d'un colorant textile par un précurseur végétal
Z. Bahnes, N. Benderdouche, B. Bestani.

Conférences invitées

Nanotubes de carbone comme matériau semi-conducteur pour l'électronique plastique : trier ou ne pas trier?

Pascale Chenevier*

Université Grenoble Alpes, CEA, INAC, SPRAM UMR5819, 38000 Grenoble, France
(*email: pascale.chenevier@cea.fr)

Les nanotubes de carbone mono-parois sont obtenus par croissance d'un mélange de nanotubes semi-conducteurs et de nanotubes métalliques de diamètres similaires, mais différents par la chiralité de l'enroulement du feuillet de graphène qui constitue le tube. La synthèse séparée des deux types a été envisagée mais s'avère très difficile et à faible rendement. Cependant, les nanotubes semi-conducteurs sont d'excellents candidats pour l'électronique plastique : manipulable en solution comme des composés organiques, ils présentent d'excellentes mobilités et rapports courant ouvert/courant fermé proches de ceux des semi-conducteurs inorganiques.

Pour éviter les court-circuit dus aux nanotubes métalliques présents dans le mélange de croissance, plusieurs méthodes de séparation ont été développées dans les 15 dernières années, dont deux ont permis la mise sur le marché de matériaux séparés. Nous verrons un aperçu de ces méthodes de séparation et de leurs usages pour l'électronique plastique, en comparaison d'autres matériaux imprimables. Notre laboratoire développe par ailleurs un traitement chimique sélectif permettant de supprimer la conductivité des nanotubes métalliques tout en conservant la qualité des nanotubes semi-conducteurs. Ce traitement simple, en phase aqueuse, évite la nécessité de séparer les deux types et fournit un matériau semi-conducteur imprimable à coût réduit.

Carbon honeycomb grids for advanced lead-acid batteries

A. Kirchev^{*}, L. Serra, S. Dumenil, G. Brichard, M. Alias, B. Jammet, L. Vinit

CEA-LITEN, 73375 Le Bourget-du-Lac, France

(*email: angel.kirchev@cea.fr)

The carbon honeycomb grid technology employs new carbon/carbon composites with ordered 3D structure instead of the classic lead-acid battery current collectors. The technology is laboratory scaled up from small size grids corresponding to electrodes with a capacity of 3Ah to current collectors suitable for assembly of lead-acid batteries covering the majority of the typical lead-acid battery applications. Two series of 150 grids each (one positive and one negative) were manufactured using low-cost lab-scale equipment. The grids were hand-pasted and the resulting cured plates were assembled in 12V AGM-VLRA battery monoblocks for laboratory testing and outdoor demonstration in electric scooter replacing its original VRLAB pack.

Formulation, Compréhension et Simulation au Service des Matériaux de Friction

P. Brender, Département R&D Matériaux de Friction

Messier-Bugatti-Dowty, 7 Avenue Bel-Air, 69627 Villeurbanne, France
(patrice.brender@safranmbd.com)

La fonction première d'un matériau de friction est de dissiper l'énergie cinétique en énergie thermique, et de la dissiper : en aéronautique, l'assemblage de disques de freins (Figure 1) est donc communément appelé puits de chaleur (Jusqu'à 150MJ/roue en freinage aéronautique).

Jusque dans les années 1980, les puits de chaleur des avions en civils étaient constitués de disques en acier. Dès 1985, l'acier a été délaissé au profit des composites Carbone/Carbone. Aujourd'hui généralisés sur tous les gros porteurs, les composites C/C sont des matériaux de choix pour le freinage aéronautique, permettant, de par leurs propriétés thermiques et mécaniques un gain de masse substantiel par rapport aux disques conçues en acier.

Messier-Bugatti-Dowty (MBD) est le leader mondial des fonctions de freinage en aéronautique. Dans le but d'accroître les performances de ses matériaux de friction, ainsi que sa compétitivité, MBD mène différentes thématiques de recherche, articulées autour des trois axes suivants :

- Développement de nouveaux concepts de matériaux de friction (ainsi que les procédés associés à ces technologies)
- Développement de connaissances des mécanismes mécaniques, thermiques et physico-chimiques intervenant au cours d'un freinage aéronautique
- Développement de modèles numériques prédictifs des performances de freinage

La discussion s'attardera à présenter les différentes problématiques rencontrées et études menées dans le cadre de ces 3 axes de recherche.



Figure 1: Cliché d'un puits de chaleur

Approches à l'échelle moléculaire pour simuler les particules de suie et leurs propriétés.

Sylvain PICAUD*

Institut UTINAM – UMR 6213 CNRS/Université de Franche-Comté,
25030 Besançon Cedex, France
(*email: sylvain.picaud@univ-fcomte.fr)

Les suies sont des particules de carbone issues des processus de combustion. Elles suscitent un intérêt tout particulier dans la communauté scientifique parce qu'il s'agit d'objets très complexes à caractériser dont l'impact sur l'environnement et la santé est mal quantifié. Certaines d'entre elles sont par ailleurs émises directement dans les hautes couches de la troposphère avec des conséquences importantes sur les évolutions climatiques. On citera à titre d'exemple, les suies issues du trafic aérien qui constitue la seule source directe permanente de particules à ces altitudes ou encore les suies issues des feux de biomasse, dont les panaches peuvent atteindre la haute troposphère et la basse stratosphère notamment par pyro-convection.

L'objet « suie » est donc aujourd'hui au cœur de nombreuses études basées tant sur des observations de terrain, des expérimentations en laboratoire que des modélisations à diverses échelles. Depuis le début de l'année 2014, une quarantaine d'équipes françaises ont regroupé leurs compétences au sein d'un GDR CNRS (le GDR SUIE) afin de mieux caractériser la suie, ses propriétés physico-chimiques, son évolution dans l'atmosphère et ses impacts.

Dans ce cadre, l'objet de cet exposé sera de présenter plus particulièrement les différents outils que la modélisation à l'échelle moléculaire peut mettre en œuvre pour apporter des informations sur les suies et leurs propriétés physico-chimiques (réactivité, hygroscopie, réponse optique). Ainsi les phénomènes de réactivité peuvent être abordés par les méthodes de la chimie quantique, tandis que les processus d'adsorption/absorption sur les suies nécessitent de faire appel à des approches statistiques telles que la dynamique moléculaire ou les techniques de Monte-Carlo, permettant de traiter des systèmes composés de plusieurs milliers d'atomes. Les propriétés optiques des suies peuvent quant à elles être calculées à partir de leurs caractéristiques atomiques en employant la méthode dite des « dipôles distribués ». Différents exemples basés sur les travaux réalisés à Besançon ces dernières années illustreront l'exposé [voir ci-dessous la liste de quelques publications significatives sur ce sujet] et montreront comment les informations qu'il est possible d'obtenir à l'échelle moléculaire sont complémentaires de celles apportées par les techniques d'analyse expérimentales usuelles et peuvent ainsi permettre de mieux comprendre les mécanismes fondamentaux impliqués dans l'évolution des suies dans l'atmosphère.

- 1 F. Moulin, S. Picaud, P.N.M. Hoang, P. Jedlovsky, *J. Chem. Phys.* **127**, 164719:1-11 (2007).
- 2 R. Langlet, M.R. Vanacharla, S. Picaud, and M. Devel, *J.Q.S.R.T.* **110**, 1615-1627 (2009).
- 3 G. Hantal, S. Picaud, P.N.M. Hoang, V.P. Voloshin, N.N. Medvedev, and P. Jedlovsky, *J. Chem. Phys.* **133**, 144702:1-12 (2010).
- 4 M. Oubal, G. Hantal, S. Picaud, P.N.M. Hoang, D. Liotard, M.T. Rayez, J.C. Rayez, and E. Villenave, *Comput. Theor. Chem.* **965**, 259-267 (2011).
- 5 C. Garcia-Fernandez, S. Picaud, M.T. Rayez, J.C. Rayez, J. Rubayo-Soneira, *J. Phys. Chem. A* **118**, 1443-1450 (2014).
- 6 C. Garcia-Fernandez, S. Picaud, M. Devel and J.C. Rayez, *J.Q.S.R.T.*, soumis (2015).

Le carbone dans les équipements aéronautiques, état de l'art et perspectives sur les fibres de carbone pour les composites à matrice organique

Jean-Christophe Rietsch*, Jean-Charles Malenfant, Nicolas Piccerelli

Safran Composites, 91760, Itteville, France

(*email: jean-christophe.rietsch@safran.fr)

Safran est un groupe international de haute technologie, équipementier de premier rang dans les domaines de l'Aéronautique de l'Espace, de la Défense et de la Sécurité. Implanté sur tous les continents, le Groupe emploie 69 000 personnes pour un chiffre d'affaires de 15,4 milliards d'euros en 2014 (1). Composé de nombreuses sociétés, Safran occupe, seul ou en partenariat, des positions de premier plan mondial ou européen sur ses marchés. Pour répondre à leurs évolutions, le Groupe s'engage dans des programmes de recherche et développement qui ont représenté en 2014 des dépenses de 2 milliards d'euros.

Afin de relever le défi d'un transport aérien deux fois plus économe en carburant et en émissions de CO₂, il est nécessaire d'alléger la masse des avions. A cette fin, les **matériaux composites** jouent un rôle déterminant, réalisés à partir d'une ossature de fibres, le plus souvent de carbone, reliées par une matrice en résine, généralement thermosable. Depuis plus de 30 ans, ils sont utilisés sur les pièces de nacelles et participent maintenant à la réduction de la masse du moteur. Le procédé de **tissage 3D RTM** (Resin Transfer Molding) utilisé pour la fabrication des aubes et des carters de soufflante du nouveau moteur LEAP a permis de maîtriser sa masse tout en augmentant son diamètre, ce qui a réduit sa consommation en carburant.



Eric Drouin / Snecma / Safran
Une aube en matériau composite du moteur LEAP

Pour accroître l'utilisation des composites à matrice organique dans les produits du groupe, Safran s'est doté d'un centre de R&D dédié au développement des matériaux et procédés, à la conception et au prototypage de pièces, Safran Composites. Dans l'optique des futurs développements moteurs, des matériaux plus rigides, plus performants à l'impact haute énergie et disposant d'une meilleure tenue en fatigue sont recherchés. Un des axes d'amélioration passe par l'utilisation de fibres de carbone à module plus élevé sans sacrifier leur allongement à la rupture, i.e. ~2%. La nouvelle génération de fibres à module intermédiaire arrivant sur le marché apporte une première réponse. Il conviendrait cependant de pouvoir viser la gamme des fibres à haut module, dont l'utilisation est actuellement prohibitive en raison de leur faible allongement à la rupture, de l'ordre de 1%.

Si les efforts de recherche pour augmenter module et améliorer le comportement à l'endommagement des structures composites doivent être poursuivis par les fournisseurs, la quantification des propriétés clés des fibres reste perfectible (distribution statistique de la tenue des fibres, affinité avec la matrice, propriétés transverses).

Enfin, il convient de ne pas oublier l'équation économique. Dans ce cadre, l'impact des leviers procédés de fabrication fibre mérite d'être étudié et les axes de recherche ne peuvent pas se limiter à la performance. Le coût de la fibre, la dépendance au pétrole, la nature du précurseur, la performance du procédé de fabrication de la fibre sont des éléments clés pour la compétitivité des composites face aux améliorations des alliages légers.

1. Site Safran, www.safran-group.com

Contraintes environnementales liées à la production de produits carbonés à l'échelle industrielle

Gérard Berlioux*, Benjamin Golly

74190, Passy, France

(*email : gerard.berlioux@orange.fr)

La fabrication de produits carbonés industriels est une succession de processus longs et complexes.

L'utilisation, dès la mise en forme, de brai de houille répertorié dans la classification REACH comme cancérigène, mutagène et reprotoxique impose aux industriels des contraintes draconiennes de sécurité environnementale et engendre un suivi sérieux de la part des autorités.

La surveillance et la quantification des rejets polluants se fait principalement dans trois domaines : les déchets solides, les rejets de polluants dans les eaux industrielles et surtout les émissions de particules fines et de polluants dans l'air.

Le suivi des déchets solides reste relativement aisé à faire et la principale difficulté provient leurs compositions chimiques très fluctuantes et la présence de HaP qui restreint le champ des réutilisations.

La quantification des rejets dans l'eau est régie par les exigences des arrêtés de classement. Mais la directive européenne sur l'eau a imposé des analyses complètes dans le cadre de la recherche de substances dangereuses dans l'eau avec un objectif d'atteindre au plus tard en 2021 un bon état des eaux, ce qui complique singulièrement la gestion des eaux industrielles

Le suivi des rejets dans l'atmosphère est beaucoup plus compliqué. Au-delà des mesures largement normalisées des émissions diffuses et canalisées des installations, la difficulté vient de la nécessité de modéliser également la diffusion des polluants dans l'atmosphère, leur impact sur l'environnement et les risques éventuels pour les populations environnantes. Les différences entre les valeurs limites environnementales et les valeurs toxicologiques de référence ne facilitent pas une vision commune des problèmes.

Dans les vallées alpines, les dépassements récurrents des limites réglementaires autorisées, en particuliers pour les PM₁₀, ont conduit les autorités à déployer des plans de prévention de l'atmosphère (PPA) et à décider de mesures destinées à réduire ces polluants. Selon les cadastres des émissions de HAP, l'air de ces fonds de vallées est fortement impacté par 3 types d'activités : l'industrie, le chauffage au bois et le trafic routier.

Les modélisations faites dans le cas du PPA et celles faites dans le cadre des Etudes des risques sanitaires ne sont pas concordantes. La quantification des émissions liées à l'industrie est donc devenue un objectif important. Des études pilotées par le LCME de Chambéry ont été entreprises depuis plusieurs années pour trouver des traceurs pour chaque type d'émetteur. Les HAPS et en particulier le benzo(b)naphto(2,1-d)thiophène semblent être des traceurs représentatifs de l'industrie du carbone. Des calculs de répartition des HAP entre les 3 sources ont été réalisés dans les Vallées de l'Arve et de la Tarentaise avec des résultats encourageants. Les modèles développés doivent maintenant être testés à plus large échelle avant de devenir des outils d'aide à l'analyse de la pollution atmosphérique.

1. C. Piot PhD thèse Université de Grenoble (2011)
2. B. Golly PhD thèse Université de Grenoble (2014)
3. B. Golly, C. Piot, J.L. Jaffrezo, G. Brulfert, G. Berlioux, J.L. Besombes, *Pollution atmosphérique*, N°224, Janvier-Mars 2015

Versatilité de l'observation Raman dans l'étude des matériaux carbonés

Pascal Puech

CEMES, 29 rue Jeanne Marvig, 31055 Toulouse, France
(*email: pascal.puech@cemes.fr)

La spectrométrie Raman s'est largement développée dans le domaine des matériaux. Elle sert maintenant dans des centres ouverts aux industriels comme méthode de routine en caractérisation. Elle est même en train de se déployer dans les applications grand public.



Figure 1 : Spectromètre Raman pour l'analyse de nourriture (350 €), visualisation sur smartphone (extrait du site du fabricant)

Pourtant, dans le domaine des matériaux carbonés, la compréhension a souvent suivi d'assez loin l'observation et l'exploitation de lois empiriques aussi bien en physique qu'en chimie ou en géologie.

Dans cette revue, nous nous placerons principalement du point de vue de l'utilisateur et détaillerons les paramètres modulables (pression, température, longueur d'onde d'excitation, irradiation, champ magnétique, tension, temps d'acquisition, résolution temporelle, ...) qui peuvent ensuite servir à caractériser divers échantillons.

Au travers de quelques exemples récents (profil de température dans un câble en nanotubes de carbone sous tension, transferts de charge sur un graphène, composite avec une charge en nano ou microcarbone ...) en prenant soin d'indiquer les éventuelles difficultés, nous verrons ce que cette technique est susceptible d'apporter.

Versatilité de la liaison C-F dans les (nano)carbones fluorés, du fondamental aux applications

Marc Dubois*

Clermont université - Institut de Chimie de Clermont-Ferrand (UMR 6296)
24 Av. des Landais, BP 80026, 63171 Aubière Cedex, France

(*email: marc.dubois@univ-bpclermont.fr)

Du fait, d'une part, de l'exceptionnelle réactivité du fluor moléculaire ou atomique, du rayon ionique, de l'électronégativité de l'élément, la plus élevée de la classification périodique, et, d'autre part, de la multitude de variétés allotropiques du carbone, l'association entre le fluor et le carbone est assez unique en chimie. Le fluor peut se combiner au graphite à haute température comme aux carbones désordonnés à plus basse température ; les nanoformes du carbone, comme les nanotubes, les nanodisques, les nanocônes ou les fullerènes, pour ne citer que celles que j'ai étudiées, réagissent avec le fluor dans une large gamme de températures. Contrairement aux hydrures dans lesquels, la liaison C-H est purement covalente, la liaison C-F est hautement versatile dans les carbones fluorés. Elle peut revêtir un caractère ionique dans les composés d'intercalation du graphite (F-CIGs) comme purement covalent dans les graphites fluorés préparés à haute température. Des états intermédiaires sont observés dans les carbones fluorés dans lesquels des atomes de carbone fluorés, hybridés sp^3 , et non fluorés, sp^2 , coexistent dans les feuillets. Une post-fluoruration contrôlée de F-CIGs permet d'ajuster le rapport C_{sp^2}/C_{sp^3} et donc la covalence. L'effet sur la covalence de la courbure de la matrice carbonée a été mis en évidence en comparant pour différents nanotubes mono, bi et multiparois et fullerènes des indicateurs pertinents comme les déplacements chimiques en RMN du ^{13}C et ^{19}F , la longueur de liaison estimée par RMN, le nombre d'onde de la vibration C-F en spectroscopie IR ainsi que le potentiel d'électroréduction ($E_{1/2}$). Une diminution du diamètre des tubes externes induit un affaiblissement de la covalence. En effet, comme la formation de la liaison C-F nécessite la conversion de l'état d'hybridation du carbone de sp^2 à sp^3 , la courbure peut gêner ce processus. Une part d'hybridation sp^2 est conservée qui entrave le recouvrement des orbitales atomiques hybrides du carbone et du fluor lors de la formation de la liaison C-F. En d'autres termes, la covalence de la liaison s'en trouve affaiblie. Les données RMN, FTIR et $E_{1/2}$ des nanotubes sont intermédiaires entre celles des deux composés modèle : les graphites fluorés planaires, préparés à haute température, qui présentent une covalence pure, et les fullerènes hautement fluorés, $C_{60}F_{48}$ sphériques, dans lesquels la liaison C-F est plus longue et la covalence affaiblie.

Cette versatilité de la liaison, combinée à la diversité des formes possibles pour les carbones fluorés, résultent dans des applications très variées qui couvrent tout le domaine de taux de fluoruration, x dans CF_x . Pour des valeurs de x proches de zéro, la fluoruration est alors assimilée à une fonctionnalisation modifiant profondément la chimie de surface en lui conférant un caractère hydrophobe marqué. La lubrification et le stockage de l'énergie nécessitent un x supérieur, de 0.15 à 1 et autour de 0.8, respectivement. De nouvelles générations de lubrifiants solides et de matériaux d'électrode de batterie primaire au lithium de forte densités d'énergie et de puissance ont ainsi récemment émergées grâce à la parfaite maîtrise de la répartition des atomes de fluor dans la matrice carbonées et de la force de liaison C-F.

Communications orales

Size dependent phase diagrams of Nickel-Carbon nanoparticles

Yann Magnin 1*, Hakim Amara 2, François Ducastelle 2, Christophe Bichara 1

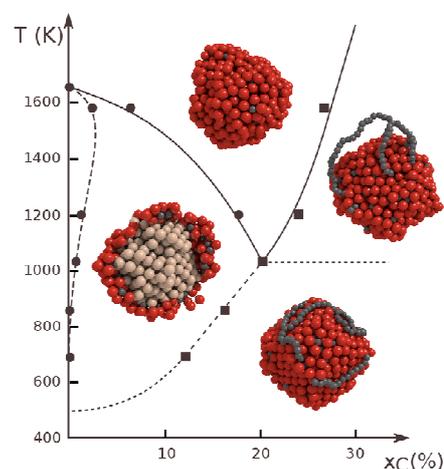
1 Aix-Marseille Université and CNRS, CINaM, 13288, Marseille, France

2 LEM, ONERA and CNRS, 92322, Châtillon, France

(*email: magnin@cinam.univ-mrs.fr)

Carbon nanotube synthesis critically depends on the chemical and physical states of the catalyst particle from which they grow. In the typical temperature range (900-1300 K) of SWNT synthesis, pure isolated Ni nanoparticles are solid although atomic diffusion can lead to significant shape changes. Under growth conditions, these nanoparticles are exposed to reactive carbon. Depending on temperature, carbon chemical potential and nanoparticle size, carbon can either stay adsorbed on the surface, or diffuse to subsurface or in the core of the nanoparticle, thereby inducing a partial or complete melting.

On the basis of the tight binding model developed for the Ni-C system coupled with grand canonical Monte Carlo simulations [1], we extend our previous calculations [2, 3] and calculate phase diagrams for Ni-C nanoparticles for sizes ranging from 1 to 3 nm diameter and for face centered cubic and icosahedral structures. As compared to bulk phase diagram, the nanometric size of the nanoparticles used to catalyze SWNT growth induces significant differences. A large liquid shell / crystalline core domain appears instead of the liquid/solid coexistence characteristic of the bulk. Much deeper eutectic points are observed and, for a 3 nm diameter nanoparticle, as shown in the figure, carbon segregation from a mostly solid surface only takes place at temperatures below 850 K, at which SWNT growth is not really efficient.



1. H. Amara, J-M. Roussel, C. Bichara, J-P Gaspard, F. Ducastelle, Phys. Rev. B **79**, 014109 (2009)
2. M. Diarra, H. Amara, F. Ducastelle, C. Bichara, Phys. Stat. Sol. B, **249**, 2629 (2012)
3. M. Diarra, A. Zappelli, H. Amara, F. Ducastelle, C. Bichara, Phys. Rev. Lett., **109**, 185501 (2012)
4. P-J. Steinhardt, D-R. Nelson, M. Ronchetti, Phys. Rev. B, **28**, 784 (1983)

Influence du champ électrique sur la conductivité et sur le seuil de percolation de composites huiles de silicones-nanotubes de carbone

Badard Mathieu¹, Combessis Anthony², Allais Arnaud², Flandin Lionel^{1*}

¹LEPMI/LMOPS, 73370 Le Bourget du Lac, France

²NEXANS RESEARCH CENTER, 69007 Lyon, France

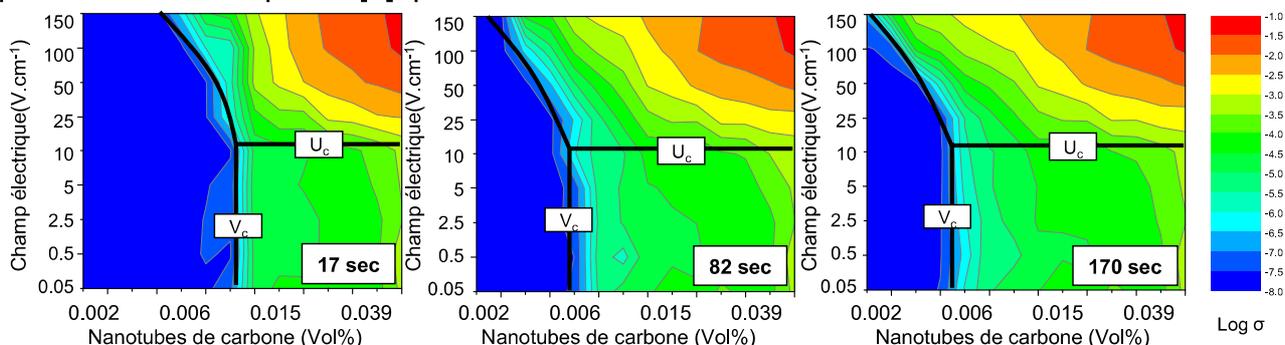
(*lionel.flandin@univ-savoie.fr)

L'ajout de charges carbonées, tels les nanotubes de carbone, est couramment utilisé pour améliorer les propriétés électriques de polymères initialement isolants. Le comportement électrique de ces composites suit le principe de percolation : au-delà d'un seuil critique de particules, un réseau infinis est constitué et la conductivité gagne plusieurs ordres de grandeur [1]. Plus récemment, la communauté scientifique [2] a démontré que l'application d'un traitement thermique sur un polymère peu chargé en nanotubes de carbone (initialement isolant) permettait une réorganisation des charges en réseau percolant. Similairement à la percolation dite « classique », une transition isolant-conducteur est observée. Les études de Pang [3] ont par ailleurs démontré qu'il est possible de contrôler la structuration des nanotubes de carbone au cours de la percolation dynamique en appliquant un champ électrique élevé ($\sim 500 \text{ V.cm}^{-1}$).

Cependant, les mécanismes de structuration des charges sous l'influence d'un champ électrique demeurent relativement incompris. Les travaux présentés dans ce papier proposent une étude de la conductivité d'huiles de silicone chargées en nanotubes de carbone en fonction du temps, du taux de charge et du champ électrique.

Des composites conducteurs ont été obtenus pour de faibles taux de charge au sein de matériaux liquides (0,01 % vol). En raison de la percolation dynamique des charges, la valeur de ces seuils de percolation décroît en fonction du temps. Le champ électrique permet, au-delà d'une valeur (critique), une augmentation de la conductivité ainsi qu'une diminution du seuil de percolation. Ces résultats ont été attribués à un renforcement des contacts entre les nanotubes de carbones.

La figure ci-dessous présente les effets et les interactions du taux de charge, du champ électrique et du temps sur la conductivité. L'application d'un champ électrique élevé sur un temps long permet notamment de diminuer par un facteur 4 le seuil de percolation (0,0022 % vol). Enfin, un modèle a été développé à partir de l'équation de percolation de Kirkpatrick[1], pour décrire la conductivité en fonction des 3 variables.



