

PROMOTION 2023
Toulouse INP-ENSIACET



“ Imaginer & Entreprendre
L'excellence technique au service du climat ”

Édito de **NALDÉO**

POUR LA PROMOTION 2023



Entreprise d'ingénierie et de conseil engagée intégralement sur les enjeux du climat, la mission de Naldeo est de réduire significativement l'empreinte de l'industrie et des territoires sur l'environnement. Nous souhaitons ainsi contribuer pleinement aux orientations ambitieuses fixées par l'Europe avec le plan « fit for 55 » et la taxonomie européenne pour limiter le réchauffement climatique à +1,5°C d'ici 2050. Le groupe Naldeo est présent sur 12 sites en France à travers quatre filiales spécialisées : "Ingénierie et conseil", "Technologies et industrie", "Stratégies publiques" et "Digital for climate".

Nous sommes convaincus que la diminution de l'impact sur le climat viendra d'une meilleure utilisation des ressources en eau, énergie ainsi que de la réduction / valorisation des déchets, associé à une bonne exploitation des données. Nos experts, ingénieurs et consultants accompagnent les industriels et les collectivités à chaque étape du cycle de vie des projets, depuis les audits initiaux, études techniques, jusqu'au contrôle d'exploitation, en étant assistant à maîtrise d'ouvrage ou maître d'œuvre.

Naldeo est une entreprise indépendante à taille humaine : nos collaborateurs opèrent dans des projets d'envergure tout en bénéficiant d'un environnement agile et convivial. Nous aspirons à former en continu des profils multi compétents capables de concevoir, innover, produire et manager au service de la transition environnementale.

Multiplier les expériences est primordial pour y parvenir. C'est pourquoi nous avons à cœur d'intégrer des étudiants de Toulouse INP-ENSIACET, avec qui nous partageons l'ambition "d'excellence technique au service du climat".

Nous savons envisager différents types d'intégration : stage, alternance, CDI ainsi qu'en "Graduate program" qui permet aux jeunes ingénieurs de tester plusieurs services et domaines d'intervention. Ils se familiarisent ainsi avec différents sujets et peuvent mieux orienter leur choix de carrière.

Nous sommes ravis et honorés de parrainer l'ENSIACET cette année qui complète notre participation au sein du conseil de perfectionnement de l'école. Notre présence lors d'interventions, principalement en cours et sur les forums, nous permet d'avoir une relation privilégiée et d'échanger, sur des sujets qui nous passionnent tous, avec les étudiants d'aujourd'hui qui seront les héros écologiques de demain.

Nous avons hâte de vous rencontrer, de découvrir vos personnalités et convictions et serons heureux d'accueillir ceux qui veulent rejoindre nos 250 collaborateurs, qui apportent leur expertise sur plus de 1 000 projets chaque année.

Édito de l'ENSIACET

POUR LA PROMOTION 2023

En cohérence avec l'objectif de neutralité carbone en 2050 inscrit dans la loi énergie-climat en novembre 2019, et dans le « pacte vert » à l'échelle européenne, de nombreuses évolutions se mettent en place - et vont s'accélérer- dans le tissu socio-économique et industriel. Le 30 Mars 2023, le président de la république annonçait le lancement du « Plan Eau » pour une meilleure gestion des ressources en eau. Dans le cadre ce plan, les industries grandes consommatrices d'eau seront sollicitées afin d'atteindre l'objectif d'une réduction de 10 % des prélèvements en eau d'ici 2030. En parallèle à des phases de remédiation pour certaines activités, de nouveaux ateliers voient le jour partout en France et en Europe pour accompagner la souveraineté industrielle.

Les enjeux environnementaux et les sociétaux et les prises de conscience par le grand public des enjeux climatiques poussent les industriels à reconsidérer leurs activités et à viser la sobriété énergétique, la sobriété matière dont celle liée à la consommation d'eau. Ces mutations nécessitent une connaissance et une capacité à mettre en œuvre des nouvelles méthodes, technologies et nouveaux produits. La décarbonation de l'industrie, le remplacement du carbone fossile, le respect des ressources en eau, la durabilité des matériaux, le développement de procédés chimiques innovants, la mise en œuvre des principes de l'ingénierie circulaire au service d'éco-territoires en développement sont autant de domaines où les ingénieurs de l'ENSIACET ont des compétences fortes.

La société Naldeo groupe, parrain de la promotion 2023, accompagne aujourd'hui les collectivités publiques et les entreprises industrielles vers l'excellence technologies, l'exemplarité environnementale et l'autonomie énergétique. Les ingénieurs de la société Naldeo développent des expertises métiers pointues et innovantes dans le domaine de l'eau, de l'environnement, l'énergie, les déchets et les infrastructures.

La formation ingénieur ENSIACET, école spécialiste dans la transformation de la matière et de l'énergie, intègre plus particulièrement les thématiques environnement et énergie.



Ce livret présente les résumés des stages effectués par les élèves de 3ème année de l'école. A travers ces résumés, vous pourrez constater la richesse et la diversité de ces stages durant lesquels les élèves de l'école ont su démontrer leurs compétences techniques et leur adaptabilité professionnelle. De plus, grâce à la formation pluridisciplinaire et intégrée reçue à l'ENSIACET, ces élèves, ingénieurs de demain, sauront s'intégrer dans leur future entreprise, être rapidement opérationnel dans leur nouveau poste, et ainsi répondre aux problématiques auxquelles ils seront confrontés.

