

LGP2, un pôle de recherche innovant

[🏠](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2016

# Jennifer MARCON

15 décembre 2016 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Pâte lignocellulosique : étude d'un nouveau stade de blanchiment ECF à faible impact environnemental.

## Direction

Gérard MORTHA, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nathalie MARLIN, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le dioxyde de chlore est l'agent oxydant le plus utilisé pour le blanchiment des pâtes chimiques lignocellulosiques. Son utilisation s'accompagne malheureusement de la formation d'ions chlorate, composés inefficaces pour le blanchiment, ainsi que d'importants rejets de DCO et d'organo-chlorés (AOX), nuisibles pour l'environnement. Cette étude vise à concevoir un nouveau stade de blanchiment au dioxyde de chlore (stade D) dans des conditions non-conventionnelles, économe en réactifs, et visant à réduire l'impact environnemental d'une séquence classique.

Le travail a été effectué sur des pâtes kraft de résineux, obtenues après cuisson ou à différents stades de la séquence de blanchiment. Les résultats montrent que l'efficacité du nouveau stade D non conventionnel est meilleure lorsqu'il est placé en fin de séquence. Après optimisation et incorporation de peroxyde d'hydrogène comme réactif complémentaire, les pâtes obtenues présentent des caractéristiques équivalentes à celles d'un blanchiment conventionnel, en termes de blancheur et de degré de polymérisation moyen viscosimétrique ; et ce, avec une réduction drastique de la pollution (-70% des AOX et -20 % de DCO), et un gain économique substantiel en productivité de séquence (diminution de la température et du temps de réaction). L'étude chimique de la réaction du dioxyde de chlore effectuée par différentes techniques (spectroscopie RPE, RMN, FTIR, chromatographie HPAEC-PAD) a mis en évidence les principales étapes du mécanisme d'oxydation durant ce nouveau stade.

## Autres membres du jury

Anne-Laurence DUPONT, Chargée de Recherche CNRS, CRC, Paris ♦♦ Dimitry EVTUGUIN, Professeur, Université d'Aveiro (Portugal) ♦♦ Hervé GALLARD, Professeur, Université de Poitiers ♦♦ Auphélia BURNET, Ingénieur R&D, Centre Technique du Papier, Grenoble ♦♦ Lucie BOIRON, Ingénieur R&D, Munksjö, Apprieux

# Jordan PERRIN

14 décembre 2016 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Production de cellulose pure à partir de bois par un procédé d'épuration et de blanchiment propre à base d'ozone, en vue d'une valorisation textile ou chimique.

## Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Christine CHIRAT**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le blanchiment est toujours l'un des points critiques en termes d'impact environnemental lors de la production de pâte de bois. Une nouvelle séquence "propre" de blanchiment sans réactifs chlorés (TCF) et à base d'ozone a permis d'obtenir une pâte à dissoudre blanchie dont les propriétés sont semblables à celles de pâtes blanchies par des séquences conventionnelles ECF à base de dioxyde de chlore.

Cette thèse montre que la pâte TCF a une meilleure stabilité de blancheur que la pâte ECF correspondante. Les phénomènes de jaunissement, dont les mécanismes sont toujours mal compris, ont été étudiés en mettant en œuvre diverses méthodes dont la spectroscopie RPE, la spectroscopie UV Raman et l'analyse des groupements carbonyle et carboxyle par fluorescence. Les groupes carbonyle que peut porter la cellulose se sont montrés néfastes pour la stabilité de la pâte, à la fois dans les conditions d'un vieillissement accéléré et en conditions alcalines de mercerisation. Ils peuvent néanmoins être partiellement éliminés par un traitement alcalin, ce qui se traduit par une meilleure stabilité de blancheur.

L'addition de peroxyde d'hydrogène dans ce traitement permet d'obtenir des résultats encore meilleurs, sans élimination supplémentaire des carbonyles. Il aurait pour effet d'éliminer des chromophores résiduels de type quinonique et ayant un très fort impact sur le jaunissement des pâtes. La pâte TCF posséderait moins de chromophores quinoniques qu'une pâte ECF. L'ADEME et les sociétés Xylem et Degrémont (Ozonía), les deux principaux fournisseurs de générateurs d'ozone au monde, ont soutenu ce projet.

## Autres membres du jury

Yves QUENEAU, Directeur de Recherche, **INSA Lyon** ♦♦ Carlos PASCOAL NETO, Professeur, **Université d'Aveiro** (Portugal) ♦♦ Ute HENNIGES, Maître de Conférences, **Boku University** (Autriche)

## Julie CHAPELAIN

8 décembre 2016 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

### Sujet

Mousses de flottation à air dispersé pour la décontamination radioactive des terres.

### Direction

Davide BENEVENTI, Chargé de Recherche CNRS, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Fanny HOENG

14 octobre 2016 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

### Sujet

Utilisation des nanocelluloses pour la préparation d'encre conductrices.

### Direction

Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Aurore DENNEULIN, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Résumé

Ce projet vise à développer de nouvelles encres à base de nanofils d'argent et de nanocellulose pour des applications conductrices et transparentes. Les nanocelluloses, nanoparticules issues de la cellulose, sont de deux types – les nanocristaux de cellulose (NCC) et les nanofibrilles de cellulose (NFC) – et possèdent des propriétés bien spécifiques.

Ce travail a consisté d'une part, à utiliser la forme tubulaire et rigide des NCC pour produire des nanotubes d'argents par synthèse chimique, avant leur formulation en encre et d'autre part, à utiliser les propriétés d'enchevêtrement des NFC flexibles pour stabiliser des nanofils d'argent commerciaux, habituellement instables en suspension.

Les divers résultats de ce projet ont permis d'aboutir à la formulation brevetée et à la commercialisation d'une encre conductrice à base d'une faible quantité d'argent et de NCC et de deux encres conductrices et transparentes à base de NFC et de nanofils d'argent. Les interactions physico-chimiques et la stabilité colloïdale de ces suspensions hybrides ont été étudiée de manière fondamentale, tout en développant des formulations adaptées à divers procédés d'impression, que ce soit à échelle laboratoire mais aussi industrielle.

### Autres membres du jury

Bernard CATHALA, Directeur de Recherche, INRA ♦♦ Orlando ROJAS, Professeur, Université d'Aalto, Finlande ♦♦ David GETHIN, Professeur, Université de Swansea, Royaume Uni ♦♦ Charles NEUMAN, Président, Poly-Ink

# Nagalakshmaiah MALLADI

23 septembre 2016 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Traitement à l'état fondu des nanocristaux de cellulose : propriétés thermiques, mécaniques et rhéologiques de nanocomposites polymères.

## Direction

Nadia EL KISSI, Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire Rhéologie et Procédés, Grenoble ♦♦ Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

La faible stabilité thermique et les problèmes d'agrégations irréversibles limitent la mise en forme de nanocomposites polymères à renfort cellulosique. Dans ce contexte, des nanocristaux de cellulose thermiquement stables et fortement dispersés ont été préparés par des procédés verts, basés sur des méthodes en milieu aqueux, telle que l'adsorption physique et la modification de surface. Ces deux types de nanocristaux de cellulose extrudables ont été utilisés comme renfort dans des polymères réputés hydrophobes. Les composites biosourcés à matrice polymère ainsi réalisés sont caractérisés par une amélioration du module de conservation, de la résistance à la traction et du module de Young.

On constate également sur les images de microscopie électronique à balayage qu'à la différence des observations réalisées avec les nanocristaux de cellulose non traités, aucun micro-agrégat cellulosique n'est observé dans la matrice polymère.

Ces deux méthodes, développées en milieu aqueux, apparaissent ainsi comme des solutions industriellement viables.

## Autres membres du jury

Claire BARRES, Maître de Conférences, INSA Lyon ♦♦ Lazhar BENYAHIA, Professeur, Université du Maine, Le Mans-Laval ♦♦ Bruno VERGNES, Directeur de Recherche, CEMEF, Nice

## Marcos MARIANO

22 septembre 2016 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Applications des nanocristaux de cellulose. Propriétés thermiques, rhéologiques et mécaniques des nouveaux matériaux.

### Direction

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nadia EL KISSI, Directeur de Recherche CNRS, LRP, Grenoble

### Résumé

Malgré leurs propriétés intéressantes et l'abondance de la biomasse dont on peut les extraire, les nanocristaux de cellulose ont des applications encore limitées dans des produits commerciaux en raison de leur procédé de préparation, dit de coulée-évaporation, difficilement transposable sur le plan industriel. Ce procédé permet de contrôler des propriétés comme l'humidité ou la dispersion des particules et d'assurer la formation d'un réseau tridimensionnel des particules.

Une alternative possible serait le recours à des procédés d'extrusion et/ou de moulage par injection qui, n'utilisant pas de solvants, peuvent être considérés comme plus 'verts' que la coulée/évaporation. Des matériaux nanocomposites à renfort de nanocristaux de cellulose et à matrice polymère amorphe ou semi-cristalline ont été préparés et caractérisés. L'essentiel du travail s'est focalisé sur l'optimisation de leurs propriétés et l'impact du procédé de mise en œuvre, par extrusion ou moulage par injection. L'effet de la cristallisation de la matrice induite par les nanocharges et la possibilité de réorganisation de celles-ci après mise en œuvre ont notamment été abordés.

### Autres membres du jury

Yves GROHENS, Professeur, Université de Bretagne Sud, Lorient ♦♦ Christian CARROT, Professeur, Université Jean Monnet, Saint-Etienne ♦♦ Jannick DUCHET-RUMEAU, Professeur, INSA Lyon

## Elsa WALGER

22 juillet 2016 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Étude de l'activation du peroxyde d'hydrogène par le complexe cuivre(II)-phénanthroline pour la décoloration de fibres cellulosiques récupérées

### Direction

Gérard MORTHA, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nathalie MARLIN, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Résumé

Les papiers récupérés sont de plus en plus employés pour fabriquer du papier recyclé de haute blancheur. La ligne de recyclage inclut entre autres les opérations

de désencrage et de blanchiment, le peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) étant l'un des réactifs de blanchiment les plus utilisés en milieu alcalin (stade P). Son efficacité est toutefois limitée car il est peu réactif sur les fonctions azoïques des colorants papetiers. Cette thèse vise donc à améliorer l'élimination des colorants azoïques lors d'un stade P.

L'amélioration du stade P utilisé en délignification des pâtes chimiques a fait l'objet de nombreuses études. En particulier, l'activation ou la catalyse de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> par des complexes cuivre(II)-phénanthroline (Cu-Phen) présentant des résultats très intéressants, des essais de blanchiment de pâtes désencrées et colorées ont été entrepris. Le système H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/Cu-Phen s'est également révélé efficace en décoloration, mais le mécanisme n'avait alors pas été étudié.

L'objectif était donc de déterminer dans quel cas et pourquoi le complexe cuivre(II)-phénanthroline était capable d'améliorer la décoloration de fibres cellulosiques colorées. Trois questions intermédiaires se sont posées : (1) quel effet Cu-Phen a-t-il sur le colorant isolé en l'absence d'oxydant ? (2) La décoloration d'une pâte de fibres colorées par le peroxyde d'hydrogène est-elle améliorée par Cu-Phen ? (3) Par quel mécanisme la décoloration est-elle rendue plus efficace ? La thèse a donc été organisée en trois études : (1) caractérisation des colorants sélectionnés et du complexe en l'absence d'oxydant et examen des interactions entre les deux. (2) Étude et optimisation paramétrique du système H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/Cu-Phen pour la décoloration de pâtes colorées, (3) Étude du mécanisme d'oxydation en milieu aqueux, en l'absence et en présence de cellulose.

Ce travail s'est appuyé sur de nombreuses techniques analytiques (spectroscopies RMN, FTIR, UV-vis et RPE ; ESI-MS) et des calculs de spéciation. Il a prouvé que le complexe Cu-Phen en présence de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> améliorait la décoloration de colorants azoïques, avec ou sans fibres cellulosiques. Il a été mis en évidence que la phénanthroline agissait comme un stabilisant permettant d'ajuster la solubilité, la stabilité et le potentiel d'oxydo-réduction du cuivre(II), mais qu'elle n'était pas indispensable. De plus, le pH du milieu est également un paramètre clé, jouant à la fois sur l'activité du complexe et sur ses interactions avec le substrat. Le substrat (colorant mais aussi cellulose) s'est trouvé fortement dégradé par ce système H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/Cu-Phen. Les résultats corroborent l'hypothèse de l'oxydation du substrat par les radicaux hydroxyles issus de la décomposition de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, plutôt que par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> lui-même, ce mécanisme étant l'une des étapes d'un cycle catalytique.

La recherche menée et les résultats obtenus sont applicables non seulement à l'amélioration du blanchiment des pâtes désencrées, mais aussi au traitement d'effluents colorés dans les industries du papier et du textile.

#### Autres membres du jury

Stéphane GRELIER, Professeur, [Université de Bordeaux](#) ♦♦ Bodo SAAKE Professeur, [Université de Hambourg](#), Allemagne ♦♦ Carole DUBOC, Directeur de Recherche CNRS, [Université Grenoble Alpes](#) ♦♦ Béatrice TUCCIO-LAURICELLA, Maître de Conférences, [Aix-Marseille Université](#)

# Fanny BARDOT

13 juin 2016 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Modification de lignines issues de la fabrication des pâtes lignocellulosiques en vue de leur incorporation dans des formulations d'encre

## Direction

Gérard MORTHA, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Anne BLAYO, Enseignant-Chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'originalité de ce travail est d'utiliser de la lignine, une macromolécule aromatique extraite de la biomasse lignocellulosique, en remplacement de résines pétrosourcées pour la formulation d'encre à destination de l'emballage alimentaire. Différentes modifications chimiques ont été réalisées sur des lignines commerciales afin de les rendre compatibles avec les composants utilisés dans la formulation des encres. Les réactifs et les procédés mis en place ont été choisis afin de limiter l'impact environnemental sur l'ensemble de la chaîne de valeur. Les modifications chimiques ont été mesurées par différentes techniques analytiques telles que la GPC SEC pour la distribution des masses molaires et la spectrométrie RMN et FTIR pour la mesure des groupements fonctionnels de la lignine. Les propriétés des encres obtenues ont été caractérisées par des mesures rhéologiques et colorimétriques (système CIE L\*a\*b\*) sur des essais d'impression.

Parmi les résultats notables, des changements au niveau de l'équilibre hydrophile/hydrophobe ont été particulièrement remarqués. Qui plus est, les encres à base de lignines modifiées chimiquement ont permis une amélioration du gamut de couleur par rapport à celles contenant de la lignine brute. À l'issue de ces travaux, deux applications ont été proposées. Des encres biosourcées à base de lignine qui répondent à la majorité des exigences industrielles ont été formulées. De plus, une formule d'enduction à base de lignine modifiée améliorant les propriétés barrières des papiers recyclés a été développée avec succès.

## Autres membres du jury

Anne-Laurence DUPONT, Chargée de Recherche CNRS, Centre de Recherche sur la Conservation ♦♦ Bernard KUREK, Directeur de Recherche CNRS, INRA, Reims ♦♦ Stéphanie BAUMBERGER, Professeur, AgroParisTech ♦♦ Charles BOUCHARD, Docteur, Siegwerk, France



# Awatef LAAROUSSI

13 avril 2016 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Fabrication de biocathodes flexibles par procédés d'impression pour biopiles enzymatiques implantables

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nadège REVERDY-BRUAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Les biopiles enzymatiques, capables de convertir le glucose présent dans le fluide physiologique en électricité, sont une source d'alimentation pour les dispositifs implantables. Cependant, les faibles puissances délivrées ne permettent pas actuellement d'alimenter des organes artificiels implantables. Une nouvelle architecture de biocathode tirant profit des technologies d'impression a été testée en vue d'améliorer les performances des biopiles implantables.

Cette thèse démontre la pertinence des procédés d'impression tels que le spray ultrasonique et l'héliogravure dans l'élaboration de biocathodes homogènes, fines et flexibles. Ainsi, des encres fonctionnelles – dont la formulation à base de nanotubes de carbone et de surfactant a été optimisée – ont été déposées sur un substrat flexible hydrophobe (feuilles de carbone). Les problèmes d'imprimabilité du substrat ont été surmontés et des couches actives flexibles ont été obtenues (épaisseur entre 5 et 10  $\mu\text{m}$ ).

## Autres membres du jury

Philippe CINQUIN, Professeur, Université Joseph Fourier, Grenoble ♦♦ Latifa BERGUEOUI, Professeur, INSAT, Tunisie ♦♦ Roberta BONGIOVANNI, Professeur, Politecnico di Torino, Italie ♦♦ Sophie TINGRY, Chargée de Recherche CNRS, Institut Européen des Membranes, Montpellier

# Fanny TRICOT

3 février 2016 -

## Sujet

Films réinscriptibles sur supports souples

## Direction

Nathalie DESTOUCHES, Professeur, [Université Jean Monnet](#), Saint-Étienne ♦♦  
Francis VOCANSON, Professeur, [Université Jean Monnet](#), Saint-Étienne ♦♦ Didier  
CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / [LGP2](#)

## Résumé

Les travaux précédents du laboratoire Hubert Curien ont permis d'élaborer des films photosensibles Ag : TiO<sub>2</sub> sur verre, support de marquage de motifs actualisables ou permanents. Une adaptation de ces travaux aux supports plastiques et papiers est ici proposée afin d'élargir les domaines d'application potentiels au marquage sécurité des produits par exemple. Des techniques d'élaboration de films Ag : TiO<sub>2</sub> compatibles avec les substrats considérés ont donc été développées. Deux voies ont été envisagées.

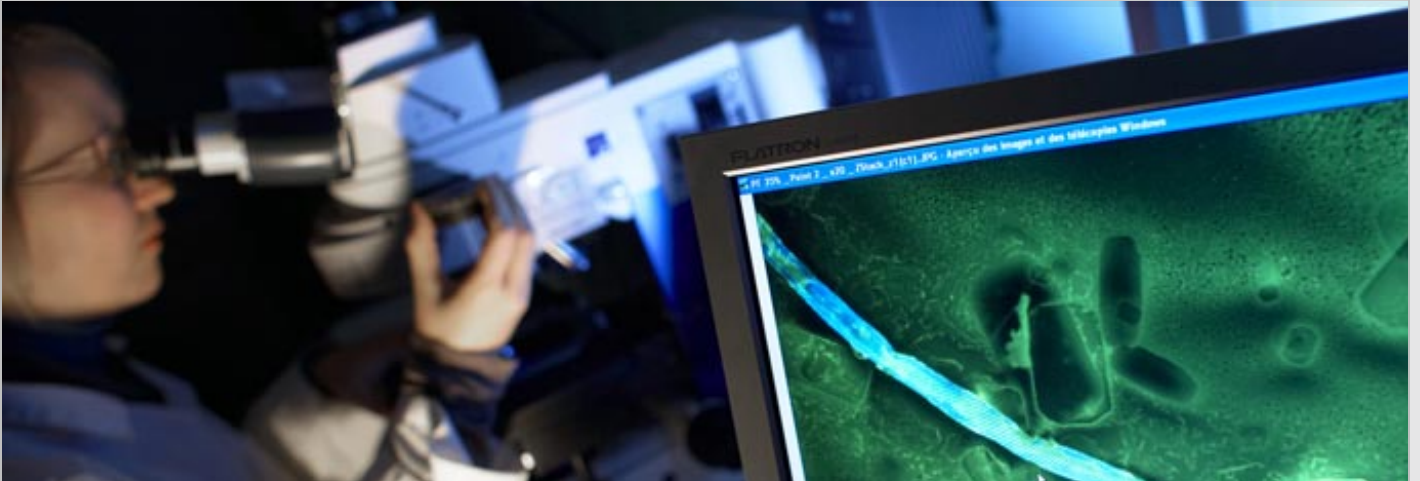
La première utilise la chimie du Sol-Gel combinée à la méthode EISA et des procédés de dépôt tel le spin-coating, le jet d'encre ou la flexographie pour former un film mésoporeux de TiO<sub>2</sub> sur les supports. Des traitements basés sur une extraction par solvant ou un recuit infrarouge ont été imaginés afin de libérer la porosité du film sans dégradation du support. Pour réaliser les films sur papier, un sel d'argent est ajouté au Sol avant son dépôt. Dans les cas des films élaborés sur plastique, l'argent est incorporé par imprégnation du matériau dans une solution de sel d'argent.

La deuxième voie d'élaboration propose de formuler une encre aqueuse jet d'encre de nanoparticules de TiO<sub>2</sub> et d'ions argent, en adaptant la composition d'une suspension commerciale de TiO<sub>2</sub> aux exigences du jet d'encre. Après dépôt, l'encre est séchée par recuit infrarouge. Le comportement photochromique sous expositions lumineuses UV et visible des différents films permet leur coloration et décoloration de façon réversible. Les films Sol-Gel déposés sur plastique peuvent également être support de photo-inscriptions permanentes générées par irradiation par une lumière visible d'une certaine intensité.

## Autres membres du jury

Roberta BONGIOVANNI, Professeur, [Politecnico di Torino](#), Italie ♦♦ Thierry GACOIN, Directeur de Recherche CNRS, [École Polytechnique](#), Paris ♦♦ Naceur BELGACEM Professeur, Grenoble INP-Pagora / [LGP2](#) ♦♦ Philippe BELLEVILLE, Directeur de Recherche, [CEA](#), Le Ripault

# Recherche



LGP2, un pôle de recherche innovant

[Home](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2015

# Claire MONOT

18 décembre 2015 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Contribution à l'étude des complexes lignine-hydrates de carbone (LCC) dans le bois. Étude de l'impact des différentes étapes d'un procédé de bioraffinerie sans soufre sur les LCC.

## Direction

**Christine CHIRAT**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**

## Résumé

La valorisation de la biomasse lignocellulosique est aujourd'hui un enjeu majeur du fait de la réduction des ressources fossiles. Séparer chaque constituant pour les valoriser de la meilleure façon possible est l'objectif des bioraffineries papetières. L'effluent papetier, la liqueur noire, est actuellement brûlé afin de produire de l'énergie, mais sa gazéification permettrait d'augmenter ces rendements énergétiques. Pour cela, une cuisson sans soufre du bois est nécessaire, le soufre inhibant la gazéification.

Cette étude a porté en premier lieu sur la faisabilité d'un fractionnement sans soufre du bois, plus ardu qu'un procédé kraft traditionnel contenant du soufre. Le travail a été effectué sur les bois résineux, plus difficiles à délignifier que les bois feuillus. Une étape d'autohydrolyse du bois, préalable au fractionnement à la soude, a été effectuée afin d'extraire les hémicelluloses pour une valorisation ultérieure.

Les travaux ont montré que ce prétraitement permet de délignifier le bois plus facilement et ainsi d'envisager un fractionnement sans soufre. La cellulose obtenue par ce procédé présente une pureté et un degré de polymérisation suffisants pour envisager son utilisation pour de la viscose.

La lignine ne présentant pas de différences structurelles majeures entre du bois préhydrolysé ou non, les complexes entre la lignine et les hydrates de carbone (LCC) ont été analysés. Il a été montré que la préhydrolyse modifie significativement la quantité et la composition de ces complexes, permettant d'expliquer les résultats obtenus.

## Autres membres du jury

Nicolas BROSSE, Professeur, **Université de Lorraine** ♦♦ Ana Paula DUARTE, Professeur, **Université de Beira Interior**, Portugal ♦♦ José Carlos DEL RIO, Professeur, **Instituto de Recursos Naturales y Agrobiología de Sevilla**, Espagne ♦♦ Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**

# Benoît ARNOUL-JARRIAULT

17 décembre 2015 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Extraction des hémicelluloses de pâtes papetières pour la production de pâte à dissoudre

## Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Christine CHIRAT**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Composées à 95% de cellulose, les pâtes à dissoudre sont utilisées pour produire des fibres cellulosiques régénérées (viscose, Lyocell) et des dérivés cellulosiques (ester, éther ou nitrate de cellulose). Alternatives aux matériaux issus des ressources pétrolières, ces produits connaissent actuellement un fort regain d'intérêt. Ainsi, la production de pâte à dissoudre devrait croître fortement au cours de la prochaine décennie.

Objectif de cette thèse : proposer des procédés de conversion d'une pâte papetière de résineux en pâte à dissoudre. Pour cela, les hémicelluloses présentes dans les pâtes Kraft papetières doivent être extraites. Trois méthodes d'extraction d'hémicelluloses ont ainsi été étudiées : une extraction alcaline à froid (CCE) dans des conditions non conventionnelles, un procédé se divisant en deux étapes successives - un stade acide à haute température (150°C) suivi d'une extraction alcaline à chaud (AHCE) - et une hydrolyse enzymatique par trois enzymes commerciales (xylanase, mannanase, cellulase).

Les deux premières méthodes ont permis de produire des pâtes avec des caractéristiques proches des pâtes à dissoudre commerciales. Cependant, dans les trois voies d'extraction étudiées, l'extraction d'hémicelluloses n'a jamais atteint 100%. Des pré-traitements des pâtes (raffinage, explosion à la vapeur, oxydation TEMPO) ont alors été testés pour améliorer l'extraction des hémicelluloses. De nouvelles séquences de purification basées sur la combinaison d'une étape de raffinage suivie d'une extraction alcaline à froid (CCE), peuvent être ainsi imaginées. La dernière partie de ces recherches a été consacrée au gonflement des pâtes à dissoudre. Les travaux ont abouti à la création d'une nouvelle méthode simple et rapide de caractérisation du gonflement des fibres de pâte cellulosique. Elle peut être, dans certaines conditions, considérée comme une mesure alternative de la réactivité des pâtes à dissoudre habituellement caractérisée par le test Fock.

## Autres membres du jury



# Florian MARTOÏA

30 novembre 2015 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en**

## ligne]

### Sujet

Nanocomposites et mousses à base de nanofibrilles de cellulose : rhéologie au cours de leur mise en forme et propriétés mécaniques

### Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Pierre DUMONT, Professeur, INSA Lyon ♦♦ Laurent ORGÉAS, Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire 3SR, Grenoble

### Résumé

Ce travail porte sur l'incorporation de nanorenforts biosourcés, c'est-à-dire des nanofibrilles de cellulose (NFC), dans les matériaux composites à matrice polymère et les mousses. Ces nouveaux matériaux biosourcés peuvent par exemple être utilisés pour la conception de structures sandwich. L'étude à caractère expérimental, théorique et numérique s'articule autour de trois axes visant à optimiser tant les procédés d'élaboration que les propriétés en service de ces matériaux.

Dans un premier temps, la rhéologie des suspensions concentrées de NFC, fluides à seuil thixotropes, a été étudiée aux échelles macro- et mésoscopiques en utilisant un dispositif original de rhéométrie couplé à des mesures de champs cinématiques par vélocimétrie ultra-sonore. Nous montrons ainsi que l'écoulement des suspensions de NFC est fortement hétérogène et présente des glissements aux parois, de multiples bandes de cisaillement couplés avec des écoulements de type "bouchon". Sur la base de cette étude, un modèle rhéologique multi-échelles est proposé. Il tient compte d'une part de l'architecture anisotrope des réseaux connectés de NFC dans ces suspensions et, d'autre part, des interactions mécaniques et physico-chimiques aux échelles nanométriques. Il permet de montrer que les interactions colloïdales et hydrodynamiques ainsi que la tortuosité et l'orientation des NFC jouent un rôle majeur sur la contrainte seuil et sur le comportement rhéofluidifiant de ces suspensions.

Dans un deuxième temps, des nanocomposites à matrice polymère ont été élaborés sous forme de films en faisant varier sur une très grande plage la fraction volumique de NFC. En utilisant d'une part des techniques de microscopie (AFM, MEB) et de diffraction aux rayons X et, d'autre part, des essais mécaniques (traction, DMA), nous montrons que les NFC ont une orientation plane et s'organisent en réseaux connectés par des liaisons hydrogènes, que ces réseaux jouent un rôle majeur sur le comportement mécanique des nano-composites et que le comportement élastique des nanocomposites est bien en-deçà des prévisions données par les modèles micromécaniques de la littérature. De là, nous proposons un modèle multi-échelles alternatif où les principaux nano-mécanismes de déformation sont ceux se produisant dans les parties amorphes des NFC et au niveau des très nombreuses interfaces entre NFC.

Enfin, nous avons étudié l'influence des conditions d'élaboration, de la nature et de la concentration des NFC sur les microstructures (microtomographie synchrotron à rayons X), les propriétés mécaniques (essais de compression) et les micro-

rayons X), les propriétés mécaniques (essais de compression) et les micro-mécanismes de déformation (essai *in situ* en microtomographie) de mousses préparées par cryodessiccation de suspensions aqueuses de NFC.

#### Autres membres du jury

Tatiana BUDTOVA, Directeur de Recherche, [Mines ParisTech](#) ♦♦ Guillaume OVARLEZ, Directeur de Recherche CNRS, [Université de Bordeaux](#) ♦♦ Jean-Yves CAVAILLÉ, Professeur, [INSA Lyon](#) ♦♦ Véronique MICHAUD, Professeur, [EPFL](#), Suisse ♦♦ Jean-Luc PUTAUX, Directeur de Recherche CNRS, [Cermav](#), Grenoble

# Marion HUET

24 novembre 2015 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Valorisation hydrothermale de la liqueur noire à des fins énergétiques et de chimie verte.

## Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Anne ROUBAUD**, Ingénieur de Recherche, **CEA**

## Résumé

L'objectif de cette thèse est d'étudier la valorisation de la liqueur noire non soufrée par deux procédés hydrothermaux : la gazéification en eau supercritique et la liquéfaction hydrothermale. Ces procédés sont comparés au procédé actuel de valorisation – évaporation puis combustion dans une chaudière Tomlinson – selon trois critères : rendement énergétique, récupération du sodium et production de molécules aromatiques biosourcées.

