

## La lettre du CNEP n°27

### **I- Bilan de fonctionnement du CNEP**

L'activité du CNEP en 2009, comme dans les années précédentes, a dépendu de l'activité des quelques 600 sociétés industrielles avec lesquelles le CNEP est en contact plus ou moins régulier.

La crise économique s'est traduite par un net ralentissement de l'activité du CNEP entre février et décembre 2009. Sur le plan budgétaire l'année s'est toutefois terminée par un bilan légèrement positif malgré l'investissement de nouveaux équipements scientifiques (voir plus loin). Les perspectives pour 2010 semblent cependant moins pessimistes.

Le CNEP a établi 591 rapports d'études en 2009, qui ont concerné 155 sociétés différentes.

L'activité principale du CNEP demeure associée à des études de recherche ou à des prestations sur mesure avec 91 % de volume financier.

### **II- Développement de l'approche prédictive du vieillissement à long terme**

#### ➤ **Normes**

Le projet de norme ISO révisé par la France (ISO/CD 10640, « *Plastics – methodology for assessing polymer photodegradation by FTIR and UV-visible spectrophotometry* ») a franchi une nouvelle étape cette année à Rome, où M. Siampiringue était présent. Il s'agit d'un dossier important pour le CNEP, car il sous-tend la reconnaissance mondiale de l'approche du CNEP et du LPMM concernant l'approche mécanistique comme pouvant être un outil d'évaluation et surtout de prédiction de la durée de vie des matériaux polymères.

L'un des objectifs de l'approche mécanistique est également de promouvoir les méthodes de vieillissement accéléré en assurant leur représentativité, en utilisant en particulier une source à vapeur de mercure moyenne pression. Un nouveau sujet de norme, sur proposition française soutenue par le BNPP, est en cours d'examen au niveau européen (CEN/TC 249 : « *Plastics – Accelerated photodegradation using*

*medium pressure mercury lamp* »). Le groupe de travail est animé par Xavier Duteurtre.

Par ailleurs l'approche mécanistique trouve sa concrétisation dans les milieux industriels au travers de plusieurs méthodes d'essais.'

<b>FREYSSINET International</b>	<u>for internal use</u> H H2000 SP A 001 - Review I	Strand Internal Technical Specification (ponts à haubans comme Pont de Normandie, Viaduc de Millau).
<b>SOLLAC ARCELORMITTAL</b>	Méthode d'essai	Tôles prélaquées.
<b>PSA</b>	Méthode d'essai D27-5435	Revêtement de peinture sur caoutchouc Vieillessement artificiel en enceinte SEPAP 12.24"
<b>RENAULT</b>	Méthode d'essai D27-3064	Réalisation d'essai de vieillissement en enceinte SEPAP 12.24 pour pièces extérieures.
<b>GROSFILLEX</b>	Méthode d'essai	Meubles de jardin – Sièges de stade
<b>PSA</b>	Méthode d'essai	Tests Jacksonville pour vernis photoprotecteurs.
<b>PHILIPS LIGHTING</b>	Méthode d'essai	Tous matériaux polymères pour équipements électriques d'extérieur.
<b>Association NEOSAC</b>	Protocole d'essai	Contrôle du cahier des charges de films de PE à durée de vie maîtrisée dans l'environnement.
<b>SCOTTS</b>	Méthode d'essai	Emballages imprimés pour produits agricoles.
<b>AIXAM.CIV-LIGIER</b>	Méthode d'essai	Plaques multicouches pour thermoformage. Constructeurs véhicules sans permis.
<b>OWENS CORNING</b>	Méthode d'essai	Durabilité extérieure de TWINTEX.
<b>ARKEMA</b>	Méthode d'essai	Durabilité extérieure de PEBAX.
<b>DESJOYAUX</b>	Méthode d'essai Piscines	Durabilité éléments de piscine
<b>MDB TEXINOV</b>	Méthode d'essai	Durabilité filets agricoles.
<b>AKZO NOBEL</b>	Méthode d'essai	Contrôle de films de photoprotection pour coil-coating.

Les études induites par certains grands groupes vis à vis de leurs fournisseurs ont cependant fortement chuté en 2009 suite au gel des

projets (automobile, notamment). Cependant d'autres études basées sur ces Cahiers des Charges ont été réalisées pour d'autres groupes (ARCELOR MITTAL, DESJOYAUX, ARKEMA ...).

