



Laboratoire de Chimie  
de Coordination  
UPR -8241



Forum sur l'Instrumentation scientifique  
en physico-chimie à Toulouse

**FIT 24**

**17-18 juin 2024**

## Service Analytique du LGC – Exemples d'application

Jean-François BLANCO

[jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr](mailto:jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr)

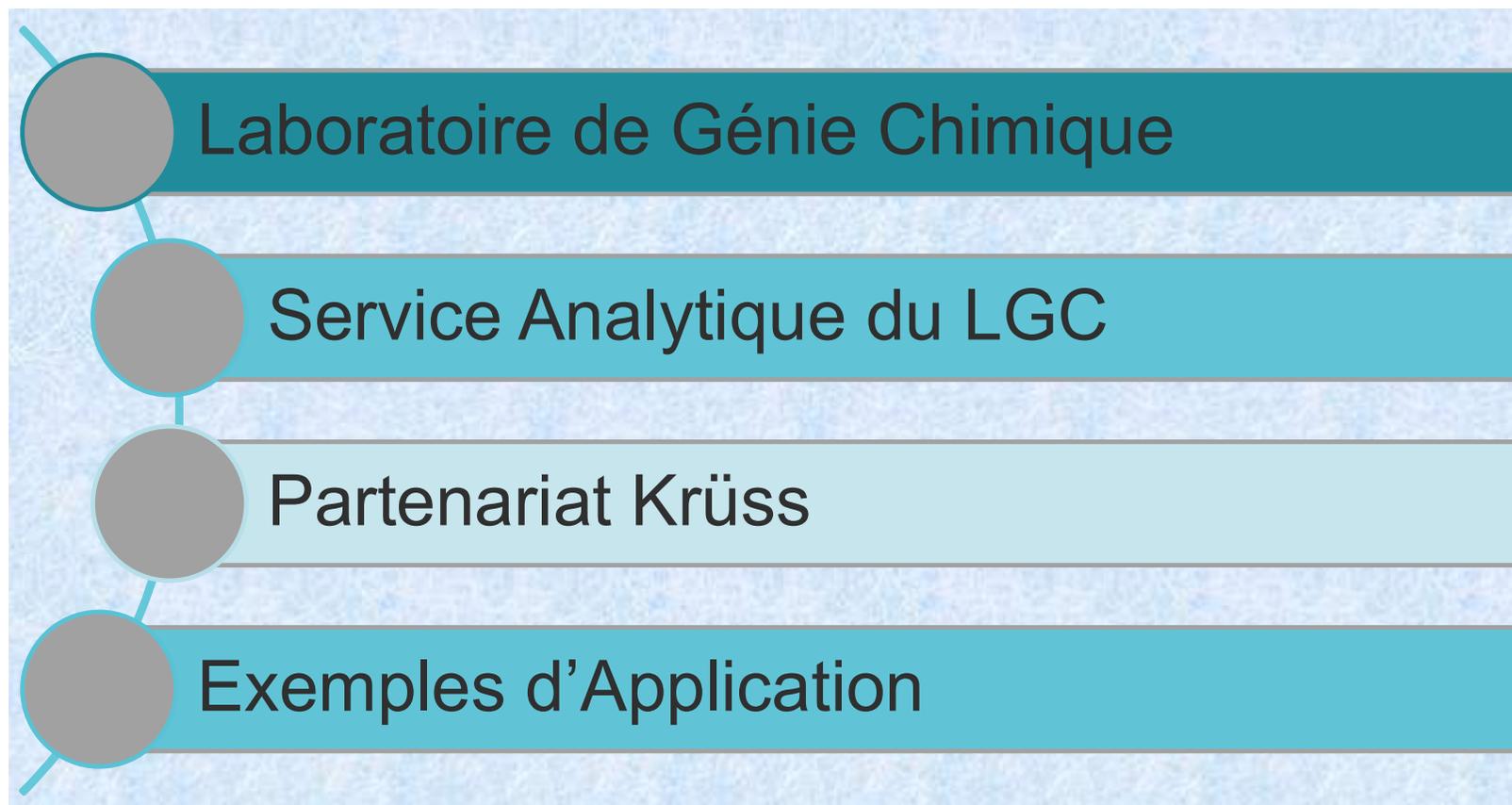
[www.lgc.cnrs.fr](http://www.lgc.cnrs.fr)



UNIVERSITÉ  
TOULOUSE III  
PAUL SABATIER



# SOMMAIRE





Laboratoire de Chimie  
de Coordination  
UPR -8241



Forum sur l'Instrumentation scientifique  
en physico-chimie à Toulouse

**FIT 24**

**17-18 juin 2024**

## Le Laboratoire de Génie Chimique - LGC

Jean-François BLANCO

[jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr](mailto:jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr)

[www.lgc.cnrs.fr](http://www.lgc.cnrs.fr)



# Le Laboratoire de Génie Chimique

- Unité Mixte de Recherche 5503
  - *Directeur: Pascal FLOQUET*  
*Directeurs adjoints: Christine FRANCES, Pierre GROS*
  - Environ 300 personnes :
    - ~ 100 chercheurs (18) et enseignants-chercheurs (89)
    - ~ 50 ingénieurs, techniciens et administratifs
    - ~ 150 doctorants, post-docs, visiteurs, stagiaires
  - 4 sites, 7 000 m<sup>2</sup> de surfaces équipées
  - ~130 publications/an , 7-10 brevets/an  
~ 30 thèses soutenues/an
- Ressources financières: 3,5 M€/an



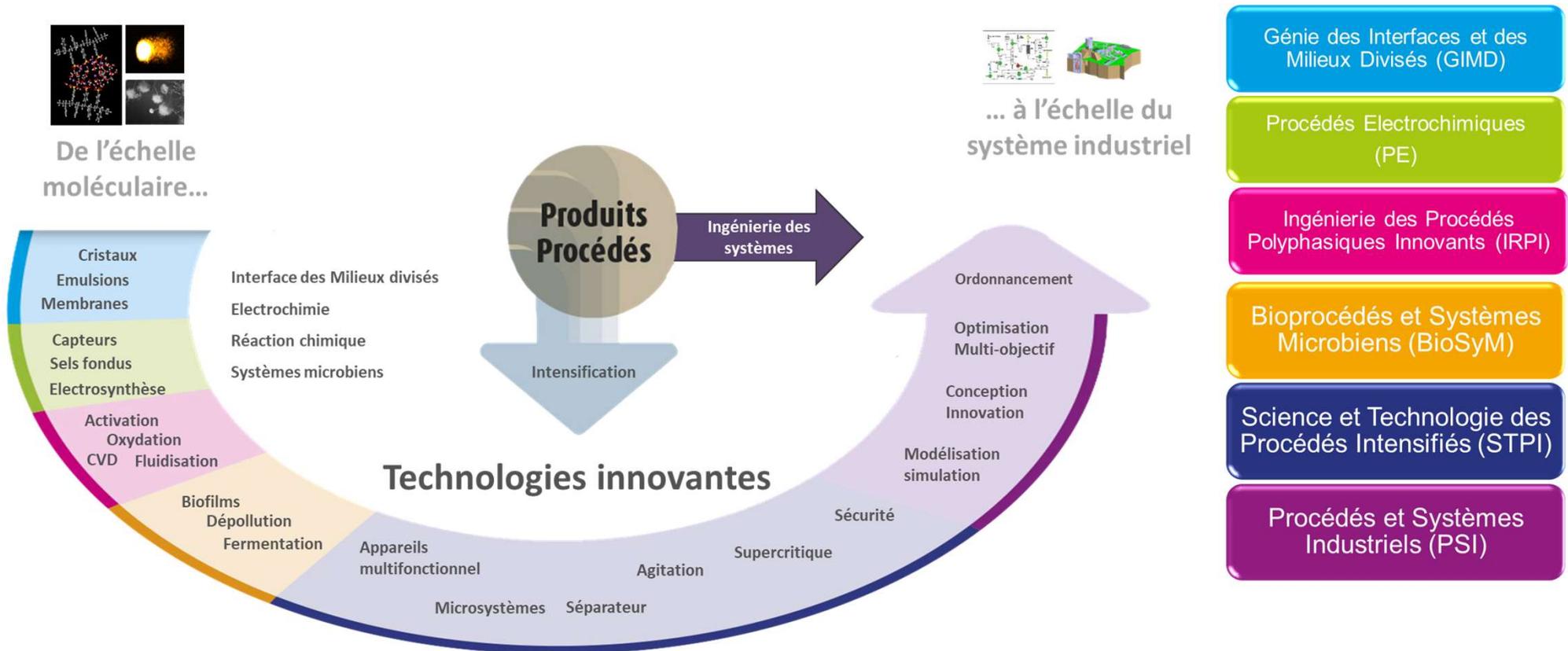
Faculté des Sciences et Ingénierie : 1 500 m<sup>2</sup>  
Faculté de Pharmacie : 300 m<sup>2</sup>

# Le Laboratoire de Génie Chimique

Un vaste champ de recherches

.....

