

**NEW GREEN CARBON FIBRES MADE FROM LIGNIN
IN-SITU STUDY OF THEIR GRAPHITIZATION BY X-RAY SCATTERING**

PhD thesis director: Dr Pascale Launois - pascale.launois@universite-paris-saclay.fr
Laboratoire de Physique des Solides (CNRS/Université Paris Saclay), France
Co-directors: Prof Milo Shaffer, Dr Agi Brandt-Talbot - m.shaffer@imperial.ac.uk
Imperial College, London, UK

Carbon fibres are widely used, including to reduce weight, improve fuel efficiency and increase vehicle range. Although they contribute to sustainability during their use, they are manufactured from petrochemicals through an energy intensive carbonization process. This thesis topic is part of a project co-funded by CNRS in France and Imperial College in London, UK, to develop a new class of "green" carbon fibres from lignin (a renewable precursor derived from wood) using less energy for the conversion.

Two PhD students will be involved in the project, one at the Laboratoire de Physique des Solides and the other at Imperial College. The project involves the exchange of data and samples, and the progress of each PhD student will be accelerated by the contributions of the other. The PhD student at Imperial College will be responsible for the production of hybrid lignin/carbon nanotube or polymer (polyvinyl alcohol) fibres by spinning, studying their mechanical and electrical properties, and optimizing the production process. The subject of the PhD student at the Orsay Solid State Physics Laboratory is detailed below.

It concerns a key element to obtain quality fibres: the understanding and control of the carbonization and graphitization process of lignin during the heating of fibres. The subject of this thesis is the study in-situ by X-ray scattering, in the laboratory or on synchrotron, of the evolution of the structure and texture of precursor fibres during their transformation. The graphiticity of the product is critical to its performance, and will be related both to the lignin chemistry and the presence of the carbon nanotubes or polymer additives. The PhD student will use new environmental cells for his/her experiments allowing tensile and temperature studies to be performed in situ. X-ray scattering experiments will be performed at large angles, to analyse structural aspects, but also at small angles, to evaluate the shape and orientation of (nano)pores in the fibre. The PhD student will also participate in the development of the formalism and codes necessary to analyse both the amorphous and crystalline phases present, including the evolution of their proportions, domain sizes, and orientations [1,2,3,4]. The CNRS PhD student will travel to London (at least three months in total) to understand the manufacturing process of the fibres and to perform complementary analyses (e.g. Raman scattering, confocal/electron microscopy).

Profile of the PhD student:

- Strong background in solid state physics or materials
- Enthusiasm for both practical experiment and formalism development
- Excellent organizational and communication skills
- Existing programming skills (e.g. Python) will be appreciated

Start date of the PhD thesis: October 1, 2023

To apply: <https://emploi.cnrs.fr/Offres/CDD/UMR8502-PASLAU-005/Default.aspx>

- [1] V. Pichot, S. Badaire, P.-A. Albouy, C. Zakri, P. Poulin and P. Launois, 2006, *Structural and mechanical properties of single-wall carbon nanotubes fibers*, Phys. Rev. B 74, 245416
- [2] T. Dabat, F. Hubert, E. Paineau, P. Launois, C. Laforest, B. Grégoire, B. Dazas, E. Tertre, A. Delville and E. Ferrage, 2019, *A general orientation distribution function for clay-rich media*, Nature Comm. 10, 5416
- [3] W.J. Lee, E. Paineau, D.B. Anthony, Y. Gao, H. S. Leese, S. Rouzière, P. Launois and M.S.P. Shaffer, 2020, *Inorganic nanotube mesophases enable strong self-healing fibers*, ACS Nano 14, 5570
- [4] J. Moore, E. Paineau, P. Launois and M.S.P. Shaffer, 2021, *Continuous binder-free fibers of pure imogolite nanotubes*, ACS Applied Materials and Interfaces 13, 17940

NOUVELLES FIBRES DE CARBONE VERTES RÉALISÉES À PARTIR DE LIGNINE ÉTUDE *IN SITU* DE LEUR GRAPHITISATION PAR DIFFUSION DES RAYONS X

Directrice de la thèse : Pascale Launois - pascale.launois@universite-paris-saclay.fr
Laboratoire de Physique des Solides (CNRS/Université Paris Saclay), France
Co-directeurs : Prof Milo Shaffer, Dr Agi Brandt-Talbot - m.shaffer@imperial.ac.uk
Imperial College, Londres, UK