Lors de la gazéification, il a été montré que la formation de gaz est compétitive à celle de char. Une chauffe rapide et des températures élevées favorisent le rendement gaz et par conséquent, le rendement énergétique. Cependant, les rendements énergétiques sont plus faibles qu'avec le procédé actuel car la conversion des composés aromatiques provenant de la lignine est faible dans la gamme de températures étudiée. Lors d'un procédé en continu, à plus haute température (700°C) avec une chauffe rapide, le rendement énergétique peut être le double par rapport au procédé actuel (simulé à l'équilibre thermodynamique). La pré-hydrolyse du bois avant cuisson et l'utilisation de bois de résineux à la place de feuillus défavorisent la conversion de la liqueur noire en gaz.

La liquéfaction, quant à elle, permet la formation de composés phénoliques et d'un biocrude dont la combustion permet un meilleur rendement énergétique que le procédé actuel. En effet, la lignine de la liqueur noire est hydrolysée en fragments réactifs pouvant être soit dégradés, soit recombinaés pour former le biocrude. Cette dernière est favorisée par la présence des hydrates de carbone. L'utilisation de bois de feuillus et la pré-hydrolyse améliorent le rendement énergétique. La récupération du sodium est satisfaisante pour les deux procédés, validant ainsi la faisabilité de la substitution de la chaudière par ces procédés hydrothermaux.

## Autres membres du jury

**Maria Jose COCERO**, Professeur, **Université de Valladolid**, Espagne ♦♦ **Nicolas BROSSE**, Professeur, **Université de Lorraine** ♦♦ **Frédéric VOGEL**, Professeur, **Institut Paul Scherrer**, Suisse ♦♦ **Christine CHIRAT**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Elsa WEISS-HORTALA**, Maître Assistant, **École des Mines d'Albi-Carmaux**



# Seema SAINI

13 novembre 2015 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

## Sujet

Modification de la surface de la nanocellulose pour conférer des propriétés actives à l'emballage.

## Direction

Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Cette thèse a permis de proposer des stratégies "vertes" pour la modification chimique de nanofibrilles de cellulose (NFC) afin de leur conférer des propriétés antimicrobiennes. Sept NFC fonctionnalisées différentes ont été produites en tenant compte des principes de développement durable et de la faisabilité industrielle dans le domaine des emballages de nouvelle génération.

Dans un premier temps, les NFC ont été fonctionnalisées avec de la cyclodextrine pour contrôler le relargage de molécules actives. Dans le cadre d'autres stratégies, des surfaces antimicrobiennes par contact ont été préparées en greffant des molécules naturelles ou en suivant les principes de biomimétisme. Les résultats sont très prometteurs et permettent l'obtention de surfaces clairement antimicrobiennes sans relargage de molécules. Des caractérisations de grande qualité ont confirmé ces greffages (par exemple : XPS, RMN, QCM-D) ainsi que les propriétés antimicrobiennes par rapport au staphylocoque doré (*Staphylococcus aureus*) ou au colibacille (*Escherichia coli*).

L'une des meilleures stratégies utilisant des NFC greffées avec des antibiotiques, a été produite à l'échelle du laboratoire et aussi implémentée à l'échelle semi-industrielle, avec pour objectif final la production d'emballages médicaux limitant les maladies nosocomiales.

## Autres membres du jury

Graziano ELEGIR, Chercheur, Innovhub-SSI, Italie ♦♦ Lars WÅGBERG, Professeur, KTH Royal Institute of Technology, Suède ♦♦ Véronique COMA, Maître de Conférences, Université de Bordeaux ♦♦ Elisa ZENO, Chercheur, Centre Technique du Papier, Grenoble

# Karima BEN HAMOU

24 octobre 2015 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Extraction de nanofibrilles de cellulose à structure et propriétés contrôlées : caractérisation, propriétés rhéologiques et applications nanocomposites.

## Direction

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Hamid KADDAMI, Professeur, Faculté des Sciences et Techniques Marrakech (Maroc)

## Résumé

Les nanofibrilles de cellulose (NFC), obtenus par oxydation TEMPO des microfibrilles de cellulose native sous forme de suspensions colloïdales aqueuses, sont des nanoparticules biosourcées ayant des propriétés rhéologiques et optiques particulièrement séduisantes pour la conception de nanomatériaux à haute performance.

Le but principal de cette étude était de contrôler et d'optimiser les conditions de préparation de ces NFCs extraites du rachis de palmier dattier en examinant le temps d'oxydation et le nombre de passage à travers l'homogénéisateur. La réussite de la réaction a été démontrée par spectroscopies FT-IR. Le taux de groupements carboxyliques, calculé par dosage conductimétrique, était compris entre 221 et 772  $\mu\text{mol/g}$  d'anhydroglucose. Les études morphologiques montrent que les NFCs oxydées sont assez bien individualisées grâce à l'introduction de charges négatives à leur surface qui induisent des forces de répulsion électrostatique entre les fibrilles. Une attention particulière a été accordée à la viscoélasticité des suspensions NFC oxydées TEMPO dont le suivi a été réalisé par un rhéomètre ARES-G2TA.

Ces nanocharges ont ensuite été incorporées au sein d'un thermoplastique (PVAc), puis les matériaux nanocomposites obtenus ont été caractérisés par MEB, ATG, DSC, DMA et par des tests mécaniques.

## Autres membres du jury

Larbi BELACHEMI, Professeur, Faculté des Sciences et Techniques Marrakech (Maroc) ♦♦ Étienne FLEURY, Professeur, INSA de Lyon ♦♦ Youssef HABIBI, Chargé de Recherche, Luxembourg Institute of Science and Technology (Luxembourg) ♦♦ Abdelhakim ALAGUI, Professeur, Faculté des Sciences Semlalia Marrakech (Maroc)

# Pedro Maximiano RAIMUNDO

14 octobre 2015 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Analyse et modélisation de l'hydrodynamique locale dans les colonnes à bulles

## Direction

Alain CARTELLIER, Directeur de Recherche CNRS, LEGI ♦♦ Davide BENEVENTI, Chargé de Recherche CNRS, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Les colonnes à bulles sont largement utilisées dans les domaines du génie chimique et biochimique, grâce à leur configuration simple, exempte de toute partie mobile. Cependant, l'hydrodynamique de ces systèmes est encore très mal connue. En particulier, l'extrapolation entre colonnes à l'échelle du laboratoire et colonnes industrielles n'est pas maîtrisée, de sorte que les simulations bi-fluides ne conduisent à des résultats réalistes que via un ajustement ad hoc fonction de la taille de colonne, ajustement portant généralement sur la taille des bulles.

Pour progresser sur la question de l'up-scaling en colonnes à bulles, des expériences ont été menées sur une large gamme de paramètres avec des tailles de colonnes allant de 0.15 à 3 m de diamètre, et des vitesses superficielles gaz comprises entre 3 et 35 cm/s, générant des taux de vide atteignant les 35%. Pour disposer de conditions hydrodynamiques comparables, un soin tout particulier a été consacré à produire des bulles quasi identiques pour toutes ces conditions. De même, les effets de coalescence ont été bloqués. Parallèlement, une batterie de techniques de mesure a été déployée : sonde optique conique, imagerie endoscopique, capteur de Pavlov. Une nouvelle technique de mesure de la dimension horizontale des bulles, basée sur la corrélation spatiale de signaux provenant de deux sondes optiques parallèles, a aussi été proposée et validée en écoulements à bulles fortement agités et à taux de vide élevés.

La base de données acquise sur les évolutions radiale et axiale de l'hydrodynamique locale (taux de vide, taille de bulles, vitesses phasiques et leurs fluctuations...) a permis de clarifier les lois d'échelle intervenant dans ces systèmes. En particulier, il a été montré que l'auto-similarité de ces écoulements en conditions hétérogènes conduit à un débit liquide entraîné qui croît avec le diamètre de la conduite comme  $D^2 (gD)^{1/2}$  : la capacité d'entraînement d'une colonne à bulles est donc fixée par le seul diamètre de colonne et ne dépend pas de la vitesse superficielle du gaz injecté. Par ailleurs, le caractère hétérogène se traduit par de forts gradients de concentration au sein de structures à méso-échelle : la dynamique collective qui en résulte s'avère affecter très fortement la vitesse relative moyenne entre phases.

En s'inspirant des travaux de Simonnet et al. (2008), cette dynamique a été représentée par l'introduction d'un swarm factor dans la loi de traînée. Dans ces conditions, les simulations 3D URANS bi-fluides deviennent aptes à reproduire les effets d'échelle observés sur toute la plage de conditions considérées et ce, sans ajustement ad hoc.

## Autres membres du jury

Evelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / [LGP2](#) ♦♦ Dominique LEGENDRE, Enseignant-Chercheur, [Université de Toulouse III](#) ♦♦ Romain VOLK, Maître de Conférences, [ENS de Lyon](#) ♦♦ Daniele MARCHISIO, Professeur, [Politecnico di Torino](#), Italie ♦♦ Claude DANIEL, Ingénieur de Recherche, [Solvay](#) ♦♦ Frédéric AUGIER, Ingénieur de Recherche, [IFP Energies nouvelles](#) ♦♦ Ann FORRET, Ingénieur de Recherche, [IFP Energies nouvelles](#)

## Oleksandr NECHYPORCHUK

2 octobre 2015 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Nanofibres de cellulose pour la production de bio-nanocomposites

### Direction

Ana Maria BOTELHO DO REGO, Maître de Conférences, Instituto Superior Técnico (Portugal) ♦♦ Frédéric PIGNON, Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire Rhéologie et Procédés, Grenoble ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Résumé

Dans le contexte du développement des matériaux biocomposites, l'un des principaux défis est de remplacer les matières plastiques à base de pétrole par des matériaux biosourcés. En raison de leur origine naturelle, de leur résistance relativement élevée et de leur capacité à former des produits transparents, les nanofibres de cellulose possèdent un fort potentiel d'application dans les matériaux composites.

Cette thèse a porté sur l'optimisation des procédés de production de nanofibres de cellulose par des traitements biochimiques et mécaniques. Ensuite, les propriétés rhéologiques et structurales de ces nano-éléments dans des milieux aqueux ont été étudiées. Enfin, la production de composites à base de latex a été réalisée. Les questions de dispersion homogène de nanofibres de cellulose dans la matrice et les interactions entre ces deux composants ont été particulièrement abordées.

### Autres membres du jury

Étienne FLEURY, Professeur, INSA de Lyon ♦♦ Alain PONTON, Directeur de Recherche CNRS, Université Paris Diderot ♦♦ Ana Paula DUARTE, Professeur, Universidade da Beira Interior (Portugal) ♦♦ Albert MAGNIN, Directeur de Recherche CNRS, Université Grenoble Alpes ♦♦ Amelia ALMEIDA, Professeur adjoint, Instituto Superior Técnico (Portugal)

## Besma BERRIMA

28 septembre 2015 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Étude structurale et chimique de la lignine d'Alfa et sa valorisation comme macromonomère et/ou précurseur du charbon actif.

### Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Sami BOUFI, Professeur, Université de Sfax, Tunisie ♦♦ Gérard MORTHA, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Résumé

## RESUME

La lignine extraite de la liqueur noire d'alfa (*Stipa tenacissima*) a été caractérisée puis valorisée selon deux approches différentes : son utilisation après modification chimique pour la synthèse des mousses de polyuréthane et sa pyrolyse simple pour fabriquer le charbon actif. En effet, une étude comparative concernant la caractérisation des fonctions hydroxyles a été réalisée en recourant à plusieurs méthodes et techniques, notamment la titration conductimétrique, la spectroscopie différentielle UV-visible et la spectroscopie RMN du  $^{13}\text{C}$ .

Dans la première approche, la lignine a été convertie en polyols liquides grâce à une réaction d'extension de chaîne avec l'oxyde de propylène (oxypropylation). Les formulations des polyols ont été optimisées en contrôlant l'effet de différents paramètres : lignine/oxyde de propylène, taux de catalyseur, masse moléculaire, indice d'hydroxyle, viscosité et température de transition vitreuse. Les indices d'hydroxyles et la viscosité des polyols produits ont été caractérisés. Les mousses rigides de polyuréthane ont été évaluées en termes de densité, de morphologie et de propriétés mécaniques.

La lignine a ensuite été utilisée comme précurseur de charbon actif sans aucun traitement d'activation et comparée avec du charbon actif commercial. Une étude cinétique de l'adsorption a montré que l'équilibre d'adsorption est atteint au bout de 50 minutes en suivant un modèle de pseudo-premier ordre. L'étude des isothermes d'adsorption a révélé que le charbon lignine retient efficacement les ions métalliques et présente une capacité d'adsorption maximale entre 200 et 400  $\mu\text{mol/g}$  pour des concentrations très inférieures à 20 ppm. Le charbon, obtenu après saturation en ions métalliques, a été régénéré efficacement par lavage avec une solution d'EDTA ou une solution d'acide nitrique.

En conclusion, les deux approches de valorisation de la lignine extraite de la liqueur noire d'alfa ont donné des matériaux ayant des propriétés prometteuses : dans la majorité des cas, des propriétés similaires à celles des matériaux conventionnels, ce qui représente une option viable d'une valorisation rationnelle de déchet industriel abondant et provenant d'une source renouvelable.

## Autres membres du jury

Souhir ABID, Professeur, [Université de Sfax](#), Tunisie ♦♦ Étienne FLEURY, Professeur, [INSA Lyon](#) ♦♦ Latifa BERGAOUI, Professeur, [INSAT](#), Tunisie ♦♦ Limam EL ALOUI, Professeur, [Université de Gafsa](#), Tunisie

# Fedia BETTAIEB EP KHIARI

26 septembre 2015 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Valorisation des déchets cellulotiques tunisiens.

## Direction

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Farouk MHENNI, Professeur, **Université de Monastir**, Tunisie

## Résumé

En Tunisie, de nombreuses sources cellulotiques sont disponibles en grandes quantités : par exemple des déchets d'origine agricole (tige de vigne) et d'origine marine (*Posidonia oceanica* feuilles et pelotes). La valorisation de ces déchets peut constituer une activité économique intéressante permettant la production de nouveaux produits et de matériaux biosourcés c'est-à-dire obtenus à partir de la biomasse végétale.

Cette thèse porte sur la préparation, la caractérisation et l'application de la nanocellulose. En fait, différentes qualités de nanocellulose - des nanocristaux de cellulose (NCC) et des nanofibrilles de cellulose (NFC) - ont été produites et caractérisées par diverses méthodes. Objectif : mieux comprendre la structure et la morphologie des nanofibrilles obtenues à partir des deux plantes précitées. Enfin, plusieurs nanocomposites ont été élaborés en utilisant soit des nanocristaux de cellulose soit des nanofibrilles de cellulose comme éléments de renfort de matrices polymères de type polyacrylate.

Les résultats obtenus ont été comparés à ceux reportés pour d'autres sources de plantes annuelles et de bois. Ils montrent clairement que l'on peut considérer la *Posidonia oceanica* et la tige de vigne comme de nouvelles sources d'éléments de nano-renfort dans les applications nanocomposites.

## Autres membres du jury

Mustapha MAJDOUB, Professeur, **Université de Monastir**, Tunisie ♦♦ Étienne FLEURY, Professeur, **INSA Lyon** ♦♦ Samir BOUFI, Professeur, **Université de Sfax**, Tunisie

# Thibaut MARTINI

31 mars 2015 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Étude de la formulation d'encre à base de précurseurs Cu, Zn, Sn S et du recuit de cristallisation pour le dépôt hors vide de couches photovoltaïques

## Direction

Anne BLAYO, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Céline MARTIN, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Konstantin TARASOV, Chercheur, CEA Grenoble

## Résumé

La k esterite (CZTS) est un mat riau semi-conducteur compos  uniquement d' l ments abondants. Son gap direct compris entre 1.0 et 1.5 eV en fait un excellent candidat pour remplacer les absorbeurs actuellement utilis s dans les modules photovoltaïques en couches minces.

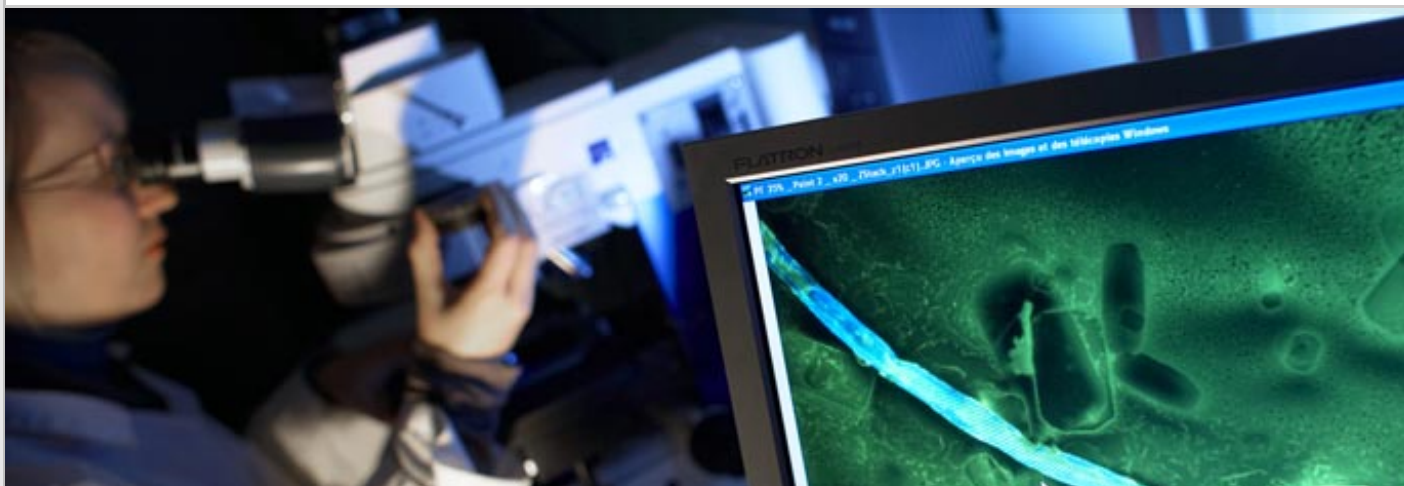
Cette th se d crit la fabrication de couches minces de k esterite par impression de nanoparticules suivie d'un recuit de cristallisation. Diff rentes synth ses hydrothermales de nanoparticules ont  t  d velopp es, dont certaines en r acteur   flot continu, en vue d'un d veloppement   plus grande  chelle. L'influence des types de pr curseurs et des conditions de synth se sur la composition chimique des particules est  tudi e et leur puret  est  valu e.

Le comportement en dispersion colloïdale est ensuite caract ris  et trois fonctionnalisations de surface   base de dodecanethiol, dodecyl pyrrolidone et anions sulfures sont pr sent es. Ces stabilisations permettent de fabriquer une encre jet d'encre et spray adapt e au d p t sur molybd ne. Les couches imprim es et s ch es sont recuites sous atmosph re de soufre. Des recuits d'au moins 120 minutes sont n cessaires. Cependant, la croissance des couches est h t rog ne lorsque celles-ci sont imprim es avec les nanoparticules stabilis es par le dodecanethiol et le dodecyl pyrrolidone. La pr sence de carbone dans les couches, identifiable par spectroscopie Raman, inhibe la croissance du mat riau. Seules les couches minces imprim es   l'aide de nanoparticules purifi es et stabilis es par anions sulfures permettent la croissance homog ne du mat riau lors du recuit.

## Autres membres du jury

St phane DANIELE, Professeur, IRCELYON, Lyon ♦♦ John KESSLER, Professeur, Institut des Mat riaux Jean Rouxel, Nantes ♦♦ Anne DAVIDSON, Ma tre de Conf rences, Laboratoire de R activit  de Surface UPMC, Paris ♦♦ Anne KAMINSKY, Professeur, IMEP-LAHC, Grenoble ♦♦ Georges BR MOND, Professeur, INSA Lyon ♦♦ Alain RICAUD, Pr sident, Screen Solar

# Recherche



## LGP2, un pôle de recherche innovant

[🏠](#) > Recherche > Doctorat, post-doctorat

## LGP2 - Thèses soutenues, 2014

### Ahlem ROMDHANE

12 décembre 2014 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

#### Sujet

Procédés de séparation membranaire pour la production en continu de nanocristaux de polysaccharides : approche expérimentale et modélisation

#### Direction

Marc AUROUSSEAU, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Agnès GUILLET, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

#### Résumé

La microfiltration tangentielle sur membrane en céramique est étudiée comme une méthode de fractionnement de suspensions hétérogènes obtenues après hydrolyse acide d'amidon de maïs cireux pour la récupération en continu de nanocristaux d'amidon. Le but est d'évaluer la possibilité de coupler la microfiltration au procédé d'hydrolyse pour augmenter le rendement de production des nanocristaux d'amidon. Une caractérisation des suspensions (taille et charge) a été réalisée à différents stades de la production afin de comprendre l'évolution de la taille des particules au



cours de l'hydrolyse et du post-traitement et de choisir la bonne membrane pour un fractionnement efficace.

Deux pilotes de filtration ont été conçus pour l'étude du fractionnement des suspensions de nanocristaux d'une part à l'échelle laboratoire (membranes planes) et d'autre part à l'échelle semi-industrielle (membrane tubulaire). L'analyse de la suspension produite par le procédé d'hydrolyse classique a montré qu'elle est constituée majoritairement d'agrégats de nanoparticules et de résidu d'amidon partiellement hydrolysé, la quantité de nanocristaux individualisés ne représentant que 5 % de l'amidon initial. L'opération de microfiltration tangentielle a été optimisée (transmission maximale des SNC et colmatage minimum des membranes) en fonction des conditions opératoires grâce à la réalisation d'un plan d'expériences. Dans les conditions optimisées, il est possible de récupérer dans le perméat 25 % des particules initialement introduites en gardant des flux de perméat important. Ces particules ont une taille inférieure à 300 nm. Dans ces mêmes conditions, il est possible de séparer des nanocristaux d'amidon directement à partir de la suspension acide après hydrolyse. La modélisation du colmatage à partir des essais de filtration frontale montre que le colmatage se fait essentiellement par formation d'un gâteau à la surface. Ce travail de thèse aborde également la piste de la purification en continu des suspensions acides à travers un procédé de diafiltration sur membranes d'ultrafiltration permettant une industrialisation de la production des SNC.

#### Autres membres du jury

Murielle RABILLER BAUDRY, Professeur, [Université de Rennes 1](#) ♦♦ Marc HERAN, Maître de Conférences HDR, [Polytech Montpellier](#) ♦♦ Sami BOUFI, Professeur, [Université de Sfax](#) (Tunisie) ♦♦ Évelyne Mauret, Professeur, [Grenoble INP-Pagora](#)

# Nicolas FULLERINGER

11 décembre 2014 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Contribution à l'étude des phénomènes de friction. Application au matériau papier.

## Direction

Jean-Francis BLOCH, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'optimisation de nombreux procédés technologiques requiert une compréhension approfondie des phénomènes de frottement des papiers. Cette thèse vise à mieux comprendre ces phénomènes afin d'améliorer la séparation des enveloppes dans les machines à affranchir.

Dans un premier temps, les méthodes normalisées de mesure du frottement papier-papier s'étant avérées limitées en termes de répétabilité et de conditions expérimentales, deux méthodes de mesure— à faible et à haute vitesse— ont été développées. De même, la mesure du frottement a été adaptée aux différents contacts rencontrés par le papier dans les machines à affranchir.

Dans un deuxième temps, ces méthodes ont été utilisées pour étudier les mécanismes responsables du frottement avec le matériau papier notamment la dépendance des différentes conditions expérimentales telles que la longueur du déplacement, l'influence de la température et de l'humidité sur le frottement papier-papier et les principales caractéristiques frictionnelles des contacts enveloppe-enveloppe, papier-rouleau et papier-patin.

Dans un troisième temps, un modèle complet de la séparation des enveloppes dans une machine à affranchir a été créé. Cette séparation vise à déplacer, sans l'abîmer, uniquement l'enveloppe inférieure d'une pile. Ce modèle permet d'identifier, de caractériser et de proposer une optimisation des principaux paramètres de ce procédé.

## Autres membres du jury

Marie-Ange BUENO, Professeur, **Université de Haute Alsace** ♦♦ Maxence BIGERELLE, Professeur, **Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis** ♦♦ Carlos CANUDAS DE WIT, Directeur de Recherche, **INRIA** ♦♦ Thomas MATHIA, Directeur de Recherche, **École Centrale de Lyon** ♦♦ Laurent FARLOTTI, Directeur Innovation & IP, **Neopost**

# Daniele SETTE

11 décembre 2014 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Impression fonctionnelle : de l'étude de couches imprimées au prototypage de composants flexibles.

## Direction

Anne BLAYO, Enseignant-chercheur HDR, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Christophe POULAIN, CEA Grenoble

## Résumé

Depuis les années 2000, l'impression fonctionnelle connaît un grand succès pour la fabrication de composants électroniques. Elle se positionne de manière complémentaire par rapport aux technologies du silicium et vise principalement les marchés de l'électronique grande surface (écrans, panneaux photovoltaïques) et de l'électronique flexible (RFID, capteurs, textiles intelligents).

Dans ce travail, des couches d'argent imprimées par jet d'encre ont été caractérisées en fonction des conditions d'impression et de recuit. L'évolution de leur microstructure, de leurs propriétés électriques et mécaniques a été étudiée. Dans ce cadre, des méthodes expérimentales ont été développées et validées par la bonne corrélation entre les mesures et les modèles. La maîtrise des propriétés de ces couches et l'optimisation de leur procédé de fabrication nous ont conduits à concevoir, fabriquer et caractériser plusieurs composants flexibles: un filtre passe bande centré à 17 GHz sur un substrat polyimide, un micro-capteur de vide fonctionnant sur le principe de Pirani et un bouton-poussoir d'épaisseur inférieure à 250  $\mu\text{m}$  pour des claviers souples. Enfin, des condensateurs RF ont été réalisés par la superposition de couches imprimées diélectriques (BaSrTi) et conductrices (Ag). Les performances des prototypes réalisés sont proches de l'état de l'art et ouvrent la voie à de nouvelles applications pour les technologies d'impression. Cette étude démontre le potentiel des couches d'argent imprimées par jet d'encre pour la fabrication de dispositifs flexibles.

## Autres membres du jury

Panagiota MORFOULI, Professeur, Grenoble INP-Phelma ♦♦ Reinhard BAUMANN, Professeur, Chemnitz University of Technology (Allemagne) ♦♦ Yvan BONNASSIEUX, Professeur, École Polytechnique, Palaiseau ♦♦ Mohamed SAADAoui, Docteur, École des Mines de Saint-Etienne

# Etzrael ESPINO PEREZ

11 décembre 2014 - Sciences de l'Environnement

## Sujet

Développement des nanocomposites renouvelables pour les emballages alimentaires par la fonctionnalisation des nanocristaux de polysaccharide.

## Direction

Sandra DOMENEK, Maître de Conférences, AgroParisTech ♦♦ Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

La création de nanocomposites est l'une des technologies prometteuses pour adapter des polymères biodégradables et biosourcés au cahier des charges, en termes de propriétés mécaniques et barrière, des applications comme l'emballage alimentaire. L'objectif du projet Panagro était de développer des nanocomposites organiques par inclusion de nanocristaux de cellulose (CNC) dans le polylactide (PLA). La compatibilité entre les deux constituants est un verrou majeur dans la fabrication de tels matériaux. Dans le cadre de ce projet, le greffage de surface de CNC a été réalisé afin de créer des interfaces polymère/nanocharge multifonctionnelles pour assurer la compatibilité et moduler les propriétés de transport de molécules organiques au travers du nanocomposite. Deux techniques versatiles de greffage de surface ont été développées en respectant les principes de chimie verte et des molécules aromatiques ont été greffées. D'une part, l'activation de la surface des CNC a été réalisée par une ozonolyse et réaction radicalaire en milieux aqueux. D'autre part, la méthodologie SolReact a permis l'utilisation du réactif comme solvant par une méthode d'échange de solvant in situ. La compatibilité des CNC avec le PLA a été augmentée par greffage, ce qui a été montré par des modules élastiques caoutchoutiques augmentés et des propriétés barrière au gaz maintenues. La perméabilité de la molécule aromatique anisole au travers des nanocomposites a été diminuée par l'inclusion des CNC et, a fortiori, par l'inclusion des CNC greffés à cause de l'action positive de l'interface.

## Autres membres du jury

Éliane ESPUCHE, Professeur, Université Claude Bernard Lyon 1 ♦♦ Stéphane MARAIS, Professeur, Université de Rouen ♦♦ Youssef HABIBI, Maître de Conférences, CRP Henri Tudor ♦♦ Philippe ROGER, Professeur, Université Paris-Sud 11 ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora ♦♦ Alma ROMAN, Maître de Conférences, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Mexique ♦♦ Alain GUINAULT, Ingénieur de Recherche, Arts et Métiers ParisTech

## Raphaël BARDET

14 novembre 2014 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Utilisation des nanocelluloses dans les papiers spéciaux.