Les nouveaux ingénieurs de la promotion 2023 pourront bien entendu s'appuyer sur la formation acquise à l'ENSIACET pour réussir dans leur 1er poste. Ils pourront aussi par la suite s'appuyer sur le réseau des nombreux ingénieurs de l'ENSIACET, réuni au sein de l'Association des Ingénieurs de l'ENSIACET. Plusieurs ingénieurs diplômés de l'ENSIACET occupant différents postes au sein de la société Naldéo illustrent ces trajectoires ; comme Anne Boggione, ingénieur ENSIACET (ENSIGC) promotion 2000, aujourd'hui chef de projet trajectoires et Transitions durables pour l'industrie ou encore David Dacharry, ingénieur Génie des procédés ENSIACET promotion 2007, chargé d'affaires au sein de l'équipe Ingénierie, Conseil et Innovation.

Julien ARDOUVIN
Président de l'AIA7

Laurent PRAT
Directeur de Toulouse
INP-ENSIACET

Chimie

**SOYEZ LES ACTEURS INNOVANTS
D'UNE CHIMIE DURABLE ET RESPONSABLE !**

L'ingénieur ENSIACET «Chimie» maîtrise les **stratégies de synthèse de molécules complexes**, synthétiques ou **issues de produits naturels** ayant différentes propriétés d'usage. Travaillant **en équipe** sur des **projets pluridisciplinaires**, sa démarche intègre en amont les **exigences économiques et environnementales** liées au **choix des procédés**, à leurs impacts et à la **valorisation des coproduits**.




COMPÉTENCES



- Analysez et caractérissez les produits d'usage et évaluez leur impact environnemental
- Concevez et élaborer des stratégies de synthèse pour une chimie durable et responsable
- Maîtrisez les outils analytiques appliqués au domaine de la synthèse et du procédé
- Procédé de fabrication: choisissez le procédé valoriser les co-produits, évaluez et maîtrisez les risques

POINTS FORTS

- Maîtrise des méthodes et outils analytiques
- Recherche et développement
- Compréhension du comportement de la matière
- Conception de nouvelles molécules ou de nouveaux matériaux
- Relever des défis pour lutter contre la pollution
- Créer de nouveaux produits en chimie fine
- Développer de nouvelles sources d'énergie
- Prendre en compte les contraintes environnementales et économiques pour le développement de produits ou procédés

Chargée mission RSE 

FAIRBRICS – BENOIT ILLY

 **ABDI Yasmine, CH** **GSI / I3D / CONTRAT PRO** 



OBJECTIFS

Fairbrics est une start-up qui a pour mission d'offrir des solutions plus respectueuses de l'environnement en fabricant des tissus synthétiques à partir de CO2. Son premier objectif est l'industrie de la mode.

En tant que chargée mission RSE, les objectifs sont:

- Evaluer les émissions de la start up à travers un Bilan Carbone®
- Réaliser une ACV comparative entre un tissu en polyester produit par Fairbrics et un tissu en polyester « Made in China »
- Définir un plan d'actions afin de réduire les émissions de GES de la start-up
- Animer et communiquer la démarche RSE en interne et en externe à travers l'organisation d'évènements de sensibilisation, de conférences etc...




PRINCIPAUX RÉSULTATS

- Réalisation du Bilan Carbone® de l'entreprise (Scope 1, 2 et 3), puis de l'ACV de la technologie Fairbrics comparée ensuite avec une production en Asie;
- Projet implantation énergies renouvelables sur le site de production en Belgique (méthanisation, photovoltaïque et éolien);
- Définition des objectifs 2025 de l'entreprise ainsi que d'un plan d'actions afin de réduire les émissions de GES de la start-up;
- Animation de la démarche RSE: fresque du climat, conférences et sensibilisation aux enjeux climatiques;
- Communication la démarche RSE en interne et en externe: vulgarisation des résultats lors d'évènements nationaux (événement ChangeNow à Paris, LuxePack...), publication mensuelle d'articles sur des sujets environnementaux...





CONCLUSIONS

Réaliser son contrat de professionnalisation dans une start up comme Fairbrics a de nombreux avantages: liberté totale sur les projets menés, impacts de mes résultats visibles dans l'entreprise, développement de plusieurs compétences dans plusieurs domaines, flexibilité des conditions de travail, prise en compte de l'environnement dans les valeurs de l'entreprise sans tomber dans le greenwashing, pluridisciplinarité des compétences acquises en Chimie et en Eco-Ingénierie durant ce stage ...

Optimisation des réactions enzymatiques 

SANOFI – Hugo CHAFFRINGEON

 **ARIENTE Bastien, CH** **CDB, PPQPS, CONTRAT PRO** 



OBJECTIFS

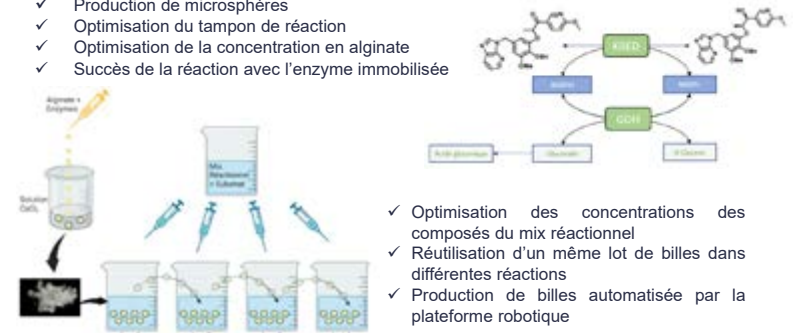
Le monde de la Chimie ne fait pas exception et est amené à verdier ses pratiques. S'affranchir le plus possible de l'usage de solvants organiques et autres catalyseurs chimiques est devenu un leitmotiv. Pour atteindre ces objectifs le recours à la biocatalyse enzymatique s'est rapidement imposé. Les enzymes sont en effet régio et stéréo spécifiques, ce qui permet de limiter les étapes de protection/déprotection. Elles présentent de plus des taux de conversion attractifs lorsqu'elles sont le fruit d'ingénierie moléculaire. Malheureusement, les enzymes sont des catalyseurs onéreux et relativement plus fragiles que leurs confrères chimiques. Une des parades visant à corriger ces points est de les rendre facilement réutilisables pour envisager des cycles de catalyse consécutifs. A cette fin il est possible de les immobiliser dans des billes d'alginate. En présence d'ions Ca²⁺, le polymère naturel issu d'une algue qu'est l'alginate se gélifie pour former une membrane autour de la solution contenant l'enzyme. Cette technique d'immobilisation a pour avantage d'utiliser uniquement des composés bienveillants pour l'environnement à l'instar d'autres techniques beaucoup plus nocives. Cette technique permet d'être plus résistante aux variations de températures et de pH.

