

Utilisation d'un polymère conducteur dans le cycle de fabrication de mousses métalliques

Une démarche recherche fondamentale/recherche et développement

Max Costa* conseiller scientifique SCPS, Jean-Charles Gérard** journaliste

Au cours de la période récente, l'intérêt porté par la classe politique et les différentes institutions concernées, relatif au transfert des résultats de la recherche fondamentale vers le secteur de la recherche et développement, s'est considérablement accru.

Différentes solutions ont été proposées et expérimentées, des initiatives diverses (concours national d'aide à la création d'entreprises) ont été prises. Dans tous les cas, l'objectif est d'accroître l'efficacité du transfert.

Ce mouvement concerne bien sûr la France mais également la quasi-totalité des pays industriels.

L'objet de cet article est de contribuer à la réflexion à propos des modalités de transfert, à partir d'une expérience mettant en jeu une PME spécialisée dans le développement et le transfert de technologies et des éléments d'un laboratoire du CNRS.

Les protagonistes

SCPS (Société de Conseil et de Prospective Scientifique) est une société dont l'activité se concentre sur le développement et le transfert de technologies, essentiellement dans le domaine de l'électrochimie (accumulateurs, matériaux d'électrodes, piles à combustible...).

* Société de Conseil et de Prospective Scientifique (SCPS), 85-93, bd Alsace-Lorraine, 93115 Rosny-sous-Bois Cedex.
Tél. : 01.48.54.56.36.
Fax : 01.48.54.54.62.
E-mail : scps.group@wanadoo.fr

** Tél./Fax : 01.45.20.13.98.
E-mail : gerardjc@minitel.net

Animée par Denis Doniat et son équipe, cette société bénéficie de la pratique et du savoir-faire accumulés au cours de trente années de travail en commun, travail couronné par des succès obtenus avec différentes technologies et à travers des opérations industrielles.

Le Laboratoire d'Electrochimie Interfaciale (LEI) avait une activité essentiellement orientée sur la connaissance de l'interface métal-solution. Cette unité de recherche (unité propre du CNRS) avait construit sa notoriété sur la maîtrise des différentes techniques électrochimiques ou physiques permettant une analyse fine des propriétés de ces interfaces et de leur évolution au cours des traitements imposés à l'électrode.

Au cours des quinze dernières années, une des équipes de ce laboratoire (équipe M. Costa-F. Chao) s'est intéressée à l'étude des polymères conducteurs.

La méthode de travail

Les deux entités avaient déjà eu l'occasion d'établir des relations scientifiques. De plus, l'animateur de SCPS avait travaillé au LEI où il a préparé et soutenu une thèse de doctorat d'État. Le contact était donc facile.

Il y a environ 5 ans, Denis Doniat a proposé que des relations plus étroites s'instaurent entre le LEI et SCPS.

Dans un premier temps, les deux parties ont cherché à constituer une structure administrative les associant. Différentes solutions ont été proposées à la direction des organismes impliqués mais des « interférences » ont rendu difficile (très difficile) la réalisation

d'un cadre juridique dans lequel se déroulait cette coopération.

Les deux groupes décident alors d'agir sur le plan scientifique et technologique sans se laisser enliser dans des démarches à caractère administratif¹.

La méthode utilisée pour engager cette collaboration consistait en une « mise à plat », en commun, des résultats scientifiques obtenus par le LEI d'une part et, d'autre part, des goulots d'étranglement existant dans certains développements technologiques.

Ces « séminaires » ont été l'occasion de mettre en évidence les différences qui pouvaient exister entre les démarches des laboratoires de type universitaire et ceux traitant de la recherche appliquée (nous reviendrons sur ce point au cours de l'analyse du processus). C'est ainsi que le projet de l'utilisation des polymères conducteurs dans la fabrication des mousses métalliques a émergé. Ce sujet servira ici d'exemple illustratif du thème qui fait l'objet de cet article, à savoir le transfert du laboratoire de recherche fondamentale vers le laboratoire s'occupant de recherche technologique.