organisé en **6 départements scientifiques**



Axes transversaux centrés sur des défis sociétaux

**Eau et  
Environnement**

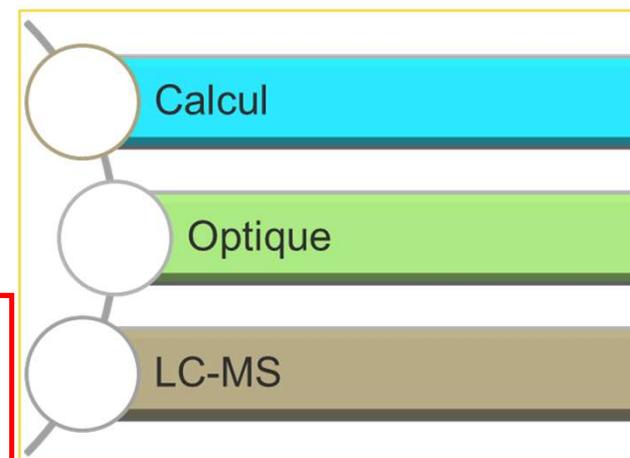
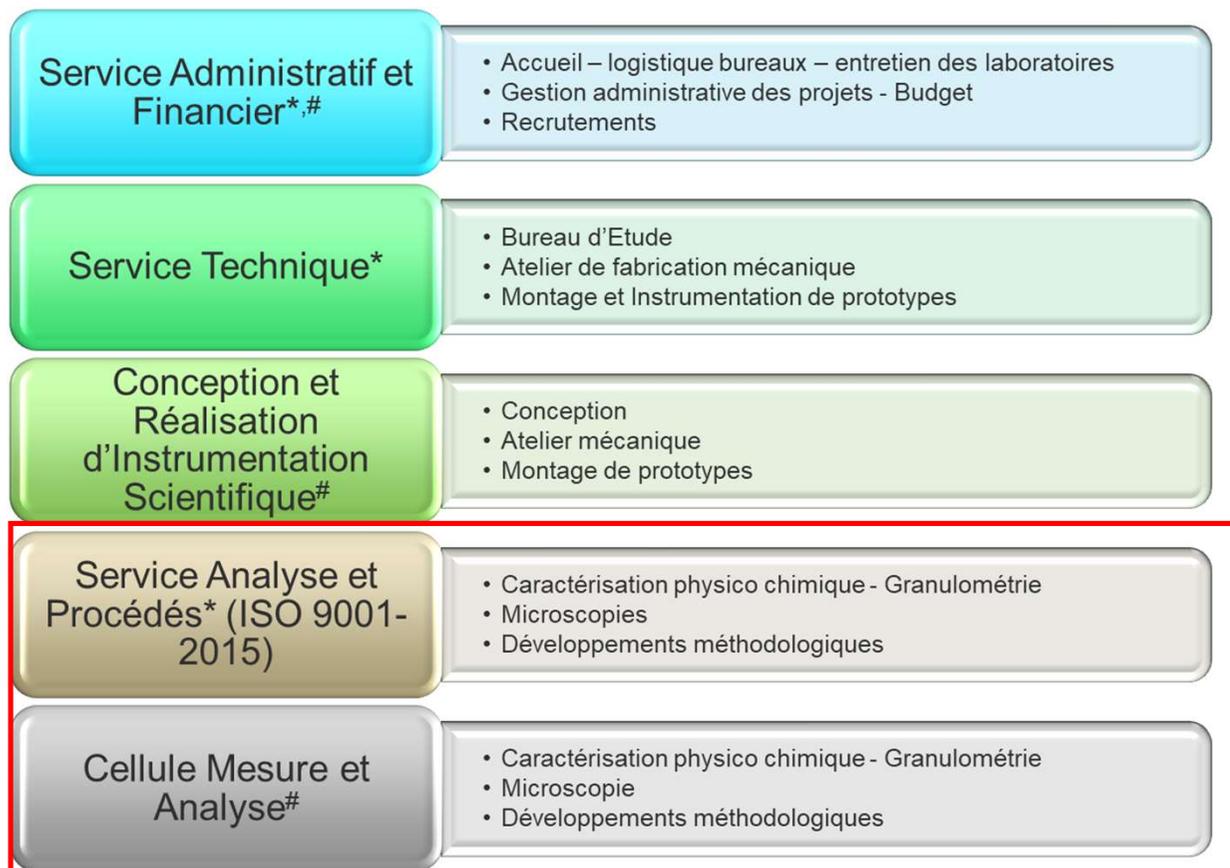
**Transition  
énergétique**

**Ingénierie pour  
la Santé**

**Matériaux et  
recyclage**

**Bioraffinerie**

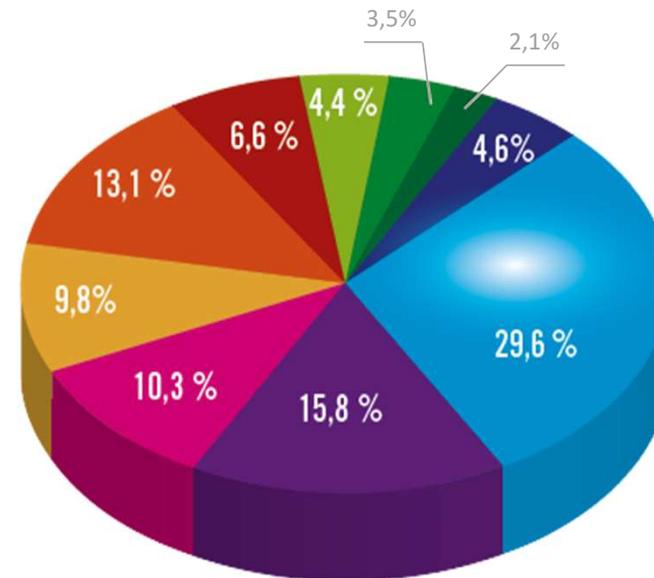
## 8 Services ou Plateformes d'Appui à la Recherche



\*: site de Labège  
#: site de Rangueil

## Champs de recherche et d'application industrielle

- Chemical engineering
- Chemistry
- Engineering
- Material science
- Biological science and microbiology
- Environnemental science
- Physics
- Computer science
- Pharmaceutics
- Energy



Champs de recherche d'après l'analyse des publications du LGC par Scopus au 01/07/2013.

Eaux et effluents  
Santé  
Biotechnologie  
Industrie pharmaceutique  
Energie  
Industrie chimique  
Matériaux  
Alimentation  
Pétrochimique



Laboratoire de Chimie  
de Coordination  
UPR -8241



Forum sur l'Instrumentation scientifique  
en physico-chimie à Toulouse

**FIT 24**

**17-18 juin 2024**

## Service Analytique du LGC

Jean-François BLANCO

[jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr](mailto:jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr) & [sap@ensiacet.fr](mailto:sap@ensiacet.fr),

[www.lgc.cnrs.fr](http://www.lgc.cnrs.fr)



# Service Analytique du LGC

**LABORATOIRE DE GÉNIE CHIMIQUE UMR 5503 CNRS / INP / UPS**

100 EC ou C (52 INP/19 CNRS/29 UPS) – 7 Emérites – 1 associé – 1 disponible  
 23 Personnels service d'appui à la recherche (23 INF/21 CNRS/ 3 UPS/2 C2D)  
 89 Doctorants / 22 Post-doctorants et contractuels recherche

Hygiène, Sécurité, Conditions de Travail

Assistants de prévention  
 L. AMELET, C. MARTEL, R. BOYER, C. CHIRON, L. ETCHEVERRY, J.P. TOIRE

Correspondants es  
 Egalité des genres : C. ALBAZI  
 Développement Durable : V. GERRAUD, J.C. REMISY  
 Communication : C. ALBAZI, S. DESCLAUX  
 Partenariat/Valorisation : C. FINANCES

Embauche : C. JOANNIN-CASSAN  
 Formation : L. LATAPÉ  
 Europe/International : P. GROS

Directeur : Pascal FLOUQUET (PR-INP)  
 Directeurs adjoints : Christine FRANCES (DR-CNRS) – Pierre GROS (PR-UPS)

**Communication**  
 C. LERMETON TOUCHE  
 C. LABREVÈRE (contractual)

**Démarche d'amélioration**  
 C. COETIER  
 D. ROZDREAU

**Service Administratif et Financier – Resp. P. Ulliana – Secrétaire Générale- IEHC (CNRS)**  
 Pôle Gestion : Services Généraux – Logistique  
 Commandes - Missions Suivi des contrats Gestion non permanents

**Site de Labège**  
 M. ESCOBAR-MUNOZ TCE (CNRS)  
 C. LERBERTON TCH (INF)  
 C. LOURNON TCE (CNRS)  
 B. VOULLAUMET TCH (INF)  
**Site de Rangueil**  
 F. BARAZZUTI TCE (CNRS) INF  
 N. KHOUARIE ATRF P1 (UPS) INF