1. S. Kirkpatrick, *Rev. Mod. Phys*, **45**, 574-588(1973).
2. A. Combessis, L. Bayon, L. Flandin, *Appl. Phys. Lett.* **102**, (2013)
3. H. Pang, C. Chen, Y-C. Zhang, P-G Ren, D-X Yan, Z-M Li, *Carbon*, **49**, 1980-1988(2011).

Evaluation des propriétés d'émission électronique de nanocônes de carbone

L. de Knoop*, F. Houdellier, C. Gatel, A. Masseboeuf, M. Delmas, M. Monthieux, E. Snoek, M. Hÿtch,

CEMES-CNRS, 31055, Toulouse, France

(*email: ludvig@deknoop.se)

De nombreuses améliorations ont été appliquées à la microscopie électronique en transmission (MET) ces dernières années, portant pour l'essentiel sur le traitement du faisceau électronique produit par le canon (correction d'aberration sphérique, amélioration de l'optique électronique, etc.). Cependant aucune amélioration majeure du mode d'émission électronique le plus performant, l'émission à effet de champ à cathode froide (CFEG), n'a été présentée depuis plusieurs décennies. Le CEMES a mis au point une source d'émission électronique basée sur un matériau unique : les nanocônes de carbone. [1]. Ces objets, constitués d'un nanotube multiparois entouré de parois graphéniques concentriques en nombre croissant présente à la fois les propriétés mécaniques et électriques du carbone sp^2 , avec une plus grande facilité d'utilisation due à sa géométrie exceptionnelle. Appliqués à l'émission électronique, les nanocônes de carbone présentent les avantages pressentis pour les nanotubes de carbones, sans les inconvénients associés (difficulté de manipulation, vibrations mécaniques...) [2,3]. La détermination exacte des propriétés d'émission électronique des nanocônes de carbone passe par la détermination du travail d'extraction électronique de ce matériau. Nous présentons ici la méthode mise au point au CEMES pour ce faire.

Le principe de la mesure repose sur l'établissement de la courbe $i(V)$ obtenue dans un MET à l'aide d'un porte-objet instrumenté spécifique [4]. Un nanocône est positionné en vis-à-vis d'une électrode d'or à l'aide d'un tube piezoélectrique. Une différence de potentiel est appliquée, et l'intensité du courant d'émission est mesurée. En parallèle, la valeur locale du champ électrique au voisinage du nanocône a pu être estimée par holographie électronique. Cette technique ne permet pas une mesure directe du champ électrique, mais une modélisation du système a permis de remonter à une cartographie du champ électrique en tout point, et par là même au facteur d'exaltation du champ électrique à l'extrémité du nanocône. Ces valeurs déterminées ont permis le calcul, via une approximation de l'équation de Fowler-Nordheim, d'un travail d'extraction électronique de $4,8 \text{ eV} \pm 0,3$, cohérente avec les autres mesures pour des objets de type nanotube de carbone. Du fait de la pression dans la colonne du MET au niveau du porte-échantillon relativement élevée par rapport à la pression dans le canon (10^{-5} Pa contre 10^{-8} Pa), le « bruit » de ces mesures est assez élevé. Cela est dû à la fois à la migration d'espèces adsorbées sur le nanocône au dégazage de l'anode d'or qui induit un bombardement ionique du nanocône. L'utilisation d'un second nanocône en tant qu'anode a pu être mise en place. Le bruit a ainsi pu être réduit d'un facteur 6, indiquant l'importance du dégazage de l'anode dans les fluctuations des canons électroniques.

1. H. Allouche, M. Monthieux, R. L. Jacobsen, *Carbon*, **41**, 2897-2912 (2003).
2. F. Houdellier, A. Masseboeuf, M. Monthieux, M. Hÿtch, *Carbon*, **50**, 2037-2044 (2012).
3. F. Houdellier, L. de Knoop, C. Gatel, A. Masseboeuf, S Mamishin, Y. Tanigushi, M. Delmas, M. Monthieux, M.J. Hÿtch, E. Snoeck, *Ultramicroscopy*, **151**, 107-115 (2015)
4. L. de Knoop, F. Houdellier, C. Gatel, A. Masseboeuf, M. Monthieux, M. Hÿtch, *Micron*, **63**, 2-8 (2014)

Effondrement radial de nanotubes induit par la pression : effets atomistiques et de chiralité

D.J Dunstan^{1,2*}, W.W. Cui², T. F.T. Cerqueira^{2,3}, M.A Hartman⁴, M.A.L. Marques³,
A. San-Miguel^{2*}

1 School of Physics and Astronomy, Queen Mary University of London, R.U.

2 Institut Lumière Matière, Université de Lyon et CNRS, France

3 Institut für Physik Martin-Luther-Universität, Germany

4 Institute of Physics, Montanuniversität Leoben, Austria

(*d.dunstan@qmul.ac.uk, alfonso.san-miguel@univ-lyon1.fr)

La modélisation de l'effondrement de nanotubes de carbone à paroi simple sous l'effet d'une pression hydrostatique peut être traitée suivant l'approximation élastique du milieu continu à la simulation *ab initio*. A mesure que la précision et la rigueur de la modélisation augmente, le pouvoir explicatif devient parfois moins manifeste. Des travaux récents de modélisation *ab initio* de SWNTs en fagots [1], des données expérimentales sur SWNTs individualisés dans l'eau [2], et la modélisation Monte Carlo de SWNTs individuels basée sur des potentielles interatomiques *ab initio* [3] s'accordent à montrer une dépendance apparemment aléatoire de la stabilité mécanique radiale sous pression pour certains indices chiraux (n, m) dans le cas des tubes ayant un diamètre, ϕ , nettement inférieur au nanomètre. En particulier, on voit que l'effondrement radial a lieu pour ces nanotubes à des pressions nettement inférieures à la valeur $P_C \propto \phi^{-3}$ attendue pour leur diamètre, prédite par le modèle continuum et bien vérifié en général.

Nous présentons ici des modélisations, y compris des simulations DFTB de SWNTs individualisés dans l'eau comme milieu environnant, qui semblent montrer le même effet. Nous étudions également un modèle mécanique simple pour obtenir un aperçu de l'origine de ces effets observés pour certaines chiralités à faible diamètre.

Dans le modèle atomistique le plus simple, nous avons concentré les effets élastiques d'un anneau simple et continu sur des points discrets autour de l'anneau correspondant à la projection des liaisons carbone-carbone. Nous présentons des calculs exacts des pressions d'effondrement de ces modèles polygonaux correspondants avec une loi de Hooke. Contrairement à l'anneau continu, pour lequel la solution est universelle, nous constatons que les pressions d'effondrement et les comportements de ces modèles polygonaux montrent des variations "aléatoires" selon le nombre et les positions de sommets. Les polygones réguliers fournissent un bon modèle pour les tubes (n, n) « armchair », et les mêmes polygones avec alternance côtés longs et courts correspondent à des tubes ($2n, 0$) de type « zigzag ». Il est donc très intéressant de noter que les pressions d'effondrement de ces deux modèles peuvent être très différentes. Ce résultat peut être compris en termes simples, et peut expliquer certaines des variations observées avec (n, m) dans l'expérience et dans la modélisation plus fine.

Avec cet éclairage, l'instabilité mécanique de certains tubes chiraux ayant des diamètres faibles serait au moins en partie due à un effet géométrique plutôt que d'être liée à des propriétés particulières de la structure électronique.

1. T.F.T. Cerqueira, S. Botti, A. San-Miguel, M.A.L. Marques, Carbon **69** 355 (2014).

2. A.C. Torres-Dias, S. Cambré, W. Wenseleers, D. Machon, A. San Miguel, Carbon (submitted).

3. Y.W. Sun, D. J. Dunstan, M. A. Hartmann, D. Holec, Proc. Appl. Math. Mech. **13**, 7 (2013).

Xérogels de carbone en tant qu'anode de batterie Li-ion : Vers une relation texture - performances électrochimiques

Marie-Laure Piedboeuf*, Alexandre Léonard, Nathalie Job

Department of Chemical Engineering – Nanomaterials, Catalysis, Electrochemistry –
Institut de Chimie (B6a), Université de Liège, B-4000 Liège, Belgique

(*email: marie-laure.piedboeuf@ulg.ac.be)

Les batteries rechargeables au lithium-ion sont couramment utilisées pour des applications électroniques et sont prometteuses pour être employées dans des véhicules électriques. Cependant, l'amélioration des performances de ces batteries requiert l'optimisation des différents matériaux la composant (anode, cathode, électrolyte) [1-2]. Actuellement, les anodes des batteries Li-ion sont constituées de graphite. Malgré ses performances indéniables, la capacité de ce dernier reste limitée car sa structure ne permet d'insérer qu'un seul Li^+ pour six atomes de carbone (LiC_6). Une autre classe de matériaux carbonés, les « hard carbons » se sont avérés d'excellents candidats en tant que matériaux d'anodes. En effet, leur faible variation de volume lors des cycles de charge-décharge du fait de leur architecture tridimensionnelle conduit à une durée de vie plus élevée. Cependant, ces matériaux possèdent une capacité irréversible élevée lors du premier cycle d'insertion-désinsertion et les mécanismes d'insertion du lithium dans ce type de matériau ne sont pas encore complètement élucidés [3]. De nombreuses études ont été réalisées dans ce domaine mais la comparaison n'est pas aisée car de nombreux facteurs varient lors de l'étude des performances électrochimiques (la taille des particules, l'épaisseur du dépôt, le liant, l'électrolyte, la gamme de potentiel ou le régime, notamment). Afin d'étudier les facteurs-clefs affectant les performances électrochimiques, les xérogels de carbone peuvent être considérés comme matériaux de choix. En effet, ceux-ci sont décrits comme des nodules microporeux reliés ensemble afin de former des vides meso/macroporeux au sein de la structure. La taille de ces pores peut être ajustée en modifiant les conditions de synthèse, tout en maintenant des surfaces spécifiques (et donc des volumes microporeux) identiques [4].

L'étude présentée ici décrit l'utilisation des xérogels de carbone présentant différentes valeurs de leurs paramètres texturaux afin de mettre en lumière l'influence de ces derniers sur leurs performances électrochimiques en tant qu'anode de batterie Li-ion. Préalablement à la réalisation des tests électrochimiques, une attention particulière a été portée à la constance des autres variables; ainsi, les techniques de fabrication d'électrode ont été étudiées afin de s'assurer que la taille des particules reste constante et que les dépôts obtenus soient homogènes et d'épaisseurs comparables. Les résultats montrent que la capacité irréversible observée dans ces matériaux ne dépend pas de la surface spécifique déterminée par la méthode BET à partir des isothermes d'adsorption d'azote, correspondant essentiellement aux micropores, mais est plutôt dépendante de la surface externe correspondant à la surface des meso/macropores. Des mesures de capacitance ont également été réalisées et confirment que les performances électrochimiques des xérogels de carbone sont corrélées à la surface accessible par l'électrolyte, correspondant à la surface externe, et non pas avec la surface spécifique BET.

1. J.B. Goodenough, Y. Kim, *J. Power Sources*, **196**, 6688 (2011).
2. A.J. Cairns, P. Albertus, *Ann. Rev. Chem. Biomol. Eng.*, **1**, 299 (2010).
3. T. Tran, B. Yebka, X. Song, G. Nazri, K. Kinoshita, D. Curtis, *J. Power Sources*, **85**, 269,(2000).
4. N. Job, A. Théry, R. Pirard, J. Marien, L. Kocon, J.-N. Rouzaud, F. Béguin, J.-P. Pirard, *Carbon*, **43**, 2481 (2005).

Evaluation d'aérogel de carbone fluoré comme support de catalyseur de PEMFC plus résistant à la corrosion

Sandrine Berthon-Fabry^{a*}, Laetitia Dubau^{b,c}, Yasser Ahmad^{d,e}, Katia Guerin^{d,e}, Marian Chatenet^{b,c,f}

^a MINES ParisTech, PSL Research University PERSEE - Centre procédés, énergies renouvelables et systèmes énergétiques, CS 10207 rue Claude Daunesse F-06904 Sophia Antipolis Cedex, France

^b Univ. Grenoble Alpes, LEPMI, F-38000 Grenoble, France

^c CNRS, LEPMI, F-38000 Grenoble, France

^d Clermont Université, Université Blaise Pascal, Institut de Chimie de Clermont-Ferrand, BP 10448, F-63000 Clermont-Ferrand, France

^e CNRS, UMR 6296, ICCF, F-63171 Aubière Institut de Chimie de Clermont-Ferrand, 24 avenue des Landais, F-63171 Aubière, France

^f French University Institute (IUF), Paris, France

(*email: sandrine.berthon-fabry@mines-paristech.fr)

Les piles à combustible à membrane d'échange de protons (PEMFC) sont des convertisseurs qui peuvent être utilisés dans les applications automobiles, nomades ou fixes sans émission de polluants. La technologie existe déjà dans des marchés de niche mais quelques inconvénients doivent être surmontés telle que la durabilité qui doit être augmentée. La durée de vie dépend des conditions de fonctionnement (pureté de l'hydrogène, cycle de charge) et des choix techniques (plaques bipolaires, membrane). En particulier la dégradation du support carboné dépend de plusieurs facteurs (tension, température, humidité relative, manque d'hydrogène...) qui décroît les performances de la PEMFC. On observe ainsi un détachement et une agglomération des particules de platine, une diminution du caractère hydrophobe du support, modifiant la gestion de l'eau et un effondrement de la structure carbonée. Ces phénomènes augmentent les pertes diffusives dans la PEMFC.

Dans cette étude, nous avons modifié la chimie de surface du support de carbone en modifiant son hydrophobicité par une fluoration contrôlée. Afin de limiter la corrosion induite par sa teneur en oxygène de surface et par l'électrolyte, une partie des liaisons pendantes ont été saturées par du fluor. Comme une surface spécifique élevée du support carboné est importante pour une meilleure dispersion des nanoparticules de platine et une porosité adaptée est nécessaire pour limiter les pertes de transport de masse, l'étude a été effectuée sur un aérogel de carbone (CA), qui possèdent ces deux avantages [1].

La fluoration a été réalisée par décomposition de fluorure de xénon [2] sur CA ou sur Pt-CA. Le dépôt de nanoparticules de platine (20 % massique) a été réalisé par la méthode "water in oil" [3] sur le CA et le CA fluoré (F-CA). Les échantillons (CA, F-CA, Pt-CA, F/ Pt-CA et Pt/F-CA) ont été caractérisés au niveau textural, morphologique et chimique par DRX, TEM, sorption d'azote, FTIR et ATG. L'activité catalytique des électrocatalyseurs de réduction de l'oxygène a été déterminée par voltamétrie cyclique. Des tests accélérés, menés dans une cellule à quatre électrodes, ont été réalisées pour étudier la robustesse des électrocatalyseurs platinés et fluorés. Les résultats sont discutés et comparés à ceux de l'électrocatalyseur commercial Pt / XC72 E-Tek (20 %massique).

[1] M. Ouattara-Brigaudet et al., *Int. J. Hydrogen Energy* **37** 9742-9757 (2012)

[2] M. Tramsek, B. Zemva, *Acta Chim. Slov.* **53** 105-116 (2006)

[3] M. Simoes, S. Baranton, C. Coutanceau, *Electrochim. Acta*, **56** 580-591 (2010)

Mousses de carbone pour le stockage thermique saisonnier

A. Celzard ^{a*}, P. Jana ^a, V. Fierro ^a, G. Medjahdi ^a,

^a Institut Jean Lamour, UMR CNRS – Université de Lorraine n°7198, ENSTIB, 27 rue Philippe Séguin, CS 60036, 88026 Epinal Cedex, France

^b The iCIMS Research Institute – University of Applied Sciences (SUPSI), Department of Technology and Innovation, Strada Cantonale, Galleria 2, CH 6928 Manno, Switzerland

^c Research Institute for Nuclear Problems of Belarusian State University, Bobruiskaya Street 11, Minsk 220030, Belarus

(*email: alain.celzard@univ-lorraine.fr)

Le stockage thermique saisonnier est particulier en ce que les temps caractéristiques pour la récupération de la chaleur stockée dans des matériaux à changement de phase (MCPs) est de l'ordre de plusieurs semaines à plusieurs mois. Pour cette raison, et de manière à améliorer le transfert thermique vers/depuis les MCPs, il est nécessaire d'encapsuler ces derniers dans des matrices de conductivité thermique modérée, typiquement autour de 3 W/m/K. Or de tels matériaux n'existent pas sur le marché, les mousses de graphite étant trop conductrices (100 – 200 W/m/K) et les mousses de carbone vitreux trop isolantes (0.05 – 0.1 W/m/K). La rentabilité de ce mode de stockage d'énergie thermique est aussi conditionnée par le coût de la matrice poreuse, qui doit typiquement être inférieur à 6 €/kg.

Ce travail décrit comment de telles matrices carbonées ont été obtenues, en partant de saccharose et de graphite naturel. Des mousses composites carbone-graphite hautement poreuses et à bas coût ont ainsi été préparées et optimisées (cf. Figure 1) au travers de plans d'expériences [1,2].

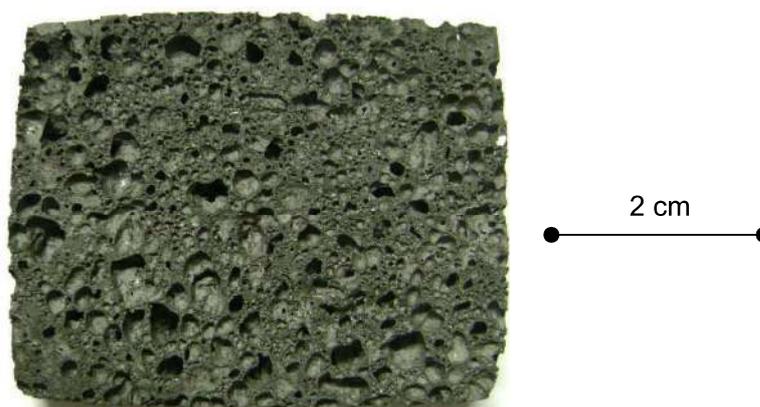


Figure 1 : Mousses composites carbone-graphite pour le stockage d'énergie thermique saisonnier.

1. A. Celzard, P. Jana, V. Fierro, Brevet FR/2013/1359063 et PCT/EP2014/069800
2. Projet Européen SAM.SSA "Sugar Alcohol based Materials for Seasonal Storage Applications" (<http://samssa.eu/>)

Supercondensateur hybride low-cost

Matthieu Picot, Fabien Perdu, Philippe AZAÏS*

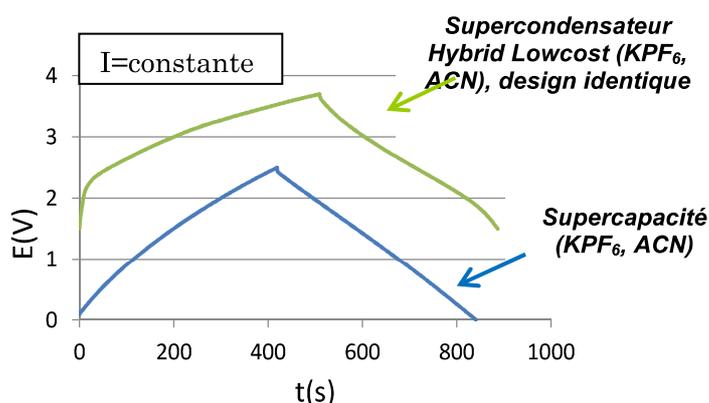
CEA-LITEN, DEHT, 17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9, France

(*email : philippe.azais@cea.fr)

Depuis quelques années, une technologie hybride (type Li-ion Capacitor, ou LIC) dont les performances en puissance et en énergie est venue s'intercaler entre les batteries et les supercondensateurs¹. L'avantage majeur de ces systèmes est d'accroître la densité d'énergie des supercondensateurs d'un facteur supérieur à 2 et de disposer d'une densité de puissance de l'ordre de celle des supercondensateurs². Cette technologie est particulièrement adaptée pour l'hybridation de type « mild hybrid » pour les véhicules. Effectivement, ces systèmes présentent l'intérêt de disposer d'une cyclabilité très élevée par rapport aux batteries (10^5 cycles à 25°C, 100% DoD) – cyclabilité nécessaire pour l'application visée.

Cependant, ces systèmes présentent plusieurs inconvénients majeurs qui empêchent leur développement à grande échelle : ils sont onéreux (structure de coût proche de celle du Li-ion) et leur fonctionnement est fortement dégradé à basse température.

La solution développée³ consiste à utiliser une électrode négative à base de graphite et d'une électrode à base de carbone activé. A la différence des LIC, cette solution présente l'intérêt de n'utiliser que des matériaux non stratégiques (pas de cuivre, pas de lithium) en utilisant un sel à base de sodium ou de potassium dans l'acétonitrile. Des preuves de concept ont été réalisées et testées. Elles démontrent que le fonctionnement est particulièrement performant à basse température tout en disposant d'une bonne cyclabilité. Le taux d'intercalation pour cette technologie est choisi pour limiter très fortement l'exfoliation, notamment en raison de la forte capacité de l'électrode négative par rapport à l'électrode positive (carbone activé). Cependant, plusieurs questions restent en suspens : l'intercalation partielle du graphite par le potassium (ou le sodium) semble se faire sans génération de SEI et le solvant choisi a un impact très important sur la possibilité de faire fonctionner le système.



L'utilisation de la combinaison de ces matériaux et de ce procédé simplifié permet de réduire considérablement le coût du composant sans compromettre l'accroissement d'énergie des supercondensateurs hybrides ni même la densité de puissance.

1. Lithium ion capacitor, brevet délivré US 7697264 B2, Shinichi Tasaki et al., 2005
2. Picot M., Azaïs P., soumis à Energy & Environmental Science (2014). 3 brevets déposés en France en 2013 et 2014.

Propriétés mécaniques des pyrocarbones laminaires – de l'échelle moléculaire à l'échelle macroscopique

Jean-Marc Leyssale¹, Antonio Gamboa², Baptiste Farbos^{2,3}, Stéphane Jouannigot¹,
Guillaume Couégnat¹, Adrien Gillard^{2,4}, Gérard L. Vignoles²

¹CNRS, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801, 33600 Pessac, France

² Université de Bordeaux, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801, 33600 Pessac, France

³Bordeaux Sup Agro, Laboratoire d'Intégration du Matériau au Système, UMR 5218 CNRS, 33405 Talence, France

⁴CEA, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801, 33600 Pessac, France

(*email : vinhola@lcts.u-bordeaux1.fr)

Les pyrocarbones laminaires sont employés dans les composites carbone/carbone et d'autres composites thermostructuraux pour le domaine aérospatial et de l'énergie, en vertu de leurs excellentes propriétés mécaniques à très hautes températures. Pour le design de matériaux toujours plus performants, il importe de bien connaître ces propriétés. Or, elles sont fortement fonction de leur structure et texture à diverses échelles. De plus, elles sont en général assez délicates à mesurer expérimentalement, car les pyrocarbones sont rarement produits de façon massive. La modélisation s'avère alors être d'une aide précieuse pour essayer de combler ces manques.

Des expériences de tests mécaniques virtuels par dynamique moléculaire ont été effectuées sur une série de modèles de pyrocarbones, récemment obtenus par la méthode IGAR (reconstruction atomistique guidée image) [1], et sur du graphène et du graphite pour comparaison. Les résultats sont les tenseurs effectifs d'élasticité, ainsi que des modules de Young et des coefficients de Poisson, que l'on peut mettre en regard des paramètres structuraux [1,2] et texturaux [1,2,3] de ces matériaux. La figure 1 montre l'évolution de C_{11} et C_{66} (traction et cisaillement dans les plans graphéniques) avec la longueur de cohérence dans les plans L_a et de C_{13} et C_{44} (effet Poisson et cisaillement faisant intervenir la direction perpendiculaire aux plans) avec la hauteur des empilements graphéniques L_c .

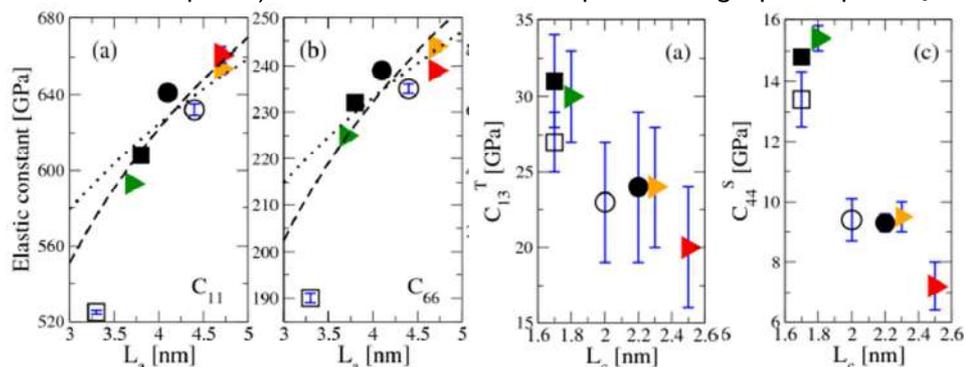


Figure 1.
Corrélations entre les éléments du tenseur d'élasticité et les paramètres structuraux L_a et L_c .

Ces propriétés à l'échelle nanométrique et les propriétés obtenues expérimentalement à une échelle macroscopique, semblent pour l'instant être en désaccord partiel, en particulier pour la traction. On proposera des éléments d'explications basés sur l'analyse de la texture [3] et sur le flambage en compression.

