

Vous l'attendiez avec impatience, voici la deuxième partie de l'interview de Cédric Guyon et Frédéric Rousseau !

Le Cercle : *Pouvez-vous à présent nous expliquer en quoi consistent vos travaux de recherches ?*

Cédric Guyon : Comme vous pouvez le voir, notre activité de recherche est quand même assez (mais pas totalement) décorrélée de ce que vous pouvez voir de nous en enseignement. Il n'y a pas de colonnes à distiller ni d'échangeurs de chaleur, même si on retrouve certains principes de transferts dans notre recherche. On a une activité qui est le développement de procédés plasma, avec une utilisation du plasma en lien avec les matériaux. Il y a une partie de l'équipe (avec Michael Tatoulian, Stéphanie Ognier et Mengxue Zhang) qui se concentre sur l'intensification des procédés en intégrant des plasmas dans les microsystèmes dans l'objectif d'y réaliser de la synthèse chimique. Nous, nous sommes plutôt sur la partie interaction plasma-matériaux.

L.C. : *Les travaux du labo étaient-ils déjà dans ces thématiques lorsque vous êtes arrivés ou ont-ils évolué ?*

C.G. : Historiquement jusqu'en 2014 c'était le labo génie des procédés plasma et traitement de surfaces. (Maintenant c'est l'Equipe 2PM : Procédés, Plasmas, Microsystèmes). On peut vous décrire ce qu'on a fait en thèse par exemple. J'ai travaillé sur les matériaux spatiaux. A l'époque (début des années 2000), l'idée était de caractériser des matériaux liés aux projets de vols habités. Quand une navette entre dans l'atmosphère, la « flamme rouge » que l'on voit autour du fuselage est un plasma (l'onde de choc excite les molécules d'air environnantes). Le problème est que dans ce plasma d'air est composé d'azote et d'oxygène monoatomiques qui viennent se recombinaison sur la surface de la navette. Cette recombinaison de l'oxygène avec la surface est très exothermique, ce qui fait qu'avec en plus les forces de frottements qui chauffent, il faut des matériaux qui résistent très fort à la température. L'idée de la thèse était de trouver et caractériser les matériaux qui captent le moins possible l'oxygène du plasma d'air, pour pouvoir les disposer sur les fuselages des navettes. On utilisait un réacteur plasma basse pression pour reconstituer les conditions de rentrée atmosphérique.

Frédéric Rousseau : Je suis rentré dans le plasma en commençant par faire des électrodes de piles à combustible. Les piles à combustible sont un moyen de fabriquer de l'électricité à partir de l'oxygène et l'hydrogène. Dans les années 2000, c'était très prometteur donc j'ai commencé à réaliser des couches pour les piles à combustible par plasma. Après, j'ai eu l'occasion par mes rencontres avec différents chercheurs d'aller plutôt dans le domaine de l'aéronautique, où ils avaient besoin de couches minces du même type que celles que je fabriquais pour les piles à combustible. Je me suis mis à fabriquer des matériaux pour protéger les pièces internes des turbines aéronautiques (chambres de combustion et aubes), j'ai fabriqué des céramiques par plasma. On travaille encore sur ce domaine en essayant de développer des méthodes de production des céramiques par plasma à la pression atmosphérique. On travaille avec des entreprises, notamment une PME qui s'appelle AcXys qui construit des réacteurs et après on les adapte. Il y a quelques années, on m'a proposé de reprendre une activité plasma thermique parce que j'avais un collègue qui est parti au CEA, qui gérait tout ce qui est plasma thermique pour le photovoltaïque.

Si vous ne vous souvenez plus de ce qu'est un plasma thermique et un plasma froid, n'hésitez pas à relire la première partie !

F.R. : J'ai réadapté les plasmas thermiques qui étaient utilisés d'habitude pour faire du silicium pour essayer de récupérer des éléments contenus dans des déchets électroniques. On essaie d'être réactifs, c'est-à-dire qu'on regarde les changements sociétaux, on regarde nos compétences, notre savoir-faire et on se dit qu'on peut proposer cette technologie pour le nouveau domaine qui vient d'apparaître, typiquement le recyclage. Les plasmas thermiques ont un intérêt parce qu'ils sont forts énergétiquement et ils arrivent à attaquer les déchets pour pouvoir extraire les éléments qui vont nous intéresser. On peut même le faire avec des plasmas froids maintenant, mais il fallait déjà passer par les plasmas thermiques.

Le Cercle : Vous avez déjà cité AcXys, est-ce que vous travaillez en lien avec d'autres entreprises ?

F. R. : Oui ! On a monté un projet de recherche sur le recyclage du tantale qu'on va retrouver dans des matériels électriques rebutés (ordinateurs, téléphones...). Il y a beaucoup de tantale dedans qui n'est pas récupéré à l'heure actuelle, il est perdu dans les incinérateurs. On travaille avec la société TND (Terra Nova Development) qui a conçu un procédé de recyclage du tantale. Ils arrivent à extraire le tantale sous forme d'oxyde de tantale. Notre mission est de convertir l'oxyde de tantale en tantale métal en utilisant un plasma réducteur. C'est dans le contexte de la chaire Mines Urbaines (cf. Interview Anne Varenne). Je m'en suis un peu écarté. Anne Varenne travaille vraiment sur le côté analyse et moi c'est plutôt extraction, vraiment procédés. J'essaie maintenant d'être plus autonome car on n'a pas forcément les mêmes points de vue mais c'est normal !