Les mousses métalliques

La technologie développée concerne la production de « mousses métalliques », principal représentant de ce que l'on a pris l'habitude d'appeler structures métalliques tridimensionnelles ou structures 3D (mousses, feutres, tissés).

Les mousses organiques sont des structures alvéolaires réticulées, de porosité supérieure à 80 %, et pouvant

atteindre plus de 95 %. Leur porosité est ouverte.

Les mousses métalliques produites (environ 5 millions de mètres carrés par an en feuille d'environ 1,5 mm d'épaisseur, représentant près de 700 millions de francs de chiffre d'affaires annuel), sont réalisées en nickel.

Leur utilisation est presque exclusivement, jusqu'ici, celle de support-collecteur de charges d'électrodes pour accumulateurs alcalins (nickel-cadmium et nickel-hydrures métalliques). Elles sont de ce fait rattachées aux marchés des sources d'énergie portables qui accompagnent le développement accéléré de l'électronique mobile et des applications nouvelles multiples en matière de nouveaux modes de communication.

L'évolution de ces marchés et l'élargissement du domaine d'application autorisent une prévision d'augmentation en volume d'un facteur 8 à 10 pour les dix prochaines années.

Fabrication des mousses métalliques

Le procédé de fabrication des structures métalliques 3D comprend une succession d'étapes opératoires.

Le schéma 1 de principe correspond à une visualisation de cet enchaînement, à partir du matériau de base utilisé, un substrat de nature organique (mousse de polyuréthane pour l'essentiel).

La démarche consiste en premier lieu à rendre le substrat électriquement conducteur (étape d'activation conductrice), puis à en revêtir par électrolyse l'ensemble de la surface développée par le métal, sans colmater la porosité interne et superficielle, à éliminer ensuite par brûlage (oxydation thermique) la totalité des matières organiques pour ne conserver que le dépôt métallique, qui est enfin recuit pour l'obtention des qualités mécaniques recherchées.

L'activation conductrice de la mousse organique constitue l'étape clé du procédé car elle conditionne très largement l'économie de l'ensemble du cycle de fabrication, à travers sa propre conduite d'une part, mais, d'autre part et de manière prépondérante, à travers son influence sur les conditions économiques et techniques des étapes d'électrolyse et de traitements thermiques.

Indépendamment de la technique

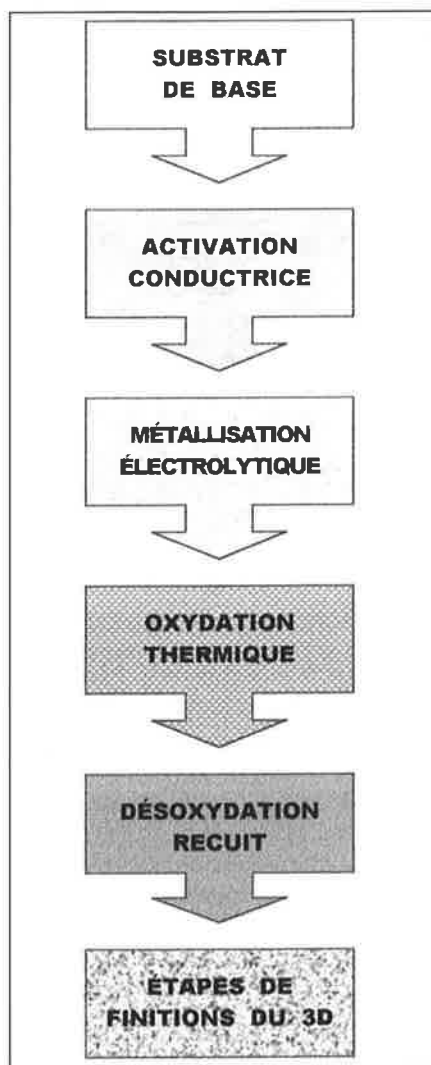


Schéma 1 - Principe du processus de fabrication des structures 3D.