[1] Farbos, B., Weisbecker, P., Fischer, H.E., Da Costa, J.-P., Lalanne, M., Chollon, G., Germain, C., Vignoles, G.L., Leyssale, J.-M. Carbon **80** (1), 472-489 (2014)

[2] Leyssale, J.-M., Da Costa, J.-P., Germain, C., Weisbecker, P., Vignoles, G.L., Carbon **50**(12), 4388-4400 (2012)

[3] Da Costa, J.-P., Weisbecker, P., Farbos, B., Leyssale, J.-M., Vignoles, G.L., Germain, C. Carbon **84**, 160–173 (2015)

Étude des interactions brai – charge par calorimétrie sous flux

A Lacombe¹, D Schwartz¹, C. Vaultot¹, J-M. Roz², B. Allard², R. Gadiou^{1*}

¹ Institut de Science des Matériaux de Mulhouse, CNRS UMR 7361, 15 rue Jean Starcky
68057 Mulhouse cedex - France

² Carbone Savoie, 30,rue Louis Jouvét - BP16 - 69631 Vénissieux Cedex – France

(*email: roger.gadiou@uha.fr)

De nombreuses études ont mis en évidence l'importance des interactions charge-liant dans les performances des composites C/C utilisés comme électrode dans les procédés d'électrolyse (synthèse d'aluminium). L'objectif de cette étude était d'étudier ces interactions au niveau moléculaire par calorimétrie. Plusieurs matériaux utilisés comme charges ont été choisis (graphites, cokes, anthracite), ces matériaux ont été caractérisés en terme de chimie de surface, de texture et de structure. Des molécules modèles caractéristiques de celles trouvées dans les brais ont ensuite été utilisées : naphtalène, pyrène, diphenyl ether,.

L'étude des interactions est difficile car les solides ont une surface spécifique très faible (de l'ordre du m²/g), ce qui rend délicat une étude conventionnelle par mesure des isothermes d'adsorption. Nous avons donc choisi d'utiliser principalement la micro-calorimétrie sous flux dans laquelle un lit fixe traversé par un solvant (Heptane) est en régime stabilisé, une injection ponctuelle de la molécule sonde est réalisée et le signal calorimétrie correspondant à l'adsorption, puis le cas échéant à une désorption sont enregistrés. En plus de la mesure directe de l'énergie d'interaction, la forme du signal permet de caractériser la réversibilité de l'adsorption. L'accumulation d'injections permet d'étudier l'énergie d'interaction en fonction de la quantité adsorbée.

Nous avons ainsi pu mettre en évidence les différents types d'interactions en fonction des molécules sondes et des solides utilisés. Dans le cas du pyrène par exemple, le rôle de l'interaction des nuages électroniques π est essentiel et dépend de la structure du solide utilisé. Les différences d'interactions entre les cokes et les graphites sont aussi clairement mises en évidence.

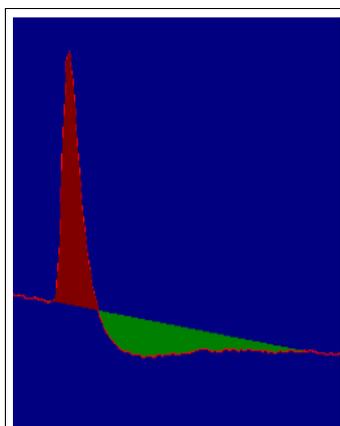


Fig 1: signal de calorimétrie sous flux

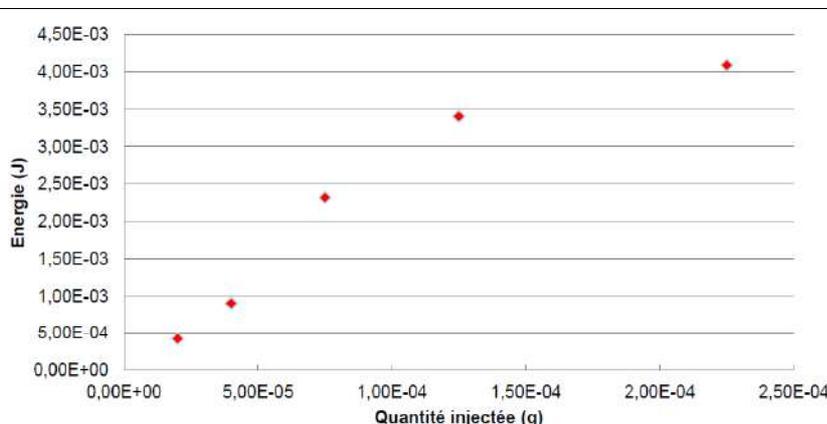


Fig 2: énergie cumulée après 5 injections successives de pyrène sur un coke de pétrole

Etude de dépôt de phosphates de calcium sur des tissus de fibres de carbone activées pour des applications biomédicales

Q. Picard^{1*}, L. Guichaoua¹, S. Delpeux¹, J. Chancelon¹, N. Rochet², F. Fayon³,
F. Warmont¹, S. Bonnamy^{1*}

¹ ICMN (ex-CRMD), CNRS / Université d'Orléans, 45071 Orléans Cedex 2, France,

² Institut de biologie Valrose INSERM/BIPOA, 6107 Nice Cedex 2, France,

³ CEMHTI, CNRS, 1D Avenue de la Recherche Scientifique, 45071 Orléans Cedex 2, France

(*email : sylvie.bonnamy@cnrs-orleans.fr)

L'os a la faculté de se renouveler et de se reconstruire. Les capacités de régénération sont cependant limitées et il s'avère que dans certaines circonstances un comblement osseux soit nécessaire pour obtenir une reconstruction complète du tissu osseux endommagé¹.

Les tissus de fibres de carbone activés sont bio-inertes, souples, conducteurs électriques et possèdent une architecture poreuse multi-échelles. Les caractéristiques du tissu combinées à un revêtement phosphocalcique bioactif vont permettre une ostéointégration de ce pansement qui va améliorer la régénération osseuse. Les objectifs du présent travail sont d'une part de déposer un revêtement de phosphates de calcium sur un tissu de fibres de carbone et d'étudier l'influence de paramètres expérimentaux sur la composition chimique, la texture, la structure et l'homogénéité du revêtement phosphocalcique et d'autre part, d'étudier les propriétés de biocompatibilité et de bioactivité du biomatériau hybride.

La sono-électrodéposition est une technique simple à mettre en œuvre et qui permet d'obtenir des dépôts contrôlés sur des substrats rugueux en solution aqueuse. Le procédé utilisé est une cellule à trois électrodes constituée d'un tissu de carbone, d'une contre-électrode et d'une électrode de référence plongées dans une solution aqueuse d'ions précurseurs Ca^{2+} et PO_4^{3-} . L'application d'un courant cathodique provoque l'électrolyse de l'eau et une augmentation locale du pH au niveau de l'électrode de travail. Les ions OH^- ainsi produits vont se combiner aux ions de l'électrolyte en un processus de co-précipitation à la surface des fibres de carbone. De plus, cette technique permet aussi d'élaborer des revêtements phosphocalciques biomimétiques incorporant des ions carbonates ou intégrant des ions d'intérêts biologiques tels que le strontium et le magnésium². La technique de pulvérisation « pyrosol »³ est développée en parallèle de la synthèse électrochimique afin de les comparer entre elles. Les dépôts ainsi que leurs interfaces sont caractérisés par IRTF, MEB, MET (diffraction électronique et EDX) ainsi que par RMN du ^1H et ^{31}P en rotation à l'angle magique. La biocompatibilité du matériau hybride est évaluée par culture *in vitro* d'ostéoblastes humains primaires (HOST).

Les dépôts sont polyphasés avec la présence d'une phase majoritaire d'aiguilles d'HAP carbonatée les fortes densités de courant ou de plaquettes de phosphate octocalcique (OCP) $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ pour les faibles densités de courant. Les tests préliminaires de culture *in vitro* d'HOST mettent en évidence la biocompatibilité des matériaux hybrides élaborés.

1. H.M. Han, S.V. Mikhailovsky, G.J. Phillips, A.W. Lloyd, *New Carbon Materials*, **22**, 121-125 (2007)
2. C. Drouet, M. Carayon, C. Combes, C. Rey, *Materials Science and Engineering C*, **28**, 1544-1550 (2008)
3. V. Jokanovic, D. Uskokovic, *Materials Transactions*, **46**, No. 2, 228-235 (2005)

Gaseous and particulate matter emissions from a domestic boiler fired by pellet-biofuels

Marzouk Lajili 1*, Mejdji Jeguirim 2, Zribi Marwa1, Lionel Limousy 2

1 UR EMIR 15 Avenue ibn Eljazzar IPEIM 5019 Monastir Tunisie.

2 Université de Haute Alsace, IS2M (Institut de Sciences des Matériaux de Mulhouse), 15 rue Jean Starcky 68057 cedex, Mulhouse, France

(*email: marzouk.lajili@ipeim.rnu.tn)

The main purpose of this present work is to study the combustion characteristics of a domestic boiler (12 KW) when fired with biofuels prepared by blending an industrial by-product (pine sawdust, PS) and an agro-industrial by-product (olive mill solid waste, OMSW).

Tunisia is classified as the second country (after Spain) in term of lands designated for olive trees and also as the fourth county in term of olive oil export. Indeed, Tunisia produces about 350,000-450,000 tons of solid wastes and 700,000-1,200,000 tons of olive mill wastewater (OMWW) [1]. In the literature, some previous studies have shown that wet biomass after a drying phase or semi-drying phase can be transformed to a biofuel showing some benefits such as the decreasing of CO₂ emissions [2]. Heschel et al. [3] have shown that the use of by-products characterized by low nitrogen content yields a significant decrease of NO_x emissions. 10 kg of each type of 4 different samples 100PS, 75PS/25OMSW, 50PS/50OMSW and 50PS/50EOMSW were pelletized and characterized based on ultimate and proximate analysis. Efficiency of combustion is determined by indirect method and then the efficiency of the boiler is calculated by the recovery water flue through the heat exchanger connected to the boiler. Gaseous emissions are analyzed using an appropriate Testo analyzer, whereas, PM emissions are assessed using the ELPI technique. The boiler and combustion efficiencies as well as gaseous emissions were determined and compared to EU normalization standards (EN 303-5). It was found that the main exhaust gases (CO, CO₂, C_xH_y and NO_x) are emitted in acceptable concentrations comparing to other biofuels in the literature. Analyze of solid ash falling under the grate using X-ray fluorescence technique shows that there is important unburned carbon ratio and this can may be attributed to the high ash content in the OMSW. In addition, 3 major oxides present in the ash of the produced pellets are respectively in descending order of magnitude CaO > K₂O > SiO₂.

The distribution of the percentage of PM versus their aerodynamic diameters shows that the maximum PM emissions for all samples are situated in the interval [0.1μm, 0.2μm]. Hence, these ultrafine PMs are known to be harmful for human health by altering the respiratory system [4]. It can be concluded that the boiler control through the primary and secondary air injections should be meticulously adapted to the different pellets properties. Additionally, both combustion efficiency and boiler efficiency results are encouraging for considerations of prepared agropellets as alternatives to woody biofuels.

1. H.J.Mellouli, R.Hartmann, D.Gabriel, W.M. Cornelis. *Soil and Tillage research*, 49, 85-91 (1998)
2. N. Kraiem, M. Jeguirim, L. Limousy, M. Lajili, S. Dorge, L. Michelin, R. Said, *Energy*, 78, 479-489 (2014).
3. W. Heschel, L. Rweyemamu, T. Scheibner, B. Meyer, *Fuel Process Technol.*, 61, 223-42 (1999)
4. J. Schwartz, D.W. Dockery, L.M. Neas, *JAPCA J Air Waste Manage.*; 46: 927-39 (1996)

Modèles moléculaires réalistes de kérogènes matures et immatures

Colin Bousige^{1,2}, Franz-Josef Ulm¹, Roland Pellenq^{1,2} and Benoît Coasne^{1,2,*}

¹ Department of Civil and Environmental Engineering, Massachusetts Institute of Technology, 77 Massachusetts Avenue, Cambridge MA 02139, USA

² <MSE>², UMI 3466 CNRS-MIT, 77 Massachusetts Avenue, Cambridge MA 02139, USA

(*email : coasne@mit.edu)

Les gaz et huiles de schistes constituent d'importantes réserves non conventionnelles d'hydrocarbures. Les schistes riches en matière organique sont des composites naturels qui consistent en un mélange de minéraux et d'un matériau carboné poreux et désordonné appelé kérogène. Malgré l'importance de ce dernier, le lien entre propriétés chimiques, morphologiques, vibrationnelles et mécaniques de ce système restent pour l'essentiel mal connues. Alors que l'impact environnemental de l'exploitation des schistes gazeux soulève de plus en plus d'inquiétudes et que la disponibilité à long terme de cette ressource reste largement incertaine, il existe un fort intérêt pour le développement de modèles moléculaires réalistes de kérogènes matures et immatures qui permettraient d'identifier des relations fonctionnelles entre diverses propriétés géochimiques comme la densité ou la composition, le transport, et les propriétés mécaniques.

Dans ces travaux, nous proposons une méthode hybride expérimentale-simulation¹ pour la reconstruction de modèles moléculaires réalistes de kérogènes², le but étant de retrouver les marqueurs de maturité généralement employés en ne considérant que des contraintes atomiques. Cette méthode permet de générer un jeu de modèles moléculaires de kérogènes de différentes densités capables de prédire des propriétés essentielles validées expérimentalement, telles la distribution de taille de pores, la densité d'états de phonons ou les propriétés élastiques. En outre, nous pouvons sonder la résistance et la fracture de nos modèles soumis à diverses contraintes. Grâce à nos modèles, nous montrons que la maturation des kérogènes – qui se manifeste en l'augmentation du ratio des hybridations sp^2/sp^3 – entraîne une transition d'un comportement plastique vers un comportement fragile. Cette transition affecte la « frackabilité » des schistes gazeux, et par conséquent le recouvrement de hydrocarbures, ce qui illustre l'intérêt de l'emploi de modèles moléculaires dans une stratégie « bottom-up » pour une exploitation durable de cette ressource.

1. C. Bousige *et al.*, *J. Chem. Phys.* **142**, 114112 (2015)

2. C. Bousige *et al.*, soumis

Décontamination de déchets de graphite nucléaire par carboxy-gazéification et conséquences sur les scénarios de gestion à long terme

Justin PAGEOT^{1,2*}, Jean-Noël ROUZAUD², Lionel GOSMAIN¹, Damien DELDICQUE²,
Anne DUHART-BARONE³, Jérôme COMTE³

¹CEA Saclay, 91191, Gif-sur-Yvette, France

²Laboratoire de Géologie de l'ENS, UMR CNRS 8538, 75231, Paris, France

³CEA Cadarache, 13115, Saint-Paul-lès-Durance, France

(*[email : justin.pageot@cea.fr](mailto:justin.pageot@cea.fr))

Le démantèlement des réacteurs Uranium Naturel Graphite Gaz (UNGG), tous arrêtés depuis 1994, génèrera 23 000 tonnes de déchets de graphite de Faible Activité et Vie Longue (FAVL), contenant notamment du ¹⁴C. Le but de ce travail a été d'étudier un procédé original d'extraction sélective de ce radionucléide par carboxy-gazéification. Ce sujet de thèse Andra a été cofinancé et réalisé avec le CEA, le CNRS, EDF et l'ENS.

L'organisation multi-échelle des graphites vierge et irradié a été étudiée par un couplage entre microspectrométrie Raman et microscopie électronique à transmission. Avec la fluence neutronique, la structure se dégrade et la nanostructure peut être fortement modifiée. Dans les cas extrêmes, la nanostructure lamellaire du graphite nucléaire est devenue nanoporeuse. Cette observation importante n'avait pas été constatée avant cette étude. En outre, la distribution de ces dégâts est systématiquement hétérogène. Un effet d'orientation des « cristallites », mis en évidence expérimentalement par implantation ionique, pourrait être une cause de ces hétérogénéités. Cette étude a également montré qu'à partir d'une certaine fluence, l'apparition importante de zones nanoporeuses coïncide avec une augmentation spectaculaire de la concentration en ¹⁴C. Ce radionucléide pourrait donc être préférentiellement concentré dans ces zones nanoporeuses qui sont potentiellement plus réactives que les zones restées lamellaires et *a priori* moins riches en ¹⁴C. Ce dernier pourrait donc être extrait par un carboxy-gazéification sélective des zones les plus dégradées [1].

Ce procédé de carboxy-gazéification a tout d'abord été testé sur des matériaux « analogues » non radioactifs (graphites broyés mécaniquement). Ces essais ont confirmé, pour des températures entre 950 et 1000 °C, l'élimination sélective et complète des zones nanoporeuses [2]. Des tests ont alors été réalisés sur des déchets de graphite provenant des réacteurs UNGG Saint-Laurent-des-Eaux A2 et G2. Les résultats sont prometteurs avec notamment un quart du ¹⁴C extrait pour seulement quelques pourcents de perte de masse. Jusqu'à 68 % du ¹⁴C a pu être extrait, mais au prix d'une gazéification plus importante. Ce traitement permet donc d'extraire sélectivement une part du ¹⁴C le plus « mobile » et/ou lié aux zones nanoporeuses et ce avec une faible consommation du déchet. Le ¹⁴C restant étant durablement confiné au sein des cycles poly-aromatiques, de nouvelles perspectives de gestion deviennent possibles pour ces déchets de graphite.

1. J.N. Rouzaud, M.R. Ammar, L. Gosmain et al., "A new way to decontaminate nuclear graphite wastes", *World Conference Carbon, Shanghai*, July 24-29 (2011).
2. J. Pageot, J.N. Rouzaud, M. Ali Ahmad et al., "Milled graphite as a pertinent analogue of French UNGG reactor graphite waste for a CO₂ gasification-based treatment", *Carbon*, **volume 86**, pages 174-187 (2015).

Eponges de carbone pour la dépollution par absorption de solvants et d'hydrocarbures

A. Stolz^{*,1,2}, L. Reinert¹, S. Le Floch², S. Ramos-Canut², P. Chaudet³, D. Baillis-Doermann³, L. Duclaux¹, A. San-Miguel²

¹ Laboratoire de Chimie Moléculaire et Environnement, Univ. Savoie Mont-Blanc, F-73000, Chambéry, France.

² Institut Lumière Matière UMR5306, Univ. Claude Bernard Lyon 1 et CNRS, 69622 Villeurbanne, France.

³ Laboratoire de Mécanique de Contacts et des Structures UMR5259, INSA, 69621 Villeurbanne, France.

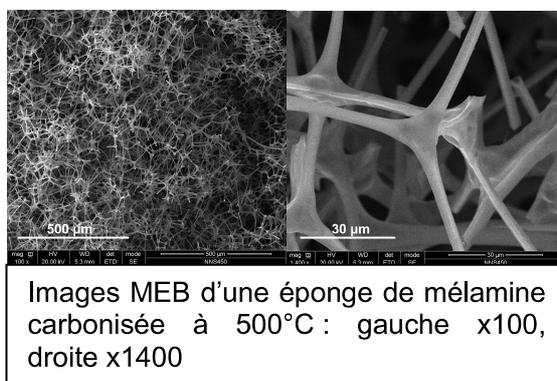
(*email: aude.stolz@univ-lyon1.fr)

Pour remédier aux pollutions des cours d'eau ou des océans par des huiles lourdes ou du pétrole, l'utilisation d'absorbants semble être une technique efficace mais elle nécessite la récupération et le stockage des absorbants en décharge ou leur incinération. Notre objectif est d'élaborer un matériau de type éponge capable d'absorber de façon sélective des polluants (pétrole ou huiles lourdes mélangés à des solutions aqueuses) grâce à ses caractéristiques hydrophobes ; réutilisable de façon continue et permettant la récupération du polluant par simple compression, grâce à des propriétés mécaniques d'élasticité.

D'après la littérature, les éponges commerciales en mélamine montrent de nombreux avantages pour lutter contre la pollution en jouant sur la carbonisation du matériau^{1,2,3} et/ou le dépôt de polymère hydrophobe^{4,5}. Dans notre projet, nous avons décidé d'étudier les propriétés physico-chimiques des éponges en mélamine après traitement thermique de pyrolyse (300-800°C sous flux de N₂) pour obtenir des absorbants utilisables en dépollution (hydrocarbures, huiles et solvants organiques).

Les éponges en mélamine brutes et pyrolysées ont été caractérisées par de nombreuses techniques : spectroscopie infra-rouge et Raman, analyse thermogravimétrique, analyses élémentaires et spectrométrie photoélectronique X, mesure de la surface spécifique, observation par microscopie électronique à balayage, mesure des angles de contact (caractère hydrophile/hydrophobe), mesure du comportement mécanique d'élasticité sous compression, et, mesure d'absorption de pétrole, d'huile de tournesol et de solvants organiques. Ceci nous a permis de déterminer les effets du traitement thermique sur la chimie et la structure de notre matériau.

Parmi les matériaux pyrolysés, nous avons obtenu des éponges de carbone hydrophobes, capables d'absorber différents polluants. Néanmoins, celles-ci ont perdu leur propriété d'élasticité sous forte compression ou après absorption d'un polluant, ce qui ne permet pas de répondre au critère de recyclabilité souhaité.



1. M. Kodama et al, *Carbon*, **45**, 1105-1136, (2007).
2. S. Chen et al, *Energy Environ. Sci.*, **6**, 2435-2439, (2013).
3. Y. Yang et al, *J. Mater. Chem. A*, **2**, 9994-9999, (2014).
4. V. Hung Pham and James H. Dickerson, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **6**, 14181-14188, (2014).
5. D. Dung Nguyen et al, *Energy Environ. Sci.*, **5**, 7908-7912, (2012).

Green² Multifunctional Composites of Natural Rubber and Nanocarbon from Food Waste

Katerina Kampioti^{a,b}, Carolina Ferreira de Matos^c, Kai Huang^{a,b}, Dale Pennington^{d,e}, Jerome Joaug^{d,e}, Catharina Paukner^e, Christèle Jaillet-Bartholome^{a,b}, Alain Derré^{a,b}, Fernando Galembeck^f, Aldo José Gorgatti Zarbin^c, Alain Pénicaud^{a,b}

^a Centre de Recherche Paul Pascal-CNRS, Bordeaux, France, ^b University of Bordeaux, France, ^c Federal university of Parana, Brazil, ^d GasPlas, Oslo, Norway, ^e Cambridge Nanosystems, Cambridge, United Kingdom, ^f University of Campinas, Brazil

(*email: kampioti@crpp-bordeaux.cnrs.fr)

The European Parliament considers that food waste is wasteful of resources. However, food waste can be transformed into high value nanocarbon and renewable hydrogen through energy efficient transformation of methane resulting from decomposition of food waste.¹ After **purification, well defined, high concentration aqueous dispersions of nanocarbon, calibrated in size were obtained and characterized.**⁴

Multifunctional nanocomposites with natural rubber latex (NR) were prepared by an environmentally friendly route that some of us have developed with carbon nanotubes and graphene species.^{2;3} NR is a natural polymer composed mainly of poly (cis-1,4-isoprene). It is currently used in over 50.000 products and is a strategic material which cannot be replaced by synthetic rubbers for a variety of applications. The preparation of NR nanocomposites with nanocarbon aims to **combine synergistically the properties of the two materials**, thereby extending these application possibilities. We will report on these homogeneous nanocomposites and their thermal, mechanical and chemical properties. The obtained multifunctional materials exhibit promising characteristics with potential for applications in a large number of systems.

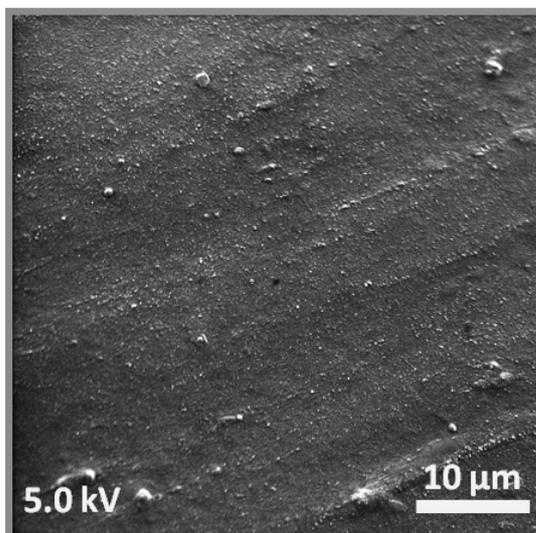


Figure 1: SEM image of the nanocomposite NR/5 wt% nanocarbon

1. European community funded FP7 project PLASCARB. <http://www.plascarb.eu/>
2. Carolina F. Matos, Fernando Galembeck, Aldo J.G. Zarbin, Carbon **50** (2012), 4685-4695
3. Carolina F. Matos, Fernando Galembeck, Aldo J.G. Zarbin, Carbon **78** (2014), 469-479
4. K. Huang, K.Kampioti, D. Pennington, J. Joaug, C. Paukner, C. Jaillet-Bartholome, A. Derré, A. Pénicaud, Carbon 2015, abstract

Polystyrène-greffé-fullerène C₆₀ : « Extrudabilité » et applicabilité en couches actives à hétérojonction D/A de cellule solaire PhotoVoltaïque

Ali Nourdine*, Lara Perrin, Nicole Albérola, Lionel Flandin

LEPMI, Université de Savoie, F-73000, Chambéry, France

(*email : ali.nourdine@univ-savoie.fr)

La morphologie de la couche active et l'organisation des deux matériaux donneur (D) et accepteur (A) utilisés impactent les performances des cellules solaires photovoltaïques organiques. Leur optimisation implique un accroissement de la surface de l'interface D/A et la maîtrise de la taille des domaines (taille optimale est de 10-20nm¹). La nouvelle approche proposée consiste à élaborer des couches actives à hétérojonctions D/A contrôlées au moyen d'un procédé original sans solvant: l'extrusion. Sous des conditions d'extrusion optimales appropriées² et grâce à leurs propriétés de surface³, deux matériaux polymères immiscibles peuvent être mélangés mécaniquement et dispersés d'une manière optimisée à haute température avec des tailles de domaines contrôlées⁴. Selon des modèles théoriques proposées dans la littérature et validés par des études expérimentales impliquant des mélanges de polymères à l'état fondu, des phases continues avec des tailles contrôlées peuvent être obtenues pour des ratios de viscosités et de compositions volumiques égaux⁵. Pour l'obtention d'une morphologie à chemins D et A continus et contrôlés, indispensable pour le bon fonctionnement de la couche active (**fig.1**), les viscosités des deux polymères D et A devraient être similaires. Ainsi, le choix des deux polymères D et A a été guidé par leurs propriétés fonctionnelles et leurs propriétés de mise en œuvre par extrusion. Un poly(3-octylthiophène) (P3OT) commercial a été choisi comme polymère D et le polystyrène greffé par un taux optimal⁶ en fullerène C₆₀, PSNC₆₀MS comme polymère A. Ce dernier a été synthétisé⁷ (**fig.2**) afin de combiner les propriétés photovoltaïques du fullerène C₆₀ et les propriétés de mise en œuvre par extrusion du polystyrène. Ce travail a permis de développer deux polymères D et A «extrudables» pour une production à grande échelle de cellules solaires organiques par un procédé sans solvant et respectueux de l'environnement, tout en améliorant la structuration de la couche active et sa stabilité morphologique à la recherche d'une amélioration des performances PV actuelles.