**Site de Labège**  
 G. BOUCAU ATRF P1 (INF)  
 A. PAULIP ATRF P1 (INF)  
 C. TAURINES\* ATRF P1 (UPS) INF

**Site de Rangueil**  
 N. KHOUARIE ATRF P1 (UPS) INF

**Service Technique**  
**Site de Labège – Resp. P. Destrac IGRHC (INP) \* ssm**

**Site de Rangueil**  
 Resp. P. Robin IR (CNRS) ssm

**Compétences thématiques**

Barreau d'études	Mécanisme	Fabrication Microfluidique	Réacteurs	Instrumentation	Exploitation de prototypes	Contrôle commande	Conception – Montage – Instrumentation
Responsable P. DA COSTA IEHC (CNRS)	Responsable D. HANBERT TCE (INF) (contractual)	Responsable P. DESTRAC IEHC (CNRS)	Responsable L. HAINE IEHC (CNRS)	Responsable P. COLOMBES ASI (UPS)	Responsable G. HIRIÈRE AI (CNRS)	Responsable S. GASPARD TCH (UPS)	
Chimie des procédés G. SENE IEHC (INF)*	B. BOYER AI (CNRS)	Opérateurs Mécanisme ATRF P1 (INF)	G. MILET TCH (C2D) (INF)*	F. COLMÈS ASI (UPS)			
Mélanges et Flus Microfluidique M. MURICE ASI (C2D) (INF)	M. MURICE ASI (C2D) (INF)	G. MILET ATRF P1 (INF)	F. EGZATE TCH (INF)				
L. LATAPÉ IEHC (CNRS) ssm	A. FONTER IEHC (INF) ssm	R. TALAIE TCE (INF)	T. MEGARIS TCE (INF)				
		S. ZEKKI TCH (INF)*	E. PRÉTOT ASI (INF)*				

**Service Analytique – Resp. J.F. Blanco IGRHC (INP) \* ssm**

Service Analyse et Procédés	Site de Labège	Cellule Mesure et Analyse	Site de Rangueil
D. SUTTER IEHC (CNRS)	N. BOUYER IEHC (INF)*	N. BOUYER AI (CNRS) ssm	
C. REY IEHC (CNRS)	C. CHIRON IEHC (INF)	C. CHIRON AI (CNRS) ssm	
M. EL SOLH BETHNAIE IEHC (INF)	S. DESCLAUX IEHC (INF)	S. DESCLAUX IEHC (CNRS) ssm	
A. VANDENBOESCHE IEHC (INF)*	B. DUSTOU ASI (UPS) ssm	B. DUSTOU ASI (UPS) ssm	
C. TAURINES* ATRF P1 (INF) ssm	L. LATAPÉ IEHC (CNRS) ssm	L. LATAPÉ IEHC (CNRS) ssm	

**Optique**  
 E. CID IR (CNRS) ssm

**LC-MS**  
 L. LATAPÉ IEHC (CNRS) ssm

**Diffusion Rayons X (SAXS)**  
 P. ROBIN IR (CNRS) ssm

**Calcul**  
 I. TOUCHE IEHC (INF)

**DEPARTEMENTS SCIENTIFIQUES**

- GM2D** Génies des Interfaces et des Milieux Divisés  
 M. ABRAS MCF (ENSACET-INF)  
 P. BACONN PR (PSI-UPS)  
 V. BOUYER AI (CNRS) – INHN  
 C. CHIFFOLEAU PR (PSI-UPS)  
 L. CID IR (CNRS) – INHN  
 C. COETIER MCF (PSI-UPS)  
 S. DUSTOU ASI (PSI-UPS) – INHN
- PE** Procédés Electrochimiques  
 C. MARTEL DR (CNRS)  
 P. CHAMLOUT PR (PSI-UPS)  
 P. CHAVNET MCF (PSI-UPS)  
 C. CHIRON AI (CNRS) – INHN  
 S. DUSTOU ASI (PSI-UPS) – INHN
- IRPI** Ingénierie des Réacteurs Polyphasiques Innovants  
 C. ANDRIANTERANA MCF (INT-UPS)  
 K. ANSAT PR (ENSACET-INF)  
 L. BATHIE MCF (ENSACET-INF)  
 A.M. BILLET PR (ENSACET-INF)  
 B. BISCAYS DR (CNRS)  
 F. BOURDES PR (ENSACET-INF)  
 L. CASSATRE DR (CNRS)
- Bioprocédés & Systèmes Microbiens**  
 C. ALBAZI DR (CNRS)  
 M. ALIET MCF (ENSACET-INF)  
 L. AMBLET TCH (PSI-UPS)  
 R. BARRISOT DR (CNRS)  
 A. BERGEL DR (CNRS)  
 J. BORNHOT MCF (ENSACET-INF)  
 J. BOURGALOT TCH (C2D) (ENSACET-INF)  
 C. BRANDAM PR (ENSACET-INF)
- STPI** Sciences et Technologies des Procédés Intensifiés  
 J. AUBIN DR (CNRS)  
 J. BERTRAND DR (CNRS) ssm  
 J.F. BLANCO IEHC (ENSACET-INF) ssm  
 M. CABASSUD PR (INT-UPS) ssm  
 S. CAMY PR (ENSACET-INF)  
 P. CONNET PR (ENSACET-INF)  
 J.S. CONDORET PR (ENSACET-INF)  
 M. DELMAS PR (ENSACET-INF) ssm
- PSI** Procédés & Systèmes Industriels  
 P. FLOUQUET PR (ENSACET-INF)  
 V. GERRAUD DR (CNRS)  
 G. HETREUX MCF (ENSACET-INF)  
 A. DI FORTINO MCF (ENSACET-INF) ssm  
 P. DODDIERIE MCF (ENSACET-INF) ssm  
 F. FARE MCF (ENSACET-INF) ssm

**SERVICES D'APPUI À LA RECHERCHE**

**3Bcar**  
**UNIVERSITÉ TOULOUSE III PAUL SABATIER**  
**INP**  
**Université de Toulouse**

2024-03-01

## Service Analytique du LGC

- 1 service d'appui à la recherche
- 2 sites toulousains : Rangueil et Labège
- 2 Plateformes analytiques



□ 12 personnels

- 500 m<sup>2</sup> de laboratoire
- ≈ 2 750 k€ HT de matériels analytiques
- 55 équipements physico-chimiques
- ≈ 100 k€ HT/an

# Cellule Mesures et Analyses – CMA – Site LGC UT3 - Rangueil

La Cellule Mesures et Analyses (CMA) est un service interne au LGC, permettant le regroupement sur le site de l'Université Toulouse III-Paul Sabatier, d'équipements analytiques à caractère collectif en appui aux équipes de recherche.

## Appareils CMA :

- 2 COT Analyseur de carbone
- TNM Azote Analyseur d'azote
- Rugosimètre 3D
- Rhéomètre
- Chromatographie Ionique HPIC (anions et/ou cations)
- CPG double voie (inj SSL/dét. FID + inj. On Column/ det. NPD)
- 3 HPLC : détecteur UV , détecteur DAD, détecteur UV + RI
- 1 Spectrophotomètre UV- visible (option logiciel multi-composants et régulateur thermique agité)
- ICP – OES (analyse des éléments)
- MEB + EDX
- Analyseur Carbone-Soufre ...



## Appareils inter-laboratoires :

- Tensiomètre 3S – LGC/CIRIMAT
- Goniomètre – LGC/CIRIMAT
- Turbiscan – LGC/CIRIMAT
- Nanosizer ZS90 – LGC/Fermat
- Cytomètre à flux – LGC/Fermat



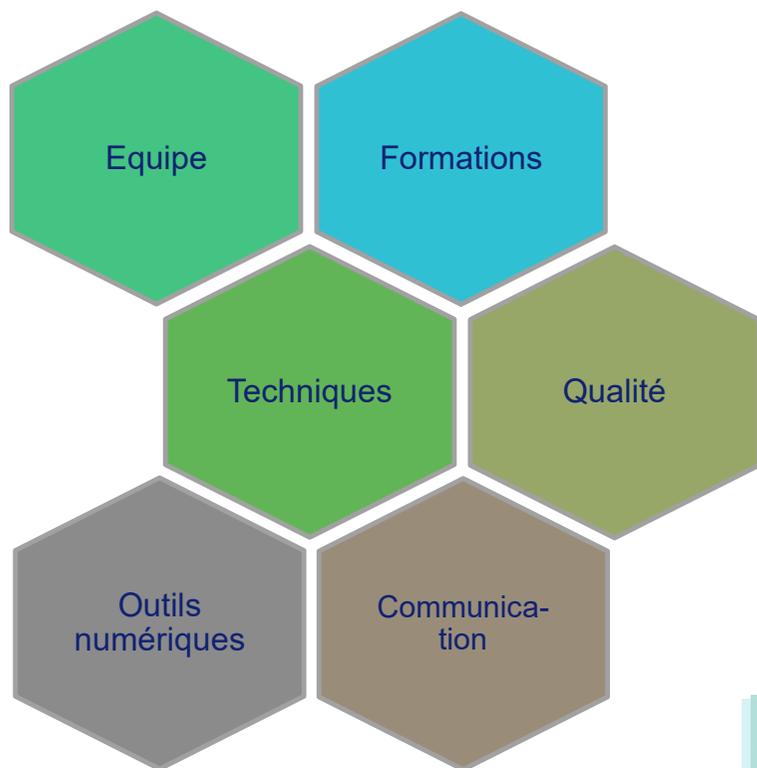
**CMA**<sup>®</sup>  
Cellule Mesures et Analyses

<https://lgc.cnrs.fr/services/cma/cma@chimie.ups-tlse.fr>



Jean-François BLANCO, Laboratoire de Génie Chimique (LGC), CNRS, Toulouse

# Cellule Mesures et Analyses – CMA – Site LGC UT3 -Rangueil



## Quelques chiffres :

- Surface analytique : 105 m<sup>2</sup>
- Parc: 775 k€ HT
- 22 équipements physico-chimiques
- 45 k€ / an

**CMA**<sup>®</sup>  
Cellule Mesures et Analyses



***UNE EQUIPE***

**Equipe** pluridisciplinaire constituée de 5 personnels (ITRF UT3 + ITA CNRS) :  
Vincent Bouvier, Christelle Chiron, Sandrine Desclaux, Brigitte Dustou, Laure Latapie.