SCPS, trois autres procédés ont été ou sont utilisés actuellement.

Dépôt de nickel par voie chimique

Ce procédé, appelé « electroless » repose sur la réduction chimique du nickel en solution et son dépôt sur des surfaces rendues catalytiques.

Cette technique permet d'obtenir d'excellentes conductivités mais, étant particulièrement coûteuse, a été abandonnée par les fabricants qui l'utilisaient.

Dépôt d'une laque conductrice à base de carbone

Après trempé de la mousse dans une barbotine contenant une poudre de graphite et un liant organique, de l'air est soufflé au travers de la structure poreuse pour ouvrir les pores obturés. Une cuisson effectuée à environ 120 °C per-

met de consolider la couche de résine conductrice.

Cette technique est aujourd'hui la plus largement utilisée quoique la plus imparfaite en terme de performances : conductivité médiocre, manque de continuité du revêtement conducteur, poids important du matériau d'activation, effet défavorable sur l'état de surface et les caractéristiques mécaniques.

Dépôt de nickel par pulvérisation cathodique (sputtering)

Le dépôt est réalisé sous vide, par bombardement, à l'aide d'atomes d'argon, d'une cible de nickel placée devant un magnétron.

Ce procédé, le plus performant jusqu'alors, permet de traiter mousses et feutres, mais connaît cependant des limites en termes d'épaisseur et de densité des substrats traités, et peut par ailleurs être considéré comme relativement coûteux et d'une mise en œuvre délicate (équipement et technologie sophistiqués).

Procédé SCPS-dépôt d'un polymère conducteur

La nouvelle technologie d'activation conductrice développée par SCPS, destinée à contribuer à l'amélioration de la compétitivité des équipements intégrant des structures 3D, est celle impliquant un dépôt de polymère conducteur dans la phase d'activation conductrice (voir schéma 2).

Les avantages apportés par ce procédé seront développés plus loin dans le cadre de la description des discussions et du mécanisme de collaboration ayant conduit à l'adoption de cette démarche.

Processus d'élaboration d'un programme de développement d'un procédé industriellement intéressant

Comme il a été dit plus haut, le premier projet qui s'est dégagé des différents « séminaires » organisés concerne l'utilisation des polymères conducteurs dans la production de structures 3D métalliques.

Pourquoi les polymères conducteurs ?

Les polymères conducteurs constituent un ensemble de matériaux très étudiés dans les laboratoires, et pour lesquels différentes utilisations sont envisagées (voir par exemple les actes du colloque « Matériaux organiques » organisé par la SF2M).

Ces matériaux ont la propriété d'être conducteurs électroniques lorsqu'ils sont à l'état oxydé (dopé) et deviennent semi-conducteurs ou isolants à l'état réduit (dédopé).

Les principales familles concernent les polythiophènes, les polyanilines et les polypyrroles.

Comment les utiliser ?

Au cours de l'exposé réalisé sur les polymères conducteurs devant l'équipe de SCPS, Max Costa insiste sur les applications « nobles » qui sont recensées dans la littérature (électrochromisme, optique non linéaire, micromécanique, blindage électromagnétique, revêtement anticorrosion, etc.). Cette démarche avait pour objectif de présélectionner les sujets susceptibles d'intéresser des scientifiques spécialisés dans le transfert technologique.

Paradoxalement, c'est vers une application pour laquelle le polymère conducteur est détruit en cours de cycle de production, que les membres de l'équipe SCPS orientent le débat qui suit : l'emploi des polymères conducteurs pour rendre conductrice une surface de mousse organique dans le procédé de fabrication des mousses métalliques selon la démarche décrite plus haut.

Après discussion, une étude de faisabilité a été lancée et, en parallèle, une évaluation économique était réalisée.

