



MASTER DE CHIMIE DE PARIS CENTRE - M2S2

Proposition de stage 2018-2019

Internship Proposal 2018-2019

Spécialité(s) / *Specialty(ies)* :

- Chimie Analytique, Physique, et Théorique / *Analytical, Physical and Theoretical Chemistry* :
- Chimie Moléculaire / *Molecular Chemistry* :
- Matériaux / *Materials* :
- Ingénierie Chimique / *Chemical Engineering* :

Laboratoire d'accueil / *Host Institution*

Intitulés / *Name* : Laboratoire de Réactivité de Surface et Saint Gobain CREE

Adresse / *Address* : Campus Pierre et Marie Curie, Tour 43-44 et Cavaillon

Directeur / *Director (legal representative)* : Hélène Pernot / Michaela Klotz

Tél / *Tel* : 01 44 27 25 77

E-mail : helene.pernot@sorbonne-universite.fr, Michaela.Klotz@saint-gobain.com

Equipe d'accueil / *Hosting Team* :

Adresse / *Address* : Campus Pierre et Marie Curie, Tour 43-44

Responsable équipe / *Team leader* : Xavier Carrier

Site Web / *Web site* : <http://www.lrs.upmc.fr/fr/l-unite-de-recherche.html>

Responsable du stage (encadrant) / *Direct Supervisor* : Xavier Carrier

Fonction / *Position* : Professeur

Tél / *Tel* : 01 44 27 36 25

E-mail : xavier.carrier@sorbonne-universite.fr

Période de stage / *Internship period* * : Février-Juin 2019

Gratification / *Salary* : selon la législation

Caractérisations chimiques et spectroscopiques de la surface d'alumines

1. Projet / *Project*

Le greffage de silanes (composés moléculaires du Si de type SiR_4 ou $\text{SiR}_{4-x}(\text{OR})_x$) sur des surfaces oxydes est utilisé dans de nombreux produits commerciaux (fibres de verre, abrasifs etc.) en tant qu'agent de couplage avec une phase organique ou pour donner des propriétés spécifiques à l'oxyde. Dans le cadre du développement de ces matériaux l'entreprise Saint Gobain cherche à mieux caractériser la surface des oxydes à faible surface spécifique ainsi que la nature des liaisons formés entre l'oxyde et un silane. On s'intéressera plus particulièrement dans ce travail au cas de l'alumine et notamment de l'alumine alpha qui présente une très faible surface spécifique ($< 10 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) ce qui présente un challenge pour la caractérisation .

Cette étude sera divisée en deux parties :

1/ Caractérisation de l'hydratation de surface d'alumines de faible surface spécifique.

2/ Caractérisation de la liaison entre un silane greffé et l'alumine.

* 5-6 mois à partir du 21 janv 2019 / *5-6 months not earlier than January, 21st 2019.*

Cette étude est réalisée en partenariat étroit entre le LRS et le Centre de Recherches et d'Etudes Européen (CREE) de Saint Gobain situé à Cavaillon dans le Vaucluse. Des déplacements sont éventuellement à prévoir à Cavaillon pour des réunions de travail ou pour la préparation de matériaux.

2. Techniques ou méthodes utilisées / Specific techniques or methods

1/ Caractérisation de l'hydratation de surface d'alumines de faible surface spécifique.

Les silanes se greffent sur les –OH de surface et le dosage de ces groupements –OH de surface est crucial pour optimiser la quantité de silane à utiliser. Le travail vise à développer des méthodes de dosage des groupements OH superficiels selon une double approche chimique et spectroscopique.

Au niveau chimique, les OH seront dosés par un organomagnésien en phase liquide et les produits de réaction seront quantifiés par RMN 1H liquide. La méthode est éprouvée dans la littérature [1] pour les oxydes de grande surface spécifique mais elle nécessitera une étape de mise au point pour être adaptée aux solides de faible surface envisagés dans l'étude.

Au niveau spectroscopique, la méthode consiste à titrer les groupements d'hydroxyles capables de s'échanger avec D₂O [2]. A priori cette méthode est applicable même pour une faible densité d'OH puisque le contrôle spectroscopique et quantitatif par IR se fait par un dosage indirect via un autre oxyde (une silice dans le cas présent) et de densité d'OH connue. Il suffira d'adapter la masse de l'échantillon à doser.

2/ La caractérisation de la liaison entre le silane greffé et l'oxyde sera menée plus particulièrement par RMN.

La RMN du silicium-29 permet d'obtenir des informations sur l'environnement des atomes de silicium et pourrait nous permettre de mettre en évidence le greffage des silanes. La faible quantité de silicium présent sur une alumine de faible surface spécifique ainsi que la faible abondance naturelle du silicium-29, rendent l'observation du signal RMN plus difficile. Pour pallier ce problème de sensibilité nous utiliserons la polarisation croisée (CPMAS) et une technique d'écho (CPMG) tandis que pour valider la spéciation des espèces des expériences seront menées sur des matériaux de référence.

3. Références / References

[1] Moroz et al. *J. Phys. Chem. C* 122 (2018) 10871

[2] V. Davydov et al. *J. Colloid Interface Sci.* 74 (1980) 378