# Service Analyse et Procédés - SAP – Site LGC Toulouse-Labège

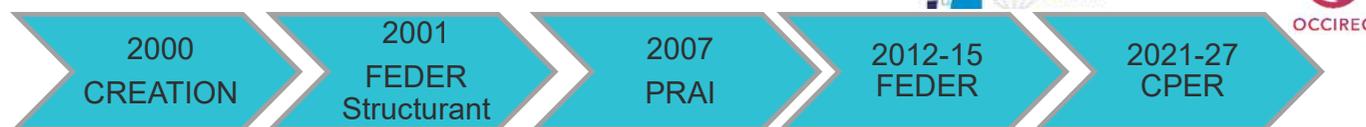


UNE PLATEFORME MUTUALISÉE AU SEIN DU LGC AVEC UNE **OUVERTURE AUX SECTEURS ACADÉMIQUES ET INDUSTRIELS**

## DES MISSIONS :

- Proposer aux équipes de recherche du LGC des analyses physico-chimiques répondant à leurs attentes scientifiques et techniques
- Permettre à des clients externes (laboratoires, entreprises) de bénéficier de cette expertise
- Assurer la gestion technique du parc analytique
- Former des utilisateurs d'appareils de ce parc analytique
- Développer une démarche d'amélioration continue selon ISO 9001

## UNE HISTOIRE :

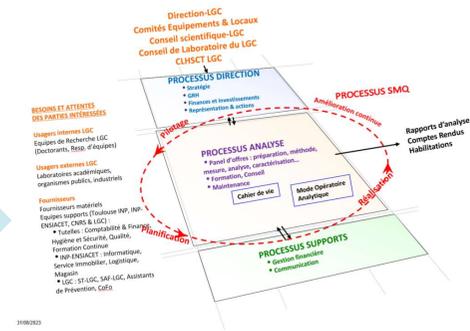


# Service Analyse et Procédés - SAP – Site LGC Toulouse-Labège



## Certification ISO 9001 : 2015 - AFNOR :

Renouvellement 2023 (-> 3ans)



## Labélisation PF Université de Toulouse :

Portail Lab-Connect



<https://lab-connect.univ-toulouse.fr/plateformes/SAP>

SAP



Service Analyse et Procédés



## EXEMPLES DE COLLABORATION

### Académiques

LCA, LCC, INSA, CEMES, CIRIMAT, ONERA, IMFT, IMRCP, TBI, LAPLACE, INRA...

### Industrielles

Polymem, Institut de Recherche Pierre Fabre, Agronutrition, Caragum International, Malvern Instruments, Marion Technologies, Etienne Lacroix Group, Grimberg, Unither, Stallergenes, Laboratoires Expanscience, Manes, Terreal, Lallemand, Solvay, Teknimed, SEPPIC-Biotechmarine, Gentigel, Sogefi Groupe, Pernod-Ricard, SREM ...



↪ Grille tarifaire ou devis sur demande

# Service Analyse et Procédés - SAP – Site LGC Toulouse-Labège

SAP



Service Analyse et Procédés



## QUELQUES CHIFFRES STRUCTURELS

- Surface analytique : 370 m<sup>2</sup>
- Valeur Parc: ≈ 2 000 k€ HT
- 32 équipements physico-chimiques
- Fonctionnement : 60 k€ /an
- Investissement: 150-200 k€ / an

## QUELQUES CHIFFRES ACTIVITES (2023)

- Habilitations : 70
- Echantillons : 2 500
- Enregistrements : 215
- Constats ISO : 80
- Partenariats : 2
- Réservations en ligne\* : 650

## UNE EQUIPE

**Responsable du service :**  
Jean-François Blanco

**Responsables techniques :**

- Marie-Line de Solan Bethmale
- Gwénaëlle Guittier
- Marie-Line Pern
- Christine Rey-Rouch
- Anaïs Vandebossche

**Gestionnaire :**  
Christine Taurines



Jean-François BLANCO, Laboratoire de Génie Chimique (LGC), CNRS, Toulouse

# Service Analyse et Procédés - SAP - Parc instrumental

## 6 domaines d'expertise - 32 Equipements analytiques

### Analyse thermique



- Analyse thermogravimétrique (ATG)
- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)
- Analyse couplée (ATG-FTIR)



### Caractérisation des poudres



- Granulométrie Diffraction de la lumière
- Granulométrie Diffusion de la lumière et potentiel Zéta
- Morphologie
- Pycnométrie à l'hélium
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Porosimétrie
- Analyse couplée (Microscope confocal RAMAN)



### Analyse physico-chimique



- Pycnométrie liquide
- Rhéologie et viscosité
- Tension interfaciale et angle de contact
- Mesure de l'indice de réfraction
- Carbone organique total (COT)



### Chromatographie



- Chromatographie gaz (FID, TCD)
- Chromatographie liquide (HPLC, UHPLC-DAD)
- Analyse couplée (GC-MS)



### Analyse chimique élémentaire



- ICP-AES
- MEB détecteur EDX (spectroscopie de rayons X)



### Spectroscopie



- UV-Visible
- Réfractométrie
- FTIR
- Spectroscopie de Masse
- RAMAN



SAP



Service Analyse et Procédés

### Analyse physico-chimique

- Pycnométrie liquide
- Rhéologie et viscosité
- Tension interfaciale, superficielle, énergie de surface et angle de contact
- Mesure de l'indice de réfraction
- Carbone organique total (COT)

### Analyse thermique

- Analyse thermogravimétrique (ATG)
- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)
- Analyse couplée (ATG-FTIR)

### Caractérisation des poudres

- Granulométrie Diffraction de la lumière
- Granulométrie Diffusion de la lumière et potentiel Zéta
- Morphologie
- Pycnométrie à l'hélium
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Porosimétrie
- Analyse couplée (Microscope confocal RAMAN)

### Chromatographie

- Chromatographie gaz (FID, TCD)
- Chromatographie liquide (HPLC, UHPLC-DAD)
- Analyse couplée (GC-MS)

### Analyse chimique élémentaire

- ICP-AES
- MEB détecteur EDX (spectroscopie de rayons X)

### Spectroscopie

- UV-Visible
- Réfractométrie
- FTIR
- MS
- RAMAN



# CARACTERISATION DES POUDRES ET PARTICULES

## Caractérisation des poudres



- Granulométrie Diffraction de la lumière
- Granulométrie Diffusion de la lumière et potentiel Zéta
- Morphologie
- Pycnométrie à l'hélium
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Porosimétrie
- Analyse couplée (Microscope confocal RAMAN)

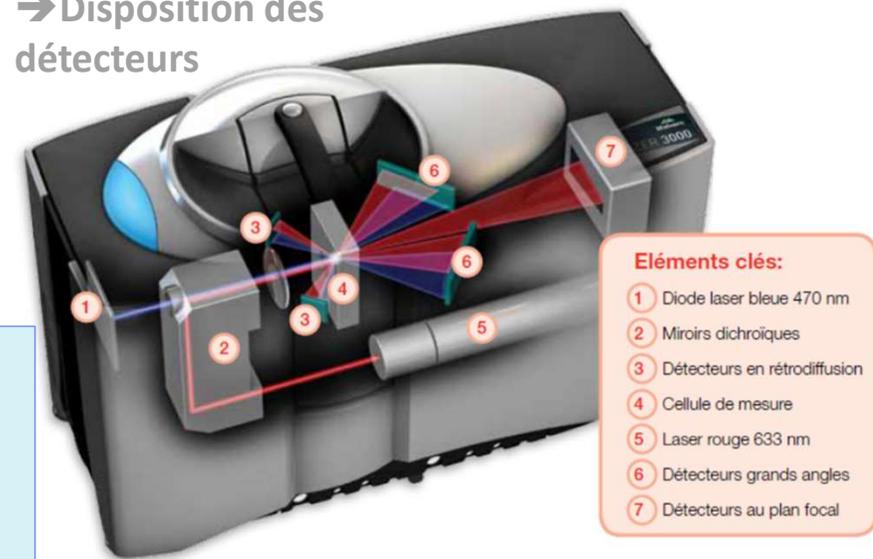
## ➤ MASTERSIZER 3000

$\lambda = 633 \text{ nm (VH et VS)}$  et  $466 \text{ nm (VH)}$   
 0,01 à 2100 $\mu\text{m}$  (VH) ; 0,1 à 3500  $\mu\text{m}$  (VS)