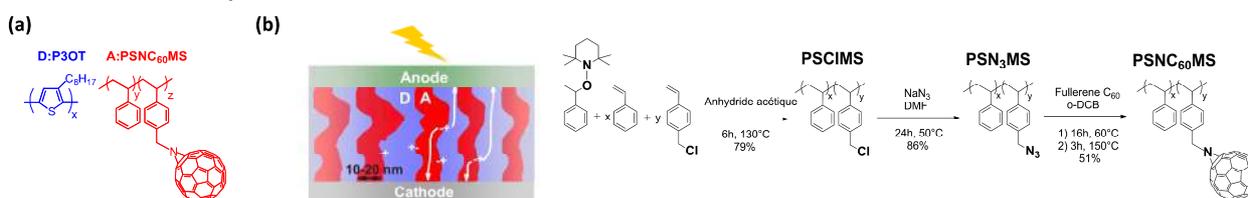


Fig. 1 (a) Structures chimiques des polymères D:P3OT et A:PSNC₆₀MS
(b) La nano-structuration de la couche active envisagée par le procédé d'extrusion

Fig. 2 Voie de synthèse du polystyrène greffé par le fullerène C₆₀⁷

¹ J. E. Slota, X. He, and W. T. S. Huck, *Nano Today*, **5**, pp. 231-242 (2010).

² R. Potluri, D. Todd, and C. Gogos, *Advances in Polymer Technology*, **25**, pp. 81-89 (2006).

³ R. C. Willemsse, *Polymer*, **40**, pp. 2175-2178 (1999).

⁴ C. D. Han, J. Sun, H.-k. Chuang, and J. K. Lee, " *Polymer Engineering & Science*, **38**, pp. 1154-1166 (1998).

⁵ I. S. Miles, and A. Zurek, *Polymer Engineering & Science*, **28**, pp. 796-805 (1988).

⁶ L. Perrin, A. Nourdine, E. Planes, C. Carrot, N. Alberola, and L. Flandin, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, **51**, pp. 291-302 (2013).

⁷ A. Nourdine, L. Perrin, R. de Bettignies, S. Guillerez, L. Flandin, and N. Alberola, *Polymer*, **52**, pp. 6066-6073 (2011).

Composites polyamide-nanotubes de carbone : amélioration des propriétés de transport sous l'effet de la pression

F. Balima^{a,b}, S. Le Floch^a, T.F.T. Cerqueira^{a,c}, Ch. Adessi^a, R. Arenal^d, N. Blanchard^a, A. Brulet^e, M.A.L. Marques^{a,c}, A. San-Miguel^a

^a Institut Lumière Matière UMR5306, Univ. Claude Bernard Lyon 1 et CNRS, 69622 Villeurbanne, France.

^b Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux, UPR9048 CNRS, Pessac, France.

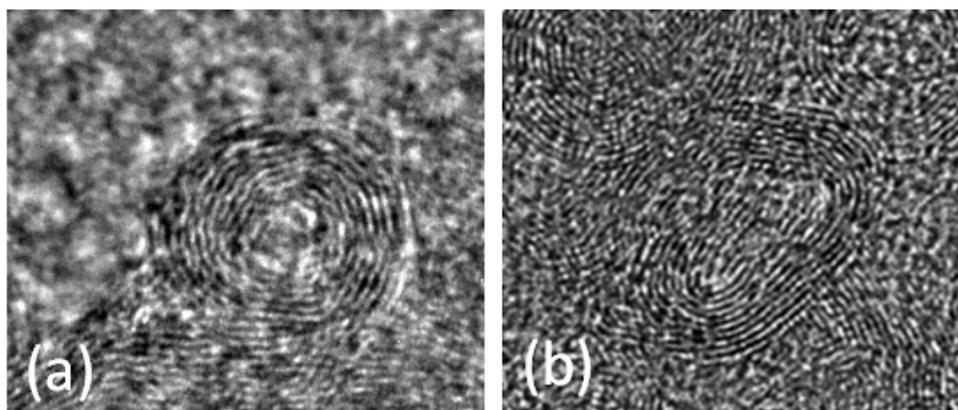
^c Institut für Physik, Martin-Luther-Universität, Halle, Allemagne

^d Lab. de Microscopias Avanzadas (LMA) – Inst. de Nanociencia de Aragon, U. Zaragoza, Espagne.

^e Laboratoire Léon Brillouin, UMR12 CEA-CNRS, CEA-Saclay, Gif-sur-Yvette, France

(*email: alfonso.san-miguel@univ-lyon1.fr)

Nous avons étudié l'évolution sous pression de la conductivité électrique et de la structure de composites à matrice polymère thermoplastique (Polyamide 12, $(C_{12}H_{23}ON)_n$) chargés avec des nanotubes de carbone multiparois. Les échantillons, avec des concentrations de nanotubes de carbone bien au-delà du seuil de percolation, ont été soumis à des cycles de pression avec des pressions maximales comprises entre 1 et 5 GPa. Nous avons mesuré l'évolution in situ de la résistivité électrique des composites dans un dispositif de type presse-belt. Nous avons observé une diminution notable de la résistivité pour l'ensemble des échantillons, qui présentent une réduction irréversible de la résistivité après un cycle de pression. Les échantillons ont été également caractérisés par spectroscopie Raman, MEB, MET haute résolution et SANS avant et après le cycle de pression. Les images de microscopie électronique à haute résolution des échantillons montrent une modification des sections radiales des nanotubes multiparois après le cycle de pression. La Figure montre un exemple typique de modification de cette section radiale pour un nanotube dans le composite avant le cycle de pression (a) et après un cycle de pression allant jusqu'à 5 GPa (b). Afin d'évaluer le rôle potentiel d'une évolution de cette section transverse du nanotube au cours de la compression, nous avons réalisé des calculs *ab initio* sur l'effet de l'effondrement radial sur le transport électronique des nanotubes de carbone. La combinaison des mesures et des calculs nous permet de dresser un modèle explicatif et le potentiel des traitements compressifs dans l'amélioration des propriétés de transport électronique dans ces composites.



Remerciements : Les auteurs sont reconnaissants à la société Arkema qui a contribué à la préparation des échantillons ainsi que à l'ANR qui a financé ces recherches à travers le projet ANR-2011-NANO-025.

Nanocomposites PVP-nanocharges carbonées : de l'hydrophilie à la superhydrophobicité

Jinlong Zha¹, Nicolas Batisse¹, Wei Zhang², Hongzhe Tang², Daniel Claves¹, Marc Dubois^{1,*}

¹ Clermont université - Institut de Chimie de Clermont-Ferrand (UMR 6296)
24 Av. des Landais, BP 80026, 63171 Aubière Cedex, France

² Université de Beihang, Ecole Centrale de Pékin
37# Xueyuan Road, 100191 Beijing, Chine

(*email: marc.dubois@univ-bpclermont.fr)

La technique dite d' « electrospinning » est pressentie comme l'une des approches les plus prometteuses pour la production à grande échelle de fibres continues aux caractéristiques constantes. La méthode consiste à étirer un polymère, initialement en solution, sous forme de fil par le biais d'un champ électrique intense. Un dépôt aléatoire sur un collecteur produit une fine membrane intissée. De tels réseaux de micro ou nanofibres s'avèrent très poreux, avec une excellente interconnectivité. Ces caractéristiques, associées aux fonctionnalités intrinsèques du polymère et éventuellement à celles d'une charge à y inclure, permettent d'envisager leur utilisation pour des applications avancées (domaine biomédical, stockage de l'énergie, revêtements, filtration, supports catalytiques...)

Nous avons exploré la fabrication, par la technique d'électrospinning, de nanocomposites à matrice polyvinylpyrrolidone (PVP) chargées de nanoparticules carbonées traitées chimiquement, en vue de l'obtention de revêtements membranaires à propriétés hydrophobes destinés au traitement de surface. Une première étape a consisté à mettre au point une méthode d'inclusion à différents taux d'une charge carbonée (, nano-sphères/tubes/fibres/disques) au sein de microfibrilles de PVP (fig. 1), afin d'en renforcer la tenue mécanique. A ce stade, la matrice polymère est fortement hydrophile et la morphologie fibreuse rapidement perdue au contact de solvants. En second lieu, nous avons procédé à la fluoruration de la charge carbonée à inclure, afin d'induire, outre la résistance mécanique, la propriété initialement souhaitée, la liaison C-F étant connue pour son caractère robuste et hydrophobe. La mouillabilité de la charge par la matrice ne semble que peu affectée par le traitement de fluoruration subi. Enfin, une ultime étape a consisté à fluorer directement la membrane fibreuse PVP + charge. Certains des composites ainsi obtenus présentent une morphologie bien particulière ainsi que des valeurs d'angle de contact avec l'eau supérieures à 140°. La conversion du caractère hydrophile à hydrophobe est atteinte grâce à la fluoruration du PVP associée à une morphologie à deux échelles résultant de l'electrospinning et de l'émergence des nanocharges.

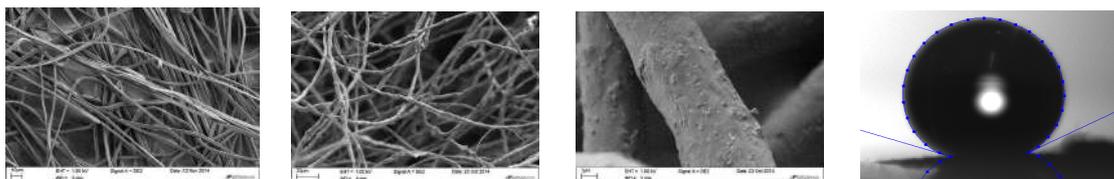


Fig. 1. De gauche à droite : clichés en MEB de i) fibres PVP obtenues par electrospinning ii) composites PVP-nanofibres de carbone iii) composites PVP-nanosphères de carbone fluorées iv) Angle de contact de 158° de l'eau sur membrane composite refluorée : PVP-nanofibres de carbone fluorées

Adsorption de micropolluants sur tissus et feutres de carbone activé

Sylvain Masson^{*1}, Laurence Reinert¹, Sylvie Guittonneau¹, Laurent Duclaux¹, Cyril Vaulot², Roger Gadiou²

¹ Laboratoire de Chimie Moléculaire et Environnement, Université Savoie Mont Blanc, F-73000 Chambéry, France

² Institut de Science des Matériaux de Mulhouse, CNRS UMR 736, 15 rue Jean Starcky, BP 2488, Mulhouse Cedex, 68057, France

(*email : sylvain.masson@univ-savoie.fr)

Un moyen efficace d'élimination des micropolluants relargués en sortie des stations d'épuration est l'adsorption par des carbones activés. Les mécanismes d'adsorption n'étant encore que partiellement connus, nos études ont porté sur la compréhension des phénomènes d'adsorption des micropolluants sur des tissus et feutres de carbone activé.

Neuf molécules ont été étudiées dont des médicaments : la carbamazépine (CBZ), le diclofénac (DFN), l'ibuprofène (IBP) et l'ofloxacine (OFX), un produit anticorrosion : le benzotriazole (BZT), un perturbateur endocrinien : le bisphénol-A (BPA), deux herbicides : le mecoprop (MCP) et le pentachlorophénol (PCP) ainsi qu'une molécule utilisée comme indicateur de pollution des eaux usées : la caféine (CAF). Les adsorbants ultramicroporeux (tissu KIP1200 et feutre CSV4 fournis par Dacarb, France) ont été caractérisés par adsorption de gaz (N₂ à 77K et CO₂ à 273K), titrages acido-basiques (méthode de Boehm) ; leurs pH_{pzc} (point isoélectrique) ont été mesurés. Les isothermes d'adsorption ont été étudiées à 13°C, 25°C et 40°C à pH=7,4 dans un tampon phosphate Na₂HPO₄/KH₂PO₄ (à 0,04mol.L⁻¹) pour le tissu et pour le feutre. La concentration résiduelle en micropolluant a été analysée par spectrophotométrie UV-Visible et chromatographie (HPLC). L'enthalpie d'adsorption de sept molécules sur le tissu de carbone activé a été déterminée par calorimétrie à flux aux faibles concentrations (< 1 ppm). Des injections successives de micropolluants ont été réalisées tout en mesurant la variation d'enthalpie de l'adsorption ainsi que la quantité adsorbée sur le carbone.

Les paramètres thermodynamiques (enthalpie d'adsorption et enthalpie libre) isostériques calculés à saturation à partir des isothermes ont été corrélés aux propriétés physico-chimiques des molécules. Le phénomène d'adsorption est exothermique (de -20 à -200 kJ.mol⁻¹) sauf pour l'anion PCP où l'adsorption athermique mesurée pourrait indiquer une prédominance d'interaction anion- π contrôlée par un phénomène entropique important¹. Malgré une adsorption exothermique observée par calorimétrie, les isothermes des molécules BPA, DFN et OFX révèlent des taux de recouvrement plus élevés pour de fortes températures (40°C). Pour expliquer ce phénomène, une hypothèse concernant la stabilité de certains conformères est avancée². Des calculs de mécanique quantique ainsi que des simulations par COSMO-RS ont ainsi été réalisés. Les résultats tendent à montrer une augmentation de la population de conformères plans avec la température qui induirait une augmentation de la quantité adsorbée par élévation de la température.

1. P. Arranz-Mascarós et al., *J. Am. Chem. Soc.*, (2013).

2. M. Al Bahri et al., *Chem. Eng. J.*, vol. 198–199, pp. 346–354, (2012).

Conception d'une colonne à partir des données d'adsorption en procédé batch du bleu de méthylène par du charbon actif issu des noyaux d'olive

Benzekri Benallou Mokhtar¹, Benderdouche Nouredine^{2*}, Bestani Benaouda

Laboratoire Structure, Elaboration et Application des Matériaux Moléculaires (SEA2M), Université de Mostaganem, 27000, Mostaganem, Algérie

(*email : benderdouchen@yahoo.fr)

Dans ce travail, les essais d'adsorption effectués en régime discontinu ont montré que le modèle de Freundlich décrit correctement la fixation du bleu de méthylène sur charbon actif granulé issu des noyaux d'olive pour deux domaines de diamètres différents avec un coefficient de détermination de 0,93.

Le modèle de Weber (1972) a servi à la conception de la colonne en utilisant les données en procédé batch pour déterminer le temps de séjour la colonne, le volume d'eau utilisée avant la percée et la forme de la courbe d'épuisement de la colonne.

Pour les deux domaines de diamètre [0,5-1,6] et [1,0-3,0] mm, un temps de fonctionnement respectivement de 7,8 et 2,3 jours a été trouvé, ce qui souligne l'effet de la taille des grains sur l'efficacité de l'adsorption.

L'influence des paramètres tels que l'intensité d'adsorption, la hauteur de la colonne, le diamètre de la colonne, etc., sur le temps de fonctionnement de la colonne a été étudiée par simulation.

1. B. Bestani, N. Benderdouche, B. Benstaali, M. Belhakem, A. Addou, *Bioresource Technology*, **Volume 99**, pages 8841-8444 (2008).
2. M. Termoul, B. Bestani, N. Benderdouche, M. Belhakem, E. Naffrechoux, *Adsorption Science and Technology*, **Volume 24**, pages 375-387 (2006)

Carbon xerogel microspheres derived from flavonoid tannins

L.I. Grishechko^{1,2}, G. Amaral-Labat¹, A. Szczurek¹, V. Fierro¹,
B.N. Kuznetsov², A. Celzard^{1*}

¹ Institut Jean Lamour, UMR CNRS – Université de Lorraine n°7198, ENSTIB, 27 rue
Philippe Séguin, CS 60036, 88026 Epinal Cedex, France

² Institute of Chemistry and Chemical Technology, SB RAS, 50/24. Akademgorodok Street,
Krasnoyarsk 660036, Russia

(*email: alain.celzard@univ-lorraine.fr)

Carbon xerogel microspheres were prepared by emulsion polymerization of tannin-formaldehyde aqueous solutions in sunflower oil, followed by subcritical drying in room conditions and high temperature pyrolysis under nitrogen atmosphere. Experimental parameters such as stirring speed and concentration of surfactant in the emulsion polymerization process have been investigated. The results show that the size of carbon microspheres obviously depend on these parameters. Carbon microspheres with diameters ranging from about 5 to 600 μm could be obtained (Figure 1). Physicochemical properties of the carbon microspheres were studied by scanning electron microscope, thermogravimetric analysis, pycnometry and low-temperature nitrogen and CO_2 adsorption. The tannin-based carbon microspheres have a bulk density of 0.56-0.98 g/cm^3 and porosity of 50-75 %, and specific surface up to 657 m^2/g .

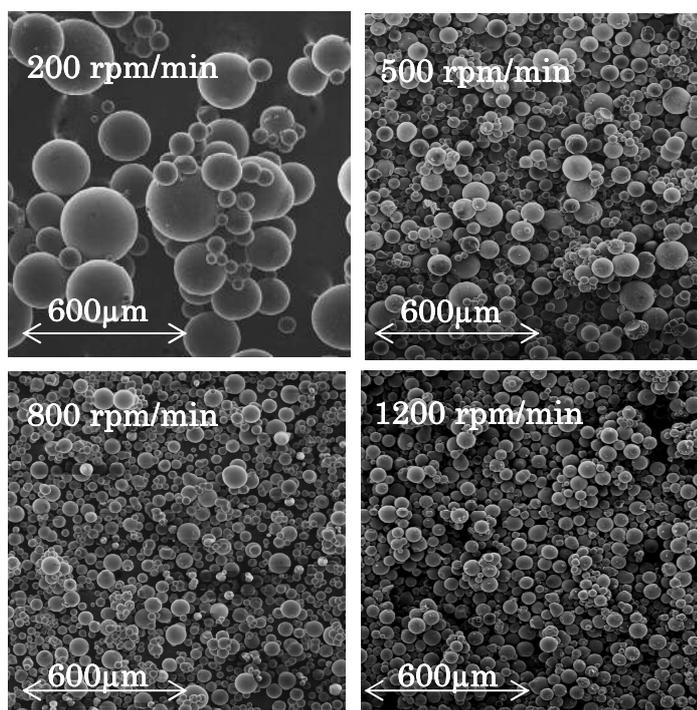


Figure1. SEM micrographs of tannin-based carbon microspheres prepared at different stirring speeds

Gazéification au CO₂ de carbones issus de biomasse : Influence de la texture, la structure, et la chimie de surface

Zeineb Bouraoui¹, Mejdj Jeguirim¹, Chamseddine Guizani²,
Lionel Limousy¹, Capucine Dupont², Roger Gadiou^{1*}

¹ IS2M, UMR 7361 CNRS, 15, rue Jean Starcky, Mulhouse, France.

² CEA-LITEN, Laboratoire des Technologies de la Biomasse, 17 rue des Martyrs, Grenoble, France

(*email: roger.gadiou@uha.fr)

La cinétique de réaction du résidu carboné est l'étape limitante dans les procédés de gazéification de la biomasse. La réactivité de ces solides est mal connue principalement à cause de leur forte variabilité en terme de structure, de composition et de texture. L'objectif de cette étude était d'étudier l'influence de certains hétéro-éléments présents dans la biomasse sur la réactivité au CO₂ des biochars. Nous nous sommes focalisés sur les alcalins pour leur activité catalytique, et sur le silicium qui semble avoir un effet inhibiteur dans certains cas¹.

Pour cela, des biochars ont été préparés par pyrolyse à 800°C sous argon à partir de six biomasses différentes. Des échantillons modèles ont été obtenus par imprégnation d'un biochar de hêtre pour obtenir un dopage contrôlé en potassium et en silicium. Ces échantillons ont été caractérisés en terme de texture, de morphologie, de structure et de propriétés chimiques. La dispersion des hétéro-éléments a été étudiée par MEB-EDX.

La réactivité sous CO₂ de ces matériaux carbonés a ensuite été étudiée en thermogravimétrie. Les résultats montrent qu'à faible taux de conversion, l'effet catalytique du potassium est prépondérant. Quand le taux de conversion augmente, la réactivité augmente pour les échantillons ayant un ratio atomique K/Si élevé. Les mesures réalisées sur les échantillons imprégnés ont permis de corréliser la réactivité avec les teneurs en potassium et en silicium pour un matériau donné.

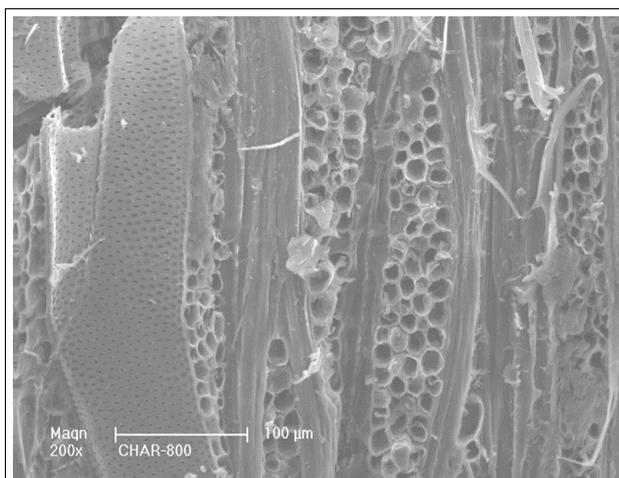


Fig 1: image MEB d'un biochar issu de hêtre

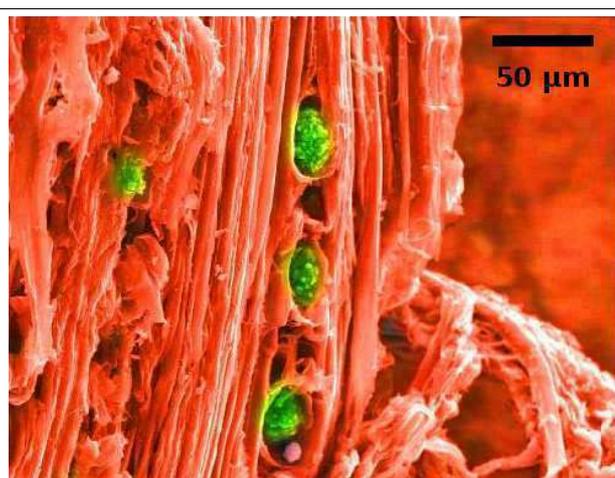


Fig 2: inclusions de Si dans le biochar de hêtre

1. C. Dupont, T. Nocquet, J.A. Da Costa Jr., C. Verne-Tournon, Kinetic modelling of steam gasification of various woody biomass chars: Influence of inorganic elements, *Bioresource Technology*. 102 (2011) 9743–9748

Optimisation de l'élaboration de charbons actifs à partir d'écorce de jujubier et de noyaux de jujube

Lamya BOUZIANE^{1*}, Benoît CAGNON², Alain PINEAU², Fadhel ISMAIL³

¹Univ Ouargla, Fac. des sciences appliquées, Dépt. de Génie civil et Hydraulique, 30000, Ouargla, Algeria

(*email: bouzianelamya@yahoo.fr)

La valorisation de résidus et déchets issus de l'agriculture est une activité de recherche très importante dans de nombreux pays pour la protection de l'environnement. Les matériaux lignocellulosiques constituent ainsi la matière première la plus abondante dans le cadre de l'élaboration de charbons actifs utilisés pour l'adsorption de nombreuses molécules (métaux, micropolluants organiques...)[1-2]. Les propriétés microporeuses des charbons actifs dépendent à la fois de la nature et de la structure du précurseur mais également des conditions expérimentales des étapes de carbonisation et d'activation (qu'elle soit physique, chimique ou physique et chimique)[3-4]. Le but de cette étude porte sur l'élaboration de charbons actifs par activation chimique à partir d'écorce de jujubier et de noyaux de jujube provenant de la région d'Annaba (Algérie) et de leur caractérisation (propriétés texturales et chimiques) dans le but de les tester pour l'élimination de métaux lourds présents en solution aqueuse. Les charbons actifs ont été élaborés avec deux agents activants (HNO₃, NaOH) et par différentes méthodes d'activation chimique

- Une imprégnation suivie d'un traitement thermique
- Un traitement thermique suivi d'une activation chimique.
- Un traitement thermique suivi d'une imprégnation.

La planification des expériences d'activation des charbons actifs a été effectuée par la méthodologie des plans d'expériences. Les conditions de préparation étaient modifiées à chaque expérience afin de trouver les conditions optimales qui donnent un charbon actif avec une grande surface spécifique et une structure poreuse homogène.

Les matières premières, les carbonisats et les charbons actifs ont été caractérisés par IRTF, par analyses thermogravimétriques (ATG-ATD), analyses élémentaires (détermination du % massique en C, H, N, S et O), isothermes d'azote à 77 K.

L'ensemble de ces résultats seront discutés dans le cadre de cette présentation.

1. M.A. Yahya, Z. Al-Qodah, C.W.Z. Ngah, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, **46**, 218–235 (2015).
2. B. Cagnon, X. Py, A. Guillot, F. Stoeckli, G. Chambat, *Bioresource Technology*, **100**, 292–298 (2009).
3. N. Isoda, R. Rodrigues, A. Silva, M. Gonçalves, D. Mandelli, F. Camargo A. Figueiredo, W. A. Carvalho, *Powder Technology*, **256**, 175–181(2014).
4. P.G. González, Y.B. Pliego-Cuervo, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, **99**, 32–39 (2013).