### Direction

Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Résumé

L'originalité de ce travail est d'étudier la contribution des nanocelluloses pour la fonctionnalisation des papiers spéciaux. Il y a deux types de nanocellulose : les nanocristaux de cellulose (NCC) et les microfibrilles de cellulose (MFC). Il en résulte des propriétés différentes à l'état de suspension et à l'état sec. La propriété des MFC de former un réseau d'enchevêtrement est utilisée pour la dispersion des particules. L'auto-assemblage des NCC a permis d'élaborer des films iridescents. Ces films ont été considérés comme couches modèles puis mis en œuvre dans le procédé de fabrication des papiers. Il a été proposé avec succès d'utiliser les MFC dans le couchage pour réduire la quantité de pigments opacifiants pour les papiers minces, et de fabriquer des pigments iridescents pour obtenir des propriétés d'anti-contrefaçon. Ces approches ont été validées à l'échelle laboratoire mais aussi par des essais pilotes et le dépôt de deux brevets.

### Autres membres du jury

Bernard CATHALA, Directeur de Recherche, INRA Angers-Nantes Pays de la Loire ♦♦ Patrice MANGIN, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières (Canada) ♦♦ Étienne FLEURY, Professeur, INSA de Lyon ♦♦ Laurent HEUX, Directeur de Recherche, Cermav

## Maité HURON

22 octobre 2014 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

### Sujet

Modélisation cinétique de l'hydrolyse enzymatique de la cellulose : influence de la nature du substrat et étude des phénomènes de désactivation.

### Direction

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦

## Ning LIN

24 juin 2014 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Nanocristaux de cellulose : modification de surface et matériaux avancés.

### Direction

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Ce travail porte sur les propriétés des nanocristaux de cellulose, la modification de leur surface et le développement de matériaux avancés. Diverses approches sont utilisées sur ces substrats nanométriques visant à modifier leurs propriétés de surface et étendre leur utilisation dans des applications très sophistiquées, telles que la postsulfation et la désulfatation, le greffage et l'adsorption de polymères, l'oxydation sélective, le greffage moléculaire et l'inclusion "hôte-invité".

Sur la base de modifications de surface, l'analyse des propriétés (pour différents taux de groupements sulfates) et divers nanomatériaux dérivés des nanocristaux de cellulose sont étudiés et préparés, notamment des nanocristaux sulfatés à différents taux, des nanocomposites extrudés, des éponges biocomposites et des hydrogels supramoléculaires. L'effet d'un gradient de groupements sulfates sur la chimie de surface, la morphologie et les propriétés physiques des nanocristaux de cellulose est discuté et notamment quatre modèles de section transversale sont comparés pour la détermination de la mesure du degré de substitution surfacique des nanocristaux de cellulose.

Une stratégie nouvelle de protection impliquant une double couche polymère et la compatibilisation physique et/ou chimique des nanocristaux de cellulose est proposée afin de promouvoir à la fois la stabilité thermique des nanoparticules et la compatibilité des nanocristaux avec des matrices polymères non polaires au cours de la mise en forme par extrusion. En participant à la réticulation pour la construction de matériaux avancés, des nanocristaux de cellulose sélectivement oxydés (et de la cellulose microfibrillée oxydée pour comparaison) sont introduits dans de l'alginate pour développer des éponges biocomposites présentant une meilleure stabilité mécanique et une meilleure stabilité structurelle. Grâce à la conception intelligente par inclusion 'hôte-invité' in situ entre des nanocristaux de cellulose chimiquement modifiés et la cyclodextrine, deux polysaccharides hydrophiles sont combinés dans des hydrogels supramoléculaires pour l'administration de médicaments.

En un mot, cette thèse contribue à l'avancée des nanocristaux de cellulose dans les domaines de l'analyse des propriétés et le développement des applications.

## Autres membres du jury

Étienne FLEURY, Professeur, [INSA de Lyon](#) ♦♦ Christoph WEDER, Professeur, [Université de Fribourg](#) (Suisse) ♦♦ Jean-Marie RAQUEZ, Chercheur, [Université de Mons](#) (Belgique) ♦♦ Alessandra DE ALMEIDA LUCAS, Chercheur, [Universidade Federal de São Carlos](#) (Brésil) ♦♦ Jin HUANG, Professeur, [Wuhan University of Technology](#) (Chine)

**Jérémy BOUCHER**

16 juin 2014 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Étude des possibilités de production d'éthanol hémicellulosique dans le cadre d'une bioraffinerie papetière.

## Direction

Christine CHIRAT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le bioéthanol est un biocarburant alternatif à l'essence, durable et moins polluant. Il est produit aujourd'hui exclusivement à partir de ressources agricoles alimentaires. Son développement futur ne peut passer que par la mise au point d'une deuxième génération, fabriquée à partir de biomasse lignocellulosique, donc non utilisée pour l'alimentation humaine. Parmi la myriade de procédés possibles, cette thèse s'inscrit dans le cadre spécifique de la production d'éthanol hémicellulosique dans une usine produisant de la pâte kraft à partir de bois de résineux.

Les principales hémicelluloses de résineux sont les galactoglucomannanes (GGM), polymères composés de sucres théoriquement fermentescibles en éthanol quand ils sont sous forme de monomères. Le principe du procédé kraft est d'extraire la lignine du bois pour produire de la pâte contenant alors principalement de la cellulose. La lignine est quant à elle brûlée pour produire de l'énergie. Les GGM sont dégradés et solubilisés lors du procédé kraft. L'objectif de cette thèse est de proposer un procédé complet et réaliste industriellement permettant d'extraire les hémicelluloses en amont du procédé kraft, de les hydrolyser sous forme de monomères puis de les fermenter en éthanol.

L'efficacité de différents procédés d'extraction des GGM a été comparée. Il s'est avéré que les deux procédés effectués en milieu acide, l'autohydrolyse (extraction avec de l'eau à haute température) et l'hydrolyse acide (avec acide sulfurique), permettent une extraction plus efficace des GGM. L'hydrolyse acide permet de récupérer plus de GGM tout en les dépolymérisant. Ils peuvent donc être fermentés directement. L'autohydrolyse, moins sévère, doit être suivie d'une hydrolyse secondaire pour parachever la dépolymérisation des oligomères. Cette hydrolyse est effectuée efficacement avec de l'acide sulfurique comme catalyseur. Ce procédé en deux étapes possède les avantages indéniables de peu endommager la cellulose et de fortement limiter la dégradation des sucres extraits. Or, les produits issus de la dégradation des sucres ont deux inconvénients : ils ne peuvent pas être fermentés en éthanol et ils sont connus pour inhiber les microorganismes utilisés pour la fermentation. Des essais de dépolymérisation des oligomères avec des enzymes ont également été menés, qui ont montré que la transformation de tous les oligomères en monomères nécessite d'être optimisée.

La fermentation directe des hydrolysats par une souche de *Saccharomyces cerevisiae* (levure de boulangerie) permet d'atteindre de bons rendements après 24 heures. Néanmoins, pour que le procédé global soit rentable, il semble indispensable d'augmenter les concentrations en sucres avant la fermentation. Trois procédés ont été appliqués dans ce sens : l'évaporation d'une partie de l'eau contenue dans

etc appliqués dans ce sens : l'évaporation d'une partie de l'eau contenue dans l'hydrolysat, la diminution du ratio liqueur sur bois (L/B) et le recyclage de l'hydrolysat. L'évaporation est efficace et permet également d'extraire de l'acide acétique et du furfural, espèces inhibant les fermentations. Cependant, ce procédé est coûteux en énergie. Le recyclage de l'hydrolysat permet bien de concentrer les sucres, mais augmente leur dégradation. Enfin, diminuer le ratio L/B est très efficace mais réduit la quantité de sucres extraits, et donc la production d'éthanol. La fermentation d'un hydrolysat résultant d'une autohydrolyse suivie d'une hydrolyse secondaire puis concentré jusqu'à atteindre 100 g/L d'hexoses n'a pas permis de produire de l'éthanol, du fait des fortes concentrations en espèces inhibitrices. Pour y parvenir, différentes souches de *S. cerevisiae* ont été acclimatées à cet hydrolysat. La plus prometteuse est parvenue à fermenter un hydrolysat concentré.

Un procédé complet, allant de l'extraction des hémicelluloses jusqu'à la production d'éthanol a pu ainsi être mis au point et optimisé en tenant compte des contraintes industrielles. Cette étude constitue une première étape en vue de l'implémentation dans une usine kraft.

#### Autres membres du jury

Ana Paula DUARTE, Professeur, [Université de Beira Interior](#) (Portugal) ♦♦ Carole MOLINA JOUVE, Professeur, [INSA Toulouse](#) ♦♦ Antoine MARGEOT, Ingénieur de Recherche, [IFP Energies nouvelles](#)



# Oussama EL BARADAI

24 avril 2014 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Réalisation d'électrodes souples pour batteries lithium-ion par procédé d'impression.

## Direction

**Didier CHAUSSY**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Davide BENEVENTI**, Chargé de Recherche CNRS, LGP2 ♦♦ **Yann BULTEL**, Professeur, Grenoble INP / LEPMI

## Résumé

Cette étude traite de l'écoconception d'électrodes pour batteries Li-ion sans liants fluorés et solvants organiques grâce à l'utilisation de dérivés de cellulose et d'un procédé d'impression conventionnelle.

À la base de ce travail, l'innovation réside en la formulation d'une encre aqueuse particulière contenant les particules actives d'une anode (graphite) ou d'une cathode (LiFePO<sub>4</sub> et noir de carbone) et un liant cellulosique. Ainsi, les dérivées cellulosiques jouent le rôle de liant des matières actives (à la place du polymère fluoré habituellement utilisé) et assurent la cohésion de l'électrode imprimée sur le séparateur papier sans nuire à la conductivité électrique.

Dans ce contexte, une batterie lithium-ion a pu être élaborée en utilisant la stratégie d'impression recto/verso du séparateur avec l'intégration des collecteurs de courant pendant la phase d'impression, validant ainsi cette nouvelle technique d'assemblage.

## Autres membres du jury

Christine VAUTRIN, Professeur, **Centre de Recherche sur la Matière Divisée (CRMD)** ♦♦ Dominique GUYOMARD, Professeur, **Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN)** ♦♦ Christophe PIJOLAT, Professeur, **Centre Sciences des Processus Industriels et Naturels**

# Sébastien THIBERT

23 avril 2014 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Étude de la métallisation de la face avant des cellules photovoltaïques en silicium.

## Direction

**Didier CHAUSSY**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Davide BENEVENTI**, Chargé de Recherche CNRS, LGP2 ♦♦ **Nadège REVERDY-BRUAS**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'énergie est une problématique majeure de ce nouveau millénaire. L'électricité d'origine photovoltaïque devrait jouer un rôle conséquent dans le futur bouquet énergétique mondial.

À l'échelle industrielle, la métallisation de la face avant des cellules photovoltaïques est réalisée grâce au dépôt d'une pâte d'argent par sérigraphie. Cette étape est critique dans la chaîne de fabrication des cellules car elle régit leur coût et leur performance finale. En particulier, il faut limiter la masse d'argent imprimée et maximiser le rendement des cellules.

La première partie des travaux présentés dans cette thèse est focalisée sur l'impact des paramètres de la sérigraphie sur ces deux aspects. Pour assurer le développement de la filière photovoltaïque, de nombreuses alternatives sont étudiées actuellement en vue du remplacement, à plus ou moins long terme, du procédé standard de métallisation. Le concept de double couche est une solution innovante durant laquelle une première couche est imprimée, puis épaissie par voie électrolytique. Grâce à sa flexibilité et aux faibles pressions exercées au cours de l'impression, le procédé flexographique semble répondre au cahier des charges du premier dépôt. La seconde partie des travaux exposés dans cette thèse est axée sur le développement de cette technique d'impression.

## Autres membres du jury

**Mustapha LEMITI**, Professeur, **Institut des Nanotechnologies de Lyon** ♦♦ **Didier GRAEBLING**, Professeur, **Institut des Sciences Analytiques et de Physico-chimie pour l'Environnement et les Matériaux (IPREM)** ♦♦ **Jean-Jacques SIMON**, Maître de Conférences, **Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence (IM2NP)** ♦♦ **Bernard BECHEVET**, Conseiller scientifique et technique, **MPO Energy**

## Carolina MORELLI-LIPARRELI

4 avril 2014 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Développement et étude des propriétés des films et des pièces injectées de nanobiocomposites de nanowhiskers de cellulose et de polymères biodégradables.

### Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**

## Frédéric POUYET

21 mars 2014 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

### Sujet

Nouvelles conditions d'utilisation de l'ozone dans le blanchiment des pâtes cellulosiques. Application à la mise au point d'un procédé de blanchiment "vert".

### Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Christine CHIRAT**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**

### Résumé

Dans les applications papetières, pour fabriquer du papier de haute blancheur, la pâte brune obtenue à partir du bois doit être blanchie. Ce blanchiment est réalisable grâce à des produits chlorés. Or, la toxicité de ces derniers provoque de multiples problèmes notamment en termes d'impact sur l'environnement. Des alternatives existent, impliquant l'utilisation de l'ozone et du peroxyde d'hydrogène, mais elles provoquent des dégradations de la pâte.

Le but de cette thèse était d'élaborer des séquences de blanchiment non-chlorées aboutissant à un produit final de haute qualité. Cet objectif a été atteint grâce notamment à des avancées quant à la compréhension des modes d'action de l'ozone sur les composants des pâtes, plus particulièrement sur les composés insaturés.

### Autres membres du jury

Stéphane GRELIER, Professeur, **Université Bordeaux 1** ♦♦ Dmitry EVTUGUIN, Maître de Conférences, **Université d'Aveiro** (Portugal) ♦♦ Göran GELLERSTEDT, Professeur, **KTH**, Stockholm (Suède)

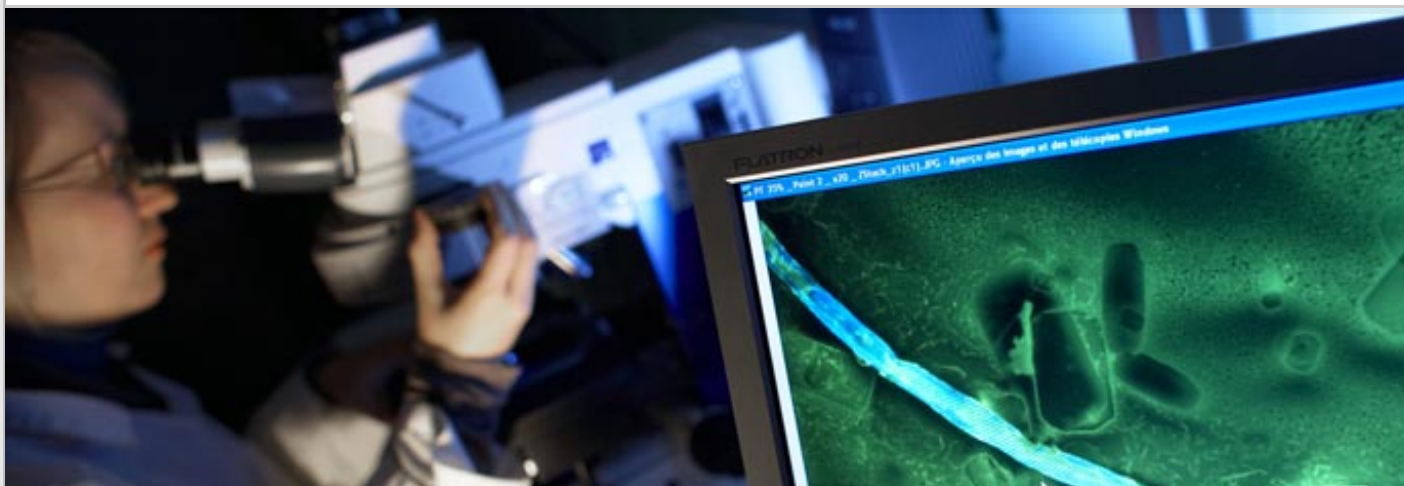
## Recherche

---

Recherche

Directeurs & Responsables

Équipes



LGP2, un pôle de recherche innovant

[🏠](#) > Recherche > Doctorat, post-doctorat

## LGP2 - Thèses soutenues, 2013

# Zied MARRAKCHI

10 décembre 2013 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Valorisation de la fibre d'alfa

## Direction

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Farouk MHENNI, Professeur, Université de Monastir (Tunisie) ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

S'inscrivant dans le contexte de l'exploitation des matériaux bio-sourcés dans des applications à haute valeur ajoutée, cette thèse vise à valoriser une plante herbacée, l'Alfa (*Stipa tenacissima*), très abondante en Tunisie. L'idée principale est d'étudier et exploiter les pâtes d'Alfa produites à l'échelle industrielle afin d'utiliser les fibres d'Alfa comme éléments de renfort dans des bio-composites à base de matrices polymères.

Dans un premier temps, une caractérisation très complète – composition chimique, analyses morphologiques, mesure des charges électriques, cinétiques de raffinage des pâtes, etc. – a permis d'améliorer les connaissances relatives aux tiges et aux pâtes d'Alfa. En outre, l'effet du raffinage sur les propriétés physiques des papiers produits à partir des fibres d'Alfa a été étudié.

Dans un second temps, les travaux ont porté sur la valorisation des fibres d'Alfa transformées en papier, comme renfort dans des composites à matrices polymères biodégradables. Pour l'élaboration de ces composites, une technique d'imprégnation des papiers préparés dans des solutions de polymères biodégradables – polycaprolactone (PCL) et acide L-poly lactique (PLLA) – a été utilisée. Les propriétés structurales, morphologiques, thermiques et mécaniques de ces nouveaux composites ont été analysées.

Enfin, une étude a été menée sur une méthode originale de modification de surface des fibres d'Alfa selon un protocole simple à trois séquences, combinant un traitement par micro-ondes et un traitement chimique des papiers préparés. Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence l'effet de cette modification de surface du renfort sur les propriétés des composites.

## Autres membres du jury

Limam ALOUI, Professeur, Université de Gafsa (Tunisie) ♦♦ Jean-Yves DREAN, Professeur, Université de Haute Alsace ♦♦ Sami BOUFI, Professeur, Université de Sfax (Tunisie)

# Bertrand QUESNE

5 décembre 2013 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Étude du phénomène de jaspage sur PVC souples imprimés en héliogravure

## Direction

Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nadège REVERDY-BRUAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Davide BENEVENTI, Chargé de Recherche, CNRS / LGP2

## Résumé

L'objectif de cette thèse est d'étudier un défaut d'impression récurrent lors de l'impression industrielle de revêtements de sol PVC : le jaspage. Ce défaut apparaît de manière aléatoire sur les lignes d'impression industrielles avec des niveaux variables. Il se manifeste par un aspect texturé des zones normalement unies, ce qui génère bon nombre de non-conformités des produits. La finalité de ce travail est donc de comprendre l'origine du phénomène de jaspage afin d'en identifier la (les) cause(s).

Pour atteindre cet objectif, il a été nécessaire de mettre au point un outil fiable et non subjectif de quantification du défaut basé sur une technique d'analyse d'images. Ce qui a permis d'étudier les principaux paramètres susceptibles d'être à l'origine du jaspage : la mouillabilité du support, les paramètres du procédé d'impression ainsi que les propriétés des encres (tension superficielle, comportement rhéologique). L'ensemble de ce travail a mis en évidence le rôle du seuil d'écoulement des encres formulées, le phénomène pouvant être relié à des instabilités de type Saffman-Taylor prenant naissance lors de la scission du film d'encre au cours de la phase d'impression du revêtement de sol.

## Autres membres du jury

Roberta BONGIOVANNI, Maître de Conférences, Politecnico di Torino (Italie) ♦♦  
Salaheddine SKALI-LAMI, Maître de Conférences, LEMTA, Université de Lorraine ♦♦  
Thierry FOURNEL, Professeur, Laboratoire Hubert Curien, Université Jean Monnet (Saint-Etienne) ♦♦ Philippe DOUCY, Ingénieur, Gerflor (Saint-Paul-Trois-Châteaux)

# Nathalie LAVOINE

15 novembre 2013 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Conception, mise en œuvre et caractérisation de nouveaux bio-nano-matériaux fonctionnels pour le domaine de l'emballage.

## Direction

Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Isabelle DESLOGES, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Ce travail propose un nouveau type de matériau à base de nanocellulose et de papier carton pour l'emballage alimentaire. L'utilisation des microfibrilles de cellulose (MFC) montre en effet un réel potentiel en tant que systèmes de libération contrôlée de molécules antibactériennes. Deux procédés de couchage et trois substrats cellulosiques sont comparés. Un poids de couche de 8 g/m<sup>2</sup> de MFC est atteint, améliorant ainsi la rigidité à la flexion et diminuant la perméabilité à l'air des matériaux. Des analyses microscopiques mettent en évidence la conservation, après couchage, du réseau nano-poreux des MFC en surface des matériaux enduits. Pour la première fois, ce réseau est utilisé afin de libérer des molécules actives plus progressivement et sur une période prolongée. Leur action antibactérienne inhibe la croissance de bactéries non pathogènes sur le long terme et prolonge la durée de conservation des aliments. L'utilisation simultanée de cyclodextrines et de MFC élargit le domaine d'application de ce nouveau matériau, donnant lieu à des résultats très prometteurs.

Cette thèse, qui a donné lieu à la publication de huit articles dans des journaux scientifiques, favorise le développement de nouvelles applications à haute valeur ajoutée à base de microfibrilles de cellulose pour des systèmes de libération contrôlée dans l'emballage actif ou encore le secteur médical.

## Autres membres du jury

Nathalie GONTARD, Professeur, Université Montpellier 2 ♦♦ Kristin SYVERUD, Professeur, NTNU (Trondheim, Norvège) ♦♦ Véronique COMA, Maître de Conférences, Université Bordeaux 1 ♦♦ Éliane ESPUCHE, Professeur, Université Lyon 1 ♦♦ Nicolas TABARY, Maître de Conférences, Université Lille 1

# Antoine DUVAL

15 novembre 2013 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

## Sujet

Contribution à l'étude du gluten comme matériau : apport de lignines de différentes natures

## Direction

Christine CHIRAT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Sonia BOISSEAU, Maître de Conférences, CERMAV

## Résumé

Le gluten, un ensemble de protéines contenues dans le grain de blé, peut être utilisé pour formuler des matériaux polymères, le plus souvent en présence de glycérol comme plastifiant. Ces matériaux sont généralement limités par une forte sensibilité à l'eau, ainsi que par des propriétés mécaniques faibles devant celles des polymères synthétiques. L'influence de la teneur en glycérol sur l'absorption d'eau des matériaux, ainsi que sur la répartition des phases et leur relaxation, a été évaluée dans un premier temps.

Puis, un second biopolymère, la lignine, issue du bois, a été incorporé dans les matériaux pour en améliorer les propriétés. L'influence de plusieurs lignines, obtenues comme co-produit des industries papetières (lignine Kraft et lignosulfonates), a ainsi été évaluée. La lignine Kraft permet d'améliorer la rigidité et les propriétés thermiques des matériaux, ainsi que de limiter leur sensibilité à l'eau, tandis que l'ajout de lignosulfonates permet de réduire la teneur en glycérol, avec pour conséquence de limiter la sensibilité à l'eau et d'améliorer les propriétés mécaniques.

Différentes étapes de fractionnement des matières premières ont ensuite permis de mieux interpréter les interactions existant entre le gluten et les lignines, et de les corrélérer aux propriétés macroscopiques des matériaux. L'influence de la nature des protéines et de la masse molaire des lignines ont ainsi pu être mises en évidence.

## Autres membres du jury

Denis LOURDIN, Directeur de Recherche, INRA Nantes ♦♦ Stéphanie BAUMBERGER, Professeur, AgroParisTech ♦♦ Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble-INP Pagora / LGP2 ♦♦ Marie-Hélène MOREL, Directeur de Recherche, INRA Montpellier



# Cyril MARULIER

17 octobre 2013 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Étude multi-échelles des couplages entre les propriétés hygroélastiques des papiers et leur microstructure.

## Direction

Pierre DUMONT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ Denis CAILLERIE, Professeur, Grenoble INP / **3SR** ♦♦ **Laurent ORGEAS**, Directeur de Recherche CNRS / **3SR**

## Résumé

L'objectif est d'étudier les couplages entre les propriétés hygroélastiques des papiers et leur microstructure. L'exploitation d'images de papiers modèles acquises par microtomographie à rayons X a permis de caractériser de manière inédite l'évolution des propriétés microstructurales de ces matériaux en fonction de leurs conditions d'élaboration ainsi que lors d'essais où ils ont été placés sous atmosphère à humidité relative contrôlée.

Ces résultats constituent un apport nouveau pour la connaissance de la nature statistique des descripteurs des propriétés des fibres (dimensions et orientation) et de leurs contacts (surface, degré de liaison), de l'architecture des réseaux fibreux que forment les papiers (nombre de contacts entre fibres) et pour la taille des volumes élémentaires représentatifs des propriétés microstructurales et élastiques de ces milieux. Sur la base de ces informations, différents modèles, plus ou moins raffinés, ont été élaborés dans le cadre de la théorie de l'homogénéisation des structures périodiques discrètes, pour décrire les propriétés mécaniques des papiers. Cette approche apporte un éclairage nouveau sur le rôle des liaisons entre fibres sur le comportement hygromécanique de ces matériaux.

## Autres membres du jury

Olivier ARNOULD, Maître de Conférences, **Université de Montpellier** ♦♦ Frédéric JACQUEMIN, Professeur, **Université de Nantes** ♦♦ Steven LE CORRE, Professeur, **Université de Nantes** ♦♦ Dominique POQUILLON, Maître de Conférences, **INP Toulouse**

# Elsa CORROYER

16 septembre 2013 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Utilisation du procédé flexographique pour impression sur matériaux souples pour décors de vitrages feuilletés.

## Direction

Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'objectif de ce projet est de proposer des vitrages feuilletés intégrant des décors. Pour ce faire, l'impression d'un intercalaire polymérique par le procédé flexographique est étudiée. Dans un premier temps, les intercalaires commerciaux sont minutieusement analysés (composition, propriétés de masse et de surface), tout comme les consommables inhérents au procédé flexographique (encres et forme imprimante). Ensuite, l'impression de différents types de motifs montre que la flexographie permet d'obtenir des impressions présentant la majorité des spécifications optiques. De plus, les propriétés d'adhésion et de résistance mécanique de différents types de vitrages feuilletés, ainsi que la durabilité de celles-ci sont étudiées. Enfin, les résultats des essais industriels réalisés permettent de définir un concept de presse d'impression autorisant l'intégration du procédé flexographique au sein des lignes de production de verre feuilleté.

## Autres membres du jury

Étienne FLEURY, Professeur, INSA Lyon ♦♦ Yves GROHENS, Professeur, Université de Bretagne Sud ♦♦ Antonio L. TORRES, Professeur, Universitat Politècnica de Catalunya (Espagne) ♦♦ Sébastien WERY, Responsable R&D, Saint Gobain Glass

# Marion SANGLARD

11 janvier 2013 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Production simultanée de fibres cellulosiques blanchies et de polyxylosides d'alkyle dans le cadre d'une bioraffinerie papetière.

## Direction

Christine CHIRAT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Ce projet s'inscrit dans le cadre d'une bioraffinerie lignocellulosique dont le but est d'extraire les hémicelluloses de bois de feuillus afin de les valoriser en tensioactifs, sans compromettre la qualité des fibres cellulosiques blanchies obtenues en parallèle.

Des copeaux industriels d'Eucalyptus globulus ont été soumis à des autohydrolyses dans des conditions variées afin de retirer une partie des hémicelluloses, composées principalement de xylose, qui se retrouvent dissoutes dans l'hydrolysât. Les saccharides extraits ont été utilisés avec succès pour synthétiser des polyglycosides d'alkyle : composés tensioactifs dont la partie hydrophile est un saccharide et la partie lipophile est un alcool gras. Pour cela, les liqueurs d'autohydrolyse ont été purifiées par un traitement au charbon actif puis concentrées. L'impact sur la glycosylation de la concentration en saccharides ainsi que des autres composés présents dans l'hydrolysât a également été étudié. Par ailleurs, le bois autohydrolysé s'est avéré très facile à délignifier par une cuisson Kraft. Ainsi, des cuissons de type soude-anthraquinone à alcali et température réduits ont pu être mises en œuvre pour donner des pâtes plus pauvres en lignine et en acide hexenuronique que les pâtes de bois non prétraité, avec des DPv et des blancheurs supérieurs. L'aptitude à la délignification à l'oxygène de ces pâtes est équivalente à celle des pâtes de bois témoin, et une blancheur finale de 90% ISO a pu être atteinte par une séquence ODEPD quelle que soit l'origine des pâtes.

