



La Lignine de la taille Micro à NANométrique

Responsable scientifique : Isabelle ZIEGLER-DEVIN, Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB)

Collaborations : Laboratoire Lorrain de Chimie Moléculaire (L2CM, UMR 7053), Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP, UMR 7274), Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), Institut Galien Paris-Saclay (UMR CNRS 8612), Laboratoire TIMR EA 4297 (UTC/ESCOM)

Action thématique concernée : WP3

Contexte —

La valorisation de la lignine est un thème particulièrement stratégique et prometteur pour la bioéconomie dans le cadre de la bioraffinerie lignocellulosique du futur. A ce jour, ce biopolymère est très peu valorisé (utilisation uniquement pour la conversion énergétique) alors que, de par sa composition chimique riche en unités phénoliques, il est une source de dérivés à haute valeur ajoutée.

Objectifs —

L'objectif du projet LIMINA est d'extraire et de produire des nano-lignines à partir de déchets forestiers et agricoles locaux par des procédés respectueux de l'environnement (explosion de vapeur, procédé organosolv et précipitation anti-solvant) ; puis de les valoriser dans des applications à fort potentiel : nanomatériaux, matériaux composites biosourcés, émulsions de Pickering ou substitution de nanoparticules non biosourcées (TiO₂) et non biodégradables dans des produits pharmaceutiques ou cosmétiques.

Démarche —

Le projet est divisé en plusieurs parties à savoir : Extraction et caractérisation de la macro-lignine, production des nano-suspensions de lignine et enfin valorisation des nanoparticules de lignine. Ainsi, la biomasse est broyée avant de subir un prétraitement par explosion à la vapeur d'eau (prétraitement thermique, chimique et mécanique de la matière) puis une extraction organosolv (réacteur sous pression) dans le but d'obtenir la macro-lignine (échelle micrométrique). Des caractérisations physico-chimiques de cette lignine sont réalisées (microscopie, RMN, SEC, FT-IR, granulométrie par diffraction laser) afin d'optimiser les prétraitements. Dans un second temps les macrolignines sont solubilisées dans de l'éthanol, une précipitation antisolvant (eau) est ensuite réalisée afin de produire les nanoparticules de lignine. Le but est de produire des nano-suspensions de lignine stables dans le temps avec un contrôle sur la taille et l'aspect des particules en fonction de différents paramètres de précipitation anti-solvant (débit d'addition, concentration et composition des solutions, type de lignine, utilisation de forces d'agitation ou de cisaillement). Ces suspensions sont ensuite caractérisées par microscopie électronique à transmission, par diffusion dynamique de la lumière et par mesure de potentiel zêta. Enfin, les valorisations multiples sont en cours de développement dans le cadre de collaborations avec des laboratoires ou industriels (Institut Galien Paris-Saclay, LRGP, LIBIO).

Résultats marquants —

Les principaux résultats marquants sont les suivants :

- Production de nano-suspensions avec des tailles de particules comprises entre 50 et 200nm.
- Ces nano-suspensions sont stables dans le temps (+30j).
- Il est possible de récupérer des nanoparticules solides par lyophilisation en présence de cryoprotecteurs.

Principales conclusions incluant des points-clés de discussion —

La production de nanoparticules de lignine de manière simple et respectueuse de l'environnement est maîtrisée et répétable. Ces résultats portent un vif intérêt pour la communauté scientifique dans le cadre de valorisations à haute valeur ajoutée (Pickering cosmétique et pharmaceutique ou encore matériaux).

Perspectives —

Les principales perspectives sont les suivantes :

- Déterminer les phénomènes mis en cause dans la nano-précipitation par anti-solvant.
- Optimiser les paramètres de production des nanolignines.
- Poursuivre le développement des différentes valorisations des nanolignines.
- Augmenter l'échelle de production.

Valorisation —

Scientifique :

- Publication en cours de réaction (à soumettre dans Green Chemistry, IF 11.0).
- Communication orale acceptée - ACS Spring 2023, Paper ID 3824081, 30/03/23, Indianapolis.
- Communication orale - séminaire LIgnoCOST (01-02/02/23, Reims).
- Présentation par affiche - 11èmes Journées Scientifiques du GDR Sciences du bois (16-18/11/22, Nice).

Effet levier du projet —

Acquisition de nouveaux matériels afin de produire les différentes nano-suspensions de lignine : pompe péristaltique, homogénéiseur ultra turrax, pousse seringues. Construction d'un pilote de précipitation anti-solvant en caisson plexiglass (protection contre les poussières). Recrutement de 3 stagiaires (Ingénieur ENSTIB 3A et deux étudiants en L3).