Mes principaux objectifs sont tout d'abord de valider la faisabilité technique de cette approche, puis d'optimiser les différents paramètres en jeu afin d'augmenter l'efficacité de cette immobilisation, en ciblant à terme un gain de taux de bioconversion.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

- ✓ Production de microsphères
- ✓ Optimisation du tampon de réaction
- ✓ Optimisation de la concentration en alginate
- ✓ Succès de la réaction avec l'enzyme immobilisée



- ✓ Optimisation des concentrations des composés du mix réactionnel
- ✓ Réutilisation d'un même lot de billes dans différentes réactions
- ✓ Production de billes automatisée par la plateforme robotique



CONCLUSIONS

Si l'immobilisation par encapsulation en billes d'alginate peut sembler aisée de prime abord, sa mise en œuvre s'est révélée complexe et exigeante. De nombreuses problématiques ont été mis en évidence (gestion du pH interne des billes, viscosité de l'alginate, modalités de l'encapsulation) et ont nécessité des adaptations de stratégies. Ce travail de longue haleine a permis d'accroître considérablement nos connaissances sur cette technique prometteuse.

Extraction et analyse de polluants organiques dans les eaux usées par GC-MS



Institut des Sciences Analytiques CNRS UMR 5280 – Mme Laure WIEST

ARTHOZOUL Chloé, CH

ECPM / Université de Strasbourg
Master Sciences Analytiques



OBJECTIFS

Le traitement des eaux usées est un challenge environnemental important pour les municipalités. La connaissance en amont des polluants organiques présents dans les réseaux d'eaux usées permet une meilleure anticipation de leur traitement dans les stations d'épuration. Dans ce contexte d'étude, le projet se focalise sur l'utilisation de la chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) pour analyser ces polluants. Les principaux objectifs sont les suivants :

- L'étude bibliographique des polluants organiques présents dans les eaux usées ;
- Le développement de la méthode d'analyse en GC-MS (choix de la colonne, optimisation du gradient...);
- L'optimisation de la préparation des échantillons : comparaison de l'extraction en phase solide (SPE) et de la micro-extraction liquide-liquide dispersive (DLLME) ;
- La caractérisation d'échantillons d'eaux usées fournis par le laboratoire DEEP de l'INSA Lyon.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

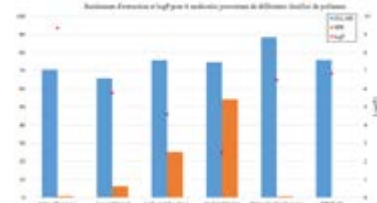
Au cours de ce projet, plusieurs méthodes d'analyse ont été mises au point pour permettre la détection d'une large gamme de polluants organiques présents dans les eaux usées. Dans un premier temps, on s'est intéressé à l'étude des molécules possédant un caractère apolaire (logP > 3) en utilisant une colonne chromatographique de type 5MS. Chaque molécule cible est caractérisée par son temps de rétention et ses 3 fragments principaux (les plus intenses).

1. Optimisation de la préparation d'échantillon

Plusieurs paramètres ont été optimisés :

- La nature et le volume de solvant d'extraction et les paramètres de centrifugation pour la DLLME ;
- La nature de l'éluant et le type de cartouche pour la SPE.

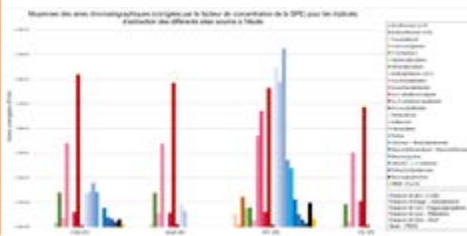
Le graphique ci-dessous met en avant l'efficacité de la DLLME face à la SPE. Les rendements inférieurs à 10% dans le cas de la SPE s'expliquent par le caractère très apolaire des molécules extraites (logP > 5) qui ont donc une affinité trop importante avec la phase et sont retenues dans la cartouche.



2. Analyse des eaux usées

Finalement, lors de l'extraction des échantillons d'eaux usées, on remarque une inversion de la tendance avec de meilleurs résultats pour la méthode SPE (présentés ci-dessous). Ce phénomène s'explique par le fait que la matrice organique très chargée va venir occuper les sites de la phase HLB, permettant une meilleure élution des molécules d'intérêts.

Sur les quatre sites soumis à l'étude, deux sont particulièrement chargés en polluants organiques : CEB et SPV. Ces sites sont situés à proximité d'activités industrielles.



CONCLUSIONS

Expérimentales : Les résultats obtenus mettent en avant l'intérêt de développer la préparation d'échantillon directement sur la matrice d'intérêt. D'autres expérimentations permettront d'expliquer la perte de rendement notable lors de l'utilisation de la DLLME sur les échantillons d'eaux usées. Une deuxième méthode d'analyse sera mise en place pour étudier les molécules volatiles.