## Autres membres du jury

Yves QUENEAU, Directeur de Recherche (HDR), CNRS ♦♦ Dmitry EVTUGUIN, Maître de Conférences (HDR), Université d'Aveiro (Portugal) ♦♦ Jérôme GUILBOT, Coordinateur Scientifique Sucres, Protéines et Chimie Verte, SEPPIC

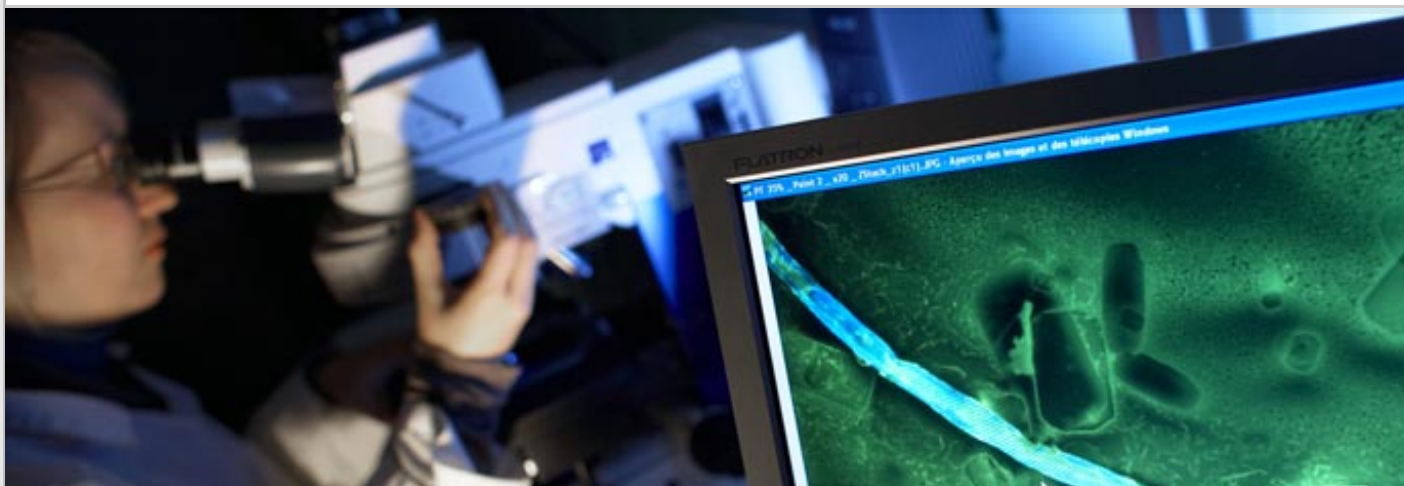
# Recherche

---

Recherche

Directeurs & Responsables

Équipes



LGP2, un pôle de recherche innovant

[Home](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2012

# Jean-Baptiste PICOT

21 décembre 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Modélisation et simulation de l'atelier de régénération de l'usine Kraft.

## Direction

Gérard MORTHA, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Martine RUEFF, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'atelier de régénération d'une usine kraft permet d'extraire des liqueurs noires les éléments chimiques nécessaires à la cuisson du bois et de les régénérer sous leur forme active, ainsi que de valoriser la fraction organique dissoute sous forme de chaleur.

Les opérations unitaires mises en œuvre sont nombreuses, complexes et souvent mal décrites. Cette thèse vise à permettre une meilleure compréhension de la régénération (évaporation, caustification, chaudière,...) et le développement d'outils informatiques permettant de simuler et optimiser le fonctionnement d'un atelier, et, à terme, de servir d'outil d'aide à la décision pour une modification de procédé par exemple dans le cadre d'une bioraffinerie.

Une revue bibliographique exhaustive des différentes opérations unitaires a été réalisée. Elle a permis de constituer une base de données des propriétés des constituants et, à la suite d'une analyse critique, de choisir entre les modèles existants ou le développement de nouveaux modèles, notamment pour les évaporateurs. Ces modèles, décrivant les phénomènes et processus dans chaque opération unitaire, ont été implémentés dans une bibliothèque informatique développée en langage C et validés à partir de données issues de la bibliographie.

La simulation du fonctionnement d'un atelier de régénération a été effectuée dans l'environnement OpenModelica/Dymola, en utilisant ces bibliothèques. Les résultats obtenus ont permis de discerner certains verrous et des améliorations possibles sur certaines opérations unitaires. En particulier la simulation d'un train d'évaporateurs utilisant un modèle d'évaporateur qui, de par sa conception très détaillée sur le plan de la thermodynamique et du génie des procédés va nettement au-delà de la littérature publiée, ouvre de nouvelles perspectives pour améliorer les stratégies de contrôle de ce procédé.

## Autres membres du jury

Patrice NORTIER, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Xavier JOULIA, Professeur, ENSIACET (Toulouse) ♦♦ Éric SCHAER, Professeur, ENSIC (Nancy) ♦♦ Thierry MAYADE, Directeur R&D, Munksjö (Suède)

# Céline GUEZENNEC

20 décembre 2012 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Développement de nouveaux matériaux d'emballages à base de micro- et nanofibrilles de cellulose.

## Direction

**Alain DUFRESNE**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Florence GIRARD**, Ingénieur de Recherche, **Centre Technique du Papier**

## Résumé

Les micro- et nano-fibrilles de cellulose (MFC/NFC) sont des nanomatériaux issus de ressources renouvelables présentant un fort intérêt notamment pour le domaine de l'emballage. En plus des avantages naturels de la cellulose, ces matériaux offrent des propriétés barrière prometteuses (oxygène, graisse), de bonnes propriétés de résistance mécanique ainsi que la possibilité de produire des films transparents. L'objectif de cette thèse est de développer un carton barrière aux gaz et aux graisses en utilisant les MFC/NFC par procédés d'enduction. Différentes suspensions de MFC/NFC ont été caractérisées puis utilisées pour la production de films afin de déterminer leurs propriétés intrinsèques. Des films modèles ont ensuite été développés avec la production de composites polymère/MFC. Une dernière partie était focalisée sur l'introduction de MFC/NFC dans des saucages de couchage afin de développer une couche barrière à la surface d'un carton. Un démonstrateur a ainsi été validé à l'échelle pilote. Le potentiel des MFC/NFC a été démontré comme agent de séchage et comme composant principal d'une couche barrière.

## Autres membres du jury

Hamid KADDAMI, Professeur, **Université Cadi Ayyad** (Marrakech, Maroc) ♦♦ Nathalie GONTARD, Directrice de la Recherche, **INRA Montpellier** ♦♦ Marie-Pierre LABORIE, Professeur, **Université de Freiburg** (Allemagne) ♦♦ Noël CARTIER, Responsable des Projets R&D, **Ahlstrom**

# Satyajit DAS

17 décembre 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Production de celluloses pures à partir de pâte à papier par un procédé propre au peroxyde d'hydrogène catalysé.

## Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Nathalie MARLIN**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**

## Résumé

L'objectif de la thèse était de mettre au point un procédé « vert » d'obtention de cellulose pure à partir d'une pâte cellulosique papetière kraft de bois feuillus.

Le traitement proposé comprend une première étape d'acidolyse à chaud permettant de réduire la teneur de la pâte en acides hexénuroniques et en cations des métaux lourds de transition (Cu, Fe, Mn). La deuxième étape est une délignification par le peroxyde d'hydrogène en milieu alcalin catalysé par le complexe cu-phénanthroline. Ce dernier accroît l'efficacité du traitement en oxydant sélectivement les fonctions OH alcool portées par la macromolécule de lignine en position des chaînes propanes. Pour éliminer les hémicelluloses résiduelles, il est proposé de réaliser une extraction de la pâte par une solution d'hydroxyde de sodium.

Enfin, les dernières impuretés insaturées sont dégradées par une ozonation de la pâte. L'application de cette séquence de traitements conduit à une cellulose dont la pureté est conforme aux objectifs (cellulose pour usage textile ou plastique). L'addition du catalyseur réduit le degré de polymérisation de la cellulose. Sa présence permet donc de moduler la valeur du DP de la cellulose en fonction des applications visées.

## Autres membres du jury

Monika EK, Professeur, **KTH Royal Institute of Technology** (Suède) ♦♦ Rogério SIMOES, Professeur, **Universidade da Beira Interior** (Portugal) ♦♦ Vanessa DURRIEU, Maître de Conférences, **ENSIACET** (Toulouse) ♦♦ Alain DERONZIER, Directeur de Recherche, **Université Joseph Fourier** (Grenoble)

# Robin ABDERRAHMEN

12 décembre 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Conception d'étiquettes auto-adhésives par microencapsulation d'adhésif.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'objectif de ce projet est de concevoir un nouveau type d'étiquette écologique n'utilisant pas de dorsale siliconée.

Ainsi, la couche d'adhésif est remplacée par une couche de microcapsules d'adhésif. Ces microcapsules doivent avoir une paroi suffisamment étanche et résistante pour envelopper l'adhésif et ne pas se rompre lors des étapes de fabrication du produit. En revanche, elles doivent céder sous l'effet d'une pression et libérer l'adhésif au moment de leur utilisation.

Dans un premier temps, trois adhésifs en émulsion aqueuse ont été caractérisés en vue de leur microencapsulation. Par la suite, un adhésif a été sélectionné et encapsulé par coacervation (avec des biomatériaux comme carapace) et par polymérisation in situ aminoplaste. Ensuite, deux autres procédés d'encapsulation - le spray-drying et le spray-cooling - ont été comparés aux deux techniques précédentes. Les particules produites par spray-cooling, les plus adhésives, ont été utilisées pour la formulation d'un bain d'enduction adapté au procédé de couchage à lame et au procédé d'impression sérigraphique.

La compatibilité de ces microparticules avec le procédé de fabrication classique d'une étiquette autoadhésive (presse d'impression flexographique) a été démontrée. Les caractéristiques finales du produit ainsi fabriqué (adhésion, pression d'application) ont été comparées avec celles de différents produits autoadhésifs industriels (étiquette, enveloppe et timbre).

## Autres membres du jury

Stéphanie BRIANÇON, Professeur, LAGEP (Villeurbanne) ♦♦ Roberta BONGIOVANNI, Professeur, Politecnico di Torino (Italie) ♦♦ Salaheddine SKALI-LAMI, Maître de Conférences, LEMTA (Nancy) ♦♦ Gilles BRUAS, Directeur, Papeterie Gerex (Voreppe) ♦♦ Bernard PINEAUX, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2



# Karim MISSOUM

22 novembre 2012 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Fonctionnalisation et modification de surface de nanofibrilles de cellulose.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Ces dernières décennies, les nanocelluloses suscitent un intérêt grandissant et font l'objet de nombreuses études menées par les industriels et/ou des consortiums académiques. Cette thèse a été réalisée dans le cadre du projet européen SUNPAP visant à industrialiser des nanofibrilles de cellulose (NFC). Elle fait état de nouveaux procédés de modification chimique de surface des NFC dans une optique de développement de la chimie verte.

Plusieurs stratégies ont été développées : utilisation de liquides ioniques comme solvants de réaction (solvants verts) ou encore recours à une nanoémulsion en phase aqueuse permettant le greffage de surface des NFC. Les substrats ainsi traités ont été utilisés dans diverses applications afin d'étudier l'impact de ces modifications chimiques. Des bionanocomposites ont ainsi été produits et l'impact de l'introduction de NFC (modifiées ou non) dans du papier a également été étudié. Les propriétés antibactériennes et la biodégradabilité des NFC modifiées ont été examinées. Des NFC vierges et modifiées ont fait l'objet d'une caractérisation approfondie grâce à des techniques puissantes et innovantes : X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) et Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS).

Les modifications, applications et caractérisations étudiées durant cette thèse constituent une avancée scientifique significative et confirment les perspectives prometteuses des nanocelluloses.

## Autres membres du jury

Etienne FLEURY, Professeur, INSA de Lyon ♦♦ Monika ÖSTERBERG, Maître de Conférences, Aalto University (Finlande) ♦♦ Stéphane GRELIER, Professeur, Université Bordeaux 1 ♦♦ Noël CARTIER, Senior Scientist, Ahlstrom.

# Souheila ADJIMI

30 octobre 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Contribution à l'élaboration d'un papier photocatalytique. Application à la réduction des Composés Organiques Volatils

## Direction

Pierre-Xavier THIVEL, Maître de Conférences, **Université Joseph Fourier** (Grenoble)

## Résumé

L'objectif est d'élaborer un papier contenant une charge composite ( $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ ) photocatalytique permettant d'éliminer des composés volatils organiques issus des procédés d'imprimerie. Le composé organique volatil ciblé est l'éthanol.

Des particules de silice creuse ont été synthétisées et utilisées comme supports pour des nanoparticules d'oxyde de titane élaborées par méthode sol-gel. Un réacteur continu a été conçu et utilisé pour traiter le flux gazeux pollué. Le gaz à traiter passe à travers le papier photocatalytique irradié sous UV. Plusieurs supports ont été fabriqués et caractérisés par plusieurs techniques (MEB, Spectroscopie Raman, DRX).

L'étude photocatalytique a permis d'optimiser la composition de ces supports. Une modélisation du réacteur et du support (papier photocatalytique) a été développée et proposée. Cette modélisation intègre la cinétique photocatalytique (de type Langmuir-Hinshelwood), la diffusion de la lumière au sein du papier suivant le modèle de Kubelka-Munk et l'hydrodynamique du réacteur.

## Autres membres du jury

Jean-Claude ROUX, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ Laurence LE COQ, Professeur, **Ecole des Mines de Nantes** ♦♦ Jean-Michel GUILLOT, Professeur, **École des Mines d'Alès** ♦♦ Abdelkrim BOUZAZA, Maître de Conférences, **ENS Chimie de Rennes** ♦♦ Nicolas SERGENT, Maître de Conférences, **Grenoble INP-Phelma**

# Lara JABBOUR

26 octobre 2012 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Utilisation des procédés papetiers et de fibres cellulosiques pour l'élaboration de batteries Li-ion.

## Direction

**Davide BENEVENTI**, Chargé de Recherche CNRS, **LGP2** ♦♦ **Didier CHAUSSY**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Claudio GERBALDI**, Maître de Conférences, **Politecnico di Torino** (Italie).

## Résumé

L'objectif de cette thèse était de développer des batteries Li-ion peu coûteuses, respectueuses de l'environnement, faciles à produire industriellement et à recycler, tout en utilisant des fibres cellulosiques et un procédé en milieu aqueux.

Deux approches ont été choisies. Dans un premier temps, les microfibrilles de cellulose ont été utilisées pour la production d'anodes par un procédé de casting. Puis, une approche papetière a été adoptée. La plupart des travaux expérimentaux se sont focalisés sur l'utilisation de fibres de cellulose pour la production d'électrodes papier (anodes et cathodes) et de séparateurs-papier par procédé de filtration en milieu aqueux pour obtenir des cellules complètes à base de cellulose.

Les électrodes obtenues sont homogènes, souples et leurs propriétés électrochimiques comparables à celles d'électrodes de références utilisant un polymère de synthèse comme liant.

## Autres membres du jury

**Nadia EL KISSI**, Directeur de Recherche CNRS, **Université Joseph Fourier** (Grenoble) ♦♦ **Lars WAGBERG**, Professeur, **KTH Royal Institute of Technology** (Suède) ♦♦ **Bernard LESTRIEZ**, Maître de Conférences, **Université de Nantes** ♦♦ **Hatem FESSI**, Professeur, **Université Claude Bernard Lyon 1**

# Chloé BOIS

26 octobre 2012 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Fabrication d'assemblages membrane-électrode de piles à combustible par procédés d'impression.

## Direction

Anne BLAYO, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Les piles à combustibles sont une alternative à l'utilisation de ressources fossiles. Cependant, l'énergie qu'elles produisent reste chère et les procédés de fabrication actuels ne sont pas adaptés à des productions à grande échelle.

Une pile de type PEMFC (Proton Exchange Membrane Fuel Cell) est un système constitué de cinq couches dans lequel la membrane et les deux couches de diffusion peuvent être considérées comme support d'impression et les deux couches actives peuvent être imprimées par des procédés continus.

Ce travail démontre la pertinence du procédé flexographique dans la fabrication de composants de PEMFC. Ce procédé permet de produire de grandes surfaces avec peu de perte de matière fonctionnelle. Malgré la faible imprimabilité des supports choisis, des couches actives aux performances similaires à celles fabriquées par procédés conventionnels ont pu être réalisées grâce à la flexographie.

## Autres membres du jury

Yann BULTEL, Professeur, Grenoble INP ♦♦ Reinhard BAUMANN, Professeur, Chemnitz University of Technology (Allemagne) ♦♦ François LAPICQUE, Directeur de Recherche CNRS, Université de Lorraine

## Imtiaz ALI

28 septembre 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Contribution à l'étude du comportement mécanique des fibres recyclées. Applications aux supports fibreux.

### Direction

Jean-Francis BLOCH, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Raphaël PASSAS, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Résumé

Dans le contexte actuel, la politique environnementale est importante : la déforestation ou la pression sur l'approvisionnement en bois provoquent un intérêt croissant pour l'augmentation du taux de fibres recyclées dans les produits. En particulier, les papiers à haute valeur ajoutée sont une cible privilégiée dans la mesure où, actuellement, ils sont constitués principalement de fibres vierges.

L'objectif de cette thèse était de caractériser les changements de la morphologie et des propriétés physiques des fibres lors de cycles d'hydratation et de séchage. Pour cela, de multiples techniques expérimentales à différentes échelles ont été développées ou revisitées : chromatographie inverse d'exclusion stérique, microscopie à force atomique, microscopie électronique à balayage environnementale ou encore micro-tomographie aux rayons X.

Cette étude expérimentale a montré que les principales modifications morphologiques ont lieu lors du premier cycle. Ainsi, la délamination et la densification de la paroi ont été mises en évidence.

Les évolutions du comportement mécanique des papiers ainsi que leurs structures tridimensionnelles ont été analysés en fonction de la qualité des fibres (en termes de nombre de cycles) et de leur proportion.

Ce travail démontre le potentiel de valorisation des fibres recyclées dans le secteur papetier et, en particulier, pour les papiers graphiques à haute valeur ajoutée.

### Autres membres du jury

Christian GEINDREAU, Professeur, Université Joseph Fourier (Grenoble) ♦♦ Ana Paula COSTA, Professeur, Université de Beira Interior (Portugal) ♦♦ William SAMPSON, Professeur, Université de Manchester (Royaume Uni)

## Ragab ABOUZEID

27 septembre 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Composites haute performance à base de cellulose : préparation et propriétés.

### Direction

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Mohamed Adel

YOUSEF, Professeur, [Université de Helwan](#), Egypte

## Résumé

The present study deals with utilization of Egyptian bagasse in both conventional and non-conventional fields. The conventional application is devoted to papermaking, where bagasse pulp is the most appropriate pulp for this purpose due to the suitability of fiber length and high cellulose and hemicellulose contents. The non-conventional application is dedicated to the preparation of cellulosic derivatives having liquid crystalline properties. The first approach deals with using modified soy protein isolate (SPI) as binder for cellulosic fibers in paper composites. Modification of SPI was carried out through i) denaturation with urea and NaOH. ii) addition of acrylamide to the denatured SPI. iii) changing pH of SPI. These types of modification were used to improve the adhesion properties of SPI. Pronounced mechanical and physical properties of paper sheets filled with 0.5, 2.5 or 5% denatured SPI was obtained upon using 2.5%. The optimum condition of SPI addition was used in ii and iii modifications. The additional effect of acrylamide on SPI was pronounced where the mechanical and physical properties were enhanced. Correlation between the mechanical and physical properties of paper sheets with the pH of SPI was studied. The used pHs were 3, 5, 7 and 10. The results showed that the maximum breaking length was obtained at the isoelectric point of SPI at pH 5 (at the isoelectric point (IEP) the number of positive and negative charges on the polyion is the same, giving a net charge of zero) and it began to decrease when the pH is increased to pH 10. Both the burst index and the tear index showed parallel trends. In the second approach, a series of 4-alkoxybenzoyloxypropyl cellulose (ABPC-n) samples were synthesized via the esterification of hydroxypropyl cellulose (HPC) with 4-alkoxybenzoic acid bearing alkoxy chain with different lengths. On the other hand, cellulose was isolated in pure form from Egyptian bagasse pulp. Hydroxypropylation was then conducted on the isolated cellulose. 4-alkoxybenzoyloxypropyl cellulose (ABPC-m) samples were synthesized via the esterification of the latter product with the same acid, bearing 2, 10 and 12 carbon atoms in the side chain and characterized. The molecular structure of both esters (ABPC-n and ABPC-m) was confirmed by Fourier transform infrared (FT-IR) and <sup>1</sup>H NMR spectroscopy. The liquid crystalline (LC) phases and transition behaviors were investigated using polarized light microscopy (PLM), and differential scanning calorimetry (DSC), respectively. The lyotropic behavior of the derivatives was investigated in DMA solutions using PLM and the critical concentration was firstly determined via refractive index measurements.

## Autres membres du jury

Aid KHALIL, Professeur, [Université de Helwan](#), Egypte ♦♦ Magdi NAOUM, Professeur, [Université du Caire](#), Egypte ♦♦ Étienne FLEURY, Professeur, [INSA Lyon](#) ♦♦ Nahla EL-WAKIL, Professeur, [Centre National de Recherche](#), Egypte ♦♦ Ali SARHAN, Professeur, [Université de Mansoura](#), Egypte

# Lucie BOIRON

7 septembre 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés **[Thèse en ligne]**

## Sujet

Étude de l'impact de l'extraction des hémicelluloses du bois sur les procédés d'obtention de cellulose et d'éthanol dans le cadre d'une bioraffinerie lignocellulosique.

## Direction

Christine CHIRAT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le renouveau des biocarburants pourrait être aussi celui de l'industrie chimique de la pâte à papier, en diversifiant l'éventail des produits fabriqués à partir de bois. Cette thèse porte sur l'intégration d'une extraction des hémicelluloses du bois au procédé Kraft dans le cadre d'une co-production de fibres cellulosiques et de bioéthanol. Le travail expérimental de cette étude balaie l'ensemble du procédé depuis l'extraction de plus de la moitié des hémicelluloses de bois de résineux, par autohydrolyse ou par hydrolyse à l'acide dilué, jusqu'à la production de fibres cellulosiques blanchies et d'éthanol obtenu par la fermentation des hydrolysats.

Les pâtes de bois préhydrolysé se sont distinguées par de très bonnes aptitudes à la délignification lors de la cuisson Kraft et lors du blanchiment à l'oxygène. Une analyse des constituants des pâtes de bois préhydrolysé a permis de comprendre pourquoi la préhydrolyse conduit à une diminution du rendement de cuisson (perte de lignine et de la totalité des hémicelluloses dont les xylanes). L'analyse des lignines de pâtes écruées de bois préhydrolysé a permis d'émettre une hypothèse quant à l'excellente aptitude de ces pâtes à la délignification lors du blanchiment à l'oxygène.

En définitive, l'intégration d'une extraction des hémicelluloses à une usine Kraft telle qu'elle est proposée par cette étude permet d'obtenir à partir de 100 kg de bois de résineux, 27 à 36 kilogrammes de fibres cellulosiques blanchies et jusqu'à 6 litres de bioéthanol. Ces fibres cellulosiques blanchies présentent des caractéristiques attrayantes pour la production de cellulose à usage chimique ou de nanocristaux de cellulose.

## Autres membres du jury

Nicolas BROSSE, Professeur, Université de Lorraine ♦♦ Ana Paula DUARTE, Professeur, Université de Beira Interior (Portugal) ♦♦ Marie-José VILLETTE, Responsable R&D, Fibre Excellence R&D Kraft.

# Nicoleta-Ioana VLADUT

20 juillet 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Système chimique délignifiant à base de peroxyde d'hydrogène.

## Direction

Gérard MORTHA, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Vanessa DURRIEU, Maître de Conférence, INP Toulouse / LCA

## Autres membres du jury

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Stéphane GRELIER, Professeur, Université de Bordeaux 1 ♦♦ Carlos PASCOAL-NETO, Professeur, Université d'Aveiro (Portugal) ♦♦ Pierre LARNICOL, Business Manager, Arkema



# Saurabh KUMAR

14 juin 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Fractionnement de la pâte désencrée : caractérisation et séparation des éléments fins par classage.

## Direction

François JULIEN SAINT AMAND, Directeur-adjoint R&D, & Benjamin FABRY, Manager Deinking Process, Centre Technique du Papier ♦♦ Raphaël PASSAS, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le désencrage des papiers de récupération vise notamment à éliminer les particules d'encre majoritairement présentes dans la fraction fine de la suspension de fibres, définie comme la fraction non-retenue sur tamis de 76µm. L'analyse de cette fraction par une nouvelle méthode de tamisage montre que ces particules d'encre traversent en majorité un tamis de 11µm. L'étude microscopique indique que les fines fibrillaires sont libres d'encre accrochée alors que les éléments lamellaires cellulosiques et minéraux sont plus ou moins couverts d'encre. Le fractionnement de la pâte en vue de séparer cette fraction fine du reste de la pâte et un traitement dédié de chacune des fractions offrent des possibilités de rationalisation du procédé de désencrage.

L'expérimentation d'une nouvelle technologie de fractionnement par classeur sous pression équipé d'un tamis micro-trous a mis en évidence sa grande efficacité de séparation des éléments fins. L'étude des taux de passage des fibres selon leur longueur a par ailleurs montré que le tamis à micro-trous est plus sélectif qu'un tamis conventionnel à fentes et l'étude des mécanismes de classage a permis d'explicitier les limites de production. Les applications du classage à micro-trous étudiées ont clairement montré le fort potentiel de rationalisation de la ligne de désencrage, par traitements séparés de la fraction fibre et de la fraction fine contenant la majorité des encres.

Les travaux ont finalement porté sur la caractérisation des différents types d'éléments fins ainsi que sur leur traitement et les possibilités de valorisation dans différentes couches de papiers stratifiés.

## Autres membres du jury

Evelyne MAURET, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Harald GROSSMANN, Professeur, Technische Universität Dresden (Allemagne) ♦♦ Paulo FERREIRA, Assistant Professeur, Universidade de Coimbra (Portugal) ♦♦ Frédéric VAULOT, Directeur R&D, Kadant-Lamort (France)

# Basile GUENEAU

13 juin 2012 - Chimie organique

## Sujet

Étude et utilisation de complexes polypyridiniques du cuivre(II) dans le cadre de la catalyse de la délignification au dioxygène des pâtes papetières.

## Direction

Alain DERONZIER, Directeur de Recherche, Université Joseph Fourier (Grenoble) ♦♦

Nathalie MARLIN, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'utilisation de dioxygène lors de la délignification des pâtes à papier permet une réduction considérable des coûts de production et de l'impact environnemental du procédé de blanchiment. Seulement, le taux de délignification est limité par le fait qu'une partie de la lignine résiduelle n'est pas réactive vis-à-vis du dioxygène et que la cellulose est partiellement dépolymérisée au cours du procédé. L'utilisation de catalyseur pourrait permettre d'améliorer l'efficacité et la sélectivité de la délignification au dioxygène comme le suggèrent certaines études. Le complexe cuivre(II)-phénanthroline présente des résultats prometteurs en termes d'efficacité, mais entraîne une dégradation importante de la cellulose. Différents ligands polypyridiniques ont été étudiés dans ces travaux, afin de trouver un complexe du cuivre(II) présentant une affinité forte vis-à-vis de la lignine et faible vis-à-vis de la cellulose. Les complexes formés ont été caractérisés par spectroscopie UV/Vis et voltammétrie cyclique et étudiés comme catalyseurs de l'oxydation de différents substrats : un composé modèle de lignine non phénolique et des substrats lignocellulosiques (un modèle de cellulose, un modèle de lignine native et une pâte kraft industrielle). Les résultats ont montré que la nature même du ligand a un effet important sur l'activité catalytique du complexe de Cuivre (II) lors de l'oxydation du composé modèle de lignine. En revanche, les complexes actifs présentent une activité faible lors de la délignification d'une pâte kraft et oxydent fortement les hydrates de carbone. Ce manque de sélectivité ne permet pas une application pour la production de pâte à papier mais oriente l'utilisation de ce type de catalyseur dans de nouvelles applications n'ayant pas les mêmes contraintes sur le degré de polymérisation de la cellulose.

## Autres membres du jury

Alain CASTELLAN, Professeur, ENSCBP/IPB (Bordeaux) ♦♦ Joël ALBET, Maître de

Conférences, INP Toulouse ♦♦ Jean-Marie HERRMANN, Directeur de recherche,

IRCELYON (Lyon 1) ♦♦ Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora /

LGP2

# Olivier PAQUET

6 juin 2012 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Modification de surface de la cellulose par les organosilanes.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Elisa ZENO, Ingénieur de Recherche, Centre Technique du Papier

## Résumé

Cette thèse traite de la modification de fibres de cellulose, en solutions purement aqueuses, par les organosilanes. Les réactions en phase aqueuse de silanes portant différents groupements chimiques réactifs ont été évaluées in-situ par spectrométrie par résonance magnétique nucléaire. L'influence de divers paramètres (pH, concentration, température) a été étudiée. Les aminosilanes se sont montrés particulièrement adaptés à l'utilisation en conditions correspondant à celles couramment utilisées dans le procédé papetier.

En outre, l'adsorption des agents chimiques les plus prometteurs sur des surfaces modèles de cellulose a été testée par la technique microbalance à quartz, en fonction des mêmes paramètres. Cette étude a montré qu'une bonne couverture de la surface est atteinte avec des cinétiques de quelques minutes, et a été suivie d'une légère adsorption continue dans le temps. La nature des interactions entre divers silanes et la cellulose a été testée : elle a révélé que le greffage, réalisé avec succès dans ce travail, relève d'interactions fortes.

Enfin, deux types de fibres (résineux et feuillus) ont été utilisés afin de mesurer le potentiel d'utilisation des organosilanes pour répondre à une problématique industrielle impliquant les propriétés mécaniques du papier et sa douceur. Des résultats mitigés ont été obtenus, bien que le succès du procédé de greffage ait été avéré pour les différentes fibres.

## Autres membres du jury

Didier LEONARD, Professeur, CPE Lyon ♦♦ Antonio PIZZI, Professeur, ENSTIB (Nancy) ♦♦ Maria Emília CABRAL AMARAL, Professeur, Universidade da Beira Interior (Portugal)

# Eder José SIQUEIRA

5 juin 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Traitement des papiers par la polyamide-amine-épichlorhydrine : étude des mécanismes de développement de la résistance à l'état humide et du recyclage des papiers traités

## Direction

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Naceur BELGACEM,

Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

L'objectif était d'étudier le mode d'action de pré-polymères de polyamideamine épichlorhydrine (PAE) conférant au matériau papier une résistance à l'état humide (REH). En effet, même si les PAE sont couramment utilisés en papeterie, les mécanismes de réticulation sont toujours discutés et il existe peu de travaux fondamentaux sur l'effet des conditions opératoires sur l'efficacité de ces produits ainsi que sur l'optimisation des procédés de recyclage des papiers REH.