Suivi par spectroscopie Raman *in situ* de la formation de carbone par la réaction de Boudouard sous gaz CO et CO+ H₂

Nicolas BOST*, Aurélien CANIZARES, Nicole RAIMBOUX, Philippe MELIN, Mohamed-Ramzi AMMAR, Patrick SIMON, Jacques POIRIER

CNRS, CEMHTI UPR3079, Univ. Orléans, F-45071 Orléans, France

(*email: nicolas.bost@cnrs-orleans.fr)

Les nouvelles techniques industrielles utilisent de plus en plus souvent dans leurs processus des gaz réducteurs de type syngas (mélange CO+H₂). Ces gaz sont intéressants d'un point de vue énergétique mais aussi doivent être recyclés afin de limiter la pollution de l'atmosphère. Il est connu depuis longtemps que la présence de monoxyde de carbone, catalysée par le fer et les oxydes de fer et augmentée par la présence d'hydrogène, provoque un dépôt de carbone solide [1]. Ce dépôt est souvent important et néfaste pour les installations (bouchage, fissuration et éclatements des matériaux de parois des réacteurs, ...).

Dans cette étude nous avons cherché à reproduire le dépôt de carbone par la réaction inverse de Boudouard [2]: $2 \text{CO} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{C}_{(\text{solide})}$, à une température entre 500 et 600°C, et sous atmosphère contrôlée de 100% CO (cas 1) et 10% H₂ - 90% CO (cas 2) avec un suivi Raman *in situ*. Cette série d'expériences a nécessité d'associer à un four de type Linkam, un système de circulation de fluides résistant à des gaz réactifs et à risque tels que l'hydrogène et le monoxyde de carbone. Le dépôt de carbone est facilement mis en évidence par la technique Raman, ce qui la rend adaptée pour réaliser des suivis cinétiques. Sept échantillons de Fe_xO_y (où 0<x<3 et 0<y<4), et de plusieurs tailles variées ont été étudiés pour mettre en évidence une modification de la morphologie, de la qualité et de la quantité de carbone déposé au cours du temps. Des expériences de 30 minutes permettent de confirmer la rapide réaction de dépôt de carbone. Par exemple, celui-ci est bien visible lorsque le substrat est le fer métal (Figure 1). Dans cet exemple le carbone déposé montre uniquement un pic G, moyennement large, et aucun pic D ce qui semble suggérer la croissance de cristallites de carbone de grande taille avec un nombre de défauts (du type de ceux induisant la bande D) très faible. Dans ce travail original, nous mettons en évidence l'évolution du carbone par l'intermédiaire de son spectre Raman en fonction du gaz injecté et des catalyseurs en présence.

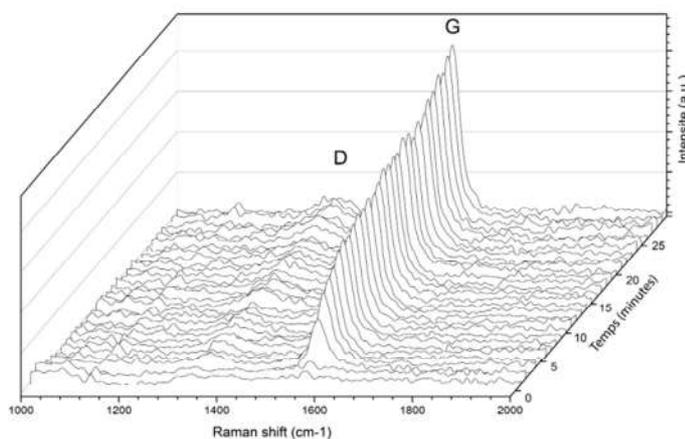


Figure 1 : Suivi du dépôt de carbone sur un catalyseur de fer de 0 à 30 minutes à 600°C sous atmosphère de 100% CO. ($\lambda = 514,5 \text{ nm}$; $P_{\text{Las}} \approx 2$

mW, 60 sec/spectre).

1. E.T. Turkdogan, J.V. Vinters, *Metall. Trans.*, **5**, 11–19 (1974).
2. O. Boudouard, *Rev. Phys. Chim. leurs Appl. Ind.*, **25**, 385–400 (1901).

Suivi *In situ* par spectroscopie Raman de la croissance et de la fonctionnalisation par plasma de Nanotubes de carbone (NTC)

T. Labbaye^{1*}, J.Simonneau¹, T. Lecas¹, E. Kovacevic¹, Ch. Boulmer-Leborgne¹, M. R. Ammar², A. Canizarès², N. Raimboux², G. Guimbretière², F.Dosseul⁴, P. Simon²

⁽¹⁾ GREMI, Université d'Orléans-CNRS, BP6744, 45067 Orléans cedex 2, France

⁽²⁾ CNRS, CEMHTI UPR 3079, 45071 Orléans Cedex 2, France

⁽³⁾ CNRS, LMR, 37000 Tours France

⁽⁴⁾ CNRS, ST Microelectronic, 3700 Tours France

(*email : thibault.labbaye@univ-orleans.fr)

Les NTC représentent une partie importante des carbone sp^2 permettant de nombreuses applications en nanotechnologie, ceci venant de leurs propriétés structurale et électronique peu communes. Une large gamme de techniques d'élaboration existe et requièrent des températures relativement élevées. Pour des applications sur des dispositifs dans le domaine de la microélectronique, la Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD) assisté d'un catalyseur permet d'obtenir des tapis de NTC verticalement alignés. (VACNT). L'intérêt de la PECVD est de réduire la température de procédé nécessaire à la réaction chimique en excitant les espèces et en les dissociant avec le plasma au lieu d'utiliser uniquement la dissociation thermique, ainsi les températures de procédé ont été réduites de 700°C à 480°C. La structure finale des tapis de NTC (hauteur, largeur, qualité structurale...) dépend d'un grand nombre de paramètres expérimentaux, l'étude *ex situ* de l'influence de ces paramètres est la méthode la plus utilisée mais et nécessite beaucoup de temps.

Dans le but d'obtenir des informations détaillées de ces structures directement dans les conditions de croissance, malgré de nombreuses difficultés expérimentales (distance de travail grande, cinétique de croissance élevée, conditions plasmas...), un dispositif original de diagnostic Raman a été développé pour permettre le suivi *in situ* de la croissance des NTC pour la croissance avec le Fer [1], permettant une meilleur compréhension du procédé d'élaboration ainsi qu'un meilleur contrôle du procédé. Ces analyses Raman *in situ* ont été couplées à des analyses *ex situ* MEB, TEM, et Raman.

En plus de suivre la croissance *in situ*, ce diagnostic Raman nous permet de suivre l'évolution des spectres Raman pendant l'étape de fonctionnalisation réalisée par plasma (N_2 ou NH_3), cette fonctionnalisation ayant pour but la réalisation de capteurs utilisant des NTC. Ces mesures *In situ* ont été complétées par des analyses XPS, NEXAFS, des mesures d'angles de contact, ainsi que des mesures électriques afin de vérifier l'effet de ce traitement sur la structure, et la nature chimique.

Les résultats de suivi *In situ* sur la cinétique de croissance avec catalyseur Nickel et Fer, ainsi que la fonctionnalisation (N_2 ou NH_3) seront présentés, couplés aux caractérisations mécaniques et électriques réalisées.

Modélisation des carbones non-graphitiques et analyse des paramètres structuraux obtenus par DRX et MET

*Patrick Weisbecker*¹, *Jean-Pierre Da Costa*^{3,4}, *Baptiste Farbos*^{2,3}, *Jean-Marc Leyssale*¹, *Christian Germain*^{3,4}, *Gérard Vignoles*²

¹ CNRS, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801, 33600 Pessac, France

² Université de Bordeaux, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801, 33600 Pessac, France

³ CNRS, Laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système, UMR 5218, 33405 Talence, France

⁴ Université de Bordeaux, Laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système, UMR 5218, 33405 Talence, France

(Auteur correspondant : weisbecker@lcts.u-bordeaux1.fr)

Des modèles atomistiques (>200 000 atomes), de carbones turbostratiques hautement anisotropes ont récemment été obtenus en utilisant une méthode de reconstruction atomistique guidée par l'image, dite IGAR [1]. Cette méthode utilise comme entrée des images de MET en franges de réseau expérimentales qui servent à générer des blocs 3D ayant les mêmes propriétés que l'image 2D. Les modèles obtenus se sont révélés excellents dans la direction des plans de graphène tandis que l'empilement des ces plans était sous-estimé, principalement en raison de l'effet de projection de l'imagerie en MET.

Une nouvelle variante de la méthode IGAR a été développée afin de s'affranchir de l'effet de projection en MET et d'appliquer la méthode à des carbones moins anisotropes. Les blocs 3D ont été synthétisés directement à partir d'hypothèses (formes des cristaux) et de données expérimentales (longueurs de cohérence, etc ...). Les blocs 3D utilisés pour guider les atomes ont été construits à partir de pavages de Voronoï décorés par des franges de réseau espacées de 0.34 nm. Cette méthode génère donc une structure de type « polycristal » turbostratique comme montré figure 1.

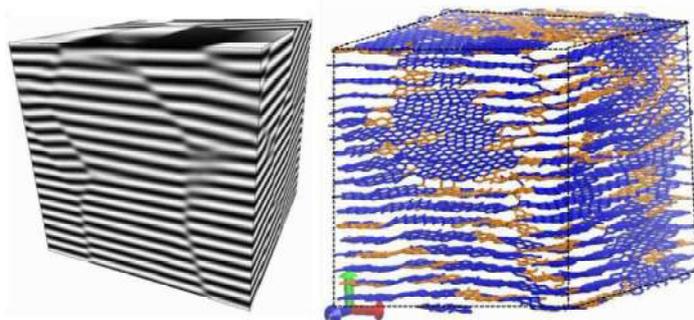


Figure 1: exemple d'image 3D utilisée comme entrée pour la reconstruction atomistique et modèle correspondant (26000 atomes)

Les résultats seront présentés en terme de statistiques (taux d'atomes hybridés sp^3 , de cycles à 5 et 7 atomes de carbone...). Les images de MET en franges de réseau, les facteurs de structure et les fonctions de distribution de paires simulés seront comparées à des données expérimentales obtenues sur des pyrocarbones. Nous répondrons à plusieurs questions : (i) La forme des grains est-elle compatible avec les données expérimentales? (ii) Quelle est la corrélation entre la taille réelle des grains et les tailles apparentes obtenues à l'aide des techniques de caractérisation classiques ? De plus, une méthode récemment développée d'analyse d'images en frange de réseau [2] sera utilisée pour comparer les différents modèles.

[1] Farbos, B., Weisbecker, P., Fischer, H.E., Da Costa, J.-P., Lalanne, M., Chollon, G., Germain, C., Vignoles, G.L., Leyssale, J.-M.) Carbon, 80 (1), pp. 472-489. (2014)

[2] J.P. Da Costa, P. Weisbecker, B. Farbos, J.-M. Leyssale, G.L. Vignoles, C. Germain. CARBON 84, 160-173 (2015)

Etude par HRTEM, XPS et NEXAFS des particules carbonées émises par un turboréacteur fonctionnant à différents régimes : (nano)structure, texture et caractéristiques chimiques

Daniel FERRY^{1*}, Philippe PARENT¹, Carine LAFFON¹, Iman MARHABA¹, Tom Z. Regier²

¹ Aix-Marseille Université, CNRS, CINaM UMR 7325, 13009, Marseille, France

⁴ Canadian Light Source, SK S7N 2V3, Saskatoon, Canada

(*email: daniel.ferry@univ-amu.fr)

L'augmentation continue du trafic aérien depuis plusieurs décennies, et son rythme actuel de croissance d'environ 5% par année [1] ont conduit la communauté scientifique à s'interroger quant à l'impact de l'activité aéronautique sur la qualité de l'air et le climat [2,3] dans la mesure où les turboréacteurs représentent des sources significatives d'émission de gaz (H_2O , CO , CO_2 , NO_x , SO_x , C_xH_y ,...) et de particules carbonées dans les zones aéroportuaires, et plus généralement dans la troposphère et la basse stratosphère. Dans ce contexte le programme français « MERMOSE » (www.mermose.onera.fr), porté par l'ONERA et SAFRAN, a été développé afin d'étudier *i*) les propriétés physiques et chimiques des particules carbonées émises par un turboréacteur et *ii*) le rôle joué par ces particules dans la formation des traînées de condensation et des nuages cirrus artificiels.

Nous présenterons ici les résultats obtenus par HRTEM, XPS et NEXAFS sur des particules carbonées (figure 1) qui ont été collectées lors d'une campagne de mesures menée sur un banc d'essais (Snecma) avec un turboréacteur SaM146 (PowerJet) complet, ce qui constitue une première en ce domaine. La distribution en taille des particules, leur (nano)structure, leur texture, leur composition chimique élémentaire ainsi que la spéciation chimique du carbone et de l'oxygène seront présentées pour des particules ayant été prélevées à des régimes de fonctionnement du turboréacteur correspondant au décollage, à la phase de montée, au vol de croisière et à la phase d'approche.

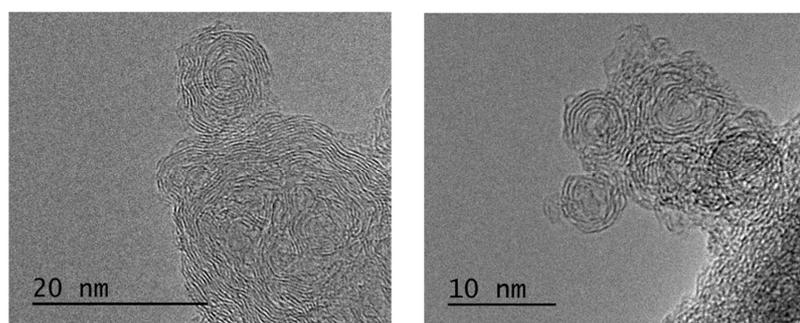


Figure 1 : suie carbonée émise par un turboréacteur SaM146 au régime de croisière

Ces analyses ont permis de déterminer les caractéristiques physico-chimiques des suies aéronautiques, ce qui constitue un préalable indispensable à l'étude de leur interaction avec l'eau afin de mettre en évidence les processus et conditions de nucléation de la glace conduisant à la formation des traînées de condensation et des cirrus artificiels

1. M. Masiol, R.M. Harrison, *Atmospheric Environment*, **95**, 409-455 (2014).
2. D.S. Lee, G. Pitari, V. Grewe, K. Gierens, J.E. Penner, A. Petzold, M.J. Prather, U. Schumann, A. Bais, T. Berntsen, D. Lachetti, L.L. Lim, R. Sausen, *Atmospheric Environment*, **44**, 4678-4734 (2010).
3. S.C. Olsen, D.J. Wuebbles, B. Owen, *Atmospheric Chemistry and Physics*, **13**, 429-441 (2013).

Exfoliation électrochimique de graphite fluoré pour l'obtention de graphène multicouches

Nicolas BATISSE^{1*}, Michael HERRAIZ¹, Martial POUZET¹, Marc DUBOIS¹

¹ Clermont université - Institut de Chimie de Clermont-Ferrand (UMR 6296)
24 Av. des Landais, BP 80026, 63171 Aubière Cedex, France

(*email: nicolas.batisse@univ-bpclermont.fr)

Parallèlement aux méthodes permettant l'obtention de graphène de haute qualité mais seulement en quantités limitées comme le clivage mécanique ou le dépôt chimique en phase vapeur, les stratégies mettant en jeu l'oxydation d'un précurseur graphitique, son exfoliation, puis sa réduction, connaissent un certain intérêt ces dernières années. Ceci est en partie lié au compromis permis par ces méthodes entre les propriétés physicochimiques des matériaux à base de graphène obtenus et leurs potentiels de transposition à des échelles de production plus importantes. Si l'oxyde de graphite est très souvent considéré comme précurseur, l'utilisation du graphite fluoré comme intermédiaire alternatif peut être potentiellement intéressant pour faciliter l'exfoliation en affaiblissant les interactions interfeuillets [1] et exercer un meilleur contrôle de la chimie de surface des graphènes synthétisés in fine.

Ainsi dans cette étude, nous proposons une nouvelle voie de synthèse de graphènes multicouches par exfoliation et réduction électrochimique conjointe de graphites fluorés. Différentes conditions de fluoration des graphites ont été préalablement menées sous atmosphère de fluor moléculaire F_2 afin de moduler la force de la liaison C-F et le taux de fonctionnalisation. Les matériaux obtenus ont ensuite été utilisés en tant qu'électrode de travail dans une cellule électrochimique en électrolyte aqueux : l'application alternée de haut et bas potentiels à l'électrode en graphite fluoré permet respectivement, l'exfoliation du graphite fluoré en graphène fluoré par génération de gaz à la surface de l'électrode, et la réduction des liaisons C-F. Après lavage et dispersion en solvants organiques, les feuillets de graphène ont finalement été récupérés par dépôt électrophorétique. Les propriétés physicochimiques des graphènes obtenus par cette voie de synthèse seront discutées en regard des différents précurseurs fluorés considérés et des conditions d'exfoliation.

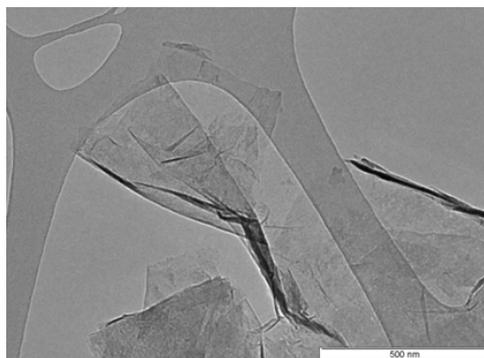


Fig.1 : Cliché MET de graphènes multifeuillets obtenus après exfoliation électrochimique de graphite fluoré

[1] M.Dubois, K. Guérin, Y. Ahmad, N. Batisse, M. Mar, L. Frezet, W. Hourani, J.L. Bubendorff, J. Parmentier, S. Hajjar-Garreau, L. Simon, CARBON, **77**, 688-704, (2014)

Influence du traitement thermique sur la synthèse de multi-layer graphene par voie solvothermale

Lucie Speyer*, Sébastien Fontana, Sébastien Cahen, Claire Hérold

Institut Jean Lamour, UMR 7198 CNRS – Université de Lorraine,
54506 Vandœuvre-lès-Nancy, France

(*email: lucie.speyer@univ-lorraine.fr)

Le graphène est l'un des matériaux les plus étudiés actuellement, en raison de ses propriétés exceptionnelles dans de nombreux domaines, qui ouvrent la voie à une très large gamme d'applications potentielles. Plusieurs méthodes majeures de synthèse de graphène ont été développées : exfoliation mécanique, exfoliation en phase liquide ou encore croissance supportée. Cependant, la fabrication de graphène à l'échelle industrielle reste confrontée à plusieurs verrous technologiques [1]. Parallèlement à la recherche consacrée à l'amélioration des principales techniques de synthèse du graphène, d'autres voies d'obtention moins courantes peuvent être explorées. La synthèse de poudres de graphène est possible par réaction solvothermale entre l'éthanol et le sodium, suivie d'une étape de traitement thermique : une pyrolyse flash [2] ou bien une combustion sous air [3]. Cependant, aucune étude ne mentionne l'étude de l'influence des paramètres de l'étape de traitement thermique sur le matériau final.

Dans ces travaux, la réaction solvothermale entre l'éthanol et le sodium est effectuée à 220°C, pendant 72 h, sous une pression de 200 bar. Le composé obtenu, de l'éthanolate de sodium supposé adopter une structure de type clathrate, est ensuite pyrolysé sous flux d'azote à 800°C, 825°C ou 850°C pendant 4 h, 8 h ou 24 h. Le matériau carboné final est caractérisé à l'aide de plusieurs techniques complémentaires : MET, DRX, ATG sous air, ATG et spectrométrie de masse sous hélium, spectroscopie Raman et volumétrie d'adsorption du diazote. Ces caractérisations révèlent l'obtention de multi-layer graphene, en quantités pouvant atteindre 300 mg par synthèse. Cette étude démontre une très forte influence de la température et de la durée de pyrolyse sur la pureté, la cristallinité et l'empilement selon l'axe **c** des échantillons. La détermination de l'influence des paramètres de la pyrolyse permet également de réaliser une optimisation de la synthèse, conduisant à l'obtention de multi-layer graphene présentant une bonne qualité cristalline dans le plan, une fonctionnalisation de surface très faible ainsi qu'une surface spécifique de l'ordre de 2200 m².g⁻¹.

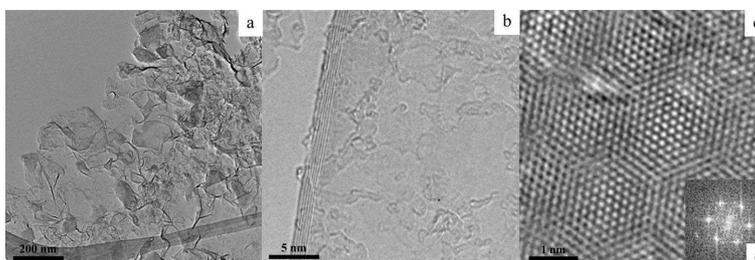


Fig. 1 : (a, b, c) Micrographies MET (80 keV) de l'échantillon pyrolysé à 850°C pendant 8h, (d) FFT de la micrographie (c).

1. K. S. Novoselov, V. I. Fal'ko, L. Colombo *et al.*, *Nature*, **490**, 192-200 (2012).
2. M. Choucair, P. Thodarson, A. Stride, *Nature Nanotechnology*, **4**, 30-33 (2009).
3. S. M. Lyth, H. Shao, J. Liu *et al.*, *International Journal of Hydrogen Energy*, **39**, 376-380 (2014).

Développement de capteurs à base de graphène pour la détection électrochimique de micropolluants.

NICOLLE Jimmy^{1*}, WARMONT Fabienne¹, BENOIT Roland¹, AMMAR Mohamed-Ramzi², VAUTRIN-UL Christine¹

¹ ICMN, UMR 7374 CNRS Université d'Orléans

1b rue de la Férollerie 45071 Orléans Cedex 2

² CEMTHI, UPR 3079 CNRS

1D avenue de la recherche scientifique 45071 Orléans Cedex 2

(*email: jimmy.nicolle@univ-orleans.fr)

Depuis son exfoliation mécanique en 2004¹, l'intérêt autour du graphène n'a cessé de croître au sein de la communauté scientifique mais aussi industrielle. En effet, les propriétés physico-chimiques de ce matériau le positionnent comme un excellent candidat dans des applications technologiques futures comme l'électronique, les capteurs, les écrans flexibles... De plus, le développement de différentes voies de production comme, la croissance CVD², le graphène épitaxié³, ainsi que l'exfoliation chimique et électrochimique⁴, permet maintenant d'envisager une production de graphène à une échelle plus importante, ce qui est une condition nécessaire au développement de ses applications industrielles.

Les travaux que nous présentons ici, s'inscrivent directement dans cette voie, allant de la production du graphène jusqu'à son utilisation technologique sous forme de capteurs électrochimiques dédiés à la détection de micropolluants en phase aqueuse. D'un point de vue plus fondamental, ces capteurs permettent aussi l'étude des propriétés électroniques et électro-catalytiques d'électrodes de carbone fonctionnalisées en corrélation avec la structure cristallographique des carbones. En effet, l'organisation cristallographique du graphène, permet de différencier plus précisément les effets de bords et les effets de surface qui tiennent un rôle prédominant dans les processus électrochimiques intervenant sur des électrodes plus classiques (graphite, carbone vitreux par exemple).

Dans cette étude, le graphène est produit par exfoliation électrochimique de barreaux graphite ou de HOPG dans un solvant aqueux ou organique (eau, pyrrolidone...). Le produit de cette exfoliation est ensuite analysé par différentes techniques, comme la spectroscopie Raman, l'analyse XPS, l'IRTF, TEM, MEB... Ces différentes méthodes nous permettent de caractériser à la fois les propriétés physico-chimiques de notre matériau (degré d'oxydation, degré de désordre) ainsi que la morphologie de ce dernier. Après cette étape de caractérisation, le graphène est dispersé dans un nouveau solvant afin de former une encre, ou une pâte qui puisse être manipulée pour mettre en œuvre les électrodes. Celles-ci sont ensuite électriquement caractérisées (résistivité, conduction), puis testées électrochimiquement.

- (1) Novoselov, K.; Geim, A.; Morozov, S.; Jiang, D.; Zhang, Y.; Dubonos, S.; Grigorieva, I.; Firsov, A. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. *Science* **2004**, *306*, 666–669.
- (2) Coraux, J.; N'Diaye, A.; Engler, M.; Busse, C.; Wall, D.; Buckanie, N.; Heringdorf, F.; van Gastel, R.; Poelsema, B.; Michely, T. Growth of Graphene on Ir(111). *New J. Phys.* **2009**, *11*.
- (3) Berger, C.; Song, Z.; Li, T.; Li, X.; Ogbazghi, A.; Feng, R.; Dai, Z.; Marchenkov, A.; Conrad, E.; First, P.; *et al.* Ultrathin Epitaxial Graphite: 2D Electron Gas Properties and a Route toward Graphene-Based Nanoelectronics. *J. Phys. Chem. B* **2004**, *108*, 19912–19916.
- (4) Parvez, K.; Li, R.; Puniredd, S. R.; Hernandez, Y.; Hinkel, F.; Wang, S.; Feng, X.; Müllen, K. Electrochemically Exfoliated Graphene as Solution-Processable, Highly Conductive Electrodes for Organic Electronics. *ACS Nano* **2013**, *7*, 3598–3606.