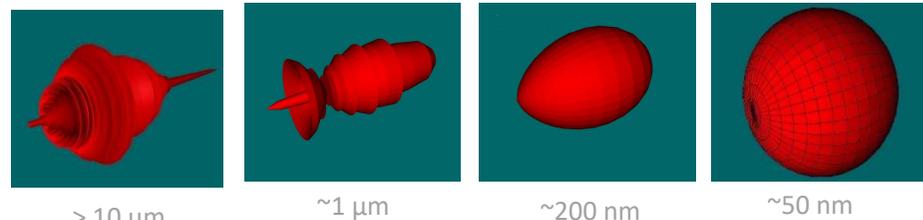
- Acquisition :  
 Diffraction et diffusion de la lumière  
 Milieu dilué transparent
- Conditions d'utilisation :  
 Voie sèche (VS)  
 Pression d'air (0,1 à 4 bars)  
 Voie humide (VH) ~150mL  
 Débit pompe:  
 minimum 1000 tr/min - Ultra sons ou pas ...  
 pompe péristaltique en aspiration  
 Indices optiques éch./milieu (Théorie de Mie)



## ➔ Disposition des détecteurs



- Éléments clés:**
- 1 Diode laser bleue 470 nm
  - 2 Miroirs dichroïques
  - 3 Détecteurs en rétrodiffusion
  - 4 Cellule de mesure
  - 5 Laser rouge 633 nm
  - 6 Détecteurs grands angles
  - 7 Détecteurs au plan focal



➔ Images de diffusion des particules est fonction de leur taille

- **Résultats :**  
 - Centiles, D[4,3], D[3,2], Diamètres généraux  
 - Norme ISO 13320 et Pharmacopée Européenne

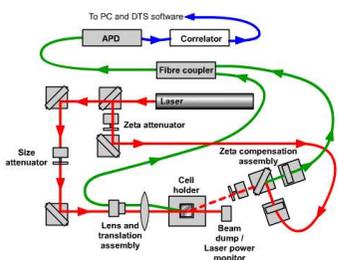
# CARACTERISATION DES POUDRES ET PARTICULES

## Caractérisation des poudres



- Granulométrie Diffraction de la lumière
- Granulométrie Diffusion de la lumière et potentiel Zéta
- Morphologie
- Pycnométrie à Hélium
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Porosimétrie
- Analyse couplée (Microscope confocal RAMAN)

## → Principe de la mesure

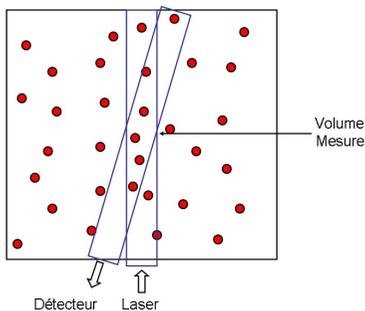


## ➤ NANO ZETASIZER

Détermination de **taille de particules**

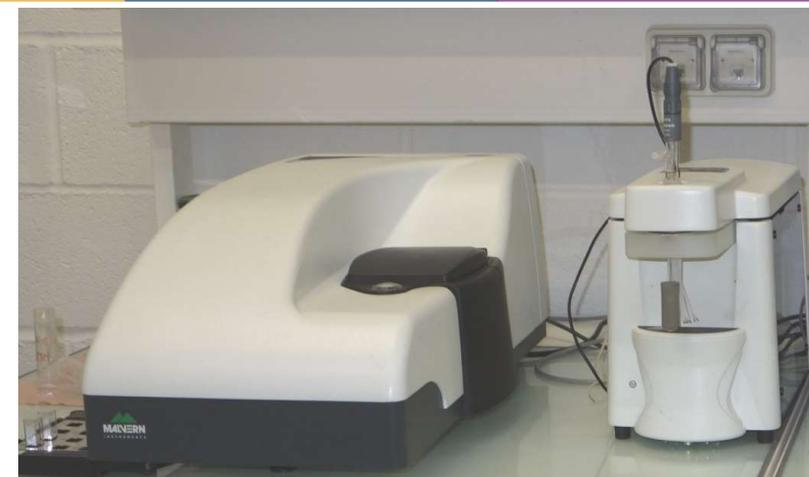
$\lambda = 633 \text{ nm}$  0,6 à 6000nm

- Acquisition :
  - Diffusion de la lumière à  $173^\circ$
  - Mouvement Brownien
  - Milieu « concentré »
- Conditions d'utilisation :
  - Suspensions stables – 12 $\mu\text{L}$  à 2mL
  - Température : 10 à 90°C
  - Viscosité milieu



## ■ Résultats :

- Diamètre Intensité ( $d^6$ )
- Diamètre Volumique (Indices optiques éch./milieu)



## ➤ NANO ZETASIZER

Détermination du **potentiel zéta**

$\lambda = 633 \text{ nm}$  ;

- Conditions d'utilisation :
  - Taille nécessaire :  $3,8\text{nm} < d < 10\mu\text{m}$
  - Concentration max : 40% (v/v)
  - 150  $\mu\text{l}$  minimum
  - Conductivité max. 200 mS/cm
  - Cellule de mesure réutilisable
- Titracteur automatique :
  - pH, conductivité ou dosage d'additifs



## ■ Résultats :

- Gamme de potentiel zéta :  $0 \rightarrow \infty$

# CARACTERISATION DES POUDRES ET PARTICULES

## Caractérisation des poudres



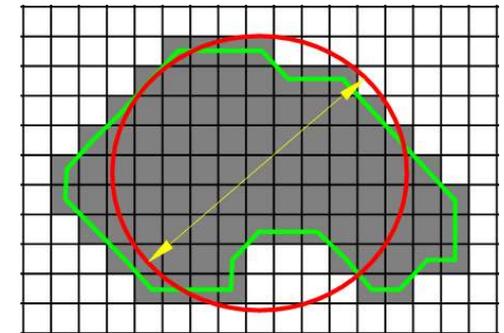
- Granulométrie Diffraction de la lumière
- Granulométrie Diffusion de la lumière et potentiel Zéta
- Morphologie
- Pycnométrie à l'hélium
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Porosimétrie
- Analyse couplée (Microscope confocal RAMAN)

## ➤ MORPHOLOGI G3S

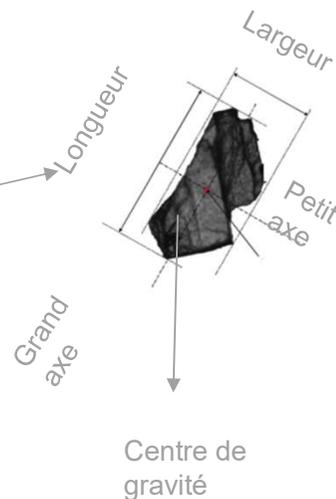
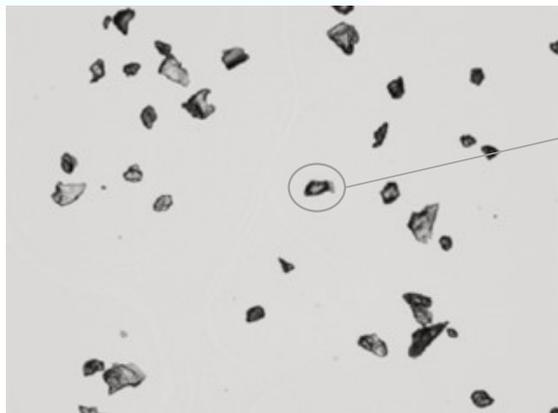
Caractérisation de particules par visualisation optique et comptage

$\lambda = 633 \text{ nm}$  0,5 à 3000 $\mu\text{m}$

- ➔ Visualisation optique et comptage
  - ✚ X1, x2,5, x5, x10, x20, x50
  - ✚ 0,5 à 3000 $\mu\text{m}$  par plages
- ➔ Conditions d'utilisation
  - ✚ Cellule Voie Sèche 0,8 à 4 bars
  - ✚ Cellule Voie Humide en statique



- Surface de la particule
- Disque de surface équivalente
- Périmètre de la particule
- ◆ Diamètre du disque de surface équivalente



### ■ Résultats :

- Diamètre du cercle équivalent
- Longueur, largeur, périmètre, surface,
- Facteur de forme, circularité, convexité,
- Intensité ...

➤ Microscope Confocal RAMAN: Renishaw

# CARACTERISATION DES POUDRES ET PARTICULES

## Caractérisation des poudres



- Granulométrie Diffraction de la lumière
- Granulométrie Diffusion de la lumière et potentiel Zéta
- Morphologie
- Pycnométrie à l'hélium
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Porosimétrie
- Analyse couplée (Microscope confocal RAMAN)



## Porosimétrie - BET:

### ➤ BEL\_Japan, BELSORP Max

Détermination de diamètres de pore [0,35nm-500nm] MICROPOROSITÉ

- Acquisition :
  - Volume mort : He
  - Mesure: Krypton ou azote
- Conditions d'utilisation :
  - Prétraitement in-situ (450 ° C)
  - UltraVide ( $1,6 \cdot 10^{-8}$  mbar =  $1,6 \cdot 10^{-6}$  Pa)

- Résultats :
  - Mesure de surface spécifique (BET)
  - Distribution de tailles de pores
  - Détermination de volume poreux
  - ...