Cette thèse a montré que la principale réaction à l'origine de la REH est une homoréticulation résultant de l'attaque nucléophile des atomes d'azote de la PAE par le cycle azétidinium avec la formation d'amines tertiaires et de liaisons 2-propanol entre les chaînes de PAE. Il existe une réaction secondaire pouvant se produire entre les cycles azétidinium et des groupements carboxyliques. Cette réaction a pu être mise en évidence en présence de carboxyméthyl cellulose (CMC). Cependant, il s'avère qu'elle joue un rôle négligeable dans le développement de la REH des papiers. En effet, la quantité de groupements carboxyliques associés aux fibres lignocellulosiques est très faible et les liaisons formées sont hydrolysables.

Par ailleurs, cette thèse a également établi que les phénomènes d'adsorption et de reconformation/pénétration des pré-polymères de PAE par des fibres chimiques blanchies d'eucalyptus en suspension dans l'eau sont rapides et atteignent un équilibre apparent en 10 minutes. L'augmentation de la conductivité de la suspension fibreuse (de 100 à 3000  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) limite la REH des papiers produits uniquement pour les plus forts dosages en PAE (1%).

Enfin, la dégradation de films de polymères et de papiers REH a été étudiée afin d'améliorer le recyclage de ces matériaux. Pour les conditions expérimentales mises en œuvre, le persulfate de sodium s'est avéré le réactif le plus efficace, mais l'efficacité du traitement est fortement diminuée lorsque les papiers REH sont couchés.

## Autres membres du jury

Ana Paula COSTA, Professeur, [Universidade da Beira Interior](#) (Portugal) ♦♦ Marie-Pierre LABORIE, Professeur, [University of Freiburg](#) (Allemagne) ♦♦ Jean-Pierre JOLY, Chargé de Recherche CNRS, [Université Henri Poincaré](#) (Nancy) ♦♦ Séverine SCHOTT, Docteur Ingénieur, [Ahlstrom LabelPack](#) (Pont-Evêque)

# Rita FADDOUL

3 mai 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Procédés d'impression dédiés à la production de masse de micro-composants électroniques à base de céramique.

## Direction

Anne BLAYO, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nadège REVERDY-BRUAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le potentiel des procédés d'impression dans les applications électroniques sur des supports en céramique a été démontré dans ce travail. Plusieurs techniques d'impression ont été étudiées : sérigraphie, flexographie, héliogravure et jet d'encre. Les propriétés de surface de plusieurs types de céramique ont été caractérisées avant et après frittage : taille des pores, rugosité et énergie de surface. Ces analyses ont permis de sélectionner les matières premières des encres les mieux adaptées à ces supports, ainsi qu'aux procédés d'impression considérés. Des formulations aqueuses à base de particules d'argent ont été privilégiées. Les propriétés de ces encres, rhéologie et tension de surface, ont été analysées et leurs effets sur la qualité des lignes imprimées (largeur, épaisseur et rugosité) ont été évalués. Après impression, les motifs ont été frittés. Des résistivités proches de celle de l'argent ont été obtenues ( $2$  à  $12 \times 10^{-8}$  Ohm.m). L'originalité de ce travail réside notamment dans l'utilisation d'encres sérigraphiques à base d'eau et l'impression d'encres flexographiques sur des supports en céramique. Cette étude ouvre donc des perspectives pour l'industrialisation et la production de masse de composants électroniques sur supports céramiques souples.

## Autres membres du jury

Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Martine LEJEUNE, Professeur, Université de Limoges ♦♦ Arnaud MAGREZ, Docteur, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suisse) ♦♦ Leszek GOLONKA, Professeur, Wroclaw University of Technology (Pologne) ♦♦ Stéphane BREDEAU, Docteur, Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Renouvelables

# Magalie PERALBA

14 février 2012 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Application de la microtomographie à rayons X pour la résolution de problèmes industriels en pâtes et papiers.

## Direction

Jean-Francis BLOCH, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 - Patrice MANGIN, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières (Canada)

## Résumé

La microtomographie à rayons X peut apporter des informations innovantes utiles pour résoudre des problèmes industriels actuels. En effet, pour mieux comprendre le comportement d'un matériau lors de son utilisation, il faut étudier sa structure à l'échelle microscopique, ce que permet la microtomographie à rayons X. Au cours de cette thèse, le recours à cette technique a permis d'analyser des phénomènes d'écoulement et de filtration dans le domaine des pâtes et papiers. Dans une première partie, des écoulements à travers des toiles de formation ont été étudiés en reliant la structure mesurée par microtomographie à des simulations de flux et à des mesures expérimentales. Dans une deuxième partie, la filtration des charges minérales à travers un matelas fibreux a été expérimentée afin de comprendre les phénomènes de filtration survenant lors de la formation de la feuille de papier. Enfin, la dernière partie a été consacrée à la qualité d'impression du papier reliée à sa structure.

## Autres membres du jury

Christian GEINDREAU, Professeur, Université Joseph Fourier (Grenoble) - Laurence SCHACHER, Professeur, ENSISA (Strasbourg) - Dominique THOMAS, Professeur, INPL (Nancy) - Martin DUBE, Maître de Conférences, Université du Québec à Trois-Rivières (Canada) - Pierre DUMONT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 - Sabine ROLLAND DU ROSCOAT, Maître de Conférences, Université Joseph Fourier (Grenoble)

# Recherche

---

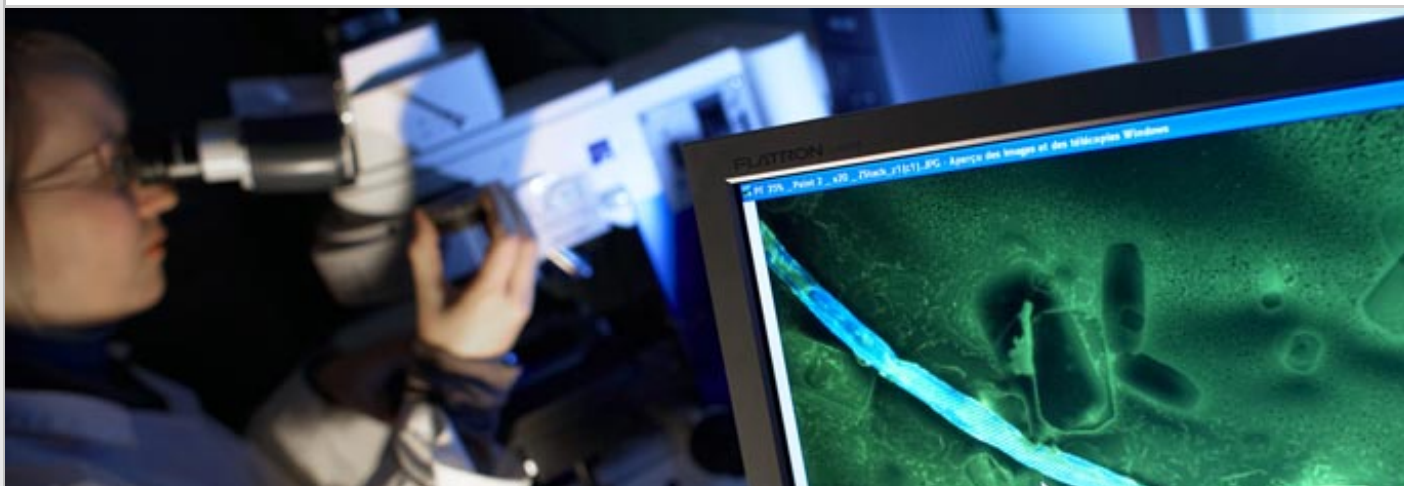
Recherche

Directeurs & Responsables

Équipes

Production scientifique

**Doctorat, post-doctorat**



LGP2, un pôle de recherche innovant

[Home](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2011

# Olivier PRAS

12 décembre 2011 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Utilisation de cellulose pour l'élaboration de matériaux photoluminescents ou conducteurs.

## Direction

**Didier CHAUSSY**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Davide BENEVENTI**, Chargé de recherche CNRS, **LGP2**

## Résumé

Ce travail de thèse s'inscrit dans le contexte de la fonctionnalisation de matériaux cellulosiques dans le domaine de l'électronique imprimée. Une première approche a mis en évidence la possibilité d'imprimer des formulations aqueuses à base de nanoparticules de polymères semi-conducteurs photoluminescents. L'influence de la taille des nanoparticules, ainsi que leur composition (ajout d'un polymère dérivé de la cellulose) sur la couleur de l'émission a été mise en évidence.

Les applications potentielles peuvent être l'élaboration de papiers sécurisés. Une seconde approche a porté sur l'utilisation de microfibrilles de cellulose et de microparticules de cuivre afin d'élaborer des films composites conducteurs autoportants grâce aux excellentes propriétés mécaniques des microfibrilles. L'influence d'un calandrage (pression et température de calandrage) des films sur la conductivité électrique a, en particulier, été étudiée.

## Autres membres du jury

Stéphanie BRIANCON, Professeur, **Université Claude Bernard Lyon 1** ♦♦ Roberta BONGIOVANNI, Maître de Conférences, **Politecnico di Torino** (Italie) ♦♦ Nathalie DESTOUCHES, Professeur, **Université Jean Monnet** (Saint-Etienne) ♦♦ Paul PIETTE, Manager UST9, **Centre Technique du Papier**



# Déborah LE CORRE

27 octobre 2011 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Nanoparticules d'amidon pour bio-emballage flexible barrière.

## Direction

**Alain DUFRESNE**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦♦ **Julien BRAS**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**

## Résumé

Cette thèse examine la potentielle mise à l'échelle industrielle des procédés de préparation des nanocristaux d'amidon (SNCs). Une caractérisation approfondie (morphologie, viscosité, stabilité thermique et propriétés en nanocomposites) de cinq SNCs différents montre une faible influence de la source botanique, contrairement aux nanocristaux de cellulose. L'analyse du procédé de préparation actuel des SNCs a conduit à trois nouvelles stratégies d'optimisation et à la définition d'une nouvelle génération de SNCs. Une nouvelle application des SNCs, en emballage multicouche, montre également que les SNCs peuvent être utilisés en couchage et contribuer à diminuer la perméabilité à la vapeur d'eau de certains biopolymères.

Une analyse du cycle de vie des SNCs dans ce type d'application est également proposée. Cette étude contribue donc à l'avancée de cette thématique et propose des perspectives prometteuses.

## Autres membres du jury

Eliane ESPUCHE, Professeur, **Université Claude Bernard Lyon 1** ♦♦♦ Denis LOURDIN, Directeur de Recherche, **INRA** - Patrice DOLE, Directeur Régional, **CTCPA** ♦♦♦ Hélène ANGELLIER-COUSSY, Maître de Conférences, **Université de Montpellier 2** ♦♦♦ David GUERIN, Manager d'Unité de Recherche, **Centre Technique du Papier** ♦♦♦ Timo MAKARAINEN, Manager Projets R&D, **Cargill**

# Olivier GUIRAUD

23 septembre 2011 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

## Sujet

Rhéologie des suspensions concentrées de fibres : application à la mise en forme des matériaux composites.

## Direction

Denis FAVIER, Professeur, Université Joseph Fourier ♦♦ Laurent ORGEAS, Chargé de Recherche CNRS, Laboratoire 3S-R ♦♦ Pierre DUMONT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Cette étude porte sur la mise en forme des matériaux composites renforcés par des fibres ou des mèches de fibres courtes tels que les SMC (Sheet Moulding Compounds) ou les BMC (Bulk Moulding Compounds). Dans un premier temps, un travail expérimental a été réalisé à l'échelle macroscopique. Il a permis de mettre au point un rhéomètre de compression lubrifiée ainsi que des méthodes d'essais et de dépouillement. Ceci permet de mieux caractériser la rhéologie des compounds SMC et BMC en traitant les problématiques de leur compressibilité et des frottements éventuels entre les parois du rhéomètre de la matière déformée. Un travail numérique a ensuite permis de simuler la mise en forme d'un BMC après l'identification des paramètres d'un modèle rhéologique simple à partir des données expérimentales obtenues sur le rhéomètre. Enfin, un travail expérimental à l'échelle microscopique a permis d'une part, de caractériser finement les microstructures de SMC modèles à partir de microtomographies à rayons X et d'autre part, de caractériser et de modéliser, par le biais d'essais d'extraction de fibres, les interactions entre les mèches formant le renfort fibreux de ces matériaux.

## Autres membres du jury

Véronique MICHAUD, Professeur, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suisse) ♦♦ Gilles AUSIAS, Maître de Conférences, Université de Bretagne-Sud ♦♦ Steven LE CORRE, Professeur, Université de Nantes

# Aymen BEN MABROUK

25 juillet 2011 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Élaboration de nanocomposites à base de whiskers de cellulose et de polymère acrylique par polymérisation in situ.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ Sami BOUFI, Professeur, **Université de Sfax**, Tunisie

## Résumé

Des dispersions de nanocomposites stables à matrice polymérique et à base de whiskers de cellulose ont été préparées par polymérisation en miniémulsion, dont on peut atteindre 5 % en masse. Ce procédé permet d'obtenir une distribution homogène des nanofibres autour des particules de polymère, et empêche ainsi les risques d'agglomération. La caractérisation de ces dispersions a été réalisée en recourant à divers techniques comme la diffusion dynamique de la lumière, zétamétrie, le microscope électronique à transmission (MET), à force atomique (AFM) et à effet de champs. Nous avons montré que l'accroissement du taux de nanoparticules s'accompagne par une augmentation de la taille des particules de polymères. Les propriétés des films de nanocomposites, obtenus après évaporation de l'eau et coalescence des particules ont été analysées par calorimétrie différentiel à balayage (DSC), analyse mécanique dynamique (DMA) et par essai de traction.

## Autres membres du jury

Ali KALLEL, Professeur, **Université de Sfax**, Tunisie ♦♦ Mustapha MAJDOUB, Professeur, **Université de Monastir**, Tunisie ♦♦ Alessandro GANDINI, Professeur, **Université d'Aveiro**, Portugal ♦♦ Albert MAGNIN, Directeur de Recherche CNRS, Grenoble

# Philippe MARTINEZ

23 juin 2011 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Étude et modélisation des écoulements de fluides modèles et d'enduits pigmentaires lors de l'enduction du papier avec une coucheuse rideau.

## Direction

Véronique MORIN, Directrice de la Recherche, & David GUÉRIN, Manager de l'UST 8, Centre Technique du Papier ♦♦ Martine RUEFF, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le couchage rideau est un procédé d'enduction sans contact qui permet un couchage "contour" d'une feuille de papier dont le point clé est la stabilité du rideau. Ce procédé semble devoir se développer dans les années à venir pour la production de papiers impression-écriture et de papiers et cartons d'emballages. Néanmoins, les observations montrent parfois des défauts de régularité d'enduction qui pourraient être liés à des instabilités d'écoulement.

Des analyses par CFD ont été effectuées sur l'écoulement interne dans un dispositif de couchage pilote avec différents fluides Newtoniens et Non-Newtoniens ainsi que sur l'écoulement externe sur le plan incliné de l'appareil. L'étude de l'écoulement interne par CFD a permis de faire ressortir la cause de vortex pouvant apparaître dans le dispositif. Pour avoir un écoulement sans vortex, le nombre de Reynolds à l'entrée doit être inférieur à une valeur critique égale à 20 pour la géométrie étudiée quel que soit le fluide utilisé. De plus, la présence d'une seconde cavité permet de filtrer les perturbations pour des fluides peu rhéofluidifiants, ce qui est le cas des sauces de couchage pour des papiers WFC. Ces résultats ont été validés expérimentalement à l'aide de traceurs et de PIV en utilisant une réplique exacte en Plexiglas de la coucheuse rideau.

Enfin, en ce qui concerne l'étude de l'écoulement externe sur le plan incliné, l'utilisation de la CFD a permis de conclure que, pour les dispositifs de couchage utilisés et les conditions opératoires de nos industries, certains problèmes présentés dans la littérature ne devraient pas exister.

## Autres membres du jury

Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Raj CHHABRA, Professeur, Indian Institute of Technology Kanpur (Inde) ♦♦ Samuel SCHABEL, Professeur, Technische Universität Darmstadt (Allemagne) ♦♦ Yann COUILLAUD, Chargé d'affaires, Allimand

# Jérémy ALLIX

20 janvier 2011 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Compréhension et modélisation des mécanismes de flottation appliqués au désencrage des papiers récupérés.

## Direction

Patrice NORTIER, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Davide BENEVENTI, Chargé de Recherche CNRS, LGP2

## Résumé

La flottation est la principale étape du processus de recyclage ayant pour but l'élimination de l'encre de la pâte. Pour une moyenne de seulement 2% d'encre présent dans la pâte, le rendement est d'environ 80%. Les pertes sont ainsi principalement composées de fibres, de charges minérales et d'éléments fins. Le procédé de flottation est le seul processus permettant une séparation sélective des particules d'encre de la pâte à papier, lors du recyclage des papiers récupérés. Ce processus est appliqué par toutes les usines européennes de désencrage et, bien qu'il soit reconnu comme étant le plus sélectif, il génère des pertes solides encore trop importantes (15 à 20% de pertes) par rapport au 2% en poids de l'encre appliquée en général sur un imprimé. Ainsi, la sélectivité de la flottation doit être améliorée. Cette amélioration permettrait d'augmenter le rendement du désencrage, de réduire les volumes de boues produites au cours de ce procédé et, par conséquent, de simplifier les problèmes liés à la valorisation de ces boues.

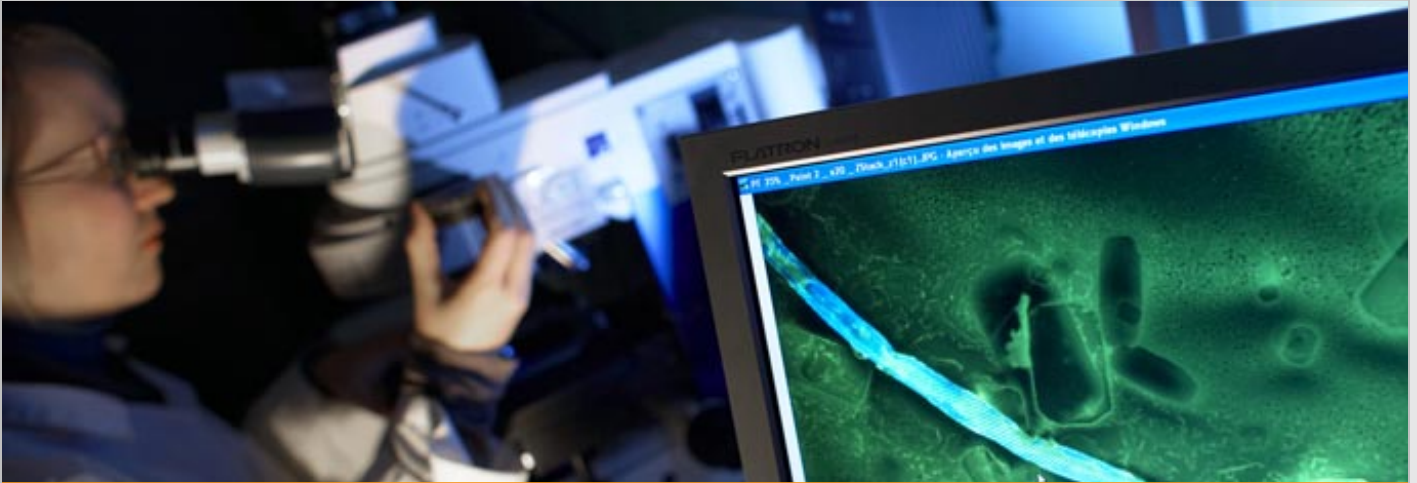
Dans un premier temps, les travaux de cette thèse visent à améliorer la connaissance fondamentale des phénomènes se produisant au cours de la flottation, en particulier :

- les mécanismes de transport des différentes particules (encres, fibres de cellulose, éléments fins et charges minérales) en présence des différents tensio-actifs utilisés,
- les rôles de la chimie utilisée ainsi que leur propre utilisation lors de la flottation.

Dans un deuxième temps, sont modélisés les mécanismes de transport dans la pâte et dans la mousse, en tenant compte des paramètres mécaniques - débit de pâte, d'air, turbulence, la conception des cellules,... - et physico-chimiques, afin de développer une simulation du procédé de flottation permettant d'évaluer l'incidence de la chimie utilisée ainsi que des paramètres mécaniques des cellules. Cette simulation permettra par la suite d'améliorer à la fois l'efficacité des cellules existantes mais aussi des lignes de désencrage.

## Autres membres du jury

Maria ANGELS PELACH, Professeur, Universitat de Girona (Espagne) ♦♦ Edouard PLASARI, Professeur, ENSIC (Nancy) ♦♦ Marc SANQUER - Bart VAN TIGGELEN ♦♦ Régis DE GAUDEMARIS - Pierre EYMARD BIRON ♦♦ Françoise MASSINES



LGP2, un pôle de recherche innovant

[Home](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2010

# Alireza SAIDI

14 décembre 2010 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Impact de goutte de fluides à seuil.

## Direction

Albert MAGNIN, Directeur de Recherche, Laboratoire Rhéologie & Procédés ♦♦  
Céline MARTIN, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Le processus d'impact de goutte se rencontre tant dans des applications industrielles variées que dans notre vie quotidienne. Une goutte de pluie sur une vitre, une goutte de peinture pulvérisée, une goutte d'encre éjectée d'une imprimante jet d'encre... mettent en jeu divers phénomènes physiques surprenants dépendant de la vitesse d'impact, du support impacté et de la nature du fluide. Maîtriser la forme finale de la goutte s'avère alors d'une importance capitale. Lors de l'impact, la goutte peut se rompre créant ainsi des petites gouttelettes et des éclaboussures, elle peut aussi rebondir sur le support ou encore, après étalement, se rétracter... Pour minimiser ces instabilités, il est possible d'agir sur les propriétés intrinsèques des fluides en introduisant notamment un seuil d'écoulement.

Dans cette étude, des gouttes millimétriques ont été générées sous leur propre poids au travers d'un capillaire. Leur comportement dynamique a été visualisé et caractérisé depuis la formation jusqu'à l'équilibre après l'impact et ce, sur une large gamme de vitesse d'impact. Juste avant l'impact, les gouttes perdent leur forme sphérique quand le seuil d'écoulement augmente. Elles deviennent alors de plus en plus allongées. Ainsi, dans des régimes à faible inertie, elles s'affaissent lors de l'impact, sous l'effet de la pression hydrostatique. Cette phase d'affaissement est gouvernée majoritairement par les propriétés d'interface du substrat. Dans des régimes à forte inertie, l'augmentation du seuil d'écoulement et des propriétés visqueuses du fluide inhibe les phases d'étalement inertiel et de retrait. Par ailleurs, les données expérimentales ont été corrélées avec des données théoriques issues de modèles d'impact de goutte de fluides élasto-viscoplastiques, mettant en évidence l'implication des deux mécanismes à la fois visqueux et élastique dans le processus d'impact.

## Autres membres du jury

Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Dominique DUPUIS, Professeur, ENSISA-Laboratoire de Physique et Mécanique Textile (Mulhouse) ♦♦ Salaheddin SKALI-LAMI, Maître de Conférences, Université de Nancy ♦♦ Lazhar BENYAHIA, Professeur, Université du Maine, Le Mans ♦♦ Brice LOPEZ, PDG, Siliflow (Valence)

# Claudia SASSO

9 décembre 2010 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

## Sujet

Polymérisation du pyrrole avec des dérivés du bois et élaboration de films composites conducteurs issus de matériaux ligno-cellulosiques.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Davide BENEVENTI, Chargé de Recherche CNRS, LGP2

## Résumé

Cette thèse traite de l'élaboration de composés de polypyrrole (PPy) et de dérivés de bois pour des applications dans le domaine de l'électronique organique. Des dérivés ligno-cellulosiques ont été employés comme additifs dans un système où a eu lieu la polymérisation du pyrrole (Py). Ces agents ont été additionnés grâce à leurs propriétés filmogènes pour la production de films autoportants. Ainsi, l'effet de l'ajout de carboxyméthylcellulose (CMC), de xylanes, de nano fibrilles de cellulose (NFC) et de lignosulfonates sur les propriétés électriques et morphologiques du PPy a été évalué. La concentration en additifs, la température et le temps de polymérisation sont les principaux paramètres considérés. Il a été montré que le xylane est le plus performant pour augmenter la conductivité de PPy. Ces particules de PPy ont été mélangées en milieu aqueux à différents agents filmogènes (CMC et NFC) afin de produire des films conducteurs autoportants. La contribution de ces liants sur les propriétés électriques, morphologiques et mécaniques des films élaborés a également été étudiée.

## Autres membres du jury

Roberta BONGIOVANNI, Maître de Conférences, Politecnico di Torino (Italie) - Alessandro GANDINI, Professeur, Universidade de Aveiro (Portugal) ♦♦ Lionel HIRSCH, Professeur, Université de Bordeaux 1 ♦♦ Elisa ZENO, Ingénieur de Recherche, Centre Technique du Papier ♦♦ Jérôme FAURE-VINCENT, Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives



# Jacq-André NGUEGAN BOTOO

2 décembre 2010 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Étude de l'introduction du peroxyde d'hydrogène dans le procédé de traitement des eaux par boues activées : qualité et quantité des boues produites.

## Direction

Marc AUROUSSEAU, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Agnès GUILLET, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

La gestion des boues d'épuration est, à l'échelle mondiale, l'une des préoccupations majeures des exploitants des stations d'épuration (STEP) d'un point de vue tant qualitatif que quantitatif. L'augmentation des volumes de boues issues des STEP et les coûts de traitement importants conduisent à rechercher de nouvelles stratégies permettant de réduire la production de boues.

S'inscrivant dans ce contexte, cette thèse s'intéresse au potentiel du H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, utilisé sans catalyseur ou activateur, sur la quantité et la qualité des boues issues d'un procédé à boues activées traitant des effluents urbains ou papetiers. Différents modes de cultures (discontinu, SBR, continu) et échelles (2L, 5L et 70L) avec des doses en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> comprises entre 0,08 et 2 g/g DCO entrante ont été étudiés et ne permettent pas de démontrer une réduction significative de la production de boues. En revanche, si aucun changement significatif de l'abattement des composés carbonés n'est observé, une modification des processus/vitesses du cycle de transformation de l'azote est mise en évidence.

De plus, différentes techniques d'analyses, notamment la spectroscopie X et la microscopie électronique à balayage environnemental, permettent de montrer que l'action du H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> se situe à la surface des floes et conduit à une modification de la nature et de la quantité des groupements fonctionnels présents. Il en résulte une amélioration de la décantabilité et de la filtrabilité des boues traitées par le H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Enfin, une destructuration des floes attribuée en partie à la solubilisation des exopolysaccharides a été mise en exergue et a permis d'expliquer l'amélioration mesurée de l'aptitude à la déshydratation des boues.

## Autres membres du jury

Étienne PAUL, Professeur, INSA Toulouse ♦♦ Évelyne GONZE, Professeur, Université de Savoie ♦♦ Bruno BARILLON, Ingénieur Projet, Suez Environnement ♦♦ Éric FOUREST, Responsable Projet, Centre Technique du Papier

# Aurore DENNEULIN

26 octobre 2010 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

## Sujet

Nouveaux procédés d'impression pour le domaine électronique.

## Direction

Anne BLAYO, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Cette thèse a été consacrée à l'étude de trois paramètres : le support, l'encre et le procédé jet d'encre. En premier lieu, l'influence de la surface de différents papiers commerciaux a été démontrée et un brevet a été proposé afin de permettre l'impression d'encre conductrice sur tout type de support grâce à un pré-traitement. En ce qui concerne l'encre, les nanotubes de carbone et les nouveaux systèmes de frittage apparaissent comme des solutions prometteuses pour augmenter la conductivité des pistes d'encre imprimées. Enfin, concernant le procédé jet d'encre, l'influence de la vitesse, de la pénétration et du séchage de l'encre a été étudiée et de nouvelles techniques de caractérisation ont permis une meilleure compréhension de la distribution et de l'orientation des nanotubes de carbone.

## Autres membres du jury

Arthur SOUCEMARIANADIN, Professeur, Université Joseph Fourier (Grenoble) ♦♦ Philippe COLLOT, Professeur, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne ♦♦ Tim CLAYPOLE, Professeur, Swansea University (Royaume Uni) ♦♦ Stéphane CROS, Ingénieur de Recherche, CEA-INES (Chambéry) ♦♦ Charles NEUMAN, Président Directeur Général, Polypore

# Jérémie VIGUIÉ

10 mai 2010 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Comportements mécanique et hygroexpansif des matériaux ligno-cellulosiques pour l'emballage rigide.

## Direction

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Isabelle DESLOGES, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Pierre DUMONT, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Cette thèse concerne un sujet particulièrement important dans le domaine de la fabrication et de la transformation des papiers et des cartons. En effet, le comportement des cartons en conditions classiques d'utilisation n'est pas toujours bien connu et bien compris, ce qui limite fortement les possibilités d'optimisation de ces structures.