Industrial Scale Few Layer Graphene from Food Waste and its Applications

Kai Huang,¹ Katerina Kampioti,¹ Christèle Jaillet-Bartholome,¹ Alain Derré,¹ Dale Pennington,^{2,3} Jerome Joaug,^{2,3} Catharina Paukner,³ Alain Pénicaud^{1*}

¹Centre de Recherche Paul Pascal-CNRS, University of Bordeaux, Pessac, France

²GasPlas, Oslo, Norway

³Cambridge Nanosystems, Cambridge, United Kingdom

(*email: huang@crpp-bordeaux.cnrs.fr)

Graphene, a single layer of carbon atoms tightly packed in a two-dimensional (2D) honeycomb lattice, is a novel material that possesses unique electrical, mechanical and thermal properties.¹ The procedures used to make graphene include micromechanical cleavage, chemical vapor deposition (CVD) and thermal decomposition of SiC. Recently, a new synthetic route has been created without the use of substrates or graphite for the first time through gas-phase microwave synthesis.²

In this study, we present that food waste can be transformed into graphitic carbon and renewable hydrogen using an innovative low energy microwave plasma process at industrial scale. The obtained nanocarbon is composed of ~70% of 5 nm thick turbostratic graphite with a calibrated lateral size of 40 nm.

The concentrated nanocarbon dispersion in water is prepared and the detail characterization on the nanocarbon dispersion is performed. The conductivity of a nanocarbon film is around 5000 S.m⁻¹

1. A. K. Geim, K. S. Novoselov, *Nature Mater.*, **6**, 183 (2007).

2. A. Dato, V. Radmilovic, Z. Lee, J. Phillips, M. Frenklach, *Nano Lett.*, **8**, 2012 (2008).

Strategies for the selective chemical functionalization of graphene oxide

Isabella Anna Vacchi,^{a,*} Cinzia Spinato,^a Jésus Raya,^b Cécilia Ménard-Moyon,^a
Alberto Bianco^a

^aCNRS, Institut de Biologie Moléculaire et Cellulaire, Laboratoire d'Immunopathologie et Chimie Thérapeutique, 67000 Strasbourg, France

^bMembrane Biophysics and NMR, Institute of Chemistry, UMR 7177, University of Strasbourg, 67000 Strasbourg, France

(*email: i.vacchi@imbc-cnrs.unistra.fr)

The general purpose of this research is the chemical investigation of graphene oxide (GO) and its reactivity via covalent functionalization reactions. GO contains different types of functional groups including hydroxyl, epoxy, carbonyl (Figure 1).^{1,2} However, the chemical composition of GO has not been fully elucidated yet and strongly depends on the synthetic procedure to obtain this type of material. Moreover, due to the complexity of GO chemical structure, much work remains to be done in developing reliable characterization methods that will aid to obtain an unambiguous structural identification as well as synthetic procedures that lead to relatively uniform products.

Investigating the composition of GO is essential to control the functionalization for future applications of this material.

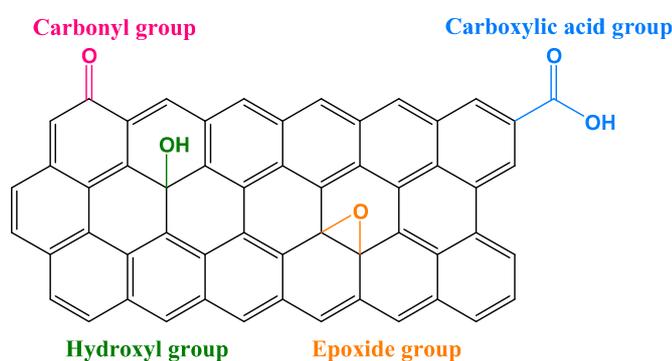


Figure 1. Schematic and simplified representation of a graphene oxide sheet.

We chose for this purpose a series of selective reactions for the different GO oxygen-containing functions. We performed an etherification reaction (Williamson reaction) on the hydroxyl groups, the amidation and esterification reaction on the carboxylic acid groups and the ring opening of the epoxides with a primary amine derivative. We analyzed the samples by FT-IR spectroscopy, TGA, Raman spectroscopy, XPS, Kaiser test and solid state magic angle spinning (MAS) NMR spectroscopy. Due to the high reactivity of the oxygenated moieties several derivatization reactions may occur concomitantly. For this reason, a thorough investigation with control reactions have to be performed.

1. Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W. & Ruoff, R. S., *Chem. Soc. Rev.*, **39**, 228-240 (2009).
2. Szabó, T. *et al.*, *Chem. Mater.* **18**, 2740–2749 (2006).

Etude comparative du greffage électrochimique de carbone par oxydation d'amines et par réduction de sels de diazonium : Application à la détection de micropolluants prioritaires

David PALLY, Valérie BERTAGNA, Benoit CAGNON, Roland BENOIT,
Christine VAUTRIN-UL*

ICMN (Interfaces, Confinement, Matériaux et Nanostructures),
UMR 73-74 –Université d'Orléans – CNRS
45071 Orléans Cedex 2 – France

(*email: christine.vautrin-ul@cnsr-orleans.fr)

Les méthodes de greffage électrochimique conduisent à la formation d'une liaison covalente entre les fonctions organiques et le substrat d'où l'obtention de couches très adhérentes. Ces méthodes simples à mettre en oeuvre trouvent des débouchés dans de nombreuses applications comme l'énergie, l'électronique moléculaire ou encore le développement de capteurs chimiques. Parmi elles, celle qui est la plus utilisée actuellement est la fonctionnalisation par réduction électrochimique de sels de diazonium. Elle présente notamment l'avantage supplémentaire de permettre le greffage de substrats oxydables. La littérature est très abondante sur le greffage électrochimique des diazoniums et ses nombreuses applications (1), toutefois subsistent toujours des problèmes liés au contrôle de la réaction de greffage. Le taux de greffage, le nombre de couches greffées et donc les propriétés des substrats fonctionnalisés sont généralement obtenus empiriquement. Ce problème du contrôle est d'autant plus difficile à appréhender que le greffage chimique des sels sur carbone est possible et peut participer lui aussi à la fonctionnalisation du substrat en concurrence avec la réaction électrochimique principale. Pour certaines applications nécessitant un contrôle rigoureux de la couche greffée, il est important d'améliorer le contrôle de la réactivité lors du processus de greffage.

Le greffage électrochimique par oxydation d'amines, bien que connu depuis longtemps, a fait l'objet d'un intérêt moindre (2) et peu d'études traitent de la comparaison de ces deux méthodes. Nous proposons dans cette présentation, de comparer le greffage électrochimique de différents substrats carbonés par oxydation des amines avec celui des diazoniums par des groupements chimiques identiques. Une caractérisation approfondie des carbones fonctionnalisés sera réalisée par XPS, TOF-SIMS, IRTF et par électrochimie. L'objectif visé est d'améliorer notre compréhension du greffage électrochimique sur carbone et d'identifier les paramètres clés qui permettront d'améliorer son contrôle. Enfin, les résultats obtenus seront appliqués au développement d'électrodes de carbone fonctionnalisées permettant la détection sélective de micropolluants prioritaires.

1. D. Belanger, J. Pinson, *J. Chemical Society Reviews*, **40**, 3995 (2011)
2. F.I. Podvorica, "Non-Diazonium Organic and Organometallic Coupling Agents for Surface Modification" in *Aryl Diazonium Salts*, M.M. Chehimi (Ed.), Wiley, 255 (2012)

Elaboration d'électrodes carbonées sérigraphiées : optimisation du procédé de mise en œuvre des électrodes

Emilie MATHIEU^{a*}, Valérie BERTAGNA^a, Benoit CAGNON^a, Fabienne WARMONT^a
Emmanuelle JOIGNEAUX^b, Christine VAUTRIN-UL^a

^a ICMN (Interfaces, Confinement, Matériaux et Nanostructures) (ex CRMD) UMR 7374,
CNRS – Université d'Orléans
45071 Orléans Cedex 2 – France

^b DSA Technologies, 45400 SEMOY – France

(*email: emilie.mathieu@cnrs-orleans.fr)

Les normes environnementales (DCE 2013/39/UE) mises en place par la Commission Européenne dans le domaine de la pollution de l'eau imposent un contrôle physico-chimique fréquent des masses d'eaux sur de nombreux sites (rivières, stations d'épurations, nappes phréatiques...). Les techniques d'analyses actuellement utilisées (ICP-MS, HPLC...) sont coûteuses en temps et en personnel, et ne permettent pas par conséquent une surveillance satisfaisant aux critères de la DCE. Il est donc indispensable de développer de nouveaux dispositifs dédiés à la détection des micropolluants plus adaptées à un monitoring des milieux aquatiques, l'analyse sur site par des capteurs en ligne répondrait à ce cahier des charges.

Les activités menées à l'ICMN dans le domaine de la métrologie environnementale portent sur l'élaboration de capteurs électrochimiques à base de carbone, pour la détection de micropolluants électroactifs en milieu aqueux (1). Les capteurs électrochimiques permettent de proposer des analyses *in situ* sur site, du matériel portatif, ou des analyseurs *ex-situ* en ligne. Ils doivent cependant présenter des propriétés physico-chimiques adaptées pour permettre des mesures sensibles et sélectives des micropolluants aqueux : fiabilité, stabilité, robustesse.... La stratégie adoptée dans nos travaux consiste en la mise en œuvre par sérigraphie de l'électrode de travail (SPE Screen Printed Electrode) en utilisant une encre de carbone conductrice. Cette méthode d'élaboration permet d'avoir une bonne reproductibilité des SPE et pourrait facilement être transposable à l'échelle industrielle.

Dans ce cadre, nous avons tout d'abord cherché à optimiser les paramètres expérimentaux de la méthode de sérigraphie (treillis, mode de cuisson des encres) avec une encre de carbone commerciale afin d'obtenir des électrodes présentant une bonne électroactivité et une bonne reproductibilité. Nous avons ensuite étudié la formulation de l'encre (liant, phases carbonées...), sur laquelle repose les différentes propriétés du capteur, afin d'obtenir la plus grande sensibilité de détection et la meilleure durabilité. Les SPE sont contrôlées et validées par voie électrochimique, en utilisant une sonde redox négative ferri/ferro cyanure, et sont ensuite utilisées pour la détection de micropolluants organiques ou métalliques en milieu aqueux.

1. S. Bouden, A. Chaussé, S. Dorbes, O. El Tall, N. Bellakhal, M. Dachraoui, C. Vautrin-UI, *Talanta*, **106**, 414–421 (2013)

Adsorption de colorants anioniques sur différents carbones activés

A. Reffas

LMI, Département de chimie, Faculté des Sciences, Université de Mohamed Boudiaf,
28000, M'sila, Algérie

(*email : abdelbakireffas@gmail.com)

Notre objectif est d'évaluer l'influence des groupes chimiques de surface d'un charbon actif et de sa texture sur l'élimination des colorants anioniques. À partir de deux précurseurs : biomasses de marc de café et de coquille de noix d'abricot, deux carbones activés possédant des propriétés chimiques de surface variées et des propriétés texturales très différentes ont été produits par imprégnation à l'acide phosphorique (rapport massique de H_3PO_4 fixé respectivement à 120% et 180% par rapport à la masse initiale sèche de précurseur pour la coquille de noyaux d'abricot et le marc de café) suivi d'un traitement thermique à 450°C dans l'air.

Le volume des micropores et la surface spécifique des mésopores des matériaux ont été obtenus à partir des isothermes d'adsorption de N_2 à 77 K. La composition chimique a été déterminée par analyse élémentaire. La chimie de surface a été caractérisée par spectroscopie infrarouge, par la détermination du point de charge nulle (pH_{PZC}) et par des dosages acido-basiques (méthode de Boehm). Les isothermes d'adsorption à l'équilibre du colorant choisi (Rouge Nylosane N-2RBL) ont été obtenues à des températures différentes (25°C et 35°C). Les résultats d'adsorption ont été corrélés aux caractéristiques de texture et de chimie de surface. Le meilleur modèle numérique pour reproduire les courbes isothermes d'adsorption est celui de Langmuir. Nous avons montré que les performances d'adsorption du colorant s'expliquent par les rôles essentiels joués par la texture et la chimie de surface des carbones activés. L'échantillon issu de coquille de noyaux d'abricot (rapport d'imprégnation de 120% en H_3PO_4) s'est avéré le meilleur matériau pour l'adsorption aux températures testées.

Modélisation et interprétation des isothermes d'adsorption binaire de deux liquides ioniques et de l'ibuprofène sur un tissu du carbone activé

L. Sellaoui^{1*}, L. Reinert², S. Knani¹, L. Duclaux², A. Ben Lamine¹

¹Unité de Recherche de Physique Quantique, Faculté des Sciences, 5000 Monastir, Tunisie.

²Laboratoire de Chimie Moléculaire et Environnement, Université Savoie Mont blanc, 73000 Chambéry, France.

(*email : sellaouilotfi@yahoo.fr)

Des isothermes d'adsorption sur un tissu de carbone microporeux (900-20, Kuraray) de deux liquides ioniques (bromure de 4(tert-butyl)-1propylpyridinium et bromure de 4(tert-butyl)-1(carboxyethyl)pyridinium notés respectivement LI1 et LI2) et de l'ibuprofène (IBP) ont été étudiées en mélange binaire (3 mélanges), à différentes températures (286, 298 et 313 K), en faisant varier la fraction molaire des constituants. Les isothermes d'adsorption ont été étudiées à pH=7,4 dans un tampon phosphate $\text{Na}_2\text{HPO}_4/\text{KH}_2\text{PO}_4$ (0,04 mol.L⁻¹). Les concentrations résiduelles ont été analysées par chromatographe en phase liquide (HPLC).

Les sites d'adsorption ont été étudiés par adsorption d'azote à 77 K et de CO₂ à 273K, sur des tissus de carbone chargés en adsorbat [1]. Les distributions de tailles de pores obtenues ont montré que les molécules étaient majoritairement adsorbées dans les ultramicropores.

Les isothermes d'adsorption ont été simulées et interprétées par un nouveau modèle développé par la physique statistique aux différentes températures et aux différents rapports de concentrations (0,5 ; 1 et 2). Les paramètres du modèle statistique (nombre de molécules par site, densité des sites récepteurs, quantités adsorbées et concentrations à demi-saturation) ont été interprétés en fonction de leurs évolutions en température.

[1] H. Guedidi, L. Reinert, Y. Soneda, N. Bellakhal, L. Duclaux, Arabian Journal of Chemistry <http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.03.007>

Nanoconfinement of biomolecules inside carbon nanotubes

V. Pischedda^{1*}, D. Russo², B. Aoun³, C. Journet⁴

^{1,2} Institut Lumière Matière, UMR5306 CNRS, Université Lyon 1, 69622, Villeurbanne

² CNR-IOM, c/o Institut Laue-Langevin, 38042 Grenoble

¹Argonne National Laboratory, Chicago, IL (USA)

⁴ Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces, UMR 5615 CNRS, Université Lyon 1, 69622, Villeurbanne

(*email: vittoria.pischedda@univ-lyon1.fr)

Individual biomolecules can be encapsulated in carbon nanotubes in order to prevent possible aggregation, to isolate some allosteric conformational states and for storage or drug preservation. Small substrates that can react with the immobilized biomolecules could move freely in and out of confinement, enabling the creation of sensitive biosensors [1].

Carbon nanotubes (CNTs) can be solubilized in both organic and aqueous media, which favors potential biomedical applications. Applying low pressure to single (SWCNT) or multi walled CNTs (MWCNT) it is possible to modulate the tube ovalisation and eventually to provoke the collapse of CNT [2]. This permits continuous tuning of the geometry of the nanoconfinement.

Molecular dynamic (MD) simulations have shown that CNTs of more than 2 nm internal diameter can accommodate spontaneously small hydrophilic and hydrophobic bio-molecules (Fig.1) with a pattern of homogeneous filling [3].

Following these results we used different methods to decap at the extremities MWNTs (with an average internal diameter of 4 nm), purify them from synthesis residues and fill them with biomolecules. Samples were characterized by TEM and small angle neutron scattering before and after the purification/opening/filling procedures. To study the influence of chemical and mechanical treatments on the electronic and mechanical properties of the nanotubes, *in-situ* Raman spectroscopy high pressure experiments were performed up to 10 GPa using diamond anvil cells.

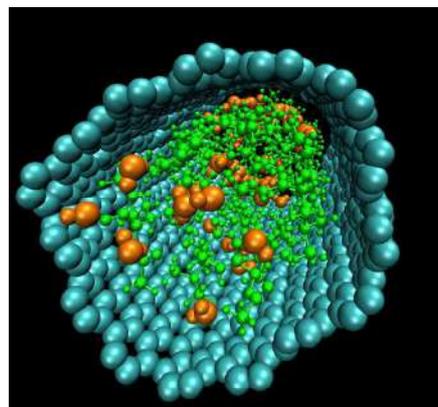


Fig. 1 3D snapshots of CNT and confined Nigma molecules (green color) and water molecules (orange color).

1. T. Cass and F. S. Ligler. *Immobilized Biomolecules in Analysis*. Oxford University Press, 1998.
2. A. Aguiar et al. *J. Phys. Chem. C*, **115**, 5378 (2011); Ch. Caillier et al., *Phys. Rev. B*, **77**, 125418 (2008); L. Alvarez et al. *Phys Rev B*, **82**, 205403 (2010).
3. A. B. Aoun and D. Russo, PRL submitted (2015)

*

Communications par affiche

Carbonisation hydrothermale des grignons d'olive

A. Jeder^{a,b}, V. Fierro^a, A. Celzard^{a*}, A. Ouederni^b

^a Institut Jean Lamour, UMR CNRS – Université de Lorraine n°7198, ENSTIB, 27 rue Philippe Séguin, CS 60036, 88026 Epinal Cedex, France

^b Ecole nationale d'ingénieurs de Gabes - Université de Gabes, Avenue Omar Ibn El Khattab, Zrig 6072, Tunisie

(*email: alain.celzard@univ-lorraine.fr)

La carbonisation hydrothermale utilisant des précurseurs lignocellulosiques a montré une grande capacité à produire des matériaux carbonés qui répondent aux besoins de diverses applications. La carbonisation hydrothermale s'effectue dans des conditions douces (120°C-260°C et pression auto-générée), et nécessite uniquement de l'eau comme solvant. En cela, elle répond bien aux exigences de chimie verte. Au cours de ce travail plusieurs paramètres ont été étudiés (température, temps, pH et sels) pour montrer leurs effets sur le rendement en hydrochar et en carbone avant et après pyrolyse à 900°C, respectivement, et sur la distribution de tailles de pores. Diverses techniques ont ainsi été utilisées pour caractériser le solide obtenu: analyse élémentaire, thermogravimétrie, propriétés de surface: distribution de tailles de pores (DFT et NLDFIT), surface BET et volume de micropores en utilisant les logiciels MicroActive et Saieus.

Influence de la fonctionnalisation de surface du charbon actif sur la fixation de certains polluants

Bestani Benaouda^{*}, Belayachi Amel, Benderdouche Noureddine.

Laboratoire de Structure, Elaboration et Applications des Matériaux Moléculaires (SEA2M)
Faculté des Sciences et de la Technologie, Université Abdelhamid Benbadis-Mostaganem

(*email: bestanib@yahoo.fr)

Le but de ce travail est l'amélioration des propriétés adsorptives du charbon actif commercial par simple modification en utilisant des agents chimiques et son application à l'élimination du bleu de méthylène et du nickel. L'imprégnation dans une solution de 10% KOH (MAC-K) pendant 24h et dans H₂SO₄ concentré (MAC-S) durant 2h appliquées au charbon de Merck afin de fonctionnaliser sa surface a été réalisée. Ces traitements ont nettement amélioré les capacités d'adsorption du bleu de méthylène (250 mg/g) et du nickel (11.5 mg/g) sur le MAC-K et MAC-S respectivement. Trois modèles ont été utilisés pour modéliser les résultats expérimentaux d'adsorption en l'occurrence ceux de Langmuir, Freundlich and Temkin. Certains paramètres influençant le taux d'adsorption tels que le temps d'équilibre, le dosage du charbon, le pH et la température ont été étudié. Le charbon préparé a été caractérisé par le FTIR, l'indice d'iode, la surface accessible au bleu de méthylène, le pH_{zpc} ainsi que le MEB. Une étude cinétique a été aussi réalisée. Cette étude montre que la fonctionnalisation du charbon actif commercial peut améliorer considérablement sa capacité d'éliminer certains polluants à partir des solutions aqueuses

1. N. Benderdouche, B. Bestani, B. Benstaali, Z. Derriche, *Adsorption science and technology* volume 21 (8) 739-750 (2003).
2. B. Bestani, B Benstaali. N. Benderdouche, M. Belhakem. *Bioresource technology* 99, 8441 – 8444 (2008).

Méthode indirecte pour l'intercalation d'un tiers-élément métallique : cas du système graphite-K-Au

M. Fauchard¹, S. Cahen¹, P. Lagrange¹, P. Berger², C. Hérold^{1*}

¹Institut Jean Lamour, UMR 7198 Université de Lorraine – CNRS
BP 70239, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy cedex, France

²Laboratoire d'Etude des Eléments Légers, UMR 3685 CNRS – CEA NIMBE
CEA/Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France

(*email: c.herold@univ-lorraine.fr)

De nombreux composés d'intercalation du graphite, binaires et ternaires, ont été synthétisés par différentes méthodes. Ces dernières années, la méthode solide-liquide en milieu alliage fondu à base de lithium a permis d'intercaler à cœur certains éléments dont l'intercalation est difficile et souvent superficielle par action de la vapeur sur le graphite, comme le calcium, le baryum, l'euporium [1]. Le lithium, qui joue le rôle de vecteur d'intercalation dans ces réactions, n'a cependant pas permis d'intercaler l'or dans le graphite. Au regard de la position de cet élément dans la classification périodique et en faisant référence aux composés d'intercalation obtenus avec les éléments qui le suivent dans sa période, mercure et thallium, l'intercalation de l'or a en fait été réalisée à l'aide du potassium.

L'étude du système graphite-potassium-or a conduit à la synthèse de quatre composés de premier stade : le binaire KC_8 bien connu et trois nouveaux composés ternaires nommés α , β et γ qui se distinguent avant tout par leur distance interplanaire qui varie de 500 à 1311 pm (Figure 1) [2]. Ils contiennent des feuillets insérés variés, polycouches, dont l'empilement précis a été déterminé par diffraction des rayons X, avec l'appui de l'analyse par faisceau d'ions qui a conduit à la détermination de leur composition chimique. Les mécanismes réactionnels mis en jeu au cours de la formation de ces composés ont également été étudiés. Enfin, des analogies ont été mises en évidence entre les composés graphite-potassium-or et ceux des systèmes graphite-potassium-mercure [3] et graphite-potassium-thallium [4].

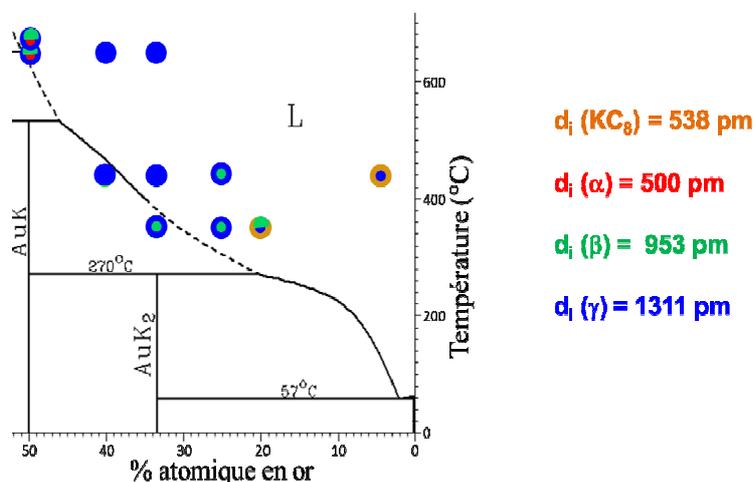


Figure 1 : conditions de préparation des différents composés du système graphite-potassium-or

1. S. Cahen, H. Rida, P. Berger, M. Fauchard, P. Lagrange, J.F. Marêché, C. Hérold, *Carbon*, **77**, 803-813 (2014).
2. M. Fauchard, S. Cahen, P. Lagrange, J.F. Marêché, C. Hérold, *Carbon*, **65**, 236-242 (2013).
3. M. El Makrini, P. Lagrange, D. Guérard, A. Hérold, *Carbon*, **18**, 211-216 (1980).
4. B. Outti, J. Clément, C. Hérold, P. Lagrange, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, **244**, 281-286 (1994).

Préparation et caractérisation d'une mousse polyuréthane imprégnée du charbon actif

M. Medjahdi^{1*}, N. Benderdouche¹, B. Bestani¹, L. Duclaux², L. Reinert²

¹ Laboratoire de SEA2M, Université Abdelhamid Ibn Badis, 27000, Algérie

² LCME, Université Savoie Mont Blanc, F-73000 Chambéry, France

(*email: mmedjahdi@yahoo.fr)

Les hydrocarbures déchargés dans la nature et les écosystèmes aquatiques peuvent causer des problèmes écologiques et environnementaux sérieux [1]. Plusieurs procédures, dont les techniques biologiques comme les membranes bioréacteurs [2], chimiques comme l'osmose inverse [3] et physiques comme la séparation par gravité [4], l'ultrafiltration [5] et la microfiltration [6] sont développées pour l'élimination des matières organiques polluantes dans les eaux contaminées [7].

Grace à leur structure alvéolaire de cellules ouvertes, leur basse densité, leur grande porosité et leur surface spécifique appréciable, les mousses polyuréthane (PU) présentent un bon précurseur pour le développement de substrats d'adsorption. Le charbon actif est un des additifs qui peut conférer des propriétés avantageuses aux mousses PU utilisables dans le traitement de polluants.

Dans ce travail, la mousse PU préparée au laboratoire a été modifiée en vue d'obtenir un sorbant performant. Le polyol et l'isocyanate ont été mis en contact avec 9,44% en masse de charbon actif pulvérulent de surface spécifique 141 m²/g et d'indice d'iode 506 mg/g. Ceci a permis l'obtention d'une mousse de bonne structure alvéolaire et de bonnes propriétés mécaniques tels que la résistance à l'effritement et à la compressibilité. Une quantité de 1,82 g de pétrole brut provenant de Hassi Messaoud (Sahara Algérien) a été absorbée par un échantillon de 0,06 g de mousse ainsi préparée. Les mousses polyuréthane pures et modifiées ont été caractérisées par microscopie optique, mesure de densité réelle, de porosité, et spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier.