### ➤ BEL\_Japan, BELSORP Mini II ; Micromeretics Tristar II plus

Détermination de diamètres de pore [0,35nm-200nm] MÉSOPOROSITÉ

- Acquisition : idem
- Conditions d'utilisation :
  - Prétraitement in-situ (400 ° C)
  - Vide moyen ( $3 \cdot 10^{-3}$  mbar = 0,3 Pa)

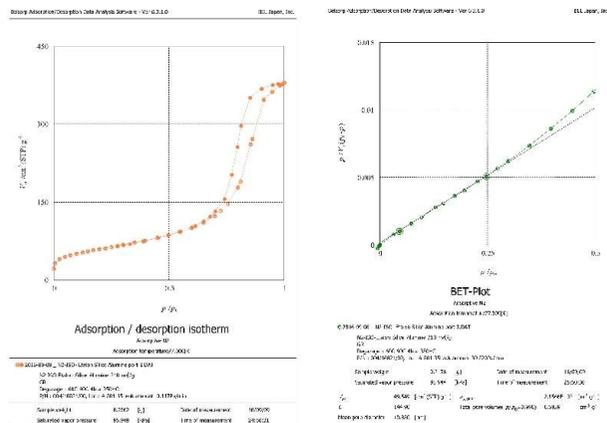
### ➤ Micromeretics AUTOPORE IV Hg

Détermination de diamètres de pore [2nm-350nm] MÉSOPOROSITÉ et MACROPOROSITÉ

- Acquisition : intrusion, physisorption de mercure
- Conditions d'utilisation :
  - Prétraitement, séchage
  - Domaine de pression ( 35 mbar = 0.0035 MPa – 400 MPa =  $4 \cdot 10^3$  Bar)



## Méthode Brunauer, Emmett et Teller



# ANALYSE PHYSICO-CHEMIQUE

## Analyse physico-chimique



- Pycnométrie liquide
- Rhéologie et viscosité
- Tension interfaciale et angle de contact
- Mesure de l'indice de réfraction
- Carbone organique total (COT)



## ➤ Anton Paar DMA1001

Densimètre liquide

Plage de mesure : 0 à 3 g/cm<sup>3</sup>

Incertitude de la mesure :  $\pm 1 \times 10^{-4}$  g/cm<sup>3</sup>

Température: 15-40°C

USP <841> et Pharmacopées



<https://www.anton-paar.com/fr-fr/produits/details/c-di>

## ➤ Malvern/Netzsch Kinexus Pro+

Rhéomètre

Mesures: en mode écoulement (cisaillement), fluage (repos) ou oscillation (déformation)

Température: 40-200°C

## ■ Résultats :

- Densimétrie liquide
- Viscosité
- Modules élastiques, thixotropie, seuil d'écoulement,
- Caractère visco-élastique
- Tensiométrie,
- Mouillabilité,
- ...

## ➤ KRÜSS DSA 100

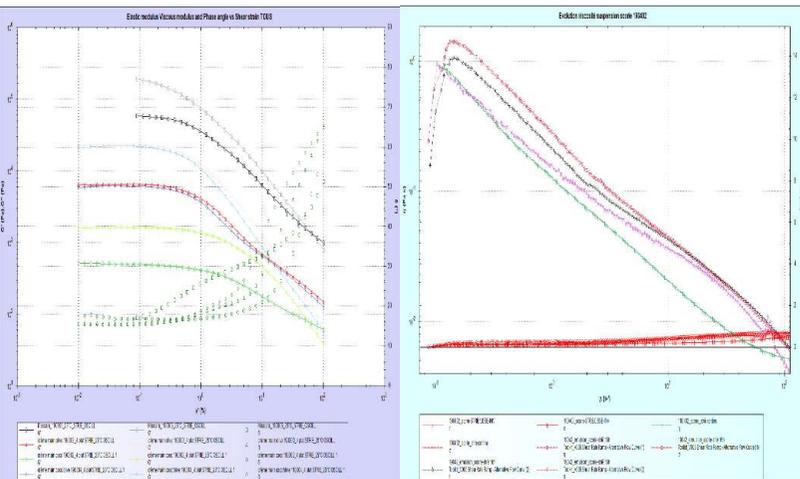
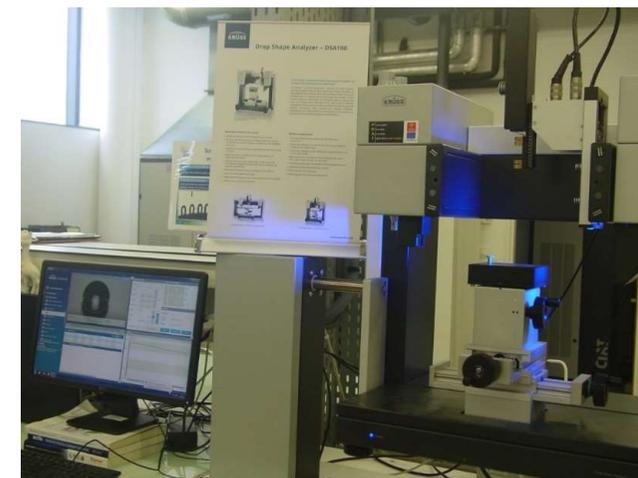
Tensiomètre

Mesures: en goutte pendante ou montante (tension ou CMC)

En goutte posée (angle de contact, force adhésive, énergie de surface)

Température: 5-100°C

➤ Partenariat KRÜSS



# CHROMATOGRAPHIE en phase gazeuse ou liquide

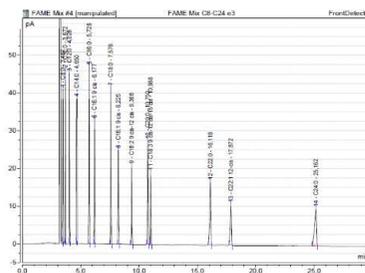
## Chromatographie



- Chromatographie gaz (FID, TCD)
- Chromatographie liquide (HPLC, UHPLC-DAD)
- Analyse couplée (GC-MS)

## ➤ THERMO SCIENTIFIC CPG TRACE

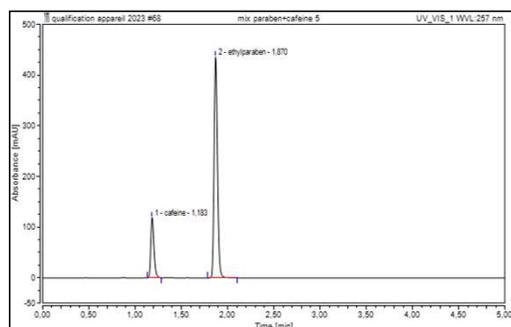
- CPG Trace 1300 et 1310
- Passer d'échantillons
- Injecteur split/splitless
- Détecteur FID; TCD
- Analyseur Spectrométrie de Masse
- Domaine mesure: ppm-ppb



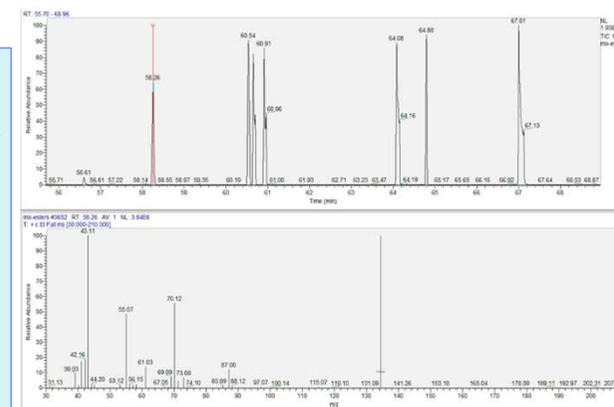
CPG -Spectrométrie de Masse

## ➤ THERMO SCIENTIFIC UHPLC et HPLC

- UHPLC Vanquish Flex; HPLC Accela
- Passer d'injection
- Détecteur UV-Vis; Barrette de Diodes (DAD)
- Gamme spectrale: 190-800nm
- Domaine mesure: ppm



- Résultats :
- Détection de composés en mélange
- Identification structurale
- Dosage d'espèces majoritaire et/ou minoritaire
- Recherche impuretés,
- ...



UHPLC-DAD (pompe 1000 bars)

# ANALYSE CHIMIQUE ELEMENTAIRE : ICP-OES

Analyse chimique  
élémentaire



+ ICP-AES  
+ MEB détecteur EDX (spectroscopie de  
rayons X)



## ➤ ICP- OES

**Domaine de mesure :**  $\mu\text{g/L}$  au  $\text{g/L}$

**Gamme spectrale :** 120 nm à 800 nm

**Préparations d'échantillon :**

- Attaque acide à chaud
- Micro-ondes
- Perles de fusion

**Marque :** HORIBA Ultima Expert

**Acquisition:** 2023

### ■ Résultats :

Permet de réaliser :

- des recherches d'éléments dissous
- des dosages d'éléments chimiques en solution aqueuse
- ...



# ANALYSE CHIMIQUE ELEMENTAIRE : MEB-EDX

Analyse chimique  
élémentaire



+ ICP-AES  
+ MEB détecteur EDX (spectroscopie de  
rayons X)

2 MEB équipés de détecteurs EDX permettant de réaliser des analyses chimiques élémentaires de surface des échantillons placés dans la chambre du microscope.