➤ **Enceintes de photovieillissement accéléré**

Parallèlement, la Société ATLAS a choisi de soutenir plus fortement le marché des enceintes SEPAP 12-24 (notamment aux USA : ATLAS Chicago) en les inscrivant de manière claire sur son catalogue et en promouvant leur technicité auprès de leurs vendeurs internationaux.

De plus, un chef de projet français a été nommé sur cette problématique.

Des articles décrivant l'emploi de l'enceinte SEPAP 12-24 dans l'approche des mécanismes de photovieillissement sont ou seront publiés très prochainement dans la Revue Internationale d'ATLAS\*.

➤ **Journées de formation internationales sur la durabilité des matériaux polymères (29/09 et 01/10 2009)**

Les journées de formation du CNEP organisées en langue anglaise (Training Course on Polymer Durability) les 30 septembre et 1<sup>er</sup> octobre derniers ont connu un vif succès puisque le record de participants a été largement battu. Pas moins de 50 personnes dont une bonne quarantaine issues du monde industriel y compris de l'étranger (Belgique, Espagne, Hollande, Israël, Italie, Japon, Pologne, Royaume Uni, Suisse, Turquie) ont assisté aux 18 conférences délivrées par des enseignants et chercheurs du CNEP et du LPMM (ENSCCF et Université Blaise Pascal). La formation s'est déroulée dans l'amphi Paul Remi et une sortie ainsi qu'un dîner touristiques ont été organisés sur le site du volcan de Lemptegy. Innovation remarquable, les deux journées ont été clôturées par des échanges individuels entre les participants intéressés et les 11 intervenants.

Un certain nombre de contrats d'étude ont pu être mis en place à cette occasion.

➤ **Ultra-accélération**

Cette approche qui est à présent validée pour certains secteurs de l'industrie (coal-coatings de tôles prélaquées, gaines de haubans de pont, ... ) suscite de plus en plus de demandes industrielles (nécessité ou intérêt de raccourcir la durée du test pour la prédiction très long terme (15 ans et plus)). Ce thème a fait l'objet d'une présentation ciblée au colloque de la SATCAR de juin 2009 ainsi qu'au cours de nos journées de formation et pourrait faire l'objet d'un projet collaboratif de type ANR/FUI très prochainement.

---

\* <http://www.atlas-mts.com/en/newsletter/archive/index.shtml> (volume 40, issues 86 et 87)

➤ **Vieillessement thermique**

Le CNEP intervient de plus en plus dans la prédiction de durabilité hors lumière en utilisant le modèle d'Arrhenius. Les énergies d'activation apparentes sont mesurées sur la base des évolutions chimiques et permettent la prédiction du comportement à différentes températures d'usage.

➤ **Systèmes polymères médicaux implantables**

Les études sur la prédiction du comportement à long terme de polymères biocompatibles en milieu vivant amorcées en 2008 se sont poursuivies en 2009. En outre, l'expertise dans la caractérisation des matériaux et de certains polluants est parfois demandée pour des systèmes explantés après défaillance en usage (lentilles intra-oculaires, ballons intra-gastriques).

➤ **Expertises**

La collaboration avec la cellule d'expertise des matériaux du CETIM s'est poursuivie en 2009 malgré une baisse conjoncturelle du nombre d'actions. Les analyses des défaillances sous le regard de la chimie viennent compléter et consolider l'expertise du CETIM sur les propriétés mécaniques et physiques. Les études sont réalisées dans un délai court, très souvent inférieur à une semaine.

Les experts d'assurance et judiciaires font appel au CNEP considéré par ces derniers en tant que sapiteur. Les réseaux d'experts de premier plan français tel que SARETEC - APAVE - IXI (ex AITEC) sollicitent de plus en plus le CNEP sur des désordres concernant fréquemment le domaine de la construction et du bâtiment. On recense notamment des désordres sur le sol (mortier mixte) ou sur les revêtements synthétiques (systèmes d'étanchéité de toiture, canalisations plastiques, parois de cloisons isolantes). D'autres expertises ont concerné le domaine des adhésifs, du paillage, des serres agricoles et des filets biocides.