C.G. Comme l'ambition de réaliser des vols habités en Europe s'est arrêtée à la suite des accidents des navettes spatiales américaines, nous avons dû recentrer notre activité.

Nous avons collaboré avec un laboratoire de catalyse de Paris 6 et on s'est tournés vers la synthèse de catalyseurs par plasma ou le dépôt de catalyseurs par plasma. La synthèse classique de catalyseurs se fait par imprégnation puis on évapore, ce sont des processus assez longs. On s'est dit qu'on était capables de déposer des oxydes métalliques par plasma assez rapidement sur des surfaces ou de fonctionnaliser des poudres avec ces oxydes métalliques. Nous avons fait des études avec des dépôts dans des micro-canaux. En parallèle, nous interagissons avec un laboratoire du Québec qui travaille dans le domaine du biomédical sur des études pour des dépôts/fonctionnalisations de stents coronariens. L'idée était de venir fonctionnaliser la surface de ces stents avec des fonctions chimiques ciblées, de manière à ce que l'on puisse déposer dessus un peptide qui permet à ce stent d'être mieux assimilé par le corps. A l'époque, la thématique de



*Figure 2: Exemple de dépôt de couche mince par plasma.
Photo fournie par Cédric Guyon*

recherche s'axait donc sur le dépôt de couches minces et la fonctionnalisation de surfaces.

Plusieurs Industriels nous ont sollicités sur des modifications de procédés avec l'apparition de REACH mais également sur la possibilité d'implémenter des procédés sous vide (souvent discontinus) à la pression atmosphérique. Nous avons travaillé avec la société AcXys, société française, pour essayer de transférer les procédés de fonctionnalisation de surfaces qu'on avait développés à basse pression. On s'est aperçus que c'était compliqué de fonctionnaliser une surface, car on n'était plus dans une atmosphère contrôlée. Nous sommes donc plutôt partis sur un dépôt de couche mince à pression atmosphérique (Figure 2). Ce type de travaux intéressait aussi bien le milieu biomédical que l'industrie classique de l'adhésion. On a travaillé pour utiliser des précurseurs qui pouvaient remplacer des CMR usuellement utilisés. Les procédés plasma permettent de travailler avec de très faibles volumes de précurseurs : pour un dépôt d'organosilicé par exemple, nous utilisons des débits de $200 \mu\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$. Frédéric aussi a rencontré la même problématique de transfert d'un procédé basse pression à pression atmosphérique. On utilise la même technologie pour fonctionnaliser une surface, faire un dépôt de couche mince sur un polymère, pour donner différentes propriétés de surface (hydrophilie, hydrophobie, ...). Par exemple, si vous voulez coller quelque chose, vous allez essayer de rendre une surface complètement hydrophile. Dans l'autre sens, historiquement, les dépôts hydrophobes se font avec des molécules à base de fluor (revêtements Teflon). Le problème du fluor est sa toxicité donc nous essayons de faire des dépôts hydrophobes en s'affranchissant du fluor.

L.C. : Et l'autre partie de l'équipe 2PM ?

On a la moitié de notre équipe qui est au 7^{ème} étage à l'IPGG, qui travaille sur des microréacteurs plasma. En créant une décharge plasma dans un micro-canal, l'idée est de venir faire une réaction chimique dans ce micro-canal en activant des molécules particulières. Il y a eu un gros travail de dépôt de couche mince sur les parois extérieures de ces microréacteurs parce que si vous voulez créer un plasma, il faut créer des électrodes. Donc on a eu un gros travail d'adhésion de dépôt sur la surface pour créer des électrodes assez conductrices, transparentes si on veut voir ce qu'il se passe. Maintenant c'est quelque chose qui marche assez bien et les études actuelles sont plutôt sur le développement intérieur des réacteurs, des mélanges gaz/liquide ou transfert gaz/liquide, molécules...

L.C. : Qu'en est-il du coût des procédés plasma ?

C.G. : Effectivement, il y a un coût puisque pour créer un plasma on a besoin de puissance électrique. Typiquement, quand on travaillait sur les catalyseurs, un plasma d'argon de 30 minutes remplaçait 8 heures de calcination dans un four. Si on fait le bilan énergétique, c'est mieux en plasma mais on consomme quand même de l'énergie. D'un point de vue énergétique, souvent nous remplaçons des procédés où on a quand même besoin d'une montée en température (le plasma remplace la thermique)

F.R. : A titre d'exemple, pour convertir 1 kg d'oxyde de tantale en tantale, il faut une certaine quantité d'énergie, donc nous on l'a fait en plasma thermique et on a comparé avec ce qui se fait industriellement. On avait une consommation énergétique et matière trois fois inférieure à ce qui se fait dans l'industrie, c'est assez performant ! Et on peut faire la même opération avec des plasmas qui sont 10 fois moins consommateurs d'énergie que le plasma thermique, c'est-à-dire qu'on peut réduire encore plus la consommation d'énergie.