Dans ce contexte, l'étude a porté plus particulièrement sur le comportement hygroexpansif des cartons plats et le comportement mécanique des structures d'emballage en carton ondulé. Les mécanismes hygroexpansifs à l'échelle du réseau fibreux de ces stratifiés ont été étudiés à partir d'une méthode 2D de corrélation d'images issues de la microtomographie à rayons X. Cette méthode a permis, par exemple, de révéler la relation entre la masse volumique des couches du carton plat et leur hygroexpansion dans l'épaisseur. Le comportement à la compression de boîtes d'emballage à géométries simples en carton ondulé de profil de cannelure G a été étudié à partir d'une large base de données expérimentales. Une méthode de stéréocorrélation d'images a permis de décrire les champs cinématiques associés au flambement des panneaux de ces boîtes. Ces données pourront servir à améliorer les modèles de comportement en vue d'optimiser les structures d'emballage.

## Autres membres du jury

Christine DELISEE, Maître de Conférences, Université de Bordeaux 1 ♦♦ Alain VAUTRIN, Professeur, École des Mines de Saint-Étienne ♦♦ Frédéric JACQUEMIN, Professeur, Université de Nantes ♦♦ Per ISAKSSON, Professeur, Mid Sweden University (Suède) ♦♦ Pierre VACHER, Professeur, Université de Savoie

# Franck MEDLEGE

13 avril 2010 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Fabrication d'électrodes pour accumulateurs lithium-ion par flexographie.

## Direction

Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives

## Résumé

La demande en batteries rechargeables spécifiques dans divers domaines requiert des électrodes de formes variées. Le meilleur moyen de les produire est d'utiliser un procédé d'impression tel que la flexographie. La différence entre une pâte d'enduction d'électrodes et une encre d'imprimerie réside dans la faible tension superficielle du liant fluoré utilisé, le PVDF, qui limite le transfert de l'encre. Le PVDF a été mélangé à un second polymère afin d'augmenter la contribution polaire de l'énergie de surface du liant. Le comportement des mélanges de polymères a été étudié à l'aide des théories de Flory-Huggins et un liant stable, basé sur un mélange PVDF/PVA (alcool polyvinylique), a permis de conférer à l'encre un bon transfert sur une unité d'impression flexographique, avec des épaisseurs d'encre sèche proches de 80  $\mu\text{m}$  en quatre passages. Des prototypes fonctionnels d'accumulateurs comportant des électrodes imprimées ont été réalisés. De plus, des électrodes très performantes fabriquées par enduction ont été réalisées avec le nouveau liant qui a fait l'objet d'un dépôt de brevet.

## Autres membres du jury

Hervé CHERADAME, Professeur, Université d'Evry-Val-d'Essonne ♦♦ Antonio L. TORRES, Professeur, Universitat Politècnica de Catalunya (Espagne) ♦♦ Renaud BOUCHET, Maître de Conférences, Université de Provence ♦♦ Jacques FOULETIER, Professeur, Grenoble INP-LEPMI ♦♦ Hélène ROUAULT, Chercheur, Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives, Grenoble ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

# Gilberto DE FREITAS SIQUEIRA

3 mars 2010 - Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

## Sujet

Mise en œuvre et caractérisation thermomécanique de bionanocomposites polymères renforcés par de la cellulose microfibrillée et des whiskers de cellulose.

## Direction

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Julien BRAS, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2

## Résumé

Des fibres lignocellulosiques brésiliennes comme le sisal, la *Luffa Cylindrica* et la capim dourado ont été utilisées dans cette étude. Cette thèse a mis en évidence de nouvelles techniques d'obtention de nanocelluloses prouvant ainsi qu'il est difficile de continuer à parler de nanofibres de cellulose sans préciser les pré-traitements éventuels. Ces derniers peuvent modifier complètement les propriétés du produit final. Ces nouvelles nanocelluloses ont ensuite été utilisées dans des bionanocomposites avec un polymère, la polycaprolactone. Il a été démontré que les nanofibres de cellulose apportent un renfort plus important que les nanocristaux et qu'ils ont tous deux un rôle d'agent nucléant. L'effet du greffage des nanoparticules avec un isocyanate a été étudié. Ces travaux ont abouti à l'écriture de 8 publications scientifiques, 4 communications orales et 7 posters dans des congrès internationaux.

## Autres membres du jury<

Redouane BORSALI, Directeur de Recherche, CERMAV ♦♦ Tanja ZIMMERMANN, Senior Scientist, Group Leader Cellulose Nanocomposites, EMPA (Suisse) ♦♦ Jannick DUCHET-RUMEAU, Maître de Conférences, INSA (Lyon) ♦♦ Anne BERGERET, Professeur, École des Mines d'Alès

# Shree Prakash MISHRA

24 février 2010 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Blanchiment des fibres cellulosiques par l'ozone - effet sur les propriétés des fibres.

## Direction

[Dominique LACHENAL](#), Professeur, Grenoble INP-Pagora / [LGP2](#) ♦♦ [Christine CHIRAT](#),  
Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / [LGP2](#)

## Résumé

L'effet de l'ozone sur la viscosité et la morphologie des fibres, le comportement au raffinage et la résistance mécanique des pâtes kraft est un sujet controversé qui anime les fabricants de pâte à papier, les fournisseurs d'ozone et les laboratoires de recherche.

Objectif de cette thèse : accroître la connaissance sur le sujet et contribuer à l'essor du blanchiment à l'ozone dans l'optique d'un développement durable de l'industrie des pâtes à papier. Les résultats des travaux de cette thèse montrent que l'incorporation d'un stade à l'ozone dans une séquence de blanchiment ECF de pâte d'eucalyptus ou de pin radiata permet de réduire le coût en agents de blanchiment et d'accroître la blancheur finale. Le blanchiment par l'ozone réduit la viscosité de la cellulose, sans toutefois affecter les principales caractéristiques mécaniques de la pâte, ni la morphologie des fibres.

Les autres avantages des traitements de blanchiment incorporant l'ozone sont une meilleure élimination des extraits, une réduction de l'énergie nécessaire au raffinage des fibres et une moindre rétention d'eau par la pâte. Ces avantages sont observables pour des taux d'ozone et des séquences de blanchiment convenablement choisis.

## Autres membres du jury

Bernard de JESO, Professeur, [Université Bordeaux 1](#) ♦♦ Monica EK, Professeur, [KTH](#) (Suède) ♦♦ Jean-Christophe HOSTACHY, Directeur Pâtes et Papiers, [ITT Water & Wastewater](#) ♦♦ Serge KOCIMSKI, Responsable Ozone Pâtes à Papier, [Degremont Technologies](#)

# Recherche

---

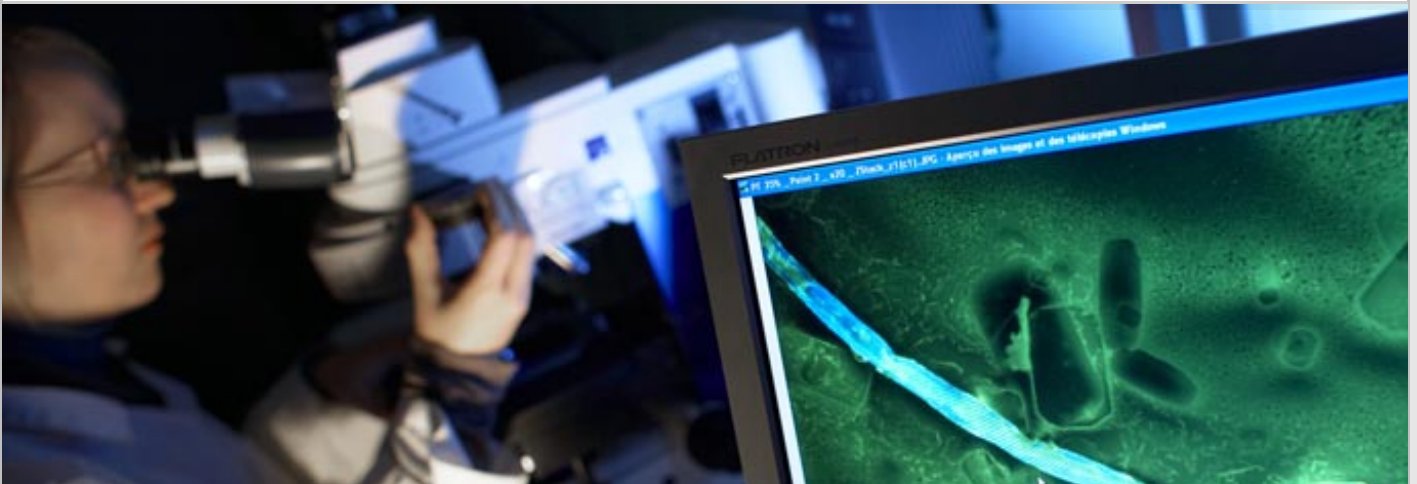
Recherche

Directeurs & Responsables

Équipes

Production scientifique

**Doctorat, post-doctorat**



LGP2, un pôle de recherche innovant

[🏠](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2009

# Filipe ALMEIDA DOS SANTOS

18 décembre 2009 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Étude de la flottation réactive à l'ozone en vue de la valorisation des fibres cellulosiques de récupération et des rejets du recyclage.

## Direction

Marc AUROUSSEAU, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nathalie MARLIN, Maître de Conférence, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Davide BENEVENTI, Chargé de Recherche CNRS, LGP2

## Résumé

Cette étude a porté sur les effets de l'ozone introduit en flottation en vue d'optimiser le désencrage des fibres récupérées pour la production de papier de forte blancheur : amélioration des propriétés optiques des fibres recyclées et réduction de l'impact environnemental des rejets du désencrage. Un pilote de flottation couplé à un générateur d'ozone a été développé et validé dans des conditions classiques de flottation à l'air. L'effet de l'ozone sur l'opération de désencrage a été étudié pour deux types de papiers récupérés (impression offset et mélange 50/50 de journaux/magazines).

Cette technique conduit à une amélioration de l'élimination de l'encre, à une légère diminution de la production de boues de désencrage et à la dégradation partielle des azurants optiques ce qui accroît l'aptitude au contact alimentaire de la pâte désencrée. De plus, la DCO des effluents est réduite de plus de 25%.

Ces résultats montrent que la flottation réactive à l'ozone est une solution prometteuse pour améliorer l'efficacité du désencrage et diminuer la pollution de ses rejets.

En partenariat avec la revue Green News Techno, le Prix Ademe/Pollutec des Techniques Innovantes pour l'Environnement 2009 a été décerné à ce nouveau procédé de désencrage.

## Autres membres du jury

Yves GONTHIER, Professeur, Polytech'Savoie ♦♦ Maria-Angels PELACH, Professeur, Universitat da Girona (Espagne) ♦♦ Jean-Christophe HOSTACHY, Ingénieur, Wedeco Katadyn.



# Marta MARGARIDO

14 décembre 2009 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Modélisation mathématique de la cuisson Kraft des espèces pures et mélanges de bois pour la production de pâte à papier.

## Direction

Gérard MORTHA, Maître de conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Denilson DA SILVA PEREZ, FCBA.

## Résumé

La cuisson Kraft d'un ensemble d'essences de bois résineux et feuillus a été caractérisée dans un objectif de compréhension et de différenciation des comportements, ainsi que de modélisation cinétique. Les différentes essences, cuites pures ou en mélanges, ont été caractérisées en cours de cuisson :

- pour leurs propriétés chimiques (lignine résiduelle, polysaccharides, acides hexénuroniques, rendements, composition moléculaire par Py-GC-MS) ;
- pour leurs propriétés de diffusion et évolutions morphologiques macroscopiques, complétées par des mesures microtomographiques par rayons X pour l'observation des évolutions internes de la structure du bois.

## Autres membres du jury

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Ana Paula DUARTE, Professeur, Universidade da Beira Interior (Portugal) ♦♦ Stéphane GRELIER, Professeur, Université Bordeaux 1 ♦♦ Joël ALBET, Maître de conférences, ENSIACET (Toulouse)

# Delphine DELMAS

9 octobre 2009 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Dosage des groupements phénoliques et quinoniques dans les pâtes cellulosiques - Application à l'étude de pâtes écruées et semi-blanchies.

## Direction

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Nathalie MARLIN, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Une méthode de dosage in-situ des groupements OH phénoliques proposée par Behrooz Eshkiki (2005) a été modifiée. Elle peut être employée en vue du dosage semi-quantitatif des groupements quinoniques. Cette méthode a été appliquée sur différentes lignines extraites et les résultats obtenus ont été comparés avec des mesures obtenues par analyse spectroscopique RMN 31P. Les tendances des résultats obtenus sur pâtes écruées sont conformes aux résultats de la littérature, même si en valeur absolue, la méthode in-situ donne des résultats plus élevés. L'influence de différents réactifs de blanchiment a été étudiée. L'examen des données de la littérature a permis d'établir que la relation existant entre l'indice Kappa et le taux de lignine d'une pâte cellulosique est de nature affine.

## Autres membres du jury

Alain CASTELLAN, Professeur, Université Bordeaux 1 ♦♦ Dmitry EVTUGUIN, Université de Aveiro (Portugal) ♦♦ Pierre LARNICOL, Responsable Business Unit Composés Oxygénés, Arkema ♦♦ Joël ALBET, Maître de conférences, ENSIACET (Toulouse)

# Pierre SARRAZIN

1 octobre 2009 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Élaboration de matériaux composites organiques conducteurs et/ou luminescents à partir de fibres cellulosiques.

## Direction

Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Olivier STEPHAN, Maître de Conférences, Laboratoire Interdisciplinaire de Physique, Université Joseph Fourier

## Résumé

Ces travaux de thèse ont permis de mettre en évidence la possibilité d'adsorber des nanoparticules de polymères semi-conducteurs (photoluminescente ou conducteur) chargées à la surface de fibres de cellulose de résineux. L'optimisation du procédé de mini-émulsion a abouti à l'obtention d'une suspension aqueuse stable de particules nanométriques. Les modifications des fibres via une action mécanique (raffinage) ou via un traitement physico-chimique (adsorption de carboxyméthyl cellulose) ont permis d'accroître la quantité de particules adsorbées à la surface des fibres entraînant ainsi l'amélioration des propriétés photoluminescentes ou conductrices des matériaux cellulosiques conçus à partir de ces fibres traitées. Les applications potentielles de ces travaux peuvent être l'élaboration de papiers infalsifiables et d'encre fonctionnelles.

## Autres membres du jury

Bernard CABANE, Directeur de Recherche, École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la Ville de Paris ♦♦ Stéphane PAROLA, Professeur, Université Claude Bernard (Lyon) ♦♦ Adriano ZECCHINA, Professeur, Università degli Studi di Torino (Italie) ♦♦ Davide BENEVENTI, Chargé de Recherche CNRS, LGP2

# Maxime DECAIN

22 septembre 2009 - Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie

## Sujet

Contribution à l'étude des relations microstructures - propriétés thermiques et d'écoulement pour les matériaux fibreux cellulosiques.

## Direction

Jean-Francis BLOCH, Maître de conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦  
Christian GEINDREAU, Professeur, Laboratoire 3S-R, Université Joseph Fourier,

## Résumé

Cette thèse traite de la caractérisation des relations entre les propriétés microstructurales et les propriétés physiques des milieux fibreux cellulosiques. Les propriétés microstructurales sont estimées par analyse d'images 3D obtenues à partir de microtomographies à rayons X synchrotron (ESRF) d'échantillons de papiers industriels et de laboratoire. Les propriétés physiques de conductivité thermique et de perméabilité de ces milieux fibreux sont estimées numériquement sur des Volumes Elémentaires Représentatifs (VER) extraits des microtomographies. Une attention particulière a été portée sur la détermination du VER associé à chaque propriété (structurale et physique) afin de valider la légitimité de ces calculs. Les estimations de propriétés sont comparées à des mesures expérimentales pour validation. Enfin, l'influence sur ces propriétés physiques de différents paramètres microstructuraux (porosité, fraction volumique de charges, gradient de microstructure...) résultant du processus de fabrication de ces matériaux, est mise en évidence.

## Autres membres du jury

Dominique BERNARD, Docteur CNRS, ICMCB (Bordeaux) ♦♦ Marc PRAT, Docteur CNRS, IMFT (Toulouse) ♦♦ Jean-Claude ROUX, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Pierre CAULET, Ingénieur, Arjowiggins ♦♦ Didier STEMMELIN, Chargé de recherche CNRS, LEMTA (Nancy)

## Alessandra D'APREA

22 juin 2009 - Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie

### Sujet

Étude rhéologique et physico-chimie de membranes nanocomposites PEO/cellulose pour batterie au lithium. Influence du procédé d'élaboration et de la nature des nanoparticules de cellulose.

### Direction

Nadia EL KISSI, Chargée de Recherche CNRS, [Laboratoire de Rhéologie](#) ♦♦ Fannie ALLOIN, Chargée de Recherche CNRS, [Laboratoire d'Électrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et des Interfaces](#) ♦♦ Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

### Résumé

Cette étude est destinée à envisager le renforcement des propriétés mécaniques de PEO utilisés dans des batteries par des nanoparticules de cellulose. L'objectif est, tout en faisant varier la nature des nanoparticules et les conditions de mise en œuvre des films, de ne pas perturber le niveau de conductivité du composant actif des systèmes capacitifs. La stratégie envisagée a donc consisté à formuler des électrolytes polymères nanocomposites innovants présentant une bonne tenue thermomécanique et de bonnes propriétés de conduction. Un autre objectif important de la thèse était l'exploration de deux procédés de mise en forme pour la fabrication de ces films nanocomposites. Le premier, à caractère plus académique a consisté à produire des films par coulée-évaporation. Le second, à caractère plus industriel, a permis d'obtenir des films par extrusion.

### Autres membres du jury

Nicole ALBEROLA, Professeur, [Université de Savoie](#) (Chambéry) ♦♦ Vincent VERNEY, Chargé de Recherche CNRS, [Laboratoire de Photochimie Moléculaire et Macromoléculaire](#) (Clermont Ferrand) ♦♦ Yves GROHENS, Professeur, [Université de Bretagne Sud](#) (Lorient) ♦♦ Lionel FLANDIN, Professeur, [Université de Savoie](#) (Chambéry) ♦♦ Frédéric BOSSARD, Maître de Conférences, [Université Joseph Fourier](#) (Grenoble).

## Sandeep JAIN

30 mars 2009 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

### Sujet

Modélisation d'opérations unitaires dans la chaîne de production des pâtes papetières : cuisson Kraft et séquence de blanchiment ECF.

### Direction

Gérard MORTHA, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Martine RUEFF, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Résumé

Le travail de recherche développé a porté, d'une part, sur le développement d'un

modèle de cuisson Kraft en batch de bois de résineux, prenant en compte les paramètres morphologiques et chimiques du végétal ainsi que les conditions de cuisson, et d'autre part, sur la modélisation de la séquence complète de blanchiment ECF (Elemental Chlorine Free), séquence utilisant le dioxyde de chlore comme réactif principal.

Ces procédés principaux interviennent dans une très large majorité d'usines fabriquant des pâtes cellulosiques par voie chimique.

Une analyse bibliographique sur la chimie et les procédés a été menée ainsi que des travaux de laboratoire en vue d'établir des modèles mathématiques globaux pertinents, s'appuyant ou non sur des études plus anciennes, et de décrire les problématiques.

Le choix d'un modèle existant de cuisson Kraft a permis dans un premier temps de montrer l'influence des facteurs généraux puis, plus spécifiquement, après introduction de compléments au modèle initial, d'aborder les facteurs de non-uniformité telles que la distribution d'épaisseur des copeaux, l'hétérogénéité des températures au sein du réacteur et, pour finir, la prédiction des cuissons d'espèces différentes de bois en mélange.

La recherche sur la modélisation du blanchiment ECF a, quant à elle, visé à établir de nouveaux modèles s'appliquant indépendamment pour chaque stade de la séquence : blanchiment oxydatif au dioxyde de chlore (D0, D1, D2), stades d'extraction alcaline de type (E, EO, EP et EOP), utilisant l'oxygène et/ou le peroxyde d'hydrogène en renforcement de la soude. Par regroupement des modèles, et grâce à une étude expérimentale approfondie, la séquence complète ECF a été modélisée pour prédire l'indice kappa, la blancheur, le pH, la consommation des réactifs, ainsi que les paramètres environnementaux des effluents : DCO et DCO ultime (résistante à la biodégradation).

Enfin, cette thèse a permis la construction de plates-formes aux applications multiples : ingénierie, prédiction, décision, diagnostic, régulation et formation.

#### Autres membres du jury

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / [LGP2](#) ♦♦ Monica EK, Professeur, [KTH](#) (Suède) ♦♦ Stéphane GRELIER, Professeur, [Université Bordeaux 1](#) ♦♦ Christophe CALAIS ♦♦ Pierre LARNICOL, Responsable Business Unit Composés Oxygénés, [Arkema](#)

# Carolina Andreia CATETO BORGES

13 mars 2009 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Polyuréthanes à base de lignines : synthèse, caractérisation et applications.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Filomena Maria BARREIRO, Professeur associé, Institut Polytechnique de Bragança (Portugal) ♦♦ Alirio RODRIGUES, Professeur, Université de Porto (Portugal)

## Résumé

Ce travail décrit la caractérisation et les utilisations possibles de quatre lignines techniques (Alcell, Sarkanda, Indulin AT and Curan 27-11P), comme macromonomères dans la synthèse de polyuréthanes afin de promouvoir la valorisation et l'exploitation des propriétés intrinsèques de cette macromolécule naturelle.

À cet effet, deux approches visant à incorporer les lignines dans des matériaux polyuréthanes ont été adoptées :

- Utiliser des lignines après une modification chimique par réaction d'oxypropylation ;
- Utiliser directement des lignines en question en combinaison avec un polyol commercial linéaire.

D'abord, une caractérisation complète des échantillons de lignines a été réalisée et a concerné la teneur des groupements hydroxyles phénoliques et aliphatiques, les masses moléculaires, etc.

Ensuite, plusieurs matériaux polyuréthanes (mousses rigides ou élastomères) à base des quatre différents échantillons de lignines tels quels ou après oxypropylation ont été préparés et caractérisés. Les propriétés des matériaux obtenues sont proches de celles des matériaux commerciaux préparés à base de réactifs provenant de la filière pétrochimique.

Cette étude apporte une preuve irréfutable de la possibilité de produire des polyuréthanes à base de lignines.

## Autres membres du jury

Mario Rui COSTA, Professeur, Université de Porto (Portugal) ♦♦ Alessandro GANDINI, Professeur, Université de Aveiro (Portugal) ♦♦ Joao F. MANO, Professeur, Université de Minho (Portugal)

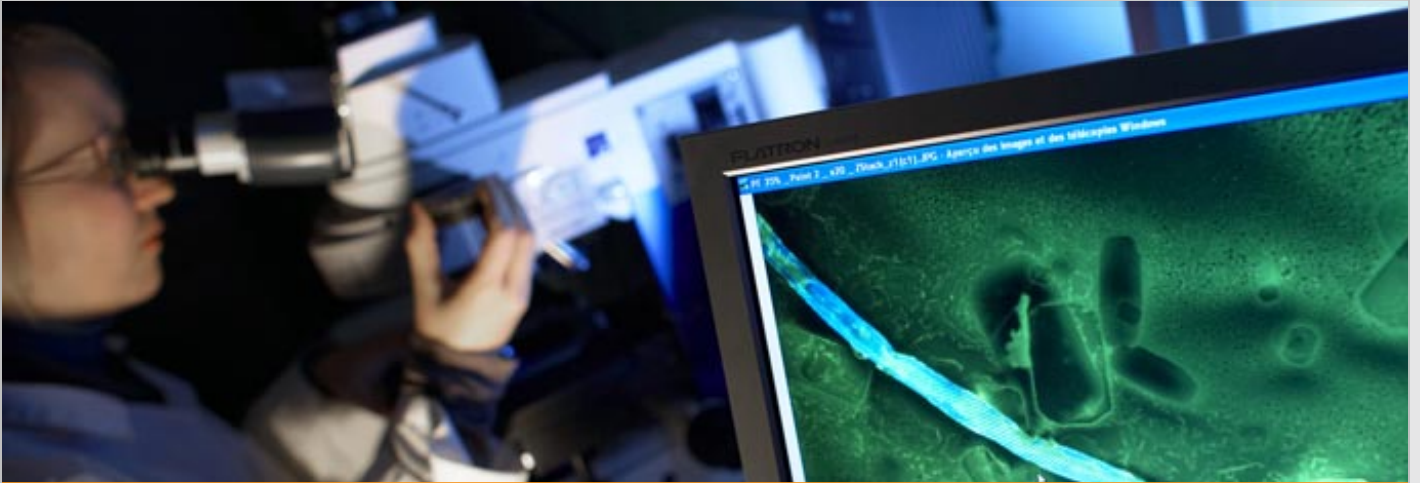
# Recherche

---

Recherche

Directeurs & Responsables

Équipes



LGP2, un pôle de recherche innovant

[Home](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2008



# Pierre VERNHES

3 décembre 2008 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Propriétés pertinentes des papiers pour l'impression numérique.

## Direction

Anne BLAYO, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Jean-Francis BLOCH, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

L'objectif de ce travail consiste à étudier certaines propriétés pertinentes des papiers pour l'impression numérique. La première partie est consacrée à l'étude de l'interaction entre le toner et le support fibreux dans le cadre de l'impression électrophotographique. Les propriétés thermiques, mécaniques et topographiques ont donc été étudiées. De plus, l'interaction entre la couche de toner solide et le support a été caractérisée en 3D. Une deuxième partie du travail est consacrée à l'étude des propriétés de surface et spécifiquement la topographie en relation avec le brillant. Ainsi, nous avons étudié la pertinence de paramètres statistiques permettant la description et la caractérisation de surfaces de papiers à multiples échelles. De plus, l'étude de l'influence du calandrage sur la surface a été effectuée. Enfin, nous avons relié la mesure de topographie au brillant des surfaces grâce à des simulations numériques de lancer de rayons.

## Autres membres du jury

Bernard PINEAUX, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Jean-Charles JOUD, Professeur, Laboratoire SIMaP (Grenoble) ♦♦ Ramin FARNOOD, University of Toronto (Canada) ♦♦ Thomas MATHIA, Directeur de Recherche CNRS ♦♦ Martin DUBE, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières (Canada)

# Merces COEHLO DA SILVA

21 octobre 2008 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Contribution à l'étude des composites à base de fibres de cellulose.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Ce travail de thèse traite de la caractérisation de différents sous-produits d'une usine de pâte à papier obtenus à partir d'eucalyptus et de leur possible valorisation comme matière première fibreuse. Ces trois résidus ont été caractérisés en termes de composition chimique, de propriétés thermiques, structurales et morphologiques. Les résultats obtenus indiquent que ces déchets industriels peuvent être potentiellement utilisés comme matière première dans des applications à base de fibres. Ensuite, des mousses de polyuréthanes rigides (RPU) ont été préparées et les matériaux cellulaires obtenus ont été. L'introduction des fibres dans les mousses RPU n'a pas altéré leur stabilité thermique. L'utilisation des fibres de cellulose comme agent de renfort a augmenté leur résistance mécanique, leurs propriétés d'isolation thermique et leur vitesse de biodégradation.

## Autres membres du jury

Tulio MATENCIO, Professeur, [Université Fédérale de Minas Gérais](#) (Brésil) ♦♦ Vagner Roberto BOTARO, Professeur, [Université Fédérale de São Carlos](#) (Brésil) ♦♦ Jose Donato AMBROSIO, Professeur, [Université Fédérale de São Carlos](#) (Brésil) ♦♦ Maria Irene YOSHIDA, Professeur, [Université Fédérale de Minas Gérais](#) (Brésil) ♦♦ Glaura DA SILVA, Professeur, [Université Fédérale de Minas Gérais](#) (Brésil).

# Jérôme DA SILVA MOURAO

16 octobre 2008 - Mécanique des Fluides, Énergétique, Procédés

## Sujet

Étude du collage interne des pâtes à haut rendement et des pâtes recyclées.

## Direction

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Elisa ZENO, Ingénieur de Recherche, Centre Technique du Papier.

## Résumé

Ce travail concerne un sujet important dans le domaine de la fabrication des papiers et des cartons. En effet, l'augmentation de l'utilisation de fibres recyclées et de pâtes à haut rendement constitue un réel défi, dans le sens où ces pâtes et les substances perturbatrices qui y sont associées ont un effet négatif sur l'efficacité des additifs introduits dans la suspension fibreuse.

C'est dans ce contexte qu'a été étudiée l'opération de collage interne (à l'AKD et l'ASA) permettant un contrôle de la pénétration d'eau ou d'autres liquides dans le papier. Dans un premier temps, la caractérisation d'un certain nombre de pâtes papetières appartenant aux catégories décrites plus haut a été menée à la fois sur des aspects morphologiques, physico-chimiques et chimiques. Une étude des propriétés d'absorption d'eau de papiers fabriqués à partir de ces pâtes a permis de mettre en évidence des comportements très différents pour les deux agents de collage étudiés. À partir de ce travail, une étude systématique de pâtes modèles (pâtes chimiques blanchies), auxquelles ont été rajoutés certains composés comme l'acide abiétique ou les hémicelluloses, a permis de mettre en évidence l'impact plus ou moins marqué de ces produits sur l'efficacité du collage en fonction du type d'agent de collage utilisé. La mise au point de techniques analytiques (spectroscopie IR, UV-Visible, GC) a conduit à une caractérisation poussée des papiers produits montrant plus finement la sensibilité des agents de collage aux substances perturbatrices du collage. L'évaluation des quantités d'agents de collage effectivement retenues dans la feuille de papier ou fortement liées a conduit à une analyse des mécanismes mis en œuvre au cours de ce traitement.