Les fibres de carbone sont largement utilisées, notamment pour réduire le poids, améliorer le rendement énergétique et augmenter l'autonomie des véhicules. Bien qu'elles contribuent à la durabilité pendant leur utilisation, elles sont fabriquées à partir de produits pétrochimiques au moyen d'un processus de carbonisation qui consomme beaucoup d'énergie. Ce sujet de thèse fait partie d'un projet co-financé par le CNRS en France et Imperial College à Londres, UK, pour développer une nouvelle classe de fibres de carbone "vertes" à partir de la lignine (dérivée du bois) en utilisant moins d'énergie pour la conversion.

Deux doctorants (doctorantes) seront impliqués (impliquées) dans le projet, l'un (une) au Laboratoire de Physique des Solides et l'autre à Imperial College. Le projet implique l'échange de données et d'échantillons, et les progrès de chaque doctorant (doctorante) seront accélérés par les contributions de l'autre. Le doctorant (la doctorante) à Imperial College sera en charge de la production, par filage, des fibres hybrides lignine/nanotube de carbone ou polymère (alcool polyvinylique); il (elle) étudiera leurs propriétés mécaniques et électriques, ainsi que de l'optimisation du procédé de production. Le sujet du doctorant (de la doctorante) au Laboratoire de Physique des Solides d'Orsay est détaillé ci-après.

Il concerne un élément clé pour obtenir des fibres de qualité : la compréhension et la maîtrise du procédé de carbonisation et de graphitisation de la lignine lors du chauffage des fibres. Le sujet de thèse porte donc sur l'étude *in situ* par diffusion des rayons X, au laboratoire ou sur synchrotron, de l'évolution de la structure et de la texture des fibres précurseurs au cours leur transformation. La graphiticité du produit est essentielle pour ses performances et sera liée à la fois à la chimie de la lignine et à la présence de nanotubes de carbone ou d'additifs polymères. Le doctorant (la doctorante) mettra en œuvre pour ses expériences de nouvelles cellules environnementales permettant des études en traction et en température. Les expériences de diffusion des rayons X seront réalisées à grands angles, pour analyser les aspects structuraux mais aussi à petits angles, pour évaluer la forme et l'orientation des (nano-)pores dans la fibre. Le/la doctorante participera aussi au développement du formalisme et des codes nécessaires pour analyser les phases amorphes et cristallines présentes, notamment l'évolution de leurs proportions, de la taille de leurs domaines et de leurs orientations [1,2,3,4]. Le doctorant (la doctorante) du CNRS se rendra à Londres (au moins trois mois au total) pour comprendre le processus de fabrication des fibres et effectuer des analyses complémentaires (par exemple : diffusion Raman, microscopie confocale/électronique).

Profil du/de la doctorant.e :

- Solides bases en physique des solides ou dans le domaine des matériaux
- Enthousiasme à la fois pour l'expérimentation et le développement de formalisme
- Excellentes compétences en matière d'organisation et de communication
- Des notions de programmation (python par exemple) seront appréciées

Date de début de thèse : 1^{er} octobre 2023.

Pour candidater : <https://emploi.cnrs.fr/Offres/CDD/UMR8502-PASLAU-005/Default.aspx>

[1] V. Pichot, S. Badaire, P.-A. Albouy, C. Zakri, P. Poulin and P. Launois, 2006, *Structural and mechanical properties of single-wall carbon nanotubes fibers*, Phys. Rev. B 74, 245416

[2] T. Dabat, F. Hubert, E. Paineau, P. Launois, C. Laforest, B. Grégoire, B. Dazas, E. Tertre, A. Delville and E. Ferrage, 2019, *A general orientation distribution function for clay-rich media*, Nature Comm. 10, 5416

[3] W.J. Lee, E. Paineau, D.B. Anthony, Y. Gao, H. S. Leese, S. Rouzière, P. Launois and M.S.P. Shaffer, 2020, *Inorganic nanotube mesophases enable strong self-healing fibers*, ACS Nano 14, 5570

[4] J. Moore, E. Paineau E, P. Launois and M.S.P. Shaffer, 2021, *Continuous binder-free fibers of pure imogolite nanotubes*, ACS Applied Materials and Interfaces 13, 17940