Les conclusions de ces expertises portaient sur les caractéristiques du procédé :

- procédé chimique permettant de traiter de la bande de polyuréthane expansé en continu, ou d'activer directement des blocs de mousses, et d'effectuer ultérieurement le pelage en épaisseur voulue, ce qu'aucune autre activation ne permet de concevoir ;
- excellente pénétration à cœur, du revêtement conducteur, dans les mousses organiques ;
- procédé non dangereux pour les

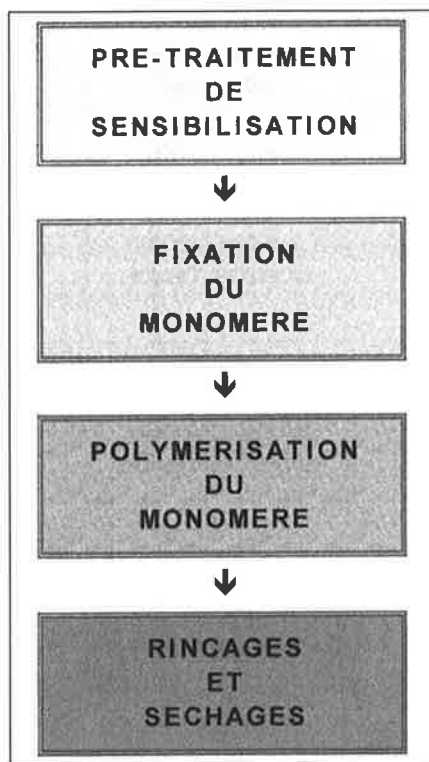


Schéma 2 - Principe des étapes opératoires de l'activation conductrice SCPS de structures 3D.

opérateurs et pour l'environnement : fonctionnement à basses températures et basses pressions, absence de solvant organique, et de produit toxique (certification aux normes US) ;

- conductivité très élevée (résistivité de surface de l'ordre de 10 à 20 Ω carré), de grande stabilité, insensible au stockage à l'air et à l'agressivité des bains d'électrolyse de nickel ;

- faible coût du procédé (malgré celui du polymère conducteur), inférieur de moitié environ à celui de l'activation à la laque de carbone, la plus économique jusque-là (faible coût d'investissement et haut niveau de productivité des équipements, appel limité à la main-d'œuvre, coût limité en produits consommables).

Les qualités de l'activation conductrice développée par SCPS offrent par ailleurs des avantages induits marquant favorablement les étapes situées en aval :

- électrolyse de nickel possible à des vitesses plus de deux fois supérieures à celles praticables sur la base d'une activation traditionnelle au carbone, et sous des tensions plus faibles (économies potentielles en matière d'équipements et d'énergie consommée, ainsi qu'en termes de main-d'œuvre de production),
- métallisation galvanique possible

des structures 3D de types feutres ou tissés (non réalisable avec l'activation au carbone),

- possibles dépôts électrolytiques de cuivre et plomb (non réalisables avec l'activation au carbone),

- amélioration de la répartition de poids du métal déposé (à travers l'épaisseur du substrat, et à travers la largeur de la bande électrolysée en continu),

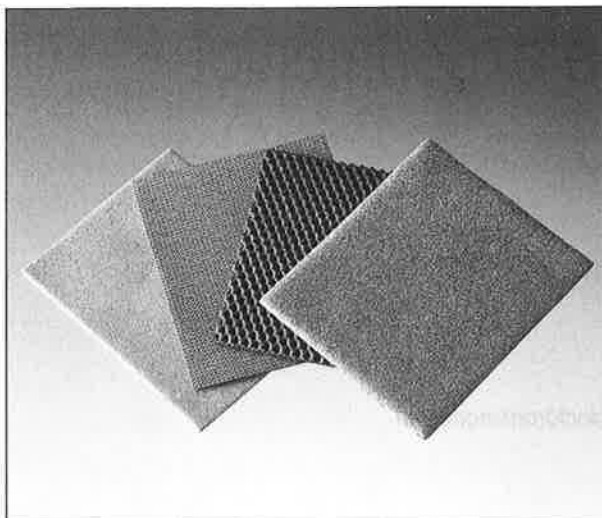
- possibilité d'arrêts en cours d'électrolyse, et de reprises ultérieures, sans rupture de la conductivité du substrat activé immergé dans la cuve de traitement,

- dépôt en matière carbonée 5 à 10 fois moindre en poids sur le substrat de base qu'avec l'activation au carbone. L'étape de brûlage des matières organiques s'en trouve simplifiée (possibilité de plus grande rapidité ou de moindre température). Elle est de surcroît moins agressive pour le dépôt métallique (moindre oxydation). Ainsi, l'étape finale de désoxydation et recuit sous atmosphère réductrice, peut-elle être facilitée.

