



Proposition de thèse de doctorat à IMT Mines Albi et Mines Alès

Élaboration de mousses de biopolymères par extrusion assistée par CO₂ supercritique

Le développement de nouveaux polymères et composites bio-sourcés doit permettre de s'affranchir progressivement des ressources fossiles et de proposer de nouveaux matériaux à propriétés améliorées comme la biodégradabilité, l'innocuité, la légèreté, etc. L'extrusion assistée par un fluide supercritique, comme le CO₂, s'est révélée au cours de la dernière décennie être une technologie de choix pour le développement de ces nouveaux matériaux. Le laboratoire RAPSODEE (UMR IMT Mines Albi-CNRS) s'en est fait une spécialité et collabore sur cet axe de recherche avec le C2MA (IMT Mines Alès).

Dans le cadre de cette thèse, nous proposons de mettre au point un procédé d'élaboration continu de matériaux biopolymères alvéolaires micro- (et/ou nano-) structurés. Le travail visera à étudier un procédé continu d'élaboration pour créer des polymères cellulaires innovants permettant de répondre au défi de réduction de densité et de diminution homogène des tailles de pores dans les polymères cellulaires. Pour réaliser ces matériaux poreux, la technique d'extrusion couplée à l'injection de CO₂ supercritique est une solution pertinente. En effet, selon les conditions opératoires et la solubilité du CO₂ dans le (bio)-polymère utilisé, son injection dans le fourreau d'une extrudeuse va modifier les propriétés rhéologiques du polymère permettant de moduler les conditions d'extrusion. Il va, de plus, jouer le rôle d'agent physique moussant lors de la dépressurisation que subit le polymère au cours de sa sortie de la filière.

Ce travail de doctorat présentera une forte composante expérimentale et consistera en la maîtrise de l'élaboration de mousses de biopolymères de formes et de porosité contrôlées. En effet, il est indispensable d'étendre le champ d'application du procédé à la fabrication de mousses de formes variées et ce à différentes échelles. La nucléation et la croissance des bulles permettant la création de la structure poreuse sera étudiée au travers des conditions opératoires (on peut citer de manière non-exhaustive, la nature des polymères et leurs mélanges, la température du polymère, celle de la filière, la géométrie de la filière, la teneur en CO₂, l'ajout de charges et/ou de renforts micro/nanométriques, ...). Une attention particulière sera donnée à l'étude de la microstructure des mousses ainsi formées en lien avec leurs propriétés. Plusieurs techniques analytiques seront utilisées, entre autres : pycnométrie (H₂O et He), microscopie électronique à balayage environnemental (ESEM), rhéométrie oscillatoire et capillaire, caractérisation thermique (DSC, TGA), étude de la cristallinité, étude des propriétés mécaniques (compression, traction) des mousses.

Ce travail de thèse permettra donc de mieux comprendre la phénoménologie du processus de formation de la porosité en extrusion assistée par fluide supercritique qui reste encore largement mal comprise et dont la maîtrise reste problématique. Une attention particulière sera donnée à l'obtention sélective de porosité ouverte ou fermée, cette structuration conditionnant en effet de nombreuses propriétés des mousses : conductivité thermique, amortissement, résilience, ... Par ailleurs, ce travail pourrait déboucher vers de nouvelles applications comme par exemple des formes galéniques permettant un contrôle du temps de rétention gastrique ou encore dans le domaine biomédical en proposant des matériaux dont la structure poreuse permet la recolonisation vasculaire (*scaffolds*). Ce procédé est enfin de nature à améliorer l'aptitude au broyage des polymères ainsi manufacturés : ceci ouvre une porte vers une mise en forme ultérieure plus aisée ou une meilleure recyclabilité de tout type de polymères (bien au-delà des biopolymères qui font l'objet de cette étude).

Les connaissances ainsi générées serviront de base à la modélisation du procédé. En effet, un premier modèle a déjà été développé lors de travaux précédents afin de représenter les



IMT Mines Albi-Carmaux

École Mines-Télécom

phénomènes de nucléation et de croissance au sein du polymère lors de son passage dans la filière. Cette thèse pourra donc être également l'occasion de contribuer à l'amélioration de ce modèle.

L'étude s'appuiera sur la complémentarité et l'expérience des deux laboratoires albigeois et alésien sur ces thèmes [1-3]. Pour cela, le (la) doctorant(e) sera basé(e) à Alès lors de la 1^o année de thèse et à Albi lors des 2^o et 3^o années de thèse. Des courts séjours dans chacun des laboratoires sont également à prévoir.

L'école doctorale de rattachement sera MEGEP ED-468 (<http://www.ed-megep.fr/>)

[1] Le Moigne, N., Sauceau, M., Chauvet, M., Bénézet, J.-C., Fages, J. Microcellular foaming of (nano)biocomposites by continuous extrusion assisted by supercritical CO₂ (2018) ACS Symposium Series, 1304, pp. 171-188.

[2] Hijazi, N., Le Moigne, N., Rodier, E., Sauceau, M., Vincent, T., Benezet, J.-C., Fages, J. (2018) Biocomposite films based on poly(lactic acid) and chitosan nanoparticles: Elaboration, microstructural and thermal characterization (2018) Polymer Engineering and Science, 59:E350–E360.

[3] Le Moigne, N., Sauceau, M., Benyakhlef, M., Jemai, R., Benezet, J.-C., Rodier, E., Lopez-Cuesta, J.-M., Fages, J. Foaming of poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate)/organo-clays nano-biocomposites by a continuous supercritical CO₂ assisted extrusion process (2014) European Polymer Journal, 61 (1), pp. 157-171.

Directeurs de thèse : Pr. Jacques FAGES (Albi) et Dr. Jean-Charles BENEZET (Alès)

Co-encadrants : Drs. Martial SAUCEAU et Romain SESCOUSSE (Albi) et Dr. Nicolas LE MOIGNE (Alès)

Allocation : 21 611 € brut annuel (soit 1800 euros brut mensuel). Possibilité de vacations d'enseignement plafonnées à 64 h eq. TD/an.

Renseignements et contacts :

Pr. Jacques FAGES :	jacques.fages@mines-albi.fr	05 63 49 31 41
Dr. Jean-Charles BENEZET	jean-charles-benezet@mines-ales.fr	04 66 78 53 62
Dr. Nicolas LE MOIGNE :	nicolas.le-moigne@mines-ales.fr	04 66 78 53 02
Dr. Martial SAUCEAU :	martial.sauceau@mines-albi.fr	05 63 49 33 18
Dr. Romain SESCOUSSE :	romain.sescousse@mines-albi.fr	05 63 49 31 53

Profil : ingénieur (ou universitaire) en Science et Génie des Matériaux avec des connaissances sur les polymères. Il (elle) devra avoir au cours de son cursus démontré une aptitude à la recherche expérimentale. Il (elle) devra faire preuve d'autonomie, de rigueur, de curiosité, d'excellentes capacités de communication (à l'oral et à l'écrit, en français comme en anglais) et de travail en équipe.

Envoyer CV et lettre de motivation aux 2 premières adresses mail ci-dessus.