1. D. Wang, T. Silbaugh, R. Pfeffer, Y.S. Lin, removal of emulsified oil from water by enverse fluidization of hydrophobic aerogels, *Powder Technol.* 203 (2010) 289-309.
2. W. Scholz, W. Fuchs, Treatment of oil contaminated wastewater in a membrane bioreactor, *Water Res.* 34 (2000) 3621-3629.
3. S. Al-Jeshi, A. Neville, An experimental evaluation of reverse osmosis membrane performance in oily water, *Desalination* 228 (2008) 287-294.
4. C. López-Vazquez, C. Fall, Improvement of a gravity oil separator using a designed experiment, *Water Air Soil Pollut.* 157 (2004) 33-52.
5. B. Reed, W. Lin, R. Viadero Jr., J. Young, Treatment of oily wastes using highshear rotary ultrafiltration, *J. Environ. Eng.* 123 (1997) 1234-1242.
6. J.C. Campos, R.M.H. Borges, A.M. Oliveira Filho, R. Nobrega, G.L. Sant'Anna Jr, Oilfield wastewater treatment by combined microfiltration and biological processes, *Water Res.* 36 (2002) 95-104.
7. Y.V. Pokonova, carbon adsorbents from petroleum residues, fuel Sci, technol. Int. && (1993) 3587-3594.

Chemical vapor deposition of carbon nanotubes from Pt/Ti catalysts

Loïc Assaud^{1,2,*}, Hugues Vergnes¹, Ludovic Salvagnac², Véronique Conédéra²,
Laure Noé³, Pierre Temple-Boyer², Marc Monthieux³, Brigitte Causat¹

¹Laboratory of Chemical Engineering, CNRS, INP Toulouse,
4 allée Emile Monso, 31432 Toulouse, France

²Laboratory for Analysis and Architecture of Systems, CNRS-UPS Toulouse,
7 avenue du Colonel Roche, 31031 Toulouse, France

³CEMES, UPR 8011 CNRS, University Toulouse III, 31055 Toulouse, France

(*email: loic.assaud@ensiacet.fr)

Catalytic chemical vapor deposition (CVD) is a very versatile technique for providing well-defined nanostructures and coatings at an industrial level. Carbon nanotubes (CNT) appears as a promising one-dimensional object providing exceptional properties such as a high conductivity and mechanical resistance. Co and Ni are the most common catalysts able to generate CNT by CVD, generally removed by etching before applicative processing. In the present communication, we will detail results on multi-walled CNT and carbon nanofibers (Fig.1) synthesized by atmospheric pressure CVD from an original Pt/Ti alloy, resulting in high-yield nanotube formation.

CNT have been synthesized from a thin Ti/Pt bilayer deposited onto oxidized Si wafers using both physical vapor deposition and magnetron sputtering processes. The temperature processing (1040°C) and the reductive H₂ atmosphere yield the dewetting of the Pt film leading to the formation of Pt/Ti alloy particles serving as catalytic sites where the high-yield growth of carbon nanotubes has taken place once CH₄ was introduced as carbon feedstock. This study aims to better understand the CNT formation mechanisms as well as lowering the platinum loading by decreasing the particle size and increasing the number of catalytic sites. Moreover it has been observed that the resulting carbon nanofibers are filled by the co-catalysts Pt/Ti coming from the substrate.

The morphology, chemical composition and structural properties of the resulting Pt/Ti particles and associated CNT have been investigated by scanning and transmission electron microscopies as well as by Raman and energy dissipative X-ray spectroscopies.

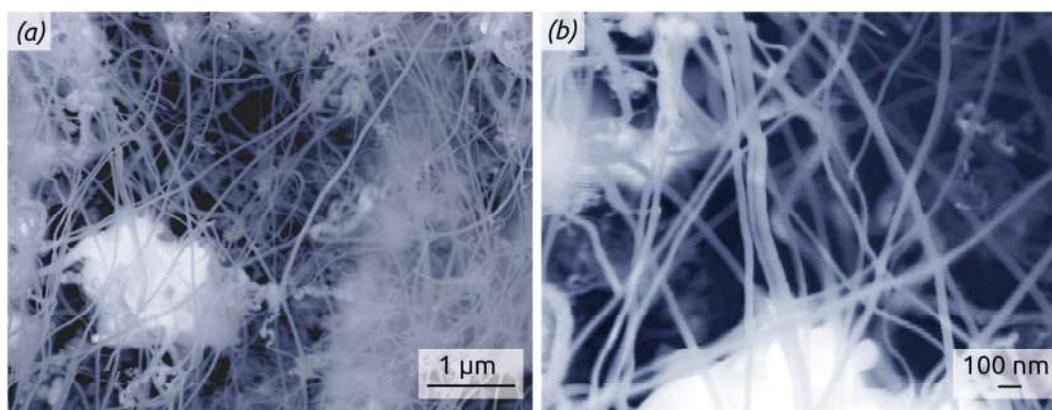


Figure 1- Carbon nanofibers generated by catalytic chemical vapor deposition.
(b) is an enlarged view of (a).

Large-area graphene synthesized by catalytic CVD for biosensor application

Loïc Assaud^{1,2,3,*}, Hugues Vergnes¹, David Evrard², Ludovic Salvagnac³,
Véronique Conédéra³, Laure Noé⁴, Pierre Temple-Boyer³, Pierre Gros²,
Marc Monthieux⁴, Brigitte Causat¹

¹Laboratoire de Génie Chimique, CNRS, INP Toulouse,
4 allée Emile Monso, 31432 Toulouse, France

²Université de Toulouse, UPS, INPT, Laboratoire de Génie Chimique,
118 route de Narbonne, 31062 Toulouse, France

³Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes, CNRS-UPS Toulouse,
7 avenue du Colonel Roche, 31031 Toulouse, France

⁴CEMES, UPR 8011 CNRS, University Toulouse III, 31055 Toulouse, France

(*email: loic.assaud@ensiacet.fr)

Graphene has emerged as a rapidly rising star in the field of material research. Its exceptional properties open a wide field of applications such as catalysis, electronic microdevices or biochemical microsensors. One of the main issues is the ability of providing continuous layers of high quality graphene on large-scale surfaces. Indeed, using platinum surfaces as a catalyst for chemical vapor deposition (CVD) processes appears interesting since it leads to continuous mono-bi-layers of graphene (Fig. 1a). The present study aims to determine the optimized experimental parameters for growing high quality, large-area graphene by catalytic CVD from methane on Pt surfaces under ambient pressure at 1040°C. Both massive Pt foil and thin Pt layers deposited Ta/SiO₂ stack on Si wafers have been studied. The resulting large-area graphene has been investigated by scanning electron microscopy as well as Raman spectroscopy (Fig. 1b). Thus, it has been observed that the increasing duration of the thermal pre-treatment of the Pt surface yields larger Pt grains leading to a continuous layer, high quality graphene. The following step of our study concerns the functionalization of the resulting graphene layers in order to afford an alternative carbon-based material to the usual glassy carbon electrode in biosensors application. Preliminary results concerning the functionalization of the graphene-electrode by diazonium salts for improving sensor lifetime will be presented. The resulting functionalized microelectrodes are investigated by cyclic voltammetry and differential pulse voltammetry.

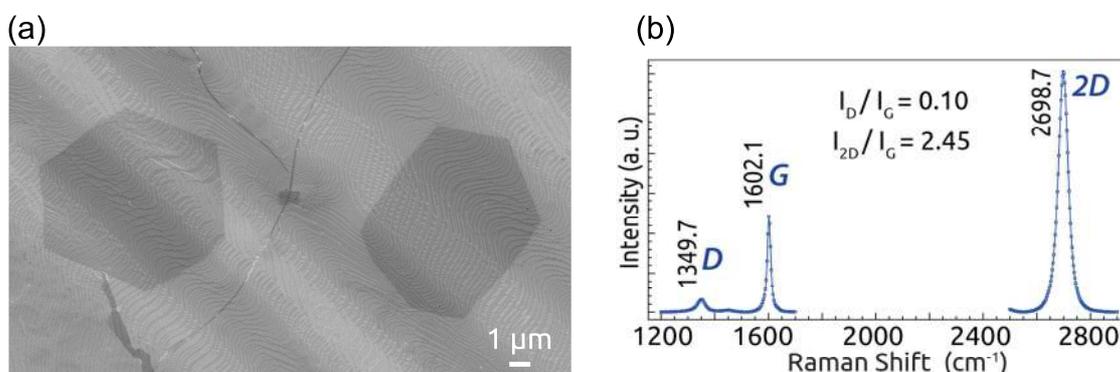


Figure 1- (a) Graphene synthesized on a Pt foil. (b) Raman spectrum of the graphene layer.

La fluoration pour amorcer le greffage covalent en phase gaz de polymères sur nanotubes de carbone

Jinlong Zha¹, Nicolas Batisse¹, Wei Zhang², Daniel Claves¹, Marc Dubois^{1,*}, Alexander Kharitonov^{3,4}

¹ Clermont université - Institut de Chimie de Clermont-Ferrand (UMR 6296)
24 Av. des Landais, BP 80026, 63171 Aubières Cedex, France

² Université de Beihang, Ecole Centrale de Pékin, 37# Xueyuan Road, 100191 Beijing, Chine

³ Branch of the Talrose Institute for Energy Problems of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, Moscow region, 142432, Russia.

⁴ Tambov State Technical University, Sovetskaya street, 106, Tambov, 392000, Russia

(*email: marc.dubois@univ-bpclermont.fr)

Pour la première fois, la fluoration a été mise à profit pour le greffage covalent de monomères (styène, acide polyacrylique) en phase gaz sur nanotubes de carbone mono- et multi-parois. Ce traitement chimique par le fluor moléculaire (F_2) crée des liaisons pendantes (LPs) sur les tubes. Leur temps de vie, augmenté par l'environnement fluoré, est suffisant pour que ces défauts puissent servir d'ancrage pour les monomères et d'initiateurs de leur polymérisation. Le procédé se déroule en deux étapes i) fluoration et création de LPs ii) exposition aux vapeurs de monomères. La figure 1 résume notre stratégie. Le greffage a été confirmé par RMN du solide sur les noyaux ^{13}C , 1H et ^{19}F , spectroscopie IR et analyse thermogravimétrique. La mise en solution/dispersion est une étape clé de l'incorporation des nanotubes dans différentes technologies. Par le choix du monomère, et par conséquent du polymère greffé, le caractère hydrophile/hydrophobe des nanotubes peut être ajusté et on peut alors envisager une dispersion stable dans différents solvants selon l'usage final des tubes. Ainsi, le greffage d'acide polyacrylique conduit à un caractère hydrophile, malgré la présence d'atomes de fluor sur les tubes, et permet une dispersion dans l'eau ou l'éthanol alors que le procédé avec le polystyrène conduit à l'hydrophobicité.

Notre procédé présente les avantages de n'utiliser que des réactifs gazeux sans solvants toxiques et d'être relativement court, 4-5 h au total, contrairement au greffage en solution. De plus, aucun post-traitement de purification n'est nécessaire. Le greffage a été appliqué à différents nanotubes, mono et multi-parois jusqu'aux nanofibres de carbones. Lorsque le degré de polymérisation est élevé, des nanocomposites sont directement obtenus. Un angle de contact à l'eau de plus de 150° a alors été mesuré sur ces nanocomposites mis sous forme de film.

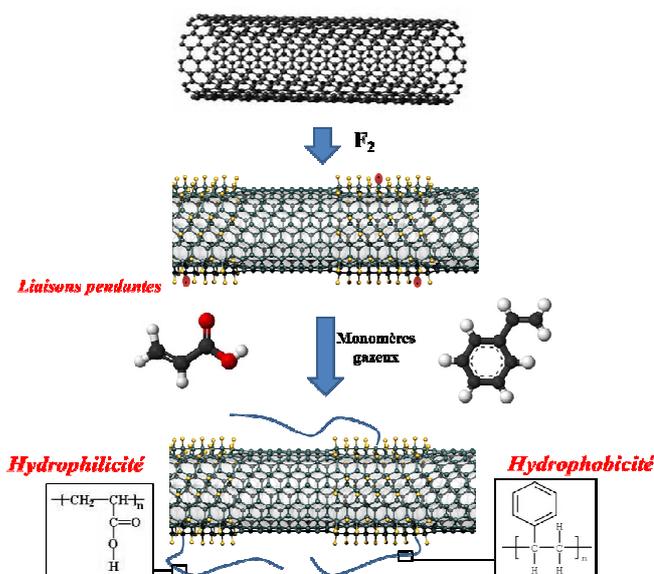


Figure 1 : Le procédé de greffage sur SWCNTs en deux étapes fluoration/exposition aux monomères gazeux

Élimination de deux colorants de l'industrie textile par un biosorbant

Abdellah Ouagued, Bensaber Bensebia, Fatiha Boumediene *

Procédés et environnement, 2000, Chlef, Algérie

(*email: boumediene_fatiha@hotmail.fr)

The textile industry uses widely different dyes. They are often released into the ecosystem with concentrations exceeding the standards required by the legislation. The present work was undertaken to prepare a charcoal kernels cherry fruit to remove two dyes in the textile industry: Red and Yellow Nylosane Supranol preceded by simple pyrolysis process a chemical activation with phosphoric acid. the coal prepared was characterized by the determination of the surface accessible to methylene blue, iodine value and the BET specific surface area. The Yellow Supranol 4GL and red Nylosane 2R-BL are synthetic dyes widely used in textile industries Algerian and particularly SOITEX Tlemcen. The adsorption experiments were carried out in the batch system. Model Langmuir isotherms Freundlich were applied to the experimental data. It was observed that the adsorption capacities of yellow and red Supranol Nylosane the simple solution is greater than the binary mixture.

1. TERMOUL, M. « Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de noyaux d'olive pour l'adsorption de substances organiques et inorganiques ». Thèse de doctorat, Département de Chimie, Faculté des Sciences et sciences de l'ingénieur, Algérie. (2009).
2. Lavarack, B.P. Chemically activated carbons from sugarcane bagasse fractions. *Hung. J. Ind. Chem.*, 25: 157-160. (1997).
3. R.PERRIN, J.PSCHARFF, « Chimie industrielle », 2^{ème} Edition Dunod, Paris, **1999**, pp : 661-679.
4. E. Fernandez, I. 2002. Etude de la carbonisation et l'activation de précurseurs végétaux durs et moux, Ph.D.Thèse, Institut De Chimie, Université De Granada.
5. G. McKay, Y.S. Ho. Pseudo second-order model for sorption processes. *Process. Biochem*, 34, 451-465. (1999).

Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption de polluants organiques sur charbon actif.

H. Debih^{a,*}, A. Barkati^a

Faculté des Sciences, Laboratoire valorisation des matériaux et mécanique des structures, Université Mohamed Boudiaf - M'sila, Algérie.

(*email : debimah@yahoo.fr)

Le présent travail a pour objet de mieux comprendre le mécanisme d'adsorption de certaines molécules organiques sur charbon actif. L'étude cinétique a montré une compétitivité entre les différentes molécules. Nos résultats expérimentaux obéissent au modèle de Langmuir. L'étude cinétique montre une tendance vers l'équation d'ordre 2, ce qui explique une adsorption chimique sur notre matériau. Par ailleurs, la constante de Freundlich ($0 < n < 10$) implique une adsorption favorable. Les mesures des énergies de surface du charbon par méthode d'ascension capillaire avant et après contact des molécules étudiées confirme une hydrophobicité prononcée et des différences notables liées à la structure de chaque molécule adsorbée.

1. H. Jankowska, A. Swiatowski, J. Choma, Active Carbon, Ellis Horwood, New York (1991).
2. F. Rodríguez Reinoso, in: F. Schütz, K.S.W. Sing, J. Weitkamp, Handbook of Porous Solids, vol. 3, Wiley, New York, chap. 4.8,(2002).
3. M.W. Jung, K.H. Ahn, Y. Lee, K.P. Kim, J.S. Rhee, J.T. Park, K.J.Paeng, Microchem. J. 70, 123(2001).
4. R. Bansal, J.B. Donet, F. Stoeckli, Active Carbon, Dekker, New York (1988).
5. F. Rodríguez Reinoso, M. Molina Sabio, J.C. González, Carbon 39,771, (2001).

Suie carbonée aéronautique : production d'analogues de laboratoire et étude de leur propriétés physico-chimiques à l'échelle nanométrique par HRTEM, XPS et NEXAFS

Iman MARHABA¹, Philippe PARENT¹, Carine LAFFON¹, Daniel FERRY^{1*}, François-Xavier OUF², Jérôme YON³, Alexandre BESCOND³, Tom Z. Regier⁴

¹ Aix-Marseille Université, CNRS, CINaM UMR 7325, 13009, Marseille, France

² IRSN, PSN-RES, SCA, LPMA, 91192, Gif-sur-Yvette, France

³ CORIA, université et INSA de Rouen, 76801, Saint-Etienne du Rouvray, France

⁴ Canadian Light Source, SK S7N 2V3, Saskatoon, Canada

(*email: daniel.ferry@univ-amu.fr)

L'augmentation continue du trafic aérien depuis plusieurs décennies, à un rythme d'environ 5% par année [1], a conduit la communauté scientifique à s'interroger sur l'impact de l'activité aéronautique sur la qualité de l'air et le climat [2,3]. Dans ce contexte le programme français « MERMOSE » (www.mermose.onera.fr), porté par l'ONERA et SAFRAN, a été développé afin d'étudier *i)* les propriétés physiques et chimiques des particules carbonées émises par un turboréacteur et *ii)* le rôle joué par ces particules dans la formation des traînées de condensation et des nuages cirrus artificiels. Ce projet vise également à générer des analogues de laboratoire ayant les mêmes caractéristiques physico-chimiques que les suies aéronautiques afin de pallier aux difficultés de prélèvement des suies derrière un turboréacteur d'une part et aux faibles quantités de matière collectées d'autre part.

Nous avons synthétisé des suies carbonées à l'aide d'un dispositif de combustion MiniCAST (Jing AG ; modèle 5201 type C) qui alimente une flamme de mélange propane-azote assistée par un jet d'air. L'utilisation de différents débits (propane, air, azote, air de dilution), qui conditionne la richesse de la flamme, a permis de générer de suies aux propriétés morphologiques et chimiques variées. Nous présenterons ici les caractéristiques physico-chimiques de ces suies de laboratoire que nous avons étudiées par HRTEM, XPS et NEXAFS et nous comparerons leurs caractéristiques à celles établies sur des particules de suie carbonée collectées derrière un turboréacteur SaM146 (PowerJet) fonctionnant à différents régimes caractéristiques (décollage, montée, croisière, approche). La distribution en taille des particules, leur (nano)structure, leur texture, leur composition chimique élémentaire ainsi que la spéciation chimique du carbone et de l'oxygène seront présentées et discutées.

Nous montrerons que ce travail a permis de produire en laboratoire des suies carbonées ayant des caractéristiques morphologiques, des tailles et des propriétés physico-chimiques analogues à celles des suies aéronautiques émises par des turboréacteurs, ouvrant ainsi la voie à l'utilisation de techniques d'investigation nécessitant des quantités de suie inenvisageables par des prélèvements réalisés derrière un turboréacteur.

1. M. Masiol, R.M. Harrison, *Atmospheric Environment*, **95**, 409-455 (2014).
2. D.S. Lee, G. Pitari, V. Grewe, K. Gierens, J.E. Penner, A. Petzold, M.J. Prather, U. Schumann, A. Bais, T. Berntsen, D. Lachetti, L.L. Lim, R. Sausen, *Atmospheric Environment*, **44**, 4678-4734 (2010).
3. S.C. Olsen, D.J. Wuebbles, B. Owen, *Atmospheric Chemistry and Physics*, **13**, 429-441 (2013).

Etudes par spectroscopie Raman multi-longueurs d'onde expérimentales et modélisées de plusieurs matériaux carbonés

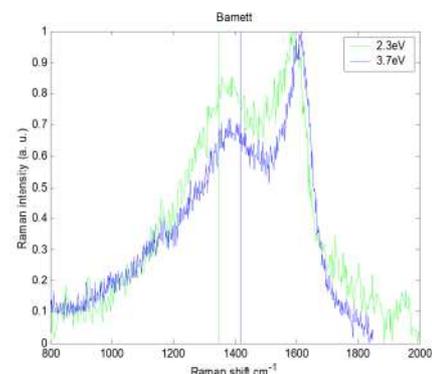
Jérémie-Marie Plewa¹, Philippe Mallet-Ladeira¹, Pascal Puech^{1*}, Roland Pellenq²,
Marc Monthieux¹

- 1) Centre d'Elaboration des Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES),
31055 Toulouse, France.
- 2) Multi-Scale Materials Science for Energy and Environment Laboratory (MSE),
Cambridge MA 02139, USA.

(*email : pascal.puech@cemes.fr)

Les matériaux carbonés ont un signal Raman intense. En faisant varier l'énergie d'excitation, la position de la bande D change ainsi que son intensité relative par rapport à la bande G. Dans ce travail, nous avons étudié une série d'échantillons provenant de diverses origines: des films de carbone pyrolytique, des cokes, et des roches carbonées (kérogènes). Nous avons comparé le spectre Raman de chaque échantillon en utilisant plusieurs longueurs d'onde d'excitation allant de l'ultraviolet à l'infrarouge.

Dans le cas du graphite, le rapport I_D/I_G en fonction de l'énergie d'excitation E_L varie en suivant une loi en E_L^{-4} ce qui signifie que, avec une excitation UV, la bande D est très faible. Si la dimension latérale des graphènes (L_a) est réduite, cette dépendance est perdue et tend plutôt vers une dépendance en puissance entre -4 et 0. Dans un tel cas, même avec une excitation UV, une grande bande D est encore observée. Une conséquence importante est que la loi de Tuinstra et Koenig est seulement valide pour des tailles de L_a 'intermédiaires' (~2-10 nm). Pour des matériaux graphéniques avec de nombreux défauts, il a été démontré récemment que la loi de Tuinstra et Koenig peut présenter une erreur énorme – jusqu'à un facteur 10 – dans la détermination des L_a [1]. La bande G montre cependant une grande variation parmi la série d'échantillons, et reste donc l'un des paramètres pertinents à analyser. Dans ce travail, pour comprendre la physique sous-jacente aux profils des spectres, nous essayons de distinguer les contributions double résonante d'une part et non-résonante d'autre part, en normalisant par rapport à la bande G. Il est prévu de comparer ensuite les résultats expérimentaux aux calculs.



Spectres Raman d'un schiste à gaz à deux longueurs d'onde: 2.3 eV (vert) and 3.7 eV (UV). Les lignes verticales correspondent au nombre d'onde de la bande D dans du graphite peu défectueux. Les variations dans la position de la bande D révèlent les rôles respectifs des contributions double-résonante et non-résonante.

Ce travail est soutenu par l'ANR dans le cadre du projet ANR-10-BLAN-0929-02 'PyromaN'

1. P Mallet-Ladeira et al, *Carbon*, **80**, 629-639, (2014)

Structure and properties of kerogens from atomistic scale simulations

Léa Atmani*, Christophe Bichara, Roland Pellenq

CiNaM, 13009, Marseille, France

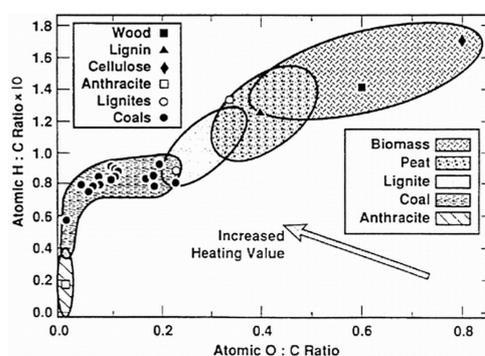
(*email: atmani@cinam.univ-mrs.fr)

Oil and natural gas from deep shale formations are expected to greatly impact the entire world economy as these are spread out everywhere around the globe. The abundance of shale gas resources worldwide—and the fact that burning natural gas emits less CO₂ than other fossil fuels—has created the expectation of a golden age of natural gas in a global energy system. This revolution relies on the large-scale deployment of new technologies allowing the production of hydrocarbons (oil, and especially natural gas), from source rock formations that were considered unproductive until very recently. Gas/oil shale are sedimentary rocks with ultralow permeability. Estimates of long-term production and technically recoverable resources are, however, highly uncertain.

The fundamental mechanisms controlling shale gas extraction remain poorly understood, and the classical theories and simulation techniques used by the oil and gas industry have proven inadequate for shale source rocks. Understanding the production of hydrocarbons from kerogen and its influence on its nanotexture and degree of so-called maturity has become an important new area of research at the frontier between physical chemistry and mechanics.

The purpose of the present PhD proposal is to investigate the needed thermodynamics conditions (pressure, temperature) to stabilizing a rich hydrogen containing phase (hydrocarbons) in a rich carbon (nanoporous) phase (pyro-bitumen/kerogen) from the point of view of phase demixion using adequate atomistic simulation techniques based on reactive potentials. The final nano-texture models of kerogen will be compared to neutron diffusion data acquired on main frame neutron sources in France and in the US in collaboration with XShale MIT program.

During the first year, we tested the tools of simulation. We have chosen an adequate potential to be used during molecular dynamics. We are now testing the parameters. We are going to begin the calculations on cellulose structures and their rigidity.