## Autres membres du jury

Bjarne HOLMBOM, Professeur, Åbo Akademi (Finlande) ♦♦ Tom LINDSTRÖM, Professeur, Royal Institute of Technology (KTH) (Suède) ♦♦ Gilles DORIS, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières (Canada)

## Leandro SALGUEIRO HARTARD

20 juin 2008 - Génie des Procédés Papetiers [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Etude expérimentale et modélisation des écoulements des suspensions fibreuses - Application à une caisse de tête

### Direction

Jean-Claude ROUX, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Martine RUEFF, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

### Résumé

La nécessité d'obtenir des qualités de papier toujours supérieures a fait évoluer les équipements papetiers en complexité et en précision.

L'injecteur hydraulique de pâte à papier, appelé caisse de tête, n'a pas échappé à cette règle. En se basant sur des observations et des mesures directes (quand les conditions le permettaient) ainsi que sur des simulations numériques (CFD) des écoulements de suspensions, la thèse a conduit à analyser chaque partie d'une caisse de tête moderne, du point de vue de son utilité et de son dimensionnement. En particulier, pour la partie terminale de la caisse de tête, par transformation conforme, il a été possible de calculer l'angle du jet et la position de la veine contractée, pour tout type de géométrie. Les 2 techniques par CFD et par transformation conforme ont été comparées pour élaborer la géométrie du jet.

Cette dernière partie de la thèse a permis d'élaborer des méthodes alternatives pouvant ainsi servir au contrôle du jet dans l'industrie papetière.

### Autres membres du jury

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Maria-Angels PELACH SERRA, Professeur, **Universitat de Girona** (Espagne) ♦♦ Samuel SCHABEL, Professeur, **Technischen Universität Darmstadt** (Allemagne) ♦♦ Simon CENA, Directeur Industriel, **Allimand** (Rives)

## Rim KARBOUJ

28 mai 2008 - Génie des Procédés Papetiers et Transformation [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Transfert d'aluminium : cas des matériaux pour contact alimentaire.

### Direction

Patrice NORTIER, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Isabelle DESLOGES, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

### Résumé

L'aluminium est le 3<sup>e</sup> élément présent à la surface de la terre et le plus utilisé dans l'industrie, ainsi que dans le monde de la fabrication des ustensiles de cuisine et des emballages alimentaires, en particulier pour leur stockage et leur préparation. L'exposition de l'homme est donc inévitable et chaque jour, des taux modérés de ce métal pénètrent dans l'organisme et sont capables de s'accumuler dans certains

organes. Longtemps considérée comme inoffensif, l'aluminium est considéré aujourd'hui comme un métal toxique. Le but de notre étude a été de vérifier s'il y avait une migration de l'aluminium dans les aliments, lors de leur stockage ou de leur cuisson, dans des matériaux à base d'aluminium ; d'évaluer la dose libérée d'aluminium, et de la comparer à la dose maximum admissible pour préserver la santé des populations afin d'apprécier si cette utilisation domestique de l'aluminium pouvait présenter un risque toxique potentiel en santé publique. Nous avons confirmé la libération de l'aluminium mise en contact avec des molécules chélatrices, présentes dans les aliments et testées en milieu simple ; et nous avons montré que cette solubilisation pouvait être très importante et était fonction de la nature de la molécule chélatrice, de sa concentration, de sa forme chimique et surtout de la température. Les formes salifiées étudiées (sels de  $K^+$ ,  $Na^+$  et  $Li^+$  de l'acide citrique, de l'acide oxalique et de l'acide lactique) nous ont permis de comprendre comment la modification d'une molécule pouvait changer la libération de l'aluminium soit par modification du pH, soit par modification de la réactivité. Nous avons également évalué l'impact de la matrice alimentaire sur la quantité d'aluminium relarguée à partir d'ustensiles de cuisine utilisés pour la conservation ou la cuisson. Différents aliments, ont été sélectionnés en fonction de leur composition en molécules chélatrices de l'aluminium. Le relargage de l'aluminium est fonction de l'aliment, de la localisation du prélèvement de l'échantillon, de la température, du temps et du type de contenant. En confrontant nos résultats aux différentes données de la littérature et en les intégrant dans le contexte des apports quotidiens et des limites de sécurité nous avons essayé de modéliser l'implication de l'aluminium, en fonction des quantités relarguées, dans notre nutrition.

Ce travail nous a permis d'identifier d'éventuelles habitudes à risque, de proposer des recommandations concernant l'utilisation des ustensiles de cuisine en aluminium, de proposer un modèle cinétique et de découvrir une méthode de prétraitement permettant de réduire le transfert d'aluminium.

#### Autres membres du jury

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Ana-Paula DUARTE, Professeur, [Université de Beira Interior \(Portugal\)](#) ♦♦ Frédéric GRUY, Maître de Recherches, [École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne](#) ♦♦ Nathalie GONTARD, Professeur, [Université Montpellier II](#).

## Sudarath VERAUVONG

28 mai 2008 - Génie des Procédés Papetiers et Transformation [**Thèse en ligne**]

### Sujet

Contribution à l'étude des phénomènes d'adsorption de colorant par les fibres cellulosiques papetières : cas particulier de bleu méthylène.

### Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Evelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2

### Autres membres du jury

Patrick OZIL ♦♦ Ana-Paula DUARTE, Professeur, Université de Beira Interior (Portugal) ♦♦ André MARLIN ♦♦ Daniel SAMAIN

## Laurent DURVILLE

6 mai 2008 - Génie des Procédés Papetiers

### Sujet

Étude et mise au point d'un procédé pour le traitement électrolytique sélectif en continu de bandes métalliques.

### Direction

Éliane ROUSSET, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Robert CATUSSE, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Ruben BORDIN

4 avril 2008 - Génie des Procédés Papetiers

### Sujet

Modélisation physique du fonctionnement d'un raffineur de pâte à papier : description hydrodynamique de l'action du raffineur sur les fibres.

### Direction

Jean-Claude ROUX, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Jean-Francis BLOCH, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

### Résumé

Le raffinage est l'une des opérations de transformation physique de la matière fibreuse parmi les plus importantes dans le procédé papetier. Si elle est mal maîtrisée, cette opération ne permet ni aux fibres de développer leur potentiel, ni au papier ses caractéristiques, au maximum des possibilités.

Une première thèse (Radoslavova, 1996) avait déjà permis de mieux comprendre les phénomènes se produisant dans un raffineur de type pile raffineuse de laboratoire, et d'étudier les effets sur les fibres et leur implication sur les propriétés des papiers fabriqués avec la pâte raffinée.

Cette thèse a suivi une démarche analogue mais, cette fois-ci, en étudiant les phénomènes se produisant dans un raffineur industriel muni de disques avec des

géométries conventionnelles (lames parallèles par secteur angulaire). Pour ce faire, il était nécessaire de définir un cadre rigoureux pour l'analyse du fonctionnement des raffineurs à disques, en mode hydracycle, au sein de l'installation pilote semi-industrielle du laboratoire LGP2 et de celle chez l'industriel. En particulier, l'analyse des écoulements dans l'entrefer d'un raffineur s'est appuyée sur une approche hydrodynamique, décrite dans le cadre de la théorie de la lubrification des films minces visqueux (comme Radoslavova). La géométrie des zones d'entrecroisements des lames a été précisément définie, pour la première fois en trois dimensions spatiales, en spécifiant notamment l'état moyen d'usure des lames par deux paramètres : un paramètre local pour l'arête amont et un pour l'usure plus globale des lames. Les investigations tant théoriques qu'expérimentales ont également permis de proposer de nouveaux protocoles de mesures des forces normales, d'entrefers et de puissances. Ces protocoles ont ensuite été appliqués et la validation des modèles physiques d'analyse a été expérimentalement obtenue dans toutes les conditions envisagées.

De cette étude, il ressort les conclusions suivantes :

- la nécessité d'utiliser les nouveaux protocoles de mesures des grandeurs physiques faute de quoi toute étude d'optimisation de l'opération de raffinage conduirait à des conclusions erronées.
- La confirmation du concept d'intensité de raffinage, défini par la force normale utile par point de croisement - concept proposé par le Pr. Roux en 1999 - pour quantifier les cinétiques de coupe et de fibrillation des fibres.
- Le rôle de la charge spécifique d'arête de référence  $Cs^\circ$ , de celui des paramètres géométriques angulaires des disques et du coefficient global de frottement.
- La détermination des limites d'extrapolation des résultats du raffinage d'une installation pilote en hydracycle à une installation industrielle en mode continu.

#### Autres membres du jury

Patrice NORTIER, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Salaheddine SKALI-LAMI, Maître de Conférences, Université Henry Poincaré (Nancy) ♦♦ Béatrice BISCANS, Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire de Génie Chimique de Toulouse ♦♦ Géraldine CHAMPON, Ingénieur, Tembec R&D Kraft (Tarascon)

# El Hadji Babacar LY

30 janvier 2008 - Sciences et Génie des Matériaux [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Cette étude s'inscrit dans le cadre de la recherche de solutions alternatives à l'utilisation des matières fossiles et à la pollution que les matériaux issus de cette filière (les emballages plastiques, par exemple) peuvent causer.

L'objectif est de préparer de nouveaux matériaux composites à base de matières premières issues de ressources renouvelables tels que les biopolymères. Notre choix s'est orienté vers l'utilisation de fibres de cellulose et de polymères thermoplastiques biodégradables. La préparation de ces matériaux composites nécessite de compatibiliser, ou de copolymériser, les fibres et la matrice. Pour arriver à cette fin, des modifications chimiques sont effectuées sur l'un des constituants par le biais d'agents de couplage bi-fonctionnels (dianhydrides, diisocyanates, silanes et polyoléfines fonctionnalisés). La mise en œuvre des matériaux se fait par des techniques utilisées en industries plastiques (extrusion, coulée-évaporation ou "solvent casting").

La biodégradabilité et les propriétés thermomécaniques de ces matériaux, avant et après vieillissement des matériaux, sont étudiées.

## Autres membres du jury

Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Hélène ANGELLIER, Maître de conférences, **Université de Montpellier** ♦♦ Carlos VACA-GARCIA, Professeur, **ENSIACET** (Toulouse) ♦♦ Christophe BALEY, Maître de conférences, **Université de Bretagne Sud** ♦♦ Redouane BORSALI, Directeur de recherche CNRS, **CERMAV** (Grenoble)

# Recherche

---

Recherche

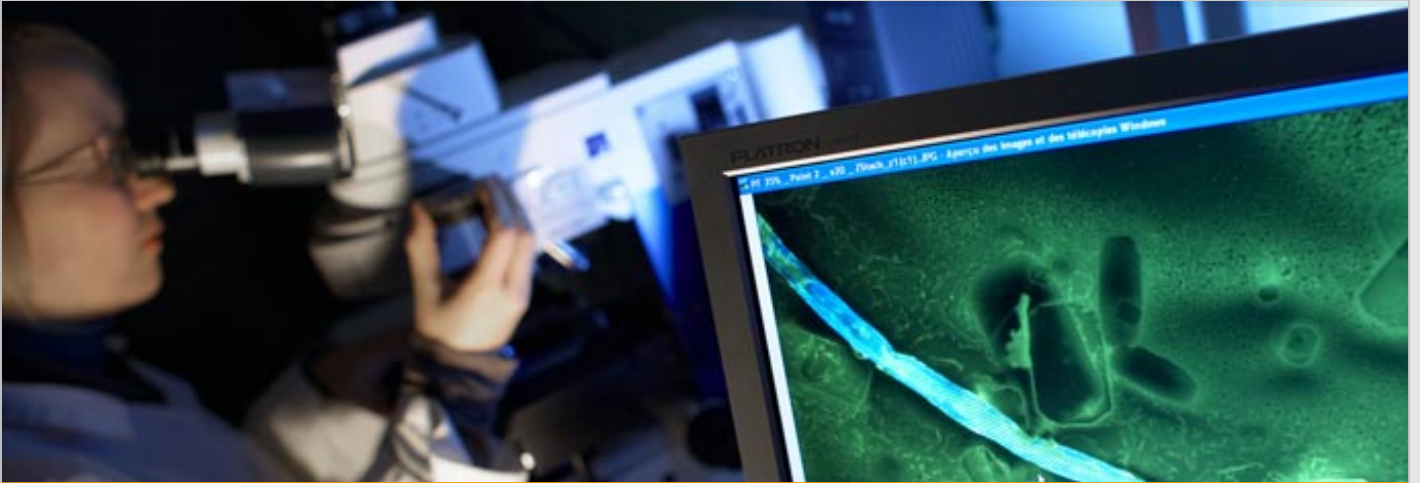
Directeurs & Responsables

Équipes

Production scientifique

**Doctorat, post-doctorat**





LGP2, un pôle de recherche innovant

[Home](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2007

# Erginos MICROMATIS

5 novembre 2007 - Génie des procédés

## Sujet

Amélioration des connaissances sur les caractéristiques des pâtes cellulosiques de bois feuillus.

## Direction

Christine CHIRAT, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Raphaël PASSAS, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

L'usine de Tembec à Saint-Gaudens produit 300 000 tonnes par an de pâte kraft blanchie de bois feuillus. Depuis quelques années, souhaitant diversifier ses produits, l'usine produit en continu quatre pâtes à partir d'essences de bois feuillus différentes. Plusieurs campagnes de production se succèdent dans les mêmes équipements, conduisant à des pâtes de transition lors des changements de production. L'absence d'indicateurs précis permettant d'isoler les différentes pâtes produites oblige l'usine à mélanger une grande quantité de pâtes. En outre, la valorisation de ces pâtes de transition exige une meilleure connaissance de leurs qualités.

Plusieurs méthodes de caractérisation (chimiques, physico-chimiques, morphologie des éléments constitutifs de la pâte cellulosique) ont donc été testées afin d'identifier la plus adéquate pour distinguer les pâtes issues de ces campagnes et de déterminer à quel moment commence et se termine une période de transition.

Un système d'analyse morphologique des pâtes a été expérimenté avec succès et adopté par l'usine depuis le printemps 2007.

## Autres membres du jury

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Harald GROSSMAN, Professeur, Technische Universität Dresden (Allemagne) ♦♦ Ana Paula DUARTE, Professeur, Universidade da Beira Interior (Portugal) ♦♦ Jean-Louis TRESCAZES, Ingénieur, Tembec.

# Mathieu FENOLL

28 juin 2007 - Génie des procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Optimisation des paramètres d'impression pour l'électronique imprimée sur supports souples.

## Direction

Éliane ROUSSET, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Robert CATUSSE, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

**Résumé :** L'électronique imprimée se situe à l'interface entre les secteurs des industries graphiques et celui de la microélectronique. Les techniques classiques d'impression industrielle - l'héliogravure, la flexographie et l'offset - présentent le grand avantage d'une productivité élevée en terme de surface imprimée. Une étape de recherche sur la formulation d'encre spécifiques pigmentaires ou à base de polymères fonctionnels se place au cœur de cette problématique.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le contexte de l'électronique imprimée avec l'optimisation des différents paramètres de transfert intervenant dans l'impression. De même, l'étude de la rhéologie et de la physico-chimie des encres est une étape capitale et indissociable de la caractérisation des états de surface des supports. En effet, si chaque procédé d'impression possède ses spécificités en termes de propriétés des encres utilisées, une bonne adéquation encre/support est nécessaire afin d'obtenir une impression ayant les caractéristiques recherchées.

Différentes encres polymères conductrices - en particulier à base de poly thiophène - ont été formulées. Une étude des propriétés de surface et des caractéristiques physiques des différents papiers et plastiques a permis de choisir deux supports tests pour les impressions. Enfin, une optimisation des paramètres d'impression a démontré l'influence des conditions d'impression sur les caractéristiques des dépôts effectués en particulier en terme de conduction électrique.

Un état de l'art et une bibliographie font le point sur les avancées de l'électronique imprimée, ses applications et ses enjeux.

## Autres membres du jury

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ José COLOM PASTOR, Professeur, **Universitat Politècnica de Catalunya** (Espagne) ♦♦ Hervé CHERADAME, Professeur, **Université d'Évry-Val d'Essone** ♦♦ Patrice GIRAUD, Ingénieur, **Grenoble INP-ESISAR**

# Sabine ROLLAND DU ROSCOAT

5 juin 2007 - Matériaux et Génie des procédés

## Sujet

Contribution à l'analyse structurale des matériaux fibreux par microtomographie à rayonnement synchrotron. Applications aux papiers.

## Direction

Jean-François BLOCH, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Xavier THIBAULT, Chercheur, ESRF.

## Résumé

Cette thèse a porté sur la quantification 3D de matériaux fibreux cellulosiques (papiers et cartons). Afin de lier les paramètres de fabrication des papiers à leurs structures et leurs propriétés d'usage, les échantillons analysés ont été imagés par microtomographie à rayonnement synchrotron. Des outils de traitement de l'image ont été développés et appliqués de façon systématique pour quantifier la microstructure (porosité, surface spécifique, taux de charges, orientation des fibres). Il a été démontré que les données obtenues à l'échelle microscopique sont représentatives d'un point de vue structural. Ainsi, les informations 3D obtenues par ces techniques peuvent être comparées aux modèles trouvés dans la littérature. De plus, des dispositifs expérimentaux ont été développés pour analyser in situ l'influence de la compression et de l'humidité sur la structure des papiers. Les travaux ont également porté sur la modélisation et la prédiction des propriétés optiques (opacité et blancheur) en appliquant l'équation de transfert radiatif.

## Autres membres du jury

Yves BRECHET, Professeur, Grenoble INP ♦♦ José BARUCHEL, Responsable du X-Ray Imaging Group, ESRF ♦♦ Pierre CAULET, Senior Researcher, Arjowiggins ♦♦ Mady ELIAS, Professeur, Université Pierre & Marie Curie Paris VI ♦♦ Dominique JEULIN, Professeur, École des Mines de Paris ♦♦ William SAMSON, Senior Lecturer, UMIST (Royaume Uni).

## Yann COUILLAUD

10 mai 2007 - Génie des procédés

### Sujet

Amélioration d'une section Presses au moyen d'une technologie novatrice utilisant le gaz.

### Direction

Jean-Claude ROUX, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Martine RUEFF, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

### Autres membres du jury

Yves GONTHIER, Professeur, Polytech'Savoie ♦♦ Maria-Angels PELACH, Professeur, Universitat da Girona (Espagne) ♦♦ Simon CENA, Directeur Technique, Allimand.

## Benoît STRUGA

15 février 2007 - Génie des procédés

### Sujet

Impact de traitements spécifiques aux matières extractibles du bois sur le procédé de pâte mécanique.

### Direction

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Thierry DELAGOUTTE, Docteur Ingénieur, Centre Technique du Papier.

### Résumé

La mise en pâte mécanique est un procédé qui utilise principalement de l'énergie mécanique pour désolidariser les fibres du bois. La quasi-totalité des composés du bois vont apparaître dans la composition de la pâte produite. Parmi ces composés, nous trouvons les matières extractibles qui représentent moins de 2 % de la masse totale. Nous distinguons deux groupes : les extraits solubles dans l'eau et les extraits lipophiles solubles dans certains solvants organiques. Ces derniers sont responsables de pertes de qualité du papier et de perturbations lors de sa fabrication.

Les travaux présentés dans cette thèse ont permis d'évaluer différents traitements afin de réduire la quantité de ces matières dans la pâte mécanique et dans l'eau qui l'accompagne. La flottation, la flottation à air dissous et des traitements par ozonation ont été testés soit sur la pâte mécanique soit sur des eaux issues du lavage de cette pâte.

### Autres membres du jury

José COLOM PASTOR, Professeur, Universitat Politècnica de Catalunya (Espagne) ♦♦ Robert LANOUILLE, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières (Canada) ♦♦ Gérard MORTHA, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

# Audrey BOURGEOIS

9 février 2007 - Génie des procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Étude du phénomène d'électrisation par écoulement sur les cartons des transformateurs de puissance

## Direction

**Gérard MORTHA**, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Gérard TOUCHARD**, Professeur, **Université de Poitiers**.

## Résumé

Les phénomènes d'électrisation par écoulement dans les transformateurs haute tension prennent naissance à l'interface entre l'huile minérale et les écrans de carton placés entre les bobinages électriques. L'écoulement de l'huile à la surface du carton génère des charges positives dans l'huile et négatives dans le carton. L'huile se décharge au contact des parties du transformateur reliées à la terre. En revanche, les charges négatives formées dans le carton s'y accumulent. Afin d'inhiber ce phénomène qui peut être à l'origine de claquage destructif du transformateur, les matériaux mis en cause ont été étudiés. La nature physico-chimique des matières premières cellulosiques du carton kraft joue un rôle important sur le phénomène. Divers additifs, ajoutés dans l'huile ou dans le matériau cellulosique, ont été testés afin de diminuer la charge électrique générée à l'interface.

À la lumière des résultats obtenus, des explications quant aux processus physico-chimiques intervenant dans le phénomène d'électrisation par écoulement ont pu être proposées.

## Autres membres du jury

Patrice NORTIER, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ Hervé CHERADAME, Professeur, **Université d'Évry-Val d'Essone** ♦♦ Alain TOUREILLE, Professeur, **Université de Montpellier 2** ♦♦ Christoph KRAUSE, Ingénieur, **Weidmann Transformerboard Systems AG** ♦♦ Olivier MOREAU, Ingénieur, **EDF R&D Clamart** - Thierry PAILLAT, Maître de Conférences, **Université de Poitiers**.

# Cindy BASSOMPIERRE

8 février 2007 - Automatique-Productique [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Procédés à boues activées pour le traitement d'effluents papetiers : de la conception d'un pilote à la validation de modèles.

## Direction

Marc AUROUSSEAU, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Catherine CADET, Maître de conférences, Université Joseph Fourier ♦♦ Agnès GUILLET, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Jean-François BÉTEAU, Maître de conférences, Grenoble INP-Ense3.

## Résumé

Le traitement des effluents papetiers par boues activées est complexe en raison d'un manque de connaissances du comportement des micro-organismes et des difficultés liées aux mesures biologiques.

Dans ce travail, un modèle spécifique aux effluents papetiers est défini puis validé afin d'être intégré dans un outil d'aide à l'opérateur. Afin de s'affranchir des contraintes industrielles, un pilote modulable, de taille semi-industrielle et supervisé a été également conçu et mis en place. Le modèle a été établi par le choix d'un schéma réactionnel adapté. Une étude de sensibilité paramétrique a appuyé ces choix afin d'obtenir un modèle facilement validable. L'étendue de son domaine de validité a été vérifiée par la méthode ACP. La validation du modèle papetier, sur des données du pilote alimenté en effluent papetier réel, montre une grande précision dynamique des variations des états.

L'outil d'aide à l'opérateur peut donc maintenant être développé.

## Autres membres du jury

Sylviane GENTIL, Professeur, Grenoble INP-Ense3 ♦♦ Marie-Noëlle PONS, Directeur de Recherche CNRS, Institut National Polytechnique de Lorraine (Nancy) ♦♦ Isabelle QUEINNEC, Chargée de Recherche, CNRS Toulouse ♦♦ Philippe BOIVIN, Responsable de Département, Papeteries de Lancey.

# Guillaume PIPON

9 janvier 2007 - Génie des procédés

## Sujet

Blanchiment final des pâtes papetières cellulosiques par l'ozone.

## Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2** ♦♦ **Christine CHIRAT**, Ingénieur de Recherche, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**.

## Résumé

L'ozone, déjà employé comme réactif au début de la séquence de blanchiment de la pâte à papier, s'avère potentiellement intéressant en fin de séquence où il permet, en milieu neutre, de gagner plusieurs points de blancheur sans dégrader la cellulose. Au cours de cette thèse, nous avons mis à jour les principaux mécanismes chimiques intervenant lors du blanchiment final à l'ozone, puis nous avons proposé une optimisation du procédé en vue de sa prochaine installation industrielle. Notre étude a démontré en particulier la possible création de chromophores lors des réactions ozone-lignine et la nécessité d'avoir des taux de lignine et d'acides hexenuroniques bas avant d'appliquer l'ozone. Du point de vue industriel, l'ozonation à moyenne consistance semble la meilleure solution technologique pour le procédé et peut remplacer avantageusement le dernier stade D d'une pâte ECF. Enfin, il a été découvert qu'une température élevée favorise la blancheur finale de la pâte et sa stabilité.

## Autres membres du jury

Alain CASTELLAN, Professeur, **Université de Bordeaux 1** ♦♦ Dmitry EVTUGUIN, Professeur, **Universidade de Aveiro** (Portugal) ♦♦ Jean-Christophe HOSTACHY, Ingénieur, **Wedeco Katadyn**.

# Recherche

---

Recherche

Directeurs & Responsables

Équipes

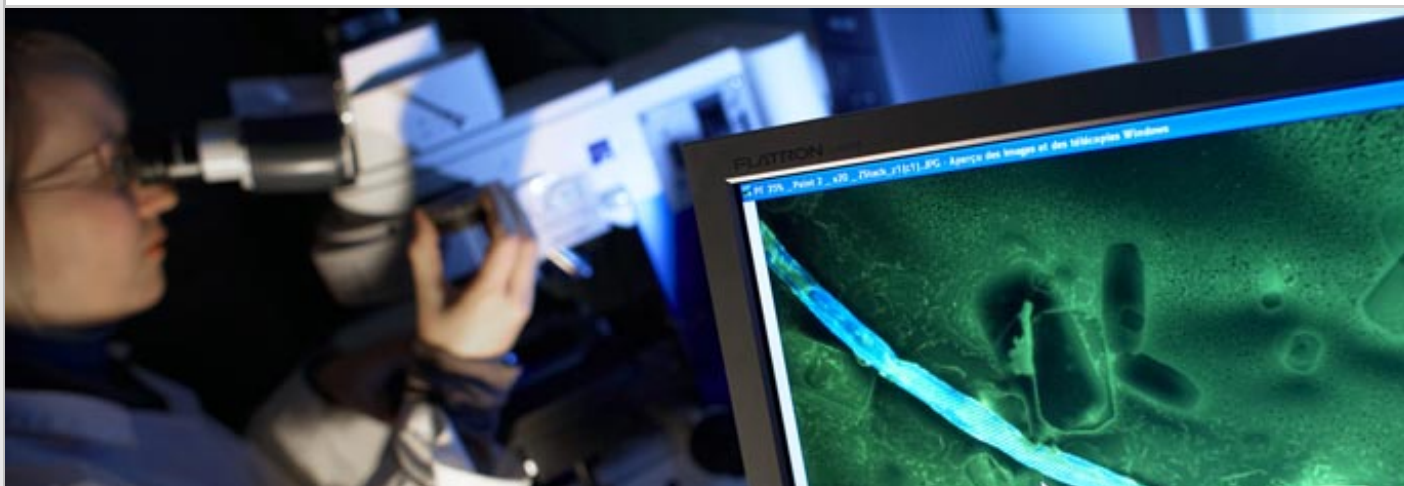
Production scientifique

**Doctorat, post-doctorat**

Partenariats-Projets

Équipements & pilotes





LGP2, un pôle de recherche innovant

[Home](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2006

# Corinne LE NY

5 décembre 2006 - Génie des procédés

## Sujet

Propriétés des fibres recyclées et leur développement technologique pour la fabrication de papiers magazines super calandrés.

## Direction

Christian VOILLLOT, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Les travaux présentés dans cette thèse ont permis de clarifier le potentiel des fibres recyclées (RCF) et les limites rencontrées dans la fabrication de papiers magazines Super Calandrés (SC).

La pâte recyclée contribue à améliorer densité d'impression et homogénéité des aplats en héliogravure mais tend à détériorer diffusion de la lumière, transvision, marbrage et points manquants. L'origine des différences observées entre les papiers à base de RCF et ceux à base de fibres vierges a été étudiée en simulant les effets de la composition fibreuse, du recyclage et du raffinage sur la qualité des papiers SC. Le taux de fibres chimiques s'est révélé être un paramètre influençant la plupart des caractéristiques des SC, dont transvision et marbrage. Par contre le taux de fibres mécaniques à paroi cellulaire épaisse a un effet marginal sur la qualité des papiers SC. La tendance vers une augmentation des points manquants lorsqu'un papier SC à taux élevé de pâte recyclée est imprimé en héliogravure a partiellement pour origine le raffinage de la RCF à haut niveau d'énergie spécifique.

## Autres membres du jury

Dominique LACHENAL, Professeur, LGP2 (Chimie des Procédés), Grenoble INP-Pagora

◆◆ Gilles DORRIS, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières (Canada) ◆◆

Anna Paula DUARTE, Professeur, Universidade da Beira Interior (Portugal) ◆◆ Peter ENGERT, Docteur-ingénieur, UPM R&D Paper and Pulp.

# Johanne EMPEREUR

17 novembre 2006 - Génie des procédés

## Sujet

Conception de nouveaux papiers autoadhésifs sans papier siliconé.

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Didier CHAUSSY, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Cette thèse, préparée dans le cadre d'un projet européen de type CRAFT, a donné lieu à un brevet et à une présentation dans un congrès.

Il a tout d'abord été procédé au microencapsulage d'un adhésif grâce à une résine mélamine formaldéhyde par polymérisation in situ. Par la suite, une technique de coacervation a été employée, technique ayant l'avantage d'utiliser des matériaux naturels. Dans les deux cas, les capsules obtenues ont été enduites sur papier avec une formulation et un appareillage adaptés. Le produit final obtenu s'est révélé satisfaisant, une adhésion ayant été obtenue lorsqu'une pression suffisante est appliquée sur le papier.