➤ Un **MEB-FEG JEOL JSM 7100F TTLS** équipé d'un EDX XMax large Area SDD detectors de Oxford Instruments

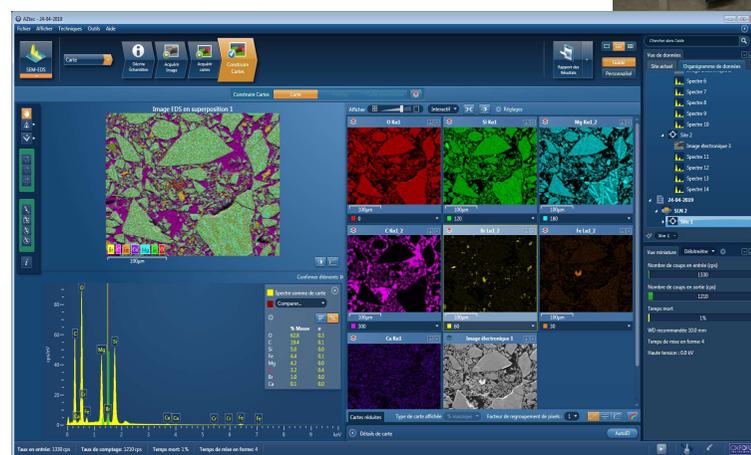
- Détection à partir du Béryllium ( $\text{Be}^4$ )
- Surface active  $50\text{mm}^2$



## ■ Résultats :

Permet de réaliser :

- des spectres
- du mapping
- des lignes de profils
- ...



# ANALYSE CHIMIQUE ELEMENTAIRE : MEB-EDX

Analyse chimique  
élémentaire

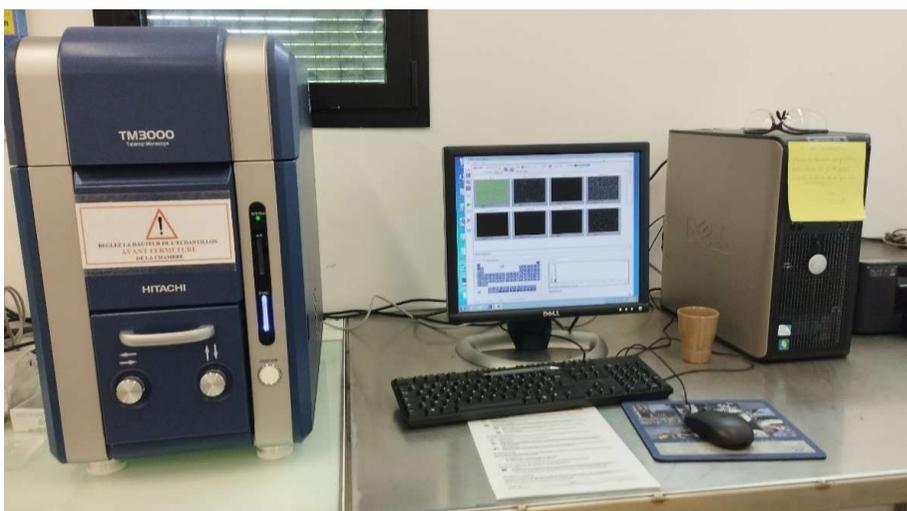


+ ICP-AES  
+ MEB détecteur EDX (spectroscopie de rayons X)



Un **MEB Tabletop HITACHI TM300** équipé d'un détecteur EDX  
SwiftED3000 de Oxford Instruments

➤ Détection des éléments: B<sup>5</sup> ~ Am<sup>95</sup>



## ■ Résultats :

Permet de réaliser :

- des analyses de surfaces
- des spectres
- du mapping
- des analyses de points multiples
- ...

# SPECTROSCOPIE : FTIR, Raman, UV-Vis, RI



## → Microscope Confocal RAMAN: InVia™ Qontor®

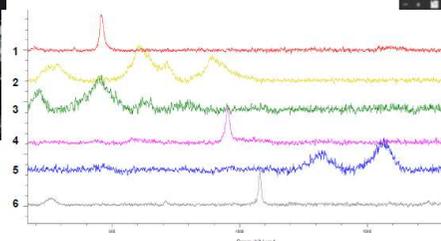
- Mesure et cartographie RAMAN
  - Observation en champ clair et champ sombre
  - Observation en transmission en champ clair
  - x5 DF, x10 DF, x20 DF, x50 LDF, x100 DF
- Caméra Visualisation CCD

## → FTIR

Nicolet IS10 ThermoScientific  
4000 à 400 $\text{cm}^{-1}$ , Mode Transmission (gaz & lamelles de solide) et réflexion (ATR diamant)

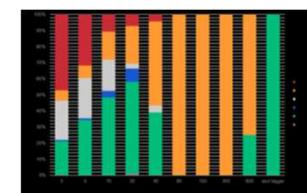


- Lasers : 532 nm et 785 nm
- Gamme spectrale : 100  $\text{cm}^{-1}$  à 4000  $\text{cm}^{-1}$



## □ Option « Particles Analysis »

- Obtention de cartographies sur des poudres
- Réalisations de mesures morphologiques
- Corrélations entre analyse morphologique et moléculaire





Laboratoire de Chimie  
de Coordination  
UPR -8241



**FIT**

**17-18 juin 2024**

## Partenariat KRÜSS

Jean-François BLANCO

[jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr](mailto:jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr) & [sap@ensiacet.fr](mailto:sap@ensiacet.fr),

[www.lgc.cnrs.fr](http://www.lgc.cnrs.fr)



En plus des missions du SAP qui impliquent des activités de soutien à la recherche (prestations internes) et des prestations externes, le SAP est également sollicité par des instrumentiers, pour des partenariats.

- ☞ Le SAP est le laboratoire prestataire officiel pour **Malvern France**.
- ☞ Une convention de partenariat a été signée **en 2023** avec la **société Krüss GmbH**.

Krüss GmbH est une entreprise familiale, fondée en 1796, dirigée par son propriétaire depuis huit générations. Elle est identifiée comme développeur et fabricant allemand d'instruments de mesure scientifiques pour **l'analyse des interfaces et des mousses**.

Krüss est leader mondial du marché des **tensiomètres** et des instruments de mesure de l'**angle de contact** et des **énergies de surface**.

Outre son siège social à Hambourg, Krüss GmbH possède **des succursales** et des représentants dans 27 pays et exploite ses propres laboratoires ainsi qu'un **centre de formation en chimie des interfaces**.



# Convention KRÜSS

La convention qui unit les établissements

a pour **objectifs** :



*La société installe et expose au SAP, les derniers modèles d'équipements analytiques qu'elle commercialise*

*Elle procède à des démonstrations à destination de ses clients, avec un agent du SAP.*

*En contrepartie de quoi, le SAP peut utiliser ces équipements analytiques afin de réaliser des mesures pour le compte des équipes de recherche du LGC ou pour des clients externes du LGC.*

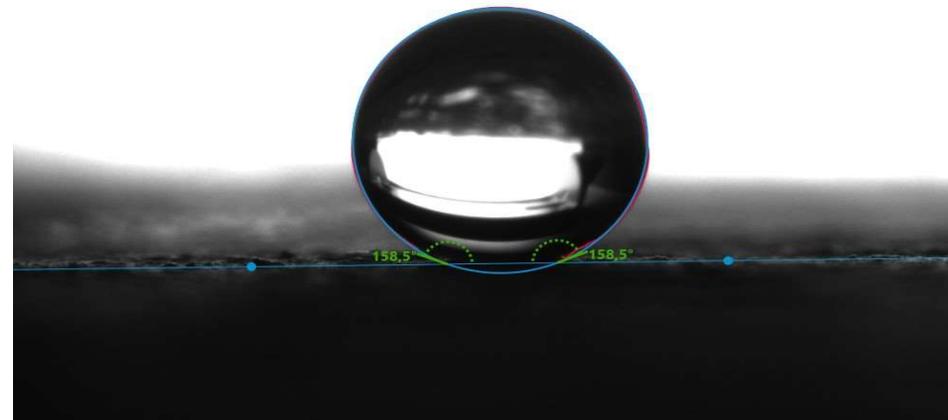
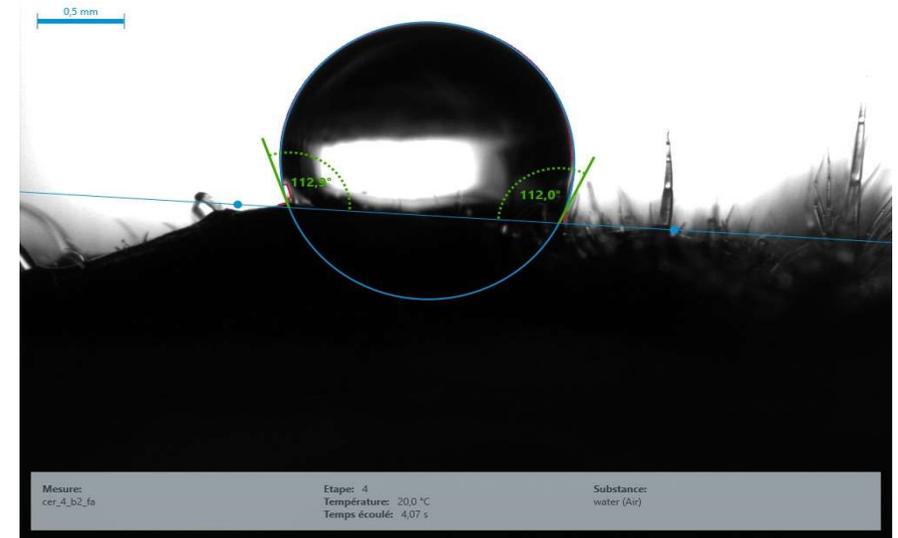
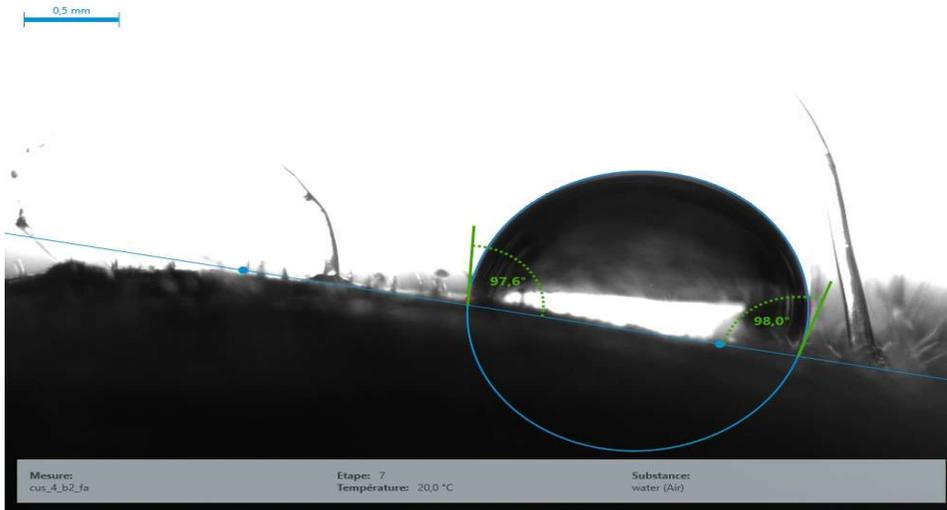
*De plus, des ateliers et workshops seront organisés au sein de l'ENSIACET qui mettra à disposition ses structures (locaux, service communication).*