Van Krevelen Diagram ¹

1. G. Trif-Tordai, I. Ionel, *Alternative Fuel*, **chap. 12**, DOI: 10.5772/25030, (2011).

Effet de la pression dans les nanotubes de carbone à faible nombre de parois : étude par spectroscopie Raman résonante

R. S. Alencar^{1, 2*}, A. C. Torres-Dias^{1, 2}, D. Machon², Ch. Laurent³,
A. Soldatov, A. G. Souza Filho¹, A. San Miguel^{2*}

1 Departamento de Física, Universidade Federal do Ceará

2 Institut Lumière Matière, Université de Lyon et CNRS

3 CIRIMAT, Université Paul Sabatier et CNRS

4 Luleå University of Technology

(*rafael_alencar@fisica.ufc.br, alfonso.san-miguel@univ-lyon1.fr)

L'étude des propriétés électroniques, mécaniques et vibrationnelles des nanotubes de carbone avec quelques couches est important pour le développement et l'amélioration des modèles qui pourraient décrire le comportement des nanotubes à parois simples (SWCNT) et multiples (MWCNT). Pour les SWNT, la pression d'effondrement radial, P_c , suit une loi $P_{c,\infty} \propto d^{-3}$ avec d le diamètre du tube pour les tubes de diamètre supérieur à 0,6 nm [1 et ses références]. Dans le cas des nanotubes à double paroi (DWCNTs) il a été proposé que la pression d'effondrement radial est gouvernée suivant la même loi que pour les SWNT en remplaçant le diamètre, d , par le diamètre interne (d_i^{-3}) [2] tandis que d'autres travaux semblent indiquer une pression d'effondrement radial déterminé par la valeur moyenne du diamètre (d_{avr}^{-3}) [3,4].

Nous présentons ici une étude de spectroscopie Raman résonante sous pression pour des échantillons de nanotubes de carbone avec des valeurs moyennes des parois comprises entre 2 et 4 [5,6]). Nous avons utilisé du NaCl comme milieu transmetteur de la pression afin d'éviter la pénétration des nanotubes par le milieu environnant. La pression a été appliquée avec une cellule à enclumes de diamant jusqu'à des pressions maximums de 35 GPa.

Nous montrerons que l'évolution sous pression de la bande G et -quand ils sont visibles- des modes de vibrations radiaux (RBM), permet d'identifier dans certains cas la pression d'effondrement radial de ces nanotubes. Les valeurs obtenus seront discutés à la lumière des différents modèles proposés.

1. T.F.T. Cerqueira, S. Botti, A. San-Miguel and M.A.L. Marques, Carbon **69** 355 (2014).
2. X. Ye, D. Y. Sun, and X. G. Gong, Phys. Rev. B **72** 035454 (2005).
3. X. Yang, G. Wu, and J. Dong, Appl. Phys. Lett. **89** 113101 (2006).
4. A. L. Aguiar, E. B. Barros, R. B. Capaz, A. G. S. Filho, P. T. C. Freire, J. M. Filho, D. Machon, C. Caillier, Y. A. Kim, H. Muramatsu, M. Endo, and A. San-Miguel, J. Phys. Chem. C **115** 5378 (2011).
5. Muramatsu H., Shimamoto D., Hayashi T., Kim Y. A., Terrones M., Endo M., Dresselhaus M. S., Adv. Mater. **23** 1761(2011).
6. E. Flahaut, Ch. Laurent, A. Peigney, Carbon **43** 375 (2005).

Confection d'un nouvel adsorbant hybride

Karima Larbi*, N. Benderdouche, M. Benadjemia

Structure élaboration et application des matériaux moléculaires
Université Abdelhamid Ibn Badis - Mostaganem, B.P. 227, 27000
Mostaganem, Algérie

(* Email : yasmine.larbi@yahoo.com)

L'augmentation du nombre de sites industriels agroalimentaires a eu un impact néfaste sur l'environnement suite aux grandes quantités de déchets générés. L'utilisation de nouveaux matériaux adsorbants tels que les charbons actifs hybrides issues de mélange de déchets lignocellulosiques est le but de notre recherche pour deux raisons

*Elaboration d'un charbon actif hybride doté d'un grand pouvoir adsorbant pour l'élimination des polluants des eaux usées

*Valorisation de plusieurs déchets et leurs réutilisations dans le traitement des eaux

Notre travail porte sur deux axes principaux, la préparation et la caractérisation des charbons à base de noyaux d'olive, noyaux d'abricot, noyaux de nèfles et de noyaux de dattes

Les résultats de la caractérisation par l'indice d'iode pour les charbons préparés montrent que les noyaux de dattes et les noyaux d'abricots avaient les meilleurs indices 744.9mg/g, 710 mg/g et 612mg/g pour les noyaux de nèfles 461mg/g pour les noyaux d'olives

De même pour l'indice du bleu de méthylène le meilleur indice était pour les noyaux de dattes 295.27 mg/g

Après préparation et caractérisation des charbons hybrides binaires, ternaires, et quaternaires, le meilleur adsorbant est déterminé pour des applications ultérieures

Formes de nanographite défectueux sous haute pression

S.D. Silva Santos^a, P. Weisbecker^b, G.L. Vignoles^b, D. Machon^a, A. San-Miguel^{a*}

^a Université de Lyon, F-69000 Lyon, France and Institut Lumière Matière, CNRS, UMR 5306, Université Lyon 1, F-69622 Villeurbanne, France

^b Université Bordeaux 1 et CNRS, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux, UMR 5801, 3 Allée de la Boétie, F33600 Pessac, France

(*alfonso.san-miguel@univ-lyon1.fr)

Les Pyrocarbones (PyCs) sont des arrangement atomiques de carbone basés sur l'empilement de couches de graphène avec des défauts tels que des arrangements turbostratiques, des lacunes, des d'atomes de carbone-sp³, cycles penta ou heptagonaux, courbures locales, etc.. Les Pyrocarbones peuvent contenir jusqu'à 5% at. d'hydrogène.

Le graphite bien cristallisé suit une transformation de phase réversible à des pressions supérieures à 10 GPa. La structure du "graphite froid" à haute pression est encore discutée, mais l'importance (ou même la prédominance) de la liaison sp³ dans cette structure ne fait pas de doute [1,2]. L'évolution avec la pression de la largeur à mi-hauteur (FWHM) de la bande G du spectre Raman a été identifiée comme étant une caractéristique de cette transformation de phase du graphite [2,3]. L'objectif de la présente étude est d'étudier l'effet du désordre et de la nanostructuration sur l'évolution structurale sous pression du carbone graphitique.

Nous avons étudié par spectroscopie Raman *in situ*, sous des pressions allant jusqu'à 40 GPa, des PyCs très bien caractérisés (MET, diffraction de neutrons, rayon X, spectroscopie Raman) [4]. Les PyCs étudiés appartiennent aux familles des laminaires rugueux (LR) et des laminaires régénérés (LRe). Ces PyCs hautement texturés ont une structure nanocristalline différente, avec des longueurs caractéristiques des nanocristallites L_a de 5.2 et 2.4 nm respectivement.

Nous avons suivi l'évolution *in situ* de la bande G avec la pression et observé d'importantes différences sur l'évolution de sa FWHM entre les différents PyCs. La réversibilité du comportement des échantillons a été également étudiée. Nous allons discuter l'évolution observée, en la comparant à celle du HOPG, dont le comportement est déjà connu.

[1] W.L. Mao, H-k Mao, P.J. Eng, T.P. Trainor, M. Newville, C.-c. Kao, D.L. Heinz, J. Shu, Y. Meng, R.J. Hemley, Science 302, 425 (2003).

[2] M. Amsler, J.A. Flores-Livas, L. Lehtovaara, F. Balima, S. A. Ghasemi, D. Machon, S. Pailhès, A. Willand, D. Caliste, S. Botti, A. San Miguel, S. Goedecker, M.A.L. Marques, Phys. Rev Lett **108**, 065501 (2012)

[3] M. Hanfland, H. Beister and K. Syassen, Phys. Rev. B 39, 12598 (1989)

[4] P. Weisbecker, J.M. Leyssale, H.E. Fisher, V. Honkimäri, M. Lalanne, G.L. Vignoles, Carbon 50, 1563 (2012)

Adsorption de caféine et bisphénol A sur tissus de carbones activés fluorés

G. Rziga^a, L. Duclaux^a, S. Masson^a, L. Reinert^a, M. Dubois^b

^a *Laboratoire de Chimie Moléculaire et Environnement, Université Savoie Mont Blanc, 73376 Le Bourget du Lac Cedex*

^b *Institut de Chimie de Clermont-Ferrand (UMR 6296), BP80026, 63171 Aubières Cedex*

(*email : rzigaghaya@gmail.com)

L'objectif de cette étude est d'évaluer l'effet de la fluoration d'un tissu de carbone activé sur l'adsorption de la caféine et du bisphénol A.

Un tissu microporeux (KIP1200 Dacarb) a été fonctionnalisé par réaction avec un mélange gazeux (N₂/F₂ 50/50 % vol.) à température ambiante durant des temps variables, de 10 à 120 min. Les échantillons ont subi un recuit sous vide primaire à 150°C. Par cette méthode les compositions suivantes ont été obtenues : CF_{0,06}, CF_{0,08} et CF_{0,3}.

Les tissus fluorés ont été caractérisés par spectroscopie infrarouge, adsorption de gaz (N₂, CO₂), et calorimétrie différentielle à balayage sous flux d'azote.

Pour étudier l'efficacité de l'adsorption, des isothermes à 25°C de ces deux molécules ont été réalisées sur les tissus CF_x (x=0,06, 0,08 et 0,3) et comparées aux isothermes d'adsorption étudiées sur le tissu KIP1200 brut.

Pour les deux molécules la quantité adsorbée par unité de masse de carbone diminue lorsque le rapport atomique F/C augmente. Cette diminution peut être corrélée aux variations de surfaces spécifiques et répartition de tailles des pores mesurées pour les différents substrats.

Synthesis of carbon-based catalysts functionalized through the grafting of carboxylic acids

Aude-Claire DOISEAU,¹ Franck Rataboul¹, Nadine Essayem¹

¹ IRCELYON, Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement. Université Lyon 1.
2 avenue Albert Einstein, 69626 Villeurbanne, France.

nadine.essayem@ircelyon.univ-lyon1.fr

The transformation of hemicellulosic feedstock into chemicals such as furfural is of high interest. The current process uses H₂SO₄ as catalyst and gives 30-35% yield in furfural from hemicellulose. Current research to develop a cleaner and more efficient technology implies for example the use of organic solvent (DMSO)¹ or biphasic systems which combine an aqueous phase and an extractive organic solvent². However, the use of water as reaction medium should be privileged and for that, the design of solid acid catalysts, active, selective and stable in water is essential.

Previous work in our group shows the efficient dehydration of hexoses and pentoses in concentrated aqueous solutions of carboxylic acids.³ Based on that we investigated the synthesis of solid catalyst on which we wanted to simulate the positive promoting effect of carboxylic acids on the surface for the use in water medium.

We report here the grafting of carboxylic acids on carbon materials. The mode of carbon preparation and functionalisation with various carboxylic acids (citric, itaconic, aconitic and tartaric acids) will be described. We will particularly discuss the influence of the preparation mode of carbon support and its reactivity with the various carboxylic acids.

For example, below is presented the case of the impregnation with citric acid of carbon materials, obtained from spruce pyrolysis at different temperatures. Figure 1 shows that the grafting of the acid is more effective when spruce was treated at 400°C, as indicated by the relative higher intensity of the $\nu(\text{COOH})$ band ant 1700 cm⁻¹.

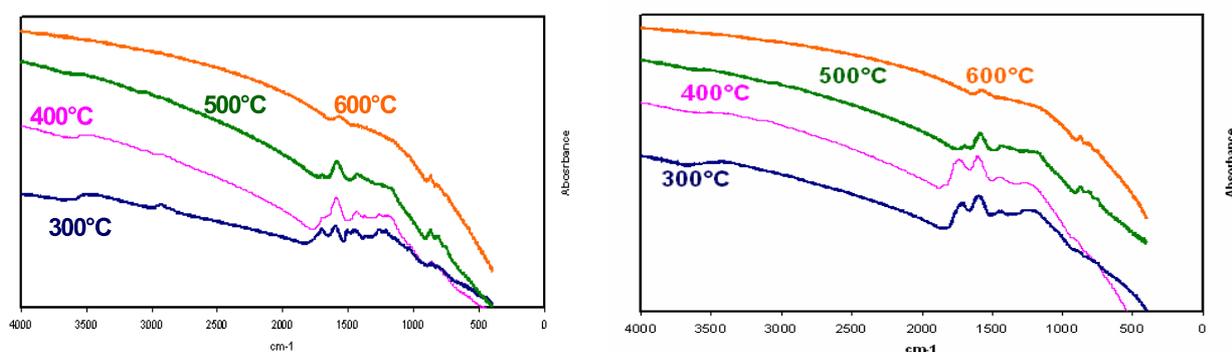


Figure 1. Infrared spectra of (left) materials obtained after spruce pyrolysis at various temperatures. (right) materials obtained after treatment with citric acid.

¹ Lam, E., et al., *Carbocatalytic dehydration of xylose to furfural in water*. Carbon, 2012. **50**(3): p. 1033-1043.

² Gurbuz, E.I., et al. *Conversion of hemicellulose to furfural and levulinic acid in biphasic reactors with alkylphenol solvents*. 2012: American Chemical Society.

³ (a) Essayem, N.; Lopes de Souza, R.; Rataboul, F. WO 2012156479.

(b) Doiseau, A.-C.; Essayem, N.; Lopes de Souza, R.; Rataboul, F. PCT/EP2012/066545

Adsorption d'un colorant textile par un précurseur végétal

Z. Bahnes^{*}, N. Benderdouche, B. Bestani

Laboratoire SEA2M, Université Abdelhamid Ibn Badis,
27000, Mostaganem, Algérie

(*email: zohrabahnes@yahoo.fr)

L'utilisation intensive des colorants dans la vie courante a engendré des problèmes aussi bien dans l'environnement que dans l'alimentation. Il est donc nécessaire de traiter ces rejets avant qu'ils ne soient déversés soit dans la nature soit dans les réseaux d'assainissement. Dans cette étude nous avons choisi de valoriser un déchet végétal local, en l'occurrence, les noyaux de jujube en vue de l'élimination de colorant Orange G.

L'étude paramétrique de l'adsorption du l'orange G par les noyaux de jujube, en état brut, nous a permis de mettre en évidence la dépendance de l'efficacité de ce nouvel adsorbant à divers paramètres sur la capacité d'adsorption : le temps de contact, le pH, la concentration initiale de la solution aqueuse et la température. L'isotherme d'adsorption simulée est parfaitement en accord avec le modèle de Freundlich avec les constantes $K_L = 0,52$ et $n = 1,14$, ce qui indique une adsorption favorable.

Les paramètres thermodynamiques montrent que le processus d'adsorption est de nature physique, endothermique ($\Delta H = 27,52$ kJ/mol). L'adsorption de l'orange G par ce déchet végétal obéit la cinétique de deuxième ordre avec un coefficient de corrélation $R = 1$.

Les résultats préliminaires montrent l'intérêt à valoriser ces déchets qui peuvent représenter ainsi un précurseur potentiel de matériaux carbonés plus performants.

Liste des participants

(à la date d'impression)

Nom	Prénom	Organisme	Ville	e-mail
ALLARD	Bénédictte	Carbone Savoie	Versisieux	benedicte.allard@carbone-savoie.fr
ALPHAZAN	Philippe	Revol	Villeurbanne	pha@revol.fr
AMADOU	Julien	Nanocyl SA	Sambreville, Belgique	julien.amadou@nanocyl.com
ATMANI	Léa	CiNam CNRS	Marseille	atmani@cinam.univ-mrs.fr
AZAIS	Philippe	CEA LITEN	Grenoble	philippe.azais@cea.fr
BADARD	Mathieu	LEPMI LMOPS	Le Bourget du Lac	mathieu.badard@univ-smb.fr
BAHNES	Zorha	Université de Mostaganem	Mostaganem, Algérie	zohrabahnes@yahoo.fr
BATISSE	Nicolas	Institut de Chimie de Clermont Ferrand	Aubière	Nicolas.Batisse@univ-bpclermont.fr
BENDERDOUCHE	Nouredine	SEAZM	Mostaganem, Algérie	benderdouchen@yahoo.fr
BERLIOUX	Gérard	Ancien SGL Carbon	Passy	gerard.berlioux@orange.fr
BERTHON-FABRY	Sandrine	Mines ParisTech / PERSEE	Nice	sandrine.berthon-fabry@mines-paristech.fr
BESTANI	Benaouda	SEAZM	Mostaganem, Algérie	bestanib@yahoo.fr
BONNAMY	Sylvie	ICMN, CNRS / Université d'Orléans	Orléans	sylvie.bonnamy@cnrs-orleans.fr
BOST	Nicolas	CEMHTI CNRS	Orléans	nicolas.bost@cnrs-orleans.fr
BOUMEDIENE	Fatiha	Laboratoire Eau et environnement	Chlef, Algérie	boumediene_fatiha@hotmail.fr
BOURAOU	Zeineb	IS2M CNRS	Mulhouse	zeineb.bouraoui@uha.fr
BOURLET	Frédérique	IS2M CNRS	Mulhouse	frederique.bourlet@uha.fr
BOUSIGE	Collin	UMI MIT-CNRS	Cambridge, USA	bousige@mit.edu
BOUZIANE	Lamya	Département Génie Civil et Hydraulique	Ouargla, Algérie	bouzianelamya@yahoo.fr
BRENDER	Patrice	Messier-Bugatti-Dowty (SAFRAN)	Villeurbanne	patrice.brender@safranmbd.com
CATALDI	Michel	HERAKLES - SAFRAN	Le Haillan	michel.cataldi@herakles.com
CELZARD	Alain	Institut Jean Lamour	Epinal	alain.celzard@univ-lorraine.fr
CHENEVIER	Pascale	UGA, CEA Grenoble	Grenoble	pascale.chenevier@cea.fr
CLAUSSE	Vincent	Mersen France Amiens SAS	Amiens	vincent.clausse@mersen.com
DAVID	Patrick	CEA Le Ripault	Monts	patrick.david@cea.fr
DEBIH	Hadi	Faculté des Sciences	M'Sila, Algérie	debimah@yahoo.fr
DELICIQUE	Damien	Laboratoire de Géologie - ENS Paris	Paris	deldicque@geologie.ens.fr
DELMAS	Mathieu	CEMES-CNRS	Toulouse	mathieu.delmas@cemes.fr
DENTZER	Joseph	IS2M CNRS	Mulhouse	Joseph.Dentzer@uha.fr
DIAF	Hatem	ILM	Villeurbanne	hatem.diaf@univ-lyon1.fr
DUBOIS	Marc	Institut de Chimie de Clermont Ferrand	Aubière	marc.dubois@univ-bpclermont.fr
DUGLAUX	Laurent	LCME USMB	Le Bourget du Lac	laurent.duglaux@univ-savoie.fr
DUNSTAN	David	Queen Mary University of London	Londres, Royaume Uni	d.dunstan@qmul.ac.uk
FADOUL	Karima	SETARAM	Caluire	fadoul@setaram.com
FERRY	Daniel	CiNam	Marseille	ferry@cinam.univ-mrs.fr
FIGURA	Florent	INSA MATEIS	Villeurbanne	florent.figura@insa-lyon.fr
FILLON	Jean-Noël	CNRS - CEMES	Toulouse	jean-noel.fillon@cemes.fr
FONTANA	Sébastien	Institut Jean Lamour	Vandœuvre-lès-Nancy	sebastien.fontana@univ-lorraine.fr
GADIOU	Roger	IS2M CNRS	Mulhouse	roger.gadiou@uha.fr
GADONNEIX	Philippe	Institut Jean Lamour	Epinal	philippe.gadonneix@univ-lorraine.fr
GONZE	Evelyne	LOCIE CNRS USMB	Le Bourget du Lac	Evelyne.Gonze@univ-savoie.fr
GRISHECHKO	Liudmila	Institut Jean Lamour	Epinal	igrishechko@mail.ru
GRIVEI	Eusebiu	Materia Nova	Mons, Belgique	eusebiu.grivei@materianova.be
GUICHAOUA	Lise	ICMN, CNRS / Université d'Orléans	Orléans	lise.guichaoua@cnrs-orleans.fr
HEROLD	Claire	Institut Jean Lamour	Vandœuvre-lès-Nancy	c.herold@univ-lorraine.fr
HUANG	Kai	CRPP	Pessac	huang@crpp-bordeaux.cnrs.fr
JEDER	Asma	Institut Jean Lamour	Epinal	asma.feder@univ-lorraine.fr

JOB	Nathalie	Departement of Chemical Engineering	Liège, Belgique	Nathalie.Job@ulg.ac.be
KAMPIOTI	Katerina	CRPP	Pessac	kampiotti@crpp-bordeaux.cnrs.fr
KIRCHEV	Angel	CEA-LITEN	Le Bourget du Lac	angel.kirhev@cea.fr
LABBAYE	Thibault	GREMI	Orléans	thibault.labbaye@univ-orleans.fr
LACOMBRE	Alexandre	IS2M CNRS	Mulhouse	alexandre.lacombre@uha.fr
LAFFON	Carine	CINAM CNRS	Marseille	laffon@cinam.univ-mrs.fr
LAJILI	Marzouk	EMIR, Faculté des Sciences	Monastir, Tunisie	marzouk.lajili@ipeim.rnu.tn
LARBI	Karima	SEAMM	Mostaganem, Algérie	yasmine.larbi@yahoo.com
LE FLOCH	Sylvie	ILM CNRS	Villeurbanne	sylvie.le-floch@univ-lyon1.fr
LEONARD	Alexandre	Departement of Chemical Engineering	Liège, Belgique	alexandre.leonard@ulg.ac.be
MAGNIN	Yann	CINAM-CNRS	Marseille	magnin@cinam.univ-mrs.fr
MARHABA	Iman	CINam	Marseille	marhaba@cinam.univ-mrs.fr
MASSON	Sylvain	LCME USMB	Le Bourget du Lac	sylvain.masson@univ-savoie.fr
MATHIEU	Emilie	ICMN, CNRS / Université d'Orléans	Orléans	emilie.mathieu@cnrs-orleans.fr
MEDJAHDI	Malika	SEA2M	Mostaganem, Algérie	mmedjahdi@yahoo.fr
MERCER	Michèle	Mercer Instruments	Passy	michelle@mercer-instruments.com
MONTHIQUX	Marc	CEMES - CNRS	Orléans	monthiou@cemes.fr
NGUEMALIEU KOUETCHA	Daniella	ICMN, CNRS / Université d'Orléans	Orléans	daniella.nguemalieu@cnrs-orleans.fr
NICOLLE	Jimmy	ICMN, CNRS / Université d'Orléans	Orléans	jimmy.nicolle@univ-orleans.fr
NOURDINE	Ali	LEPMI LMOPS USMB	Le Bourget-du-Lac	ali.nourdine@univ-savoie.fr
ONDARTS	Michel	LOCIE CNRS USMB	Le Bourget-du-Lac	Michel.Ondarts@univ-savoie.fr
OUTIN	Jonathan	LOCIE CNRS USMB	Le Bourget du Lac	Jonathan.Outin@univ-savoie.fr
PAGEOT	Justin	CEA	Gif-sur-Yvette	justin.pageot@cea.fr
PARENT	Philippe	CINAM CNRS	Marseille	parent@cinam.univ-mrs.fr
PELLENQ	Roland	CNRS MIT	Cambridge, MA, USA	pellennq@mit.edu
PENICAUD	Alain	Centre de recherche Paul Pascal	Pessac	penicaud@crpp-bordeaux.cnrs.fr
PICAUD	Sylvain	UTINAM	Besançon	sylvain.picaud@univ-fcomte.fr
PIEDBOEUF	Marie Laure	Departement of Chemical Engineering	Liège, Belgique	marie-laure.piedboeuf@ulg.ac.be
PISCHEDDA	Vittoria	ILM CNRS	Villeurbanne	vittoria.pischedda@univ-lyon1.fr
PLEWA	Jérémie-Marie	CEMES	Toulouse	jeremie-marie.plewa@cemes.fr
PUECH	Pascal	CEMES	Toulouse	pascal.puech@cemes.fr
RADESCU CIORANESCU	Silvana Elena	ILM CNRS	Villeurbanne	silvana.radescu@univ-lyon1.fr
REFFAS	Abdelbaki	Département de Chimie	M'Sila, Algérie	abdelbakireffas@gmail.com
REINERT	Laurence	LCME USMB	Le Bourget du Lac	laurence.reinert@univ-savoie.fr
RIETSCH	Jean-Christophe	Safran Composites	Itteville	jean-christophe.rietsch@safran.fr
ROZ	Jean-Michel	Carbone Savoie	Vénissieux	jean-michel.roz@carbone-savoie.fr
RZIGA	Ghaya	LCME USMB	Le Bourget-du-Lac	rzigaghaya@gmail.com
SAN MIGUEL	Alfonso	ILM CNRS	Villeurbanne	alfonso.san-miguel@univ-lyon1.fr
SELLAOUI	Lotfi	Laboratoire de physique quantique	Monastir, Tunisie	sellaoulotfi@yahoo.fr
SILVA ALENCAR	Rafael	ILM CNRS	Villeurbanne	rafael.silva-alencar@univ-lyon1.fr
SILVA SANTOS	Silvio Dominguo	ILM CNRS	Villeurbanne	silvio-domingos.silva-santos@univ-lyon1.fr
SPEYER	Lucie	Institut Jean Lamour	Vandœuvre-lès-Nancy	lucie.speyer@univ-lorraine.fr
STOLZ	Aude	ILM Univ. Lyon 1 / LCME USMB	Villeurbanne	aude.stolz@univ-lyon1.fr
SUPPO -ESSAYEM	Nadine	IRCE Lyon CNRS	Villeurbanne	nadine.essayem@ircelyon.univ-lyon1.fr
THEBAULT	Jacques	retraité de la SEP	Bordeaux	jacq.thebault@orange.fr
VACCHI	Isabella Ana	IMBC - CNRS	Strasbourg	i.vacchi@ibmc-cnrs.unistra.fr
VAUTRIN-UL	Christine	ICMN	Orléans	christine.vautrin-ul@cnrs-orleans.fr

Remerciements



Nous remercions l'Université Savoie Mont Blanc et le CNRS pour leur contribution financière à l'organisation du colloque. Nous remercions le Conseil General de la Savoie et Polytech'Annecy-Chambéry pour la fourniture d'objets promotionnels. Nous remercions les exposants du colloque : Revol, Setaram et Mercer Instruments (Hiden Isochema).



Hiden Isochema
Advancing Sorption Analysis