➤ **Défaillances et études prospectives**

Les études prospectives de la prévision de la durabilité des matériaux sont menées essentiellement par les grandes entreprises. Le nombre d'études est relativement peu important en nombre, mais volumineux en valeur. On dénombre une étude à plus de 30000€ et 10 études à environ 15000 €. Ces études sont demandées par les grands groupes producteurs de matériaux, dans la construction et dans l'automobile, ce qui explique

en partie le classement aux trois premiers rangs en valeur de ces domaines de l'industrie dans le bilan.

Les études sur la défaillance sont majoritaires en nombre et la tendance est à une augmentation par rapport aux études prospectives. Deux difficultés majeures sont associées aux études de défaillances : un délai court et un coût limité. Ce dernier point nécessite beaucoup de temps de manipulation et d'emploi d'équipements du CNEP.

➤ **Prestations sur catalogue et prestations sur mesures**

Les prestations sur catalogue sont effectuées majoritairement pour les PME PMI pour caractériser des propriétés thermiques (DSC – ATG – MFI), des propriétés de perméabilités (vapeur d'eau, gaz CO<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>), des propriétés mécaniques, des caractérisation des structures physiques (densité, teneur en eau) et chimiques (multicouches)

Les prestations sur mesure demeurent majoritaires à 82 % en valeur.

➤ **Domaine culturel**

La demande du domaine culturel en baisse ces dernières années se stabilise. La demande provient essentiellement de restaurateurs privés, des responsables des monuments historiques et des propriétaires privés pour lesquels des œuvres majeures ont été examinées.

Des contacts avec la DRAC Auvergne ont conduit à une expertise des tapisseries de l'Abbatiale de la Chaise-Dieu (Haute-Loire).

➤ **Oxobiodégradables**

Une activité soutenue a été observée au cours de 2009 dans ce secteur, notamment par l'arrivée de nouvelles applications (nouveaux polymères, nouveaux secteurs d'activité). Une journée de formation internationale a été organisée le 1er avril 2010 (voir plus loin).

En parallèle, le Conseil Régional d'Auvergne a attribué une bourse Innovation de 12 mois à M. Stéphane Fontanella (ex CDD au CNEP) qui lui a permis de poursuivre son action notamment dans le but de pérenniser cette activité (voir plus loin).

➤ **Programmes de recherche coopérative**

**COLSUR (Sécurité des collages)** : ce programme concerne 6 entreprises régionales (A.C.C. Ingénierie et Maintenance, AFPI, Verdier, Bertoise de Caoutchouc (Sacred), Auriplast, Socamont) oeuvrant dans le domaine des adhésifs afin d'en assurer le comportement à long terme. Il est labellisé par le Pôle de Compétitivité Viameca et reçoit un soutien financier du Conseil Régional d'Auvergne. Il entre dans sa troisième et dernière année.

**FAVIEL** : il s'agit de plusieurs programmes concernant la fatigue et le vieillissement thermique des élastomères, soutenus par le Pôle de

Compétitivité Elastopole, et qui ont notamment donné lieu à de nombreuses actions bilatérales avec des partenaires industriels du projet, PSA notamment. L'un de programmes a été retenu pour une demande de soutien au titre de l'ANR 2010 (projet Matetpro/Faviel IV).

Par contre, les deux programmes ANR dans lesquels le CNEP s'était engagé en 2008 (Biotics/Implanféron et Materbio/Durabios) n'ont pas été retenus.

### ➤ **Accréditation CRT**

Le dossier déposé en mars 2009 a été accepté pour un renouvellement d'une durée maximale de 3 ans à compter du 9 juillet 2009. Ce label donne au CNEP une reconnaissance officielle de son savoir-faire en lui permettant, ainsi que ses entreprises partenaires, de bénéficier du Crédit Impôt Recherche.

On notera également que, depuis 2009, les aides des collectivités locales pour l'achat d'équipement sont conditionnées à l'appartenance à un CRT ou à une PFT (Plate-Forme Technologique).

On notera que le CNEP fait partie de l'association des CRT, laquelle milite actuellement pour que les entreprises puissent afficher 200% (et non 100 %) du montant des études et recherches au titre du Crédit Impôt Recherche.