Personnelles : Ce stage a été l'occasion pour moi de travailler en autonomie afin de développer mes compétences en préparation d'échantillons environnementaux et d'approfondir mes connaissances sur l'utilisation d'instruments analytiques de pointe (GC-MS).

Etudes de l'expression aromatique fruité des vins rouges



Institut des Sciences de la Vigne et du Vin (ISVV) – LYTRA Georgia

BALLET Lisa, CH

Echange : Universidad de Navarra (Espagne)



OBJECTIFS

Contexte : Dans un contexte de **changement climatique**, l'étude porte plus spécifiquement sur des vins issus de **cépages tardifs**. Ces cépages, qui sont déjà plantés sous des latitudes où le climat est plus chaud et plus sec, pourraient être potentiellement adaptés au **futur climat de Bordeaux**. Cinq vins ont été étudiés, 3 provenant d'Espagne, d'Italie, de Grèce et 2 de France.



→ L'objectif est d'étudier l'**arôme fruité** et la **composition aromatique** des vins rouges grâce à l'analyse sensorielle et aux méthodes analytiques



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Composé	Unité	1	2	3	4	5
1	mg/L	12	15	18	20	22
2	mg/L	10	12	14	16	18
3	mg/L	8	10	12	14	16
4	mg/L	6	8	10	12	14
5	mg/L	4	6	8	10	12

L'**analyse sensorielle** est l'étude des propriétés organoleptiques d'un produit, elle évalue la perception par les sens. Parmi les méthodes d'analyse sensorielle, c'est la méthode "**check all that apply**" (CATA) qui a été utilisée. Pour cela, un questionnaire contenant une liste de descripteurs est distribué à **deux panels : non-entraîné et entraîné sur les descripteurs évalués**. Chaque panéliste doit cocher les descripteurs qui correspondent selon lui à l'échantillon testé.

Analyse GC-MS :

41 molécules aromatiques ont été quantifiées (19 esters, 11 monoterpènes, 6 alcools, et 5 norisoprénoides à 13 carbones)

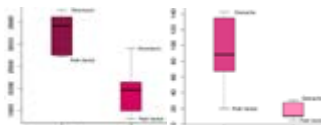


Figure 1 : Moyenne des concentrations totales de chaque famille aromatique pour les différents vins

Analyse sensorielle

L'analyse factorielle des correspondances a permis d'illustrer quels descripteurs décrivent le mieux chaque vin.

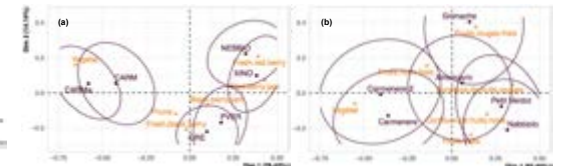


Figure 2 : Graphique de l'analyse factorielle des correspondances (AFC), basé sur les résultats de la CATA du panel non entraîné (a) et entraîné (b)



Corrélation analyse sensorielle - Résultats analytique

Des corrélations entre la présence de composés et certains descripteurs ont pu être montrées. La note **végétale** est corrélée avec les teneurs de l'IBMP, du géraniol, du 4 terpinéol, du terpinolène, de la vitispirane et de la β-damascenone. La note de **fruit rouge frais** est corrélée avec les teneurs du 2-hydroxyhexanoate d'éthyle, du 2 méthylbutanoate d'éthyle et du 2 méthylpropanoate d'éthyle. Enfin la note de **fruit noirs confituré** a été corrélée avec les teneurs de l'hexanol, du limonène, du butyl acetate et de l'éthyle propanoate.

Une analyse des composantes principales a été réalisée, permettant de visualiser la distribution des teneurs de chaque composé en fonction des vins.



Figure 3 : Analyse des composantes principales des vins selon leur concentration en composé



CONCLUSIONS

L'étude des arômes est un domaine très complexe. D'un point de vue analytique, il existe des **différences** entre les **teneurs des certains composés** pour les différents vins. D'un point de vue sensorielle, il existe des **différences** entre les résultats obtenus d'un panel **entraîné et non-entraîné**. Nous avons pu montrer une **corrélation** entre certains **composés** et certains **descripteurs**. Néanmoins des tests complémentaires seront réalisés pour confirmer l'impact des composés en question.

Etude de la stabilité chimique des métabolites de la voie des kynurénines



UPC-CNRS, UMR 8601 – DAIROU Julien, McCORT Isabelle

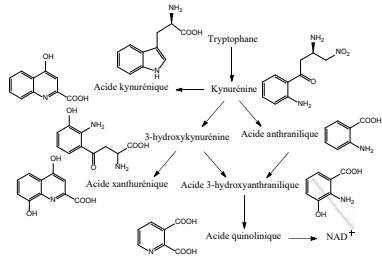


BARGNA Léna, CH

Université de Sherbrooke (Canada)



OBJECTIFS



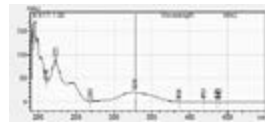
Le Tryptophane (Trp) est un acide aminé essentiel qui est impliqué dans deux voies métaboliques majeures, dont la voie des kynurénines (fig. 1). Outre son implication dans la synthèse du nicotinamide adénine dinucléotide (NAD⁺), la dérégulation de cette voie prend part dans le développement de certaines maladies neurodégénératives et psychiatriques (comme la schizophrénie). De plus, elle produit des métabolites qui jouent un rôle essentiel dans certaines pathologies inflammatoires touchant le système nerveux central. Bien que très polaires, ces métabolites agissent via divers récepteurs notamment AhR pourtant accommodant des ligands hydrophobes, et peu

d'informations sont disponibles sur leur stabilité. En effet, une étude de 2008 révèle que la Kynurénine peut se condenser en produits aromatiques (les TEACOPS) et activer AhR. Le projet a alors pour but d'isoler les dérivés d'autres composés de la voie des kynurénines, de tester leur stabilité chimique et métabolique et d'étudier leurs effets éventuels sur le récepteur AhR.