Après une période de mise au point (notamment juridique), le SAP et la société Krüss ont reçu, en 2024, 5 clients externes pour des démonstrations et essais, et concrétisé **2 prestations** :

- Détermination des performances de mouillabilité de traitements phyto sanitaires sur des feuilles de tomates de différentes souches.
- Comprendre des problèmes aléatoires d'adhésion pérenne de traitements (primaires, laques, etc) sur des tôles de zinc.

# Applications : mesure de mouillabilité

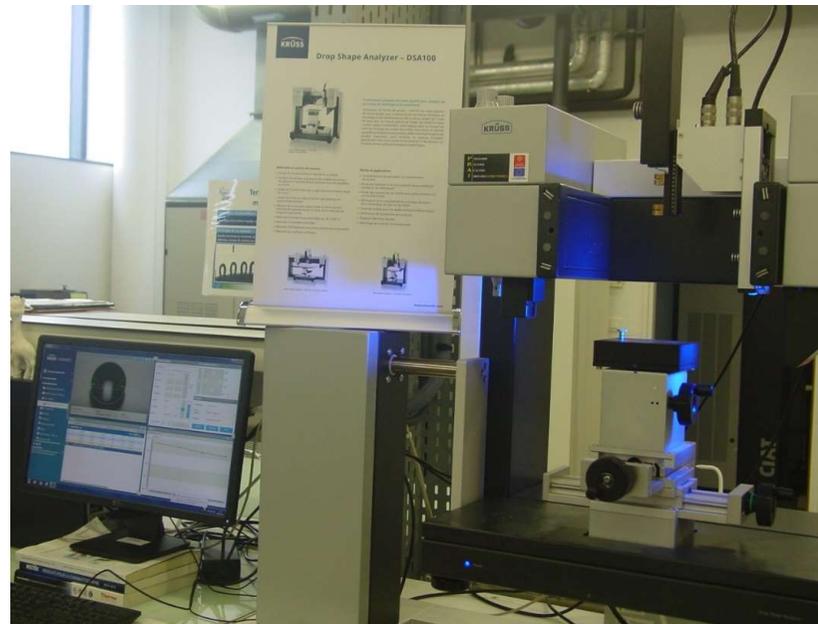
## Goutte posée, mesure de mouillabilité



# Equipements KRÜSS

## DSA 100 (Krüss)

- Tension superficielle,
- Tension interfaciale,
- Angle de contact statique et dynamique...  
(méthode optique)



<https://www.kruss-scientific.com/en-US/products-services/products/dsa100e>

## MSA & MSA FLEX (Krüss)

- Mouillabilité,
- Polarité,
- énergie de surface,
- Pouvoir adhésif...  
(méthode optique)



<https://www.kruss-scientific.com/en-US/products-services/products/msa-one-click-sfe>

Jean-François BLANCO, Laboratoire de Génie Chimique (LGC), CNRS, Toulouse

# Equipements KRÜSS

## Tensiio (Krüss)

- \* Concentration critique micellaire (CMC),
- \* Tension superficielle & interfaciale... (par arrachement de lame ou anneau)



<https://www.kruss-scientific.com/en-US/products-services/products/tensiio>



# Equipements KRÜSS - SAP



SAP



Service Analyse et Procédés

<https://lgc.cnrs.fr/services/sap/>

**KRÜSS**

<https://www.kruss-scientific.com/en-US>

Contact partenariat Krüss:

Jérémy Cohen

[J.Cohen@kruss.fr](mailto:J.Cohen@kruss.fr)



Laboratoire de Chimie  
de Coordination  
UPR -8241



Forum sur l'Instrumentation scientifique  
en physico-chimie à Toulouse

**FIT 24**

**17-18 juin 2024**

## Exemples d'application

# Valorisation de CO<sub>2</sub> et de déchets minéraux par minéralisation

Jean-François BLANCO

[jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr](mailto:jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr) & [sap@ensiacet.fr](mailto:sap@ensiacet.fr),

[www.lgc.cnrs.fr](http://www.lgc.cnrs.fr)



# Valorisation de CO<sub>2</sub> et de déchets minéraux par minéralisation

## ❖ Equipe projet au LGC



Florent BOURGEOIS



Laurent CASSAYRE



Carine JULCOUR



ST-LGC



SAP-LGC

**Etudiants** : Adrien Dufourny (post-doc CARBOVAL 2020-2022), Amar Dandach (post-doc VITAMINE 2021-2022), Yin Yan Wong (Master CARMIN 2024)

### ➤ Partenaires des projets :

- **CARBOSCORIES/CARBOVAL** : LGC (Coord.), UGE, BRGM, CNRT, LMDC
- **VITAMINE** : EDF (Coord.), LGC, LMDC
- **CARMIN** : ICBMS (Coord.), LGC, VICAT

### Contacts:

[florent.bourgeois@ensiacet.fr](mailto:florent.bourgeois@ensiacet.fr),  
[carine.julcour@ensiacet.fr](mailto:carine.julcour@ensiacet.fr)

# Valorisation de CO<sub>2</sub> et de déchets minéraux par minéralisation

## ❖ Références

- C. Julcour, F. Bourgeois, B. Bonfils, I. Benhamed, F. Guyot, F. Bodéan, C. Petiot, E.C. Gaucher  
Development of an attrition-leaching hybrid process for direct aqueous mineral carbonation  
*Chemical Engineering Journal*, Volume 262, February **2015**, Pages 716–726
- F. Bourgeois, P. Laniesse, M. Cyr, C. Julcour-Lebigue  
Definition and Exploration of the Integrated CO<sub>2</sub> Mineralization Technological cycle  
*Frontiers in Energy Research*, Volume 8, June **2020**, 113
- C. Julcour-Lebigue, L. Cassayre, I. Benhamed, J. Diouani, F. Bourgeois  
Insights Into Nickel Slag Carbonation in a Stirred Bead Mill  
*Frontiers in Chemical Engineering*, Volume 2, November **2020**, Pages 1-15
- A. Dufourny, C. Julcour, J. Esvan, L. Cassayre, P. Laniesse, F. Bourgeois  
Observation of the depassivation effect of attrition on magnesium silicates' direct aqueous carbonation products  
*Frontiers in Climate*, Volume 4, August **2022**, 946735



Laboratoire de  
chimie de  
coordination  
UPR -8241



Forum sur l'Instrumentation scientifique  
en physico-chimie à Toulouse

**FIT 24**

**17-18 juin 2024**

**MERCI DE VOTRE ATTENTION**

**CMA**<sup>®</sup>  
Cellule Mesures et Analyses

<https://lgc.cnrs.fr/services/cma/>

Jean-François BLANCO

[jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr](mailto:jeanfrancois.blanco@toulouse-inp.fr)

**SAP**



Service Analyse et Procédés

<https://lgc.cnrs.fr/services/sap/>

**KRÜSS**

<https://www.kruss-scientific.com/en-US>

[www.lgc.cnrs.fr](http://www.lgc.cnrs.fr)