L.C. : A quoi vous servent les imprimantes 3D ?

C.G. : Les imprimantes 3D nous servent à fabriquer des pièces pour les manip. A basse pression, quand on travaille avec des poudres qui sont trop faibles en diamètre, elles repartent dans le système de pompage. L'idée était de les récupérer en réalisant un cyclone en impression. Les imprimantes permettent de faire des petits prototypes de ce genre-là. J'avais aussi essayé de faire des pièces pour inerte la décharge, quand on ne veut pas incorporer d'oxygène dans le dépôt à la pression atmosphérique

L.C. : Quels sont les moyens de caractérisation que vous utilisez ?

C. G. : On peut caractériser les dépôts par infrarouge (FTIR) et par mesures d'angles de contact (donne la nature hydrophile ou hydrophobe des dépôts). Nous pouvons mesurer l'épaisseur de nos dépôts par ellipsométrie. Après, nous pouvons faire des analyses chimiques beaucoup plus poussées type XPS (spectrométrie photoélectronique X) qui donne la nature des éléments présents en extrême surface, et notamment la nature des liaisons chimiques.

F.R. : Ces machines de diagnostic nous permettent de valider la qualité des produits que l'on fabrique. Si

besoin on corrige les paramètres plasma pour faire en sorte d'avoir une qualité la plus élevée possible.

C.G. : Avec une fibre optique on peut analyser la lumière émise par la décharge. Chaque espèce a une longueur d'onde spécifique : on peut voir l'argon, l'azote, l'oxygène ou toute espèce qui va être présente dans la décharge. On peut aussi regarder les spectres de rotation, de vibration de l'azote et à partir de ces spectres, on peut remonter aux températures de la décharge.

L.C. : Est-ce que vous avez des simulations informatiques de ce genre de procédés ?

F.R. : Oui, on en fait sur Comsol ! Aussi bien Comsol qu'Hysys sont vraiment des logiciels industriels !

Les interviewers du Cercle ont pu visiter la pièce aménagée en sous-sol avec différents réacteurs

F.R. : Plus on va vers le fond de la pièce, plus les installations sont puissantes. On va de 200-300 W à 25 kW (Figure 5).

C.G. :

L'installation en haut avec le châssis est celle sur laquelle j'avais fait ma thèse (Figure 3) ; elle a évolué depuis. Ici c'est celle où Frédéric a fait son doctorat (Figure 4).



Figure 3 : Installation sur laquelle Cédric Guyon a fait sa thèse



Figure 4 : Photo de Frédéric Rousseau prise pendant sa thèse devant l'installation qu'il utilisait alors

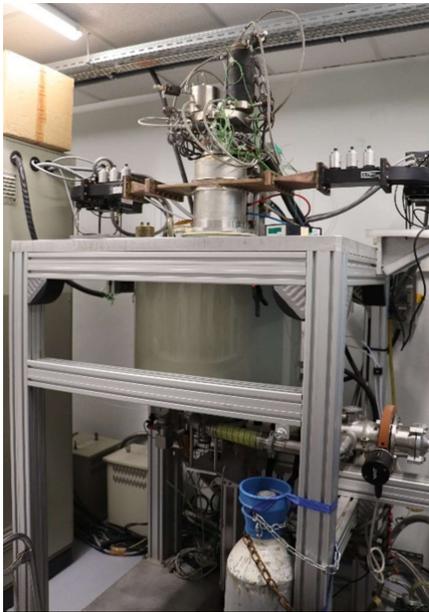


Figure 5 : De haut en bas : installations de plus en plus puissantes.

F.R. : Ici on a une méthode d'analyse par plasma pour identifier les éléments présents dans des matériaux, par exemple s'il y a du tantale, du silicium... Le petit rover sur Mars a la même méthode d'analyse en beaucoup plus petit ! C'est une machine qui a été commandée par Chimie Paris (Figure 6) à partir de plusieurs fabricants : le laser, le spectro qui ont été associés. Au début, il y a une phase de bricolage pour aller vers l'application. Certains nous appellent les plombiers ici !



Figure 6 : Système d'analyse par plasma

L.C. : *Qu'est-ce que vous préférez dans vos travaux de recherche ?*

C.G. : C'est par exemple réussir à faire par plasma ce que d'autres n'ont jamais réussi à faire.

Merci d'avoir lu ces deux épisodes ! Nous espérons qu'ils vous ont plu et vous ont donné envie d'en savoir encore plus sur le plasma !

Pour en savoir plus sur les travaux menés au sein de l'équipe 2PM : <https://www.ircp.cnrs.fr/la-recherche/equipe-2pm/>

Si ce n'est pas encore fait, n'hésitez pas à aller visionner le reportage réalisé par le CNRS à l'Institut Pierre-Gilles de Gennes (IPGG), celui-ci est disponible sur notre site !

Le bureau du Cercle bientôt à la retraite 😊