PRINCIPAUX RÉSULTATS



Figure 2a : Comparaison de spectres en HPLC de l'acide anthranilique avant et après 4 jours



Figures 2b et 2c : Signature spectrale et aire du pic de l'acide anthranilique après 4j de vieillissement

En réalisant un suivi cinétique de 3 jours selon le protocole¹ de vieillissement de la kynurénine afin d'obtenir les TEACOPS (produits de condensation aromatique sous forme de trace), il apparaît que la kynurénine a fortement disparue mais aucun nouveau produit n'a pu être caractérisé.

Le même protocole a été suivi pour d'autres composés notamment l'acide kynurénique et l'acide anthranilique (fig. 2) où l'on remarque qu'après 4 jours de vieillissement, ce dernier est en train de disparaître mais aucune présence de nouveau composé. La signature spectrale indique que l'on peut suivre le composé à 328 nm.

La suite du protocole a également été réalisée pour la kynurénine jusqu'à la séparation des phases aqueuses et organiques. Les analyses par la suite n'ont de même pas montré de nouveaux composés.

CONCLUSIONS

En conclusion, malgré la publication¹ utilisée comme référence, il semble apparaître que les 3 jours de vieillissement ne sont pas suffisants pour obtenir les TEACOPS. Je vais alors faire vieillir mes composés 30 jours en prélevant régulièrement pour effectuer un suivi cinétique. Je vais également analyser d'autres composés à savoir : la 3-hydroxykynurénine, l'acide xanthurénique et l'acide 3-hydroxyanthranilique pour comparer les résultats avec le reste (contrôle).

¹Sook, S.-H.; Ma, Z.-X.; Feltenberger, J. B.; Chen, H.; Scarlett, C.; Lin, Z.; Satyshur, K. A.; Cortopassi, M.; Jefcoate, C. R.; Ge, Y.; Tang, W.; Bradfield, C. A.; Xing, Y. Trace Derivatives of Kynurenine Potently Activate the Aryl Hydrocarbon Receptor (AHR). *J. Biol. Chem.* **2018**, *293* (6), 1994–2005. <https://doi.org/10.1074/jbc.RA117.000631>.

Synthesis of fluorescent dendrogenins for their detection in exosomes



DENDROGENIX – Arnaud RIVES



BERTRAND Colin, CH

CDB / CVeBio

OBJECTIFS

DENDROGENINS

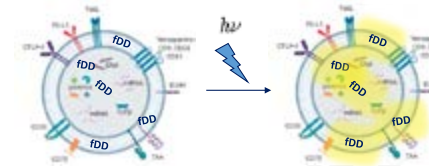
- Polyamine sterols derived from cholesterol synthesized for the first time by Prof. Marc Poirot in 2002
- Two class of dendrogenins: DX101 and DX243, both with a peculiar biological activity
- DX101 and DX243 have a proper mechanism of action

EXOSOMES

- Exosomes are nano-sized cargos (30-150 nm) with a lipid bilayer structure
- Secreted by most types of cells carrying metabolites
- Mirror the characteristics of their parental cells
- Characterized by: low cytotoxicity and immunogenicity, high membrane permeability and stability
- Can be used for many therapeutic uses



Can we synthesize fluorescent dendrogenins to engineer exosomes ?



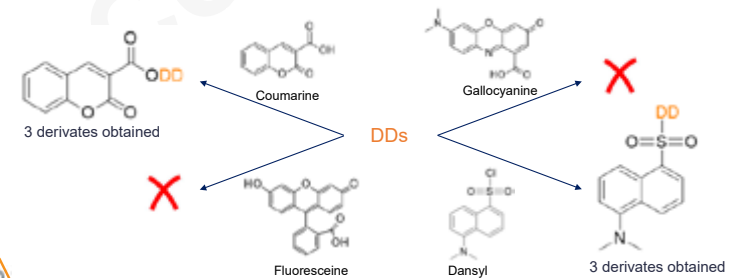
Yes, way the proceed:

1. Coupling between dendrogenin (DD) and fluorophores (f) having defined electromagnetic proprieties (Aexc ≥ 350 nm, Aem ≥ 400 nm): fDD
2. Spectroscopic characterisation of new fDD(s)
3. Encapsulation of fDD(s) in exosomes
4. Qualitatively Fluorescent analysis of fDD(s) encapsulated in exosomes
5. Identify the localisation of fDD(s) in exosomes

FINAL GOAL OF THE PROJECT :

If all the previous results are successful, used exosomes as cargo for drug delivery

PRINCIPAUX RÉSULTATS



CONCLUSIONS

Assessments :

- Synthesis of dendrogenins
- Total synthesis of 6 fDD(s)

Perspectives :

- Synthesis of other fDD(s)
- Spectrofluorimetry of fDD(s)