Réflexion sur la valorisation de la recherche universitaire

Si plusieurs programmes de recherche appliquée et pré-développement sont conduits en parallèle avec succès chez SCPS, et approchent du stade de leur transfert vers l'industrie, l'opération « utilisation des polymères conducteurs » apparaît comme significative du point de vue des protagonistes, quant au caractère spécifique de leur approche de la collaboration recherche fondamentale/recherche appliquée, et révélatrice des problèmes liés à la différence de culture des acteurs.

A l'écoute des protagonistes, on réalise très vite que les propos, les contraintes, la notion de temps diffèrent de manière évidente d'un groupe à l'autre. Par exemple, des éléments comme le prix du monomère n'entrent pas en ligne de compte de manière importante dans la programmation d'une ligne de recherche d'un laboratoire universitaire, alors qu'il peut constituer un élément déterminant dans l'intérêt d'engager un programme de développement pour une société comme SCPS.



Variétés de structures métalliques 3 D.

De la même façon, lorsqu'on compare les discours d'un directeur de laboratoire du CNRS ou plus généralement d'un laboratoire universitaire à celui d'un responsable d'une PME, il apparaît que la sécurité d'emploi et la garantie de rémunération constituent des contraintes majeures pour la PME alors que du côté universitaire ce problème revêt un aspect qualitativement différent.

La mise au point d'un procédé suit un parcours allant de l'essai en laboratoire pour arriver au stade pré-industriel, en passant par l'expérimentation de diverses voies de mise en œuvre et la

réalisation de prototypes. Dans cette démarche, le chercheur de recherche fondamentale découvre que le passage d'une étape à la suivante n'induit pas seulement un effet d'échelle mais entraîne également une modification et un élargissement des problèmes à résoudre.

Aujourd'hui, après avoir conçu et testé deux générations de pilotes expérimentaux mettant en œuvre son procédé, SCPS a engagé avec le soutien du MENRT

(contrat Eureka) une collaboration avec un industriel luxembourgeois (Circuit Foil) dans le cadre de laquelle elle a réalisé un pilote industriel qui va prochainement entrer en service.

Conclusion

Les discussions et les exposés qui ont été faits par les représentants des deux familles scientifiques impliquées dans cette opération permettent d'avancer un certain nombre d'observations :

- Les laboratoires de recherche fon-

damentale constituent des gisements de connaissances qu'il serait très utile d'exploiter plus largement qu'ils ne le sont. De plus, pour une majorité de chercheurs et d'ingénieurs, leur connaissance ne se limite pas à leur sujet spécifique mais couvre une aire scientifique très large.

- Paradoxalement, ces chercheurs ne possèdent pas une connaissance suffisante de l'applicabilité industrielle de leurs résultats obtenus dans le domaine de la recherche fondamentale.

- Dans les opérations de transfert, il est des éléments qui conditionnent largement le succès de ces opérations :

- communauté de langage (à construire),

- confiance mutuelle autorisant des discussions dégagées de toute arrière-pensée,

- répartition de l'activité respectant l'acquis de chaque intervenant, et permettant ainsi une exploitation la plus efficace possible de l'apport scientifique et technologique de chacun des acteurs.

Au regard de ces différents points, l'expérience décrite constitue certainement un exemple de réussite.

Note

- 1 Il faut rappeler que les questions de transfert n'apparaissaient pas à cette époque (~1995) comme ultra prioritaires.