### **III- Equipements 2009-2010**

Grâce au soutien des collectivités [CR Auvergne 33,5 %, FEDER 33,5 % et Etat 13 %] le CNEP a pu acquérir 3 types d'instruments qui sont devenus opérationnels en février 2010.

- deux nouvelles enceintes climatiques (contrôle de température et d'humidité relative) pour compléter le parc existant et permettre des réponses simultanées aux sollicitations des industriels ;
- un chromatographe de GC/MS/FID équipé d'un double injecteur liquide et solide (thermodésorbeur ou pyrolyseur), de deux colonnes de séparation et de deux détecteurs (spectromètre de masse et ionisation de flamme), pour appréhender l'analyse structurale des additifs et polymères avant et après vieillissement ;
- un appareil de fatigue dynamique fonctionnant avec la force électromagnétique, mais avec un capteur de 10 KN. Il s'agit d'un nouvel appareil, innovant, dont le CNEP a accueilli le 1<sup>er</sup> exemplaire européen. Il permettra au CNEP d'étudier le vieillissement en fatigue, notamment des élastomères, et son éventuel couplage avec le vieillissement thermique ou photochimique.

#### **IV- Perspectives de développement 2010**

Le CNEP connaît un regain d'activité depuis le début de l'année 2010, qui correspond à une légère reprise de l'activité économique dans la sphère d'activité du CNEP.

##### ➤ **Oxobiodégradation**

Le CNEP a organisé récemment (1<sup>er</sup> avril 2010) une journée de formation sur ce thème en pleine expansion. Une quarantaine de personnes étaient présentes dont une majorité provenant de pays étrangers (Belgique, Brésil, Canada, Dubaï, Espagne, Italie, Portugal, Suisse, UK), confirmant la nécessité d'une approche cognitive de ce sujet.

Parallèlement le CNEP **a décidé d'étendre son activité** en élargissant ses compétences du domaine de l'oxobiodégradabilité vers le domaine plus général de la résistance aux microorganismes des matériaux polymères. Il s'agira pour le CNEP de s'appuyer sur les compétences du Laboratoire SEESIB (UBP) et sur l'apport de M. Fontanella (bourse Innovation 2009-2010 du Conseil Régional d'Auvergne, mais qui va poursuivre dans ce domaine) pour se doter des outils nécessaires à des études de biodégradation des matériaux polymères (biodégradabilité intrinsèque de polymères courants, hydrobiodégradables ou biocomposites) et de leur couplage avec la dégradation abiotique (UV, chaleur, oxygène).

En conséquence, aux activités orientées vers la biodégradation volontaire des polymères en 2<sup>o</sup> vie, s'ajoutent des actions orientées vers l'étude de la résistance aux microorganismes.

##### ➤ **Journées de formation sur la durabilité des matériaux polymères**

Les 29 et 30 septembre 2010, le CNEP organisera deux journées de formation sur la durabilité des matériaux polymères (concepts, mécanismes, approche analytique, prédiction à long et à court terme, stratégies de stabilisation...). Voir document en annexe.

##### ➤ **Ultra-accélération (photovieillissement)**

Ce domaine déjà évoqué pourrait se développer dans plusieurs directions :

- Elaboration d'un projet de recherche en collaboration avec quelques industriels de l'industrie automobile;
- Conception d'un nouveau prototype industriel, car les enceintes existantes ne sont pas commercialisées.

➤ **Elastomères**

Outre le regain d'activité constaté dans ce domaine sous l'impulsion d'un partenariat avec les entreprises partenaires du Pôle de Compétitivité Elastopole, un projet ANR a été déposé en mars 2010 (Materpro/Faviel IV) avec 9 partenaires du secteur.

➤ **Consultance**

Monsieur Xavier Duteurtre, retraité, ex-directeur des services analytiques au Centre de recherche de Renault et représentant Renault au CA du CNEP, est dorénavant notre consultant auprès des entreprises du secteur et pour le domaine de la normalisation.

➤ **Projets d'équipement**

Au cours de l'année 2010, le CNEP souhaite continuer à investir dans des équipements scientifiques de haut niveau avec le soutien des collectivités (Région Auvergne, Etat, Europe), notamment :

- spectrophotomètre infra-rouge (nouvelle technique d'imagerie)
- spectrophotomètre UV-visible (équipé d'une sphère d'intégration)
- perméabilimètres aux gaz et à la vapeur d'eau.