Chargée de qualité de projets cliniques



SANOFI – IJABI Siham

BERTRAND Lou, CH

CDB / PPQS / Contrat pro



OBJECTIFS

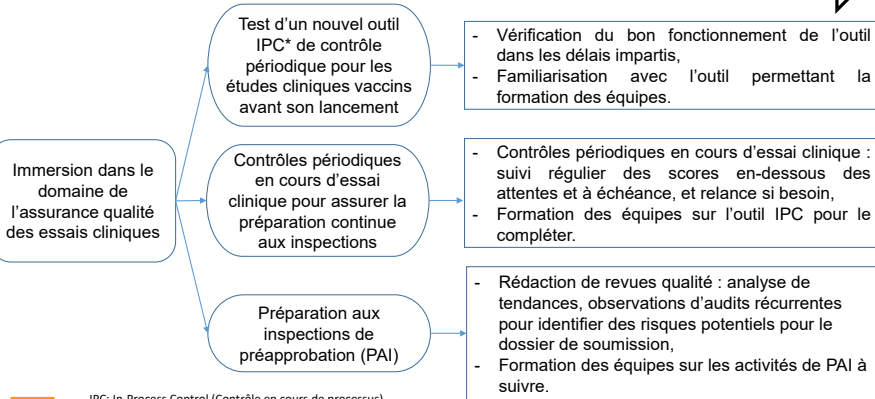
Lors de ma dernière année dans la filière PPQS, j'ai décidé de réaliser un contrat de professionnalisation chez Sanofi R&D avec pour objectifs de découvrir le monde de l'industrie pharmaceutique et plus particulièrement le domaine de la qualité clinique.

Au sein du département « Qualité Clinique et Amélioration Continue » en tant qu'alternante chargée de qualité de projets cliniques, les objectifs de mes missions consistaient à :

- Contribuer à la préparation continue des équipes projets aux inspections de préapprobation de nouveaux médicaments par les autorités de santé,
- Contribuer à la conformité des études cliniques aux bonnes pratiques cliniques, à la réglementation et aux procédures tout au long des études.

PRINCIPAUX RÉSULTATS

Réglementations applicables : Déclaration de Helsinki, Bonnes Pratiques Cliniques, ICH E6 R2 Procédures Sanofi



CONCLUSIONS

- Mise en application des notions de la qualité acquises en formation, et découverte de leurs applications dans le domaine de la recherche clinique,
- Mise en pratique de contrôles qualité tout au long des essais cliniques veillant à garantir et démontrer le respect des bonnes pratiques cliniques,
- Travail en autonomie au sein d'une équipe dynamique, alliant travail individuel, travail en équipe et communications intra services avec des équipes à l'échelle internationale,
- Suivi des contrôles en cours de processus tout au long des études afin que les équipes et les sites d'investigation clinique soient prêts à être inspectés par les autorités de santé à tout moment.

Développement de modes opératoires pour la quantification d'impuretés au sein de matériaux énergétiques par chromatographie ionique



ARIANEGROUP – LANDREAU NINA

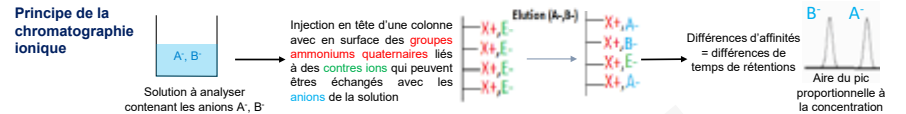
BOULLEE Josselin, CH

Echange : Chalmers University (Suède)



OBJECTIFS

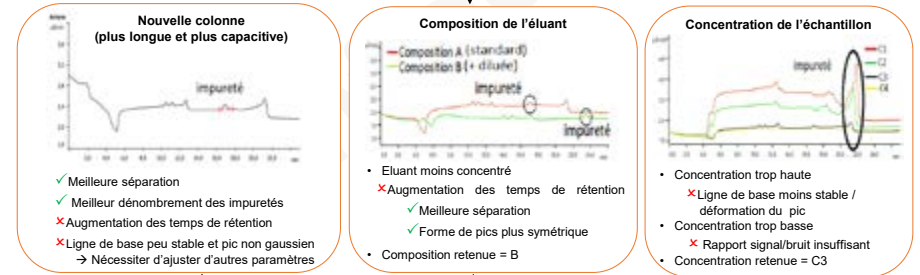
Objectif de l'étude : Développer un mode opératoire permettant de quantifier une impureté ionique dans un nouveau matériau énergétique synthétisé chez ArianeGroup



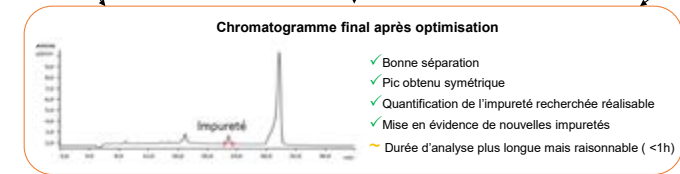
PRINCIPAUX RÉSULTATS



Optimisation des conditions



Mise en œuvre des conditions optimisées



CONCLUSIONS

- Développement d'un mode opératoire optimisé permettant la quantification de l'impureté recherchée
- Rédaction de la méthode d'essai associée (enrichissement du référentiel technique du laboratoire)
- Quantification de l'impureté dans 15 échantillons issus de diverses synthèses pour orienter l'équipe de synthèse organique vers le meilleur mode opératoire de purification
- Mise en évidence de nouvelles impuretés en cours d'identification

Juin 2023
Centre de Recherche du Bouchet

Simulation de procédés **Toulouse INP Ensiacét**

CARBIOS – Raphaël DOUDIN

BRUNEAUD Thomas, Chimie **CDB / CveBio**

CARBIOS
Enzyme powering the Circular Economy



OBJECTIFS

- 1. Simulation du procédé de la future Unité de Référence**
Réalisation des bilans matière et thermique pour la dépolymérisation du PET et l'obtention de monoéthylène glycol et d'acide téréphtalique
Etude des circuits internes à l'usine (circuit d'eau, obtention du monoéthylène glycol et rendements)
- 2. Analyse d'une installation d'osmose inverse**
Analyse des échantillons et conclusions sur l'efficacité de la filtration
Rédaction du rapport et ajout de l'étape d'osmose inverse dans le procédé