## Autres membres du jury

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Hatem FESSI, Professeur, École Supérieure Chimie Physique Électronique (Lyon) ♦♦ Egana Inaki MONDRAGON, Professeur, Escuela Politecnica - Donostia-San Sebastian (Espagne) ♦♦ Alessandro GANDINI, Professeur, Universidade de Aveiro (Portugal).

# Rémi VINCENT

6 novembre 2006 - Génie des procédés [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Modélisation et simulation en trois dimensions d'un réseau fibreux en vue de prédire ses propriétés physiques.

## Direction

**Christian VOILLOT**, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Martine RUEFF**, Ingénieur de recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

L'art du papetier consiste à choisir les matières premières fibreuses en fonction de critères économiques et de leur potentiel papetier, puis de leur faire subir les traitements adaptés.

En vue de mieux comprendre l'influence de la morphologie des fibres sur les caractéristiques du papier, ce travail a consisté à développer un outil de simulation permettant de générer, manipuler et visualiser un réseau fibreux dont la structure ressemble à celle d'un papier de laboratoire. Les principales propriétés de contexture ainsi que la résistance à la rupture en traction du réseau ont été déterminées et une méthode de Lattice-Boltzmann appliquée pour estimer sa perméabilité.

Toutes les étapes ayant été validées par un travail expérimental, les résultats obtenus sont directement exploitables par la société Tembec.

## Autres membres du jury

Didier CHAUSSY, Professeur, **Grenoble INP-Pagora** ♦♦ Ana Maria RAMOS, Professeur, **Universidade da Beira Interior** (Portugal) ♦♦ Christian MOYNE, Directeur de Recherche, **CNRS** (Nancy) ♦♦ Marie-José VILLETTE, Ingénieur, **Tembec**.

# Rabi BEHROOZ ESHKIKI

13 janvier 2006 - Génie des procédés

## Sujet

Valorisation de fibres de papiers récupérés par traitement chimique de délignification : réactivité des pâtes mécaniques et chimiques.

## Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Gérard MORTHA**, Maître de conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

L'étude présentée vise à la détermination d'indices d'oxydabilité sur des mélanges de pâtes mécaniques et chimiques caractéristiques des fibres recyclées.

Le rapport lignine/indice Kappa est un indice fiable d'oxydabilité de la lignine permettant de comparer des pâtes écruées ou oxydées. L'importance des fonctions OH phénoliques sur l'oxydabilité des pâtes est démontrée par différentes méthodes chimiques. Une nouvelle méthode d'analyse in situ des fonctions OH phénoliques de la lignine est développée, utilisant le dioxyde de chlore dans des conditions spécifiques. Les résultats sont comparables à ceux de la RMN du 13C. L'évolution des teneurs en OH phénoliques sur des pâtes traitées par ClO<sub>2</sub>, Cl<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> et O<sub>3</sub> et par extraction alcaline a ainsi pu être étudiée. Complémentairement, la teneur en quinones des pâtes a pu être mesurée par traitement réducteur combiné à l'analyse des OH phénoliques in situ.

## Autres membres du jury

Xavier DEGLISE, Professeur, **Université Henri Poincaré** (Nancy) ♦♦ Dimitri EVTUGINE, Professeur, **Universidade de Aveiro** (Portugal) ♦♦ Danielle ROBERT, Professeur, **Université Joseph Fourier** (Grenoble).

# Recherche

---

Recherche

Directeurs & Responsables

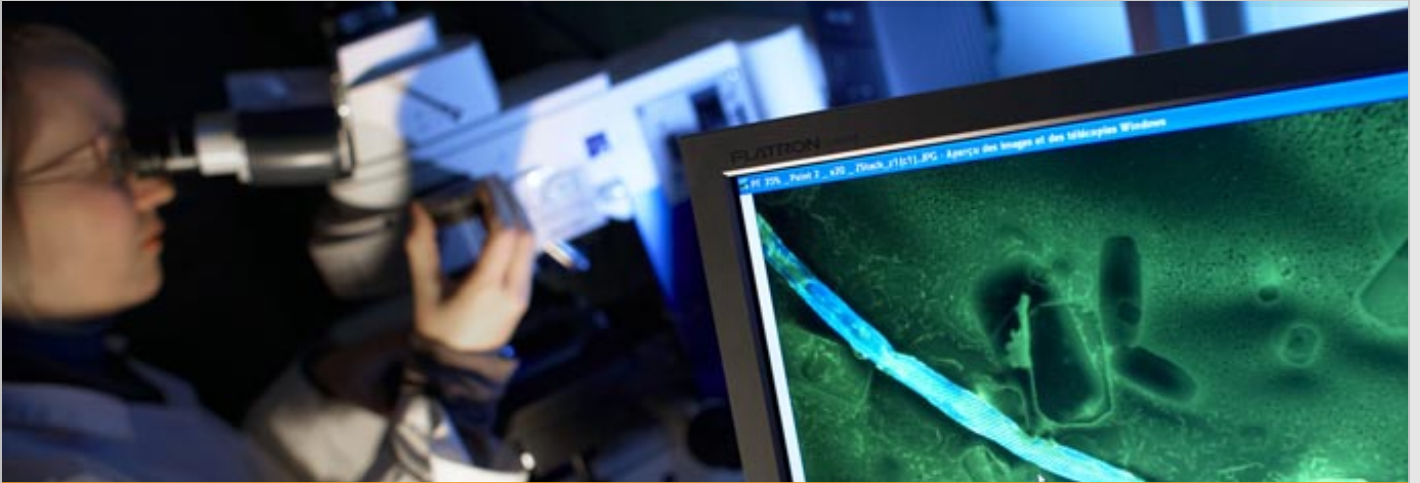
Équipes

Production scientifique

**Doctorat, post-doctorat**

Partenariats-Projets

Équipements & pilotes



LGP2, un pôle de recherche innovant

[🏠](#) > [Recherche](#) > [Doctorat, post-doctorat](#)

## LGP2 - Thèses soutenues, 2005

# Philippe DIETEMANN

15 décembre 2005 - Génie des procédés

## Sujet

Modélisation physique du procédé de raffinage appliquée à des raffineurs à disques dans le but d'optimiser le traitement de la pâte à papier.

## Direction

Jean-Claude ROUX, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Le raffinage constitue une opération unitaire primordiale dans le procédé de fabrication du papier. Le travail mené a permis d'optimiser le procédé de raffinage tout en apportant un éclairage sur les principes physiques impliqués.

Un raffineur pilote équipé de capteurs de force et d'entrefer a été utilisé. Le fonctionnement à vide a ainsi pu être étudié. Les composantes de la puissance à vide ont été déterminées et évaluées. Des modèles des propriétés de la pâte et du papier en fonction des paramètres de procédé ont été trouvés par l'intermédiaire d'un plan d'expérience. L'étude de grandeurs théoriques caractéristiques du raffinage a mis en évidence les conditions propices à un traitement efficace des fibres.

Enfin, le matériau des disques joue un rôle majeur et souligne la nécessité de conserver des arêtes de lame vives.

## Autres membres du jury

Patrick OZIL, Professeur, Grenoble INP-Phelma ♦♦ Maria Angels PELÀCH, Professeur, Universitat de Girona (Espagne) ♦♦ Pierre GUIGON, Professeur, Université de Technologie de Compiègne ♦♦ Pierrick GIRARD, Ingénieur, Ahlsstrom (Brignoud).

# Pablo FROIMOWICZ

2 décembre 2005 - Science et génie des matériaux - Sciences chimiques

## Sujet

Synthèse, caractérisation et étude d'application de matériaux polymériques dendritique-linéaires, du type "copolymère en blocs".

## Direction

Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Miriam STRUMIA, Professeur, [Université Nationale de Cordoba](#) (Argentine).

## Résumé

Cette thèse est consacrée à la préparation et la caractérisation de nouveaux copolymères dendritique-linaires.

Spécifiquement, deux voies de synthèse ont été mises au point pour l'élaboration de copolymères en bloc du type dendritique-linaire amines terminales de première et seconde génération. En fonction de la réactivité que ces copolymères ont présenté, l'un d'entre eux a été modifié pour former un composé tetrabase de Schiff, avec un dérivé furanique qui présentait des unités 2,5-Fu-HC=CH-FU-2,5 actives photochimiquement. Après une étude structurale et thermique, ce composé a été utilisé comme monomère dendritique (monomère à nano - échelle) pour la formation de mégamères (polymère contrôlé structurellement) à travers une voie photochimique et il a montré une bonne aptitude à induire la réticulation des matériaux initiaux quand on a travaillé avec des systèmes purs ou dopés aux sels de lithium.

Cette caractéristique laisse présager que ces mégamères seront particulièrement intéressants pour des applications en photolithographie et/ou dans la fabrication de batteries à l'état solide.

## Autres membres du jury

Enrique M. VALLÈS, Planta Pilota de Ing. Quimica ♦♦ Inaki B. MONDRAGÓN, Professeur, [Universidad del País Vasco](#) (Espagne) ♦♦ Deodato D. RADIC, Professeur, [Pontificia Universidad Católica de Chile](#) (Chili) ♦♦ Carlos P. DE PAULI, Professeur, [Universidad Tecnológica Nacional Cordoba](#) (Argentine) ♦♦ Alessandro GANDINI, Professeur, [Universidade de Aveiro](#) (Portugal).



# Sylvain VOIRON

22 novembre 2005 - Génie des procédés

## Sujet

Caractérisation des chromophores dans les pâtes cellulosiques écrues et de leurs impacts sur l'aptitude au blanchiment.

## Direction

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Michel PETIT-CONIL, Responsable de l'équipe "Pâtes vierges", Centre Technique du Papier.

## Résumé

Les sites industriels de production de pâte à papier sont confrontés à des problèmes de blanchiment conduisant à des sur-consommations en réactifs chimiques. Les travaux présentés dans cette thèse ont permis d'identifier l'origine de différents composés colorés présents dans les pâtes kraft écrues et d'évaluer leurs impacts sur l'aptitude au blanchiment. Les problèmes de blanchiment peuvent s'expliquer par la formation, lors de la cuisson, de liaisons covalentes stables entre la lignine et les hydrates de carbone.

Des analyses spectroscopiques ont révélé qu'il est possible de corrélérer la concentration relative de lignine en surface des fibres avec l'aptitude au blanchiment. La lignine de surface liée au substrat peut jouer un effet barrière limitant l'efficacité des réactifs de blanchiment.

## Autres membres du jury

Jean-Paul JOSELEAU, Professeur, Université Joseph Fourier (Grenoble) ♦♦ Alain CASTELLAN, Professeur, Université de Bordeaux 1 ♦♦ Michel DELMAS, Professeur, INP Toulouse - Marie-José VILLETTE, ingénieur, Tembec.

# Mohamed Tahar MISSAOUI

10 novembre 2005 - Génie des procédés

## Sujet

Contribution à l'étude des phénomènes d'adsorption des polyélectrolytes par les fibres cellulosiques papetières : cas particulier de l'amidon cationique.

## Direction

Évelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Les polyélectrolytes cationiques sont utilisés en papeterie afin d'améliorer la rétention des éléments fins au cours de la formation de la feuille et des propriétés des papiers. Dans ce travail, nous avons étudié le lien d'une part, entre la charge de surface de fibres chimiques blanchies et leur surface spécifique et d'autre part, entre la valeur du potentiel électrocinétique et la rétention de ces polyélectrolytes cationiques déterminée par différents modes de dosage.

Nous avons comparé le comportement électrocinétiques des fibres et des fines cellulosiques en utilisant deux techniques : la méthode du potentiel d'écoulement et celle de la mobilité électrophorétique. L'évaluation de l'adsorption des amidons cationiques par les fibres cellulosiques a été effectuée en utilisant trois méthodes différentes : la méthode à l'iode, les méthode de Dubois et de Wegner (HPLC).

## Autres membres du jury

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Daniel SAMAIN, CERMAV, Grenoble ♦♦ Ana Paola DUARTE, Professeur, Universidade da Beira Interior (Portugal) ♦♦ Jacques DESBRIERES, Université de Pau.

# Yahya HAMZEH

20 juillet 2005 - Génie des procédés [Thèse en ligne]

## Sujet

Évaluation de nouveaux procédés de délignification et blanchiment en réacteur à déplacement de liqueur, et comparaison avec les procédés traditionnels.

## Direction

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Gérard MORTHA, Maître de conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Dans le procédé batch conventionnel de blanchiment des pâtes cellulósiques par le dioxyde de chlore, une partie du réactif est consommé à l'issue des premières étapes réactionnelles théoriquement suffisantes à la délignification. L'étude sur de la pâte kraft et sur des composés modèles de lignine a montré l'importance de ces réactions secondaires intervenant après l'élimination des unités phénoliques de la lignine, et précisé les mécanismes réactionnels. L'acide muconique et ses dérivés réagissent en compétition avec les structures non phénoliques de la lignine, dont la dégradation est favorisée par la présence d'acide hypochloreux intermédiaire. La limitation des réactions secondaires est possible en utilisant un réacteur à lit fixe de fibres, induisant un déplacement relatif de la liqueur par rapport aux fibres. L'étude hydrodynamique a permis de caractériser les paramètres du lit fixe (pertes de charge, dispersion axiale).

Les résultats de blanchiment ont confirmé l'obtention d'une plus grande sélectivité des réactions organiques, mais une perte d'efficacité globale en raison d'une plus grande formation de chlorate. En revanche, fondé sur le même principe, le procédé multi-batch (DEp)<sub>n</sub> à charge divisée en réactif permet d'augmenter la sélectivité réactionnelle de 40%.

## Autres membres du jury

Jacques MOLINIER, Professeur, INP Toulouse ♦♦ Yves GONTHIER, Professeur, Université de Savoie ♦♦ Carlos PASCOAL NETO, Professeur, Universidade de Aveiro (Portugal) ♦♦ Pierre LARNICOL, Directeur Développement, Arkema.

# Hélène PELLETIER

7 juillet 2005 - Science et génie des matériaux [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Modification et photopolymérisation d'huiles végétales en vue de leur application dans les encres et vernis d'imprimerie.

## Direction

Anne BLAYO, Enseignant-chercheur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Naceur BELGACEM, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Ce travail de thèse a porté sur la modification chimique d'huiles végétales en vue de leur photopolymérisation. Une fois les huiles de départ caractérisées, elles ont été modifiées chimiquement afin d'être plus réactives lors de la polymérisation ultérieure. Deux voies d'étude ont été suivies en fonction du mécanisme de polymérisation : cationique ou radicalaire. Pour la polymérisation cationique, nous avons greffé des groupements styréniques et des groupements éthers vinyliques pendants sur de l'huile de ricin. Malgré des greffages encourageants, la polymérisation n'a pas eu lieu car les fonctions réactives greffées étaient trop diluées dans la structure de l'huile. Pour la polymérisation radicalaire, nous avons greffé des groupements acrylates soit par estérification de l'huile de ricin soit par acrylation de l'huile de soja époxydée.

Les greffages ont produit des huiles possédant de nombreuses fonctions acrylates et qui ont été très réactives lors de la photopolymérisation.

## Autres membres du jury

Alain DUFRESNE, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Michel DELMAS, Professeur, INP Toulouse ♦♦ Alain CASTELLAN, Professeur, Université de Bordeaux 1 ♦♦ Alessandro GANDINI, Professeur invité, Universidade de Aveiro (Portugal) ♦♦ Alain LEMOR, Novance.

# Nicolas BENATTAR

6 juillet 2005 - Génie des procédés

## Sujet

Contribution à l'étude du blanchiment des pâtes papetières obtenues par des procédés sans soufre.

## Direction

**Dominique LACHENAL**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ **Christine CHIRAT**, Ingénieur de recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

Certains des procédés sans soufre de fabrication de pâte à papier chimique, tels que le procédé IDE, constituent des alternatives intéressantes au procédé Kraft car ils permettent de réduire ses nuisances olfactives, d'augmenter les rendements fibreux et l'énergie récupérée. Cependant, les pâtes obtenues présentent des problèmes d'aptitude au blanchiment. Le principal résultat de cette thèse montre que les groupements quinoniques présents sur la lignine résiduelle de ces pâtes sont responsables de leur faible aptitude au blanchiment. Ceci est démontré avec deux méthodes distinctes : la RMN 19F sur lignines dérivées et la voltampérométrie, nouvelle méthode électronique de dosage des groupements quinoniques.

Une séquence complète de blanchiment ECF (sans chlore élémentaire) combinant les dernières évolutions connues à ce jour a été proposée, optimisée et simulée avec l'aide d'un logiciel Grenoble INP-Pagora existant et amélioré dans ce but.

## Autres membres du jury

Françoise DELPECH, Professeur, **Université Joseph Fourier** (Grenoble) ♦♦ Alain CASTELLAN, Professeur, **Université de Bordeaux 1** ♦♦ Joseph F. COLOM PASTOR, Professeur, **Universitat Politècnica de Catalunya** (Espagne).

# Recherche

---

Recherche

Directeurs & Responsables

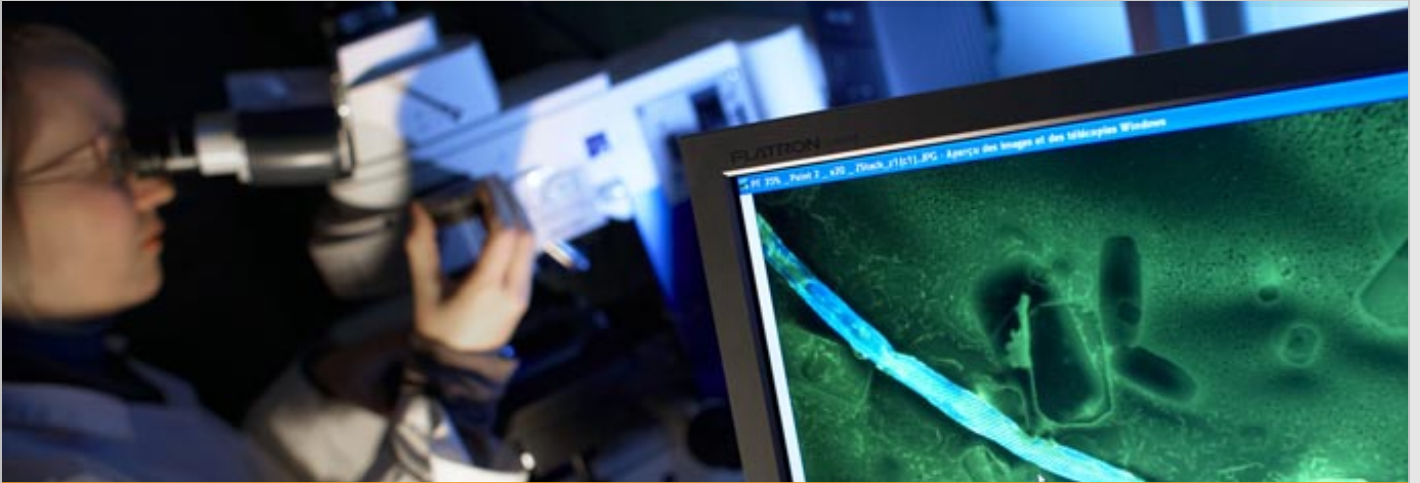
Équipes

Production scientifique

**Doctorat, post-doctorat**

Partenariats-Projets

Équipements & pilotes



LGP2, un pôle de recherche innovant

[🏠](#) > Recherche > Doctorat, post-doctorat

## LGP2 - Thèses soutenues, 2004

# Géraldine CHAMPON-EL OUARDANI

30 novembre 2004 - Génie des procédés

## Sujet

Effet de l'addition de charges végétales issues de déchets cellulosiques (pulpes de betterave sucrière) dans les papiers - Amélioration des propriétés mécaniques et optiques des papiers.

## Direction

Dominique LACHENAL, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Antonin D'AVENI, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

De la pulpe de betterave micronisée blanchie peut être introduite dans des papiers impression-écriture : il en résulte une amélioration de leur opacité et de leurs principales caractéristiques mécaniques.

Ce travail de thèse a consisté à développer un procédé de blanchiment des pulpes de betterave fraîches et à proposer une chaîne complète d'opérations unitaires conduisant à la production d'une charge végétale blanche propre à être introduite dans la fabrication du papier. Les difficultés de blanchiment observées lors de l'utilisation du peroxyde d'hydrogène en milieu alcalin ont été expliquées et résolues. Par ailleurs, un traitement a été mis au point de façon à garantir la bonne stabilité de blancheur de la pulpe blanchie.

## Autres membres du jury

Michel VIGNON, Directeur de Recherche, CERMAV ♦♦ Jean-François THIBAUT, Directeur de Recherche, INRA (Nantes) ♦♦ José COLOM PASTOR, Professeur, Universitat Politècnica de Catalunya (Espagne) ♦♦ Michel TACCARD, Ingénieur, INRA (Versailles) ♦♦ Étienne GENET, PDG, Sucrerie d'Aiserey.

# Elsa TOURNADRE-LASSEUGUETTE

28 octobre 2004 - Science et génie des matériaux [**Thèse en ligne**]

## Sujet

Élaboration de nouveaux polymères photosensibles furaniques en vue de leur application sur plaques offset.

## Direction

Hans-Joachim TIMPE, **Kodak Polychrome Graphics** ♦♦ **Naceur BELGACEM**, Professeur, Grenoble INP-Pagora / **LGP2**.

## Résumé

L'utilisation des composés furaniques comme matières premières est largement justifiée par la disponibilité et l'aspect renouvelable de ces sources (biomasse végétale). Dans cette étude, nous nous sommes intéressés au caractère photosensible des composés furaniques en vue de l'élaboration de nouveaux photopolymères pour plaques d'impression offset. Des structures photosensibles simples ont été synthétisées et caractérisées afin d'étudier la synthèse et le comportement photochimique du photopolymère final. Lors de l'irradiation dans un milieu concentré, ces composés subissent une [p2+p2] cycloaddition entre un chromophore à l'état excité et un chromophore à l'état stable formant des motifs cyclobutanes. Les composés les plus prometteurs ont été utilisés comme monomères pour la préparation des photopolymères, basés sur une structure polyester, contenant le groupement chromophore dans la chaîne principale.

Après une étude structurale et thermique, ces polymères photosensibles ont été étudiés photochimiquement et ont montré une bonne aptitude à induire la réticulation des matériaux initiaux.

## Autres membres du jury

Jean-Pierre PETIT, Professeur, **Grenoble INP-Phelma** ♦♦ Claude MOREAU, Directeur de Recherche CNRS, **ENS de Chimie de Montpellier 2** ♦♦ Aldo PRIOLA, Professeur, **Politecnico di Torino** (Italie) ♦♦ Alessandro GANDINI, Professeur, **Universidade Estadual Paulista de Sao Paulo** (Brésil).



# Christophe MERCIER

3 septembre 2004 - Génie des procédés

## Sujet

Caractérisation des propriétés d'usage des papiers par l'analyse topographique de leurs états de surface.

## Direction

Gérard BAUDIN, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Jean-Francis BLOCH, Maître de Conférences, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

La caractérisation de la topographie du papier par profilométrie optique et le lien entre la structure fibreuse et ses propriétés physiques ont été abordés : de nombreuses propriétés d'usage du papier dépendent en effet de son état de surface. L'analyse des données fournies par la visualisation de la surface a été conduite sur la base de travaux antérieurs développés pour la métallurgie, cette approche étant complétée par l'utilisation de la transformée en ondelettes.

Des surfaces modèles ont été également établies afin d'étudier la signification des paramètres topographiques issus de la littérature et la bijectivité entre ces paramètres et la description de la surface.

Enfin, deux applications ont été présentées : la caractérisation de la réflexion de la lumière ainsi que les propriétés d'imprimabilité ( relations encre/papier ).

## Autres membres du jury

Thomas MATHIA, Directeur de recherche, CNRS ♦♦ Mady ELIAS, Professeur, Université Pierre & Marie Curie (Paris VI) ♦♦ William SAMPSON, Professeur associé, UMIST (Royaume Uni) ♦♦ Serge CARRAS, PDG, COTEC ♦♦ Pierre CAULET, Responsable des aspects de caractérisation des papiers, Arjowiggins.

# Martine BOUCHON

## Génie des procédés

### Sujet

Influence des phénomènes de mouillage sur la pénétration de l'eau dans le papier aux temps courts.

### Direction

Martine RUEFF, Ingénieur de recherche, Grenoble INP-Pagora / LGP2 ♦♦ Véronique MORIN, Responsable "Traitement de surface et imprimabilité", Centre Technique du Papier.

### Résumé

Cette recherche vise à mieux comprendre l'interaction liquide-papier au temps courts, en relation avec le couchage du papier. L'analyse de l'étalement d'une goutte d'eau et de solutions de CMC sur un papier pour des temps inférieurs à 100 ms, permet de montrer que le papier est instantanément humidifié par le liquide mais que l'angle de contact aux temps courts reste relativement élevé et qu'il dépend de la vitesse d'avancée du liquide à la surface du papier.

Par ailleurs, des essais ont été menés sur le pilote de couchage du CTP et sur un dispositif développé au laboratoire pour reproduire l'enduction du papier et le dosage de la sauce avec une lame aux mêmes échelles de temps que le procédé industriel. Ils montrent qu'avec de l'eau et des solutions de CMC la quantité de liquide transférée au papier est relativement faible et de l'ordre de la rugosité de surface du papier, qu'un film de liquide s'écoule sous la lame et est entraîné par le papier et enfin qu'il n'y a pas de pénétration forcée sous la lame. La quantité de liquide transférée au papier diminue quand la pression augmente, ce qui peut être attribué à la compressibilité du papier ; elle diminue généralement quand le temps de contact augmente en raison des effets hydrodynamiques au niveau de la lame.

Ces résultats ont été appliqués à la modélisation de la pénétration de l'eau dans le papier dont on assimile la structure du papier à une série de capillaires cylindriques parallèles tortueux de différentes tailles. L'étude de l'influence de divers phénomènes sur la cinétique de pénétration dans ces capillaires permet de proposer différentes explications à la faible vitesse de pénétration observée expérimentalement.

### Autres membres du jury

Naceur BELGACEM, Professeur, LGP2 (Transformation Biomatériaux Emballage), Grenoble INP-Pagora ♦♦ Ana RAMOS, Professeur, Universidade da Beira Interior (Portugal) ♦♦ Evelyne DARQUE-CERETTI, Maître de Recherche, École Nationale Supérieure des Mines de Paris ♦♦ François DUPONT, Responsable Laboratoire Papier, Coatex. (Genay).

# Elisa ZENO

29 juin 2004 - Génie des procédés

## Sujet

Influence de l'utilisation de la pâte désencrée sur la chimie de la partie humide.

## Direction

Evelyne MAURET, Professeur, Grenoble INP-Pagora / LGP2.

## Résumé

L'utilisation de fibres désencrées pour la fabrication des papiers, y compris ceux à forte valeur ajoutée, est en constante augmentation : cette croissance est toutefois modérée par les problèmes rencontrés en fabrication et, plus particulièrement, par l'impact négatif de ce type de fibre dans la chimie de la partie humide.

L'objectif principal de ce travail a été de contribuer à une meilleure connaissance de cet effet afin de mieux maîtriser les difficultés engendrées par l'utilisation de la pâte désencrée et de pouvoir ainsi exploiter son potentiel élevé, sans ajouter de problèmes en fabrication. Pour cela, la contamination de la pâte désencrée a été caractérisée ainsi que son effet sur la rétention, l'égouttage et le collage : l'effet perturbateur des tensioactifs présents dans la pâte a ainsi été mis en évidence, ce qui ouvre dès maintenant des perspectives à court terme pour ce travail.

## Autres membres du jury

Bjarne HOLMBOM, Professeur, Åbo Akademi (Finlande) ♦♦ John ROBERTS, Professeur, UMIST (Royaume Uni) ♦♦ Bruno CARRÉ, Ingénieur de Recherche, Centre Technique du Papier.

# Michaël ALLIX

27 mai 2004 - [Génie des procédés](#)

## Sujet

Délicatification à l'oxygène du bois et des pâtes papetières en présence de catalyseur.

## Direction

[Dominique LACHENAL](#), Professeur, Grenoble INP-Pagora / [LGP2](#).

## Résumé

Dans le but de proposer des procédés propres alternatifs aux procédés actuels qui mettent en œuvre des réactifs contenant du soufre ou du chlore ayant un impact négatif sur l'environnement, il est montré que le dioxygène pourrait les remplacer s'il est catalysé par un complexe entre les ions cuivriques  $\text{Cu}^{++}$  et la 1,10-phénanthroline. Le mécanisme d'action de ce complexe a pu être approché par l'étude de l'évolution de la structure de la lignine du bois au cours du traitement, au moyen de techniques spectroscopiques dont la RMN du  $^{13}\text{C}$ .

Par ailleurs l'analyse du comportement électrochimique du catalyseur et de composés modèles de la lignine a permis de valider les hypothèses. Il ressort qu'en présence de ce catalyseur la dégradation de la lignine résulte en partie de la coupure des liaisons éther entre les unités du polymère et non pas exclusivement de l'ouverture des noyaux phénoliques de la lignine.

Un problème non résolu est la dégradation de la cellulose au cours du traitement.

## Autres membres du jury

Alain CASTELLAN, Professeur, [Université de Bordeaux 1](#) ♦♦ Roger GUILARD, Professeur, [Université de Bourgogne](#) ♦♦ Danielle ROBERT, Professeur, [Université Joseph Fourier de Grenoble](#) ♦♦ Henry LEDON, Chef du Département R&D du Centre de Recherche Claude Delorme, [Air Liquide](#).

# Recherche

---

Recherche

Directeurs & Responsables

Équipes

Production scientifique

**Doctorat, post-doctorat**

Partenariats-Projets

Équipements & pilotes