PRINCIPAUX RÉSULTATS

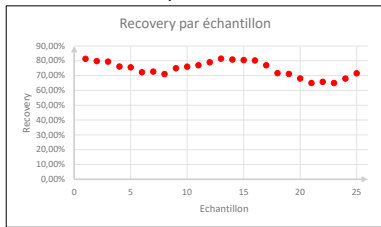
- Mise en place des formules pour calculer les bilans

Streams	1101	1102	1103	1104	1105
Description	PEI FLUXES	CEA	Solid Waste	PEI Extrusion Product	Expanded PEI Pellet
	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h
PEI	6329.2	95	94.7	6263.8	6043.8
Mécafil	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
CEA	0.8	43.5	0.8	31.5	31.3
Others (solids)	43.5	0.8	0.8	43.5	43.2
Water	44.8	0.8	0.8	90.8	94.8
Total	6259.8	45.3	97.1	6290.8	6253.8

Les tableaux contiennent les différents courants de chaque étape avec les bilans correspondants à ces courants

Le but de ce stage était tout d'abord d'établir le bilan matière du procédé pour 50 kt/an en calculant tous les débits à l'aide des données sur les installations et les rendements souhaités. Ce bilan complété du bilan thermique a dû être continuellement amélioré afin d'effectuer une étude capacitaire sur le procédé et aider au design de l'usine dont la mise en fonctionnement est prévue en 2025.

- Résultats des échantillons prélevés sur l'installation d'osmose inverse



Les analyses effectuées sur l'unité d'osmose inverse ont permis d'évaluer l'efficacité de la membrane dans le temps, et donc d'estimer son utilité pour la future usine. Après ces essais, il a finalement été décidé de rajouter cette installation pour le traitement de flux du procédé dans la future usine.



CONCLUSIONS

Ce stage m'a permis d'acquérir une réelle expérience dans le domaine des procédés et de l'industrie, tout en me permettant de mobiliser mes connaissances en catalyse enzymatique et en thermodynamique afin de construire les bilans relatifs au procédé. Ensuite, mon objectif était de faire fonctionner cette unité d'osmose inverse pour purifier l'eau, et enfin d'analyser les futurs réseaux d'eau de l'usine et le procédé afin de trouver des solutions respectant les principes de la chimie verte pour éviter les pertes de matière ou d'eau en étudiant des solutions proposées par mes responsables.

Chargée de développement et formulation de cosmétiques **Toulouse INP Ensiacét**

ATELIER POPULAIRE – ELSA POMÈS

CHANCOGNE Gwenaëlle, CH **ENSCMu (France)**

atelier populaire



OBJECTIFS

Atelier Populaire est une entreprise de cosmétiques biologiques et naturels basée à Paris dans le XIXème arrondissement. Les produits cosmétiques vendus par la start-up sont formulés, fabriqués, conditionnés et commercialisés au sein de l'entreprise. Les cosmétiques doivent respecter un cahier des charges strict. Ils doivent être certifiés Cosmos Organic, sans dérivés de palme, sans sulfate ou sans ingrédients controversés. Ils sont donc respectueux de l'environnement et de l'agriculture. Lors de mon stage j'étais en charge de la partie formulation au laboratoire. J'ai travaillé sur la recherche et le développement de nouveaux produits cosmétiques et de nouvelles galéniques.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Le développement d'une formule d'un produit cosmétique se fait en plusieurs étapes clés.

1 Détermination des ingrédients principaux du produit final et de la formule d'orientation

Contact Fournisseur de Matières premières
Échanger avec les fournisseurs permet d'obtenir des formules d'orientation de produits cosmétiques. Ils peuvent aussi proposer et conseiller des ingrédients intéressants pour des projets.

Benchmark (facultatif)
Réalisation d'une étude concurrentielle. Cela permet d'essayer des produits et d'éliminer des ingrédients à tester ou également faire un état des lieux des principaux actifs utilisés dans chaque type de produit cosmétique.

2 Adaptation de la formule

Essais formulation
Réalisation des essais de formulation au laboratoire. Modification des ingrédients et de leur proportion en fonction des retours après utilisation du produit et des problèmes de formulation et stabilité rencontrés.

Suivi de stabilité / compatibilité
Suivi des propriétés organoleptiques et physico-chimiques au cours du temps à température ambiante et à 45°C. Changement des matières premières et de leur pourcentage massique si problème significatif de stabilité au cours des trois mois de suivi.

3 Validation de la formule finale

Panel testeur
Test de la formule par des personnes sur une durée fixée. On récupère par la suite via un sondage l'expérience et l'avis de chaque testeur. Dernière adaptation de la formule en fonction des retours.

Exemples de produits sur lesquels j'ai travaillé

Shampooing solide, Déodorant Solide, Gommage en poudre 3 en 1, Baume réparateur pour bébé, Shampooing sec, Démaquillant Solide.



CONCLUSIONS

Ce stage m'aura permis de comprendre et connaître toutes les étapes de création, production et commercialisation d'un produit cosmétique. Il m'aura aussi appris à savoir s'adapter face aux contraintes de disponibilités des matières premières, et du cahier des charges de la marque et des produits formulés.

Développement Analytique Caractérisation des Tensioactifs



Pierre Fabre Dermo-Cosmétique & Personal Care
Elise NAVARRE, Philippe ROUGIER & Richard ROE

CHASTAGNAC Camille, CH

MAMAR / IA



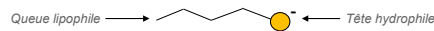
OBJECTIFS

Ce stage a pour but de développer différentes techniques de caractérisation des tensioactifs anioniques. L'objectif est d'identifier et de contrôler des paramètres critiques, qui jouent un rôle clé pour la fonctionnalité de la matière en formule. Ici, seul le paramètre teneur en acides gras résiduels (AGR) est détaillé.



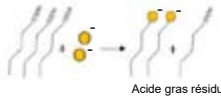
PRINCIPAUX RÉSULTATS

Qu'est ce qu'un tensioactif anionique ?



Un tensioactif anionique (TA) est une molécule amphiphile car elle possède une partie apolaire (queue) et une partie polaire chargée négativement (tête). Du fait de cette double polarité, elle s'adsorbe à l'interface entre l'eau et les milieux hydrophobes. Ce phénomène est à l'origine de leurs propriétés mouillantes, lavantes et moussantes.

La problématique des acides gras résiduels



La cause : Lors de la production de TA, une réaction dans des proportions 1:1 est réalisée afin de lier la queue à la tête. La pureté des réactifs est variable, et la réaction n'est pas totale, donc une partie des acides gras ne réagissent pas. Ce taux d'AGR varie entre 0 et 10% selon les spécifications des fournisseurs. De plus, ces matières contiennent plusieurs longueurs de chaîne carbonée, en raison de leur provenance naturelle.
La conséquence : La teneur en acides gras résiduels a un impact sur la viscosité de la formule.

Le dosage HPLC UV + LC-MS des acides gras résiduels

Méthode HPLC UV de référence

PRINCIPE : Méthode d'identification et de dosage HPLC UV à 210 nm

INCONVÉNIENTS :

- Faible intensité de réponse des acides gras par détection UV
- Importants effets de matrice

Méthode HPLC UV développée

Développement de la méthode HPLC

Une méthode développée pour l'analyse des huiles végétales a été utilisée. Puis, le gradient sera optimisé selon les besoins afin de réduire le temps d'analyse.

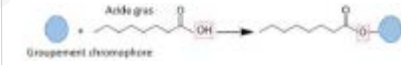
Développement de la méthode de préparation d'échantillons

1- En raison de la diversité des têtes hydrophiles et des mises en forme de la matière (solution aqueuse, poudre, granulés), le protocole de mise en solution est optimisé pour chaque matière.

2- Une réaction chimique de dérivatisation est réalisée afin d'ajouter un groupement chromophore à la molécule d'acide gras.

AVANTAGES :

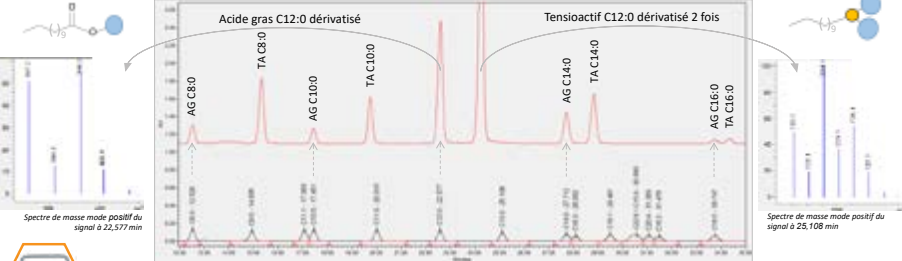
- Augmentation de la sensibilité car la réponse en UV des molécules dérivatisées est plus importante que celle des non-dérivatisées.
- Meilleure sélectivité car la réaction est spécifique aux fonctions alcools et carboxyles et que la détection se fait à 256 nm.



Une analyse en LC-MS a permis de :

- Confirmer l'identification des acides gras
- Identifier les molécules correspondant aux signaux inconnus obtenus en HPLC UV comme les TA dérivatisés. Dans l'exemple ci-dessous, les TA ont été deux fois dérivatisés car leur tête polaire comporte deux groupements réactifs.

Chromatogrammes HPLC UV d'une solution témoin de plusieurs acides gras (noir) et d'une matière TA (rouge)



CONCLUSIONS

Cette méthode de dosage sera validée puis appliquée sur trois tensioactifs anioniques du portefeuille Pierre Fabre Dermo-Cosmétique et Personal Care. En parallèle, un travail est réalisé en collaboration avec les formulateurs afin d'évaluer la pertinence de plusieurs pistes de caractérisation des tensioactifs et des mousses, dont l'analyse de texture et des calculs de mécanique quantique.

Etude de solvants innovants pour le captage du CO2



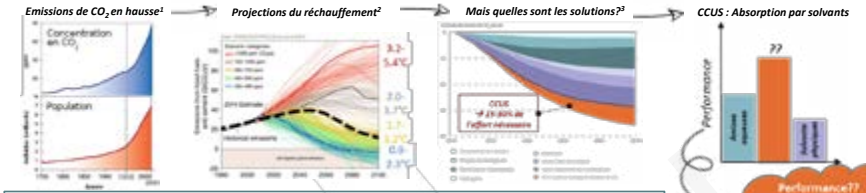
IFP Energies Nouvelles – HUARD Thierry

CLAVIER Olga, CH

CVeBio / Master Green Chemistry



OBJECTIFS



La but de ce stage est l'étude de la relation structures / propriétés d'absorbants envisagés pour le captage du CO2 en post-combustion adaptés aux industries les plus émettrices que sont les centrales thermiques, les cimenteries et les aciéries, dont la concentration en CO2 de leurs fumées varie de 3 à 22%.

Il s'articule autour de quatre axes :

- Synthèse de ces absorbants
- Caractérisations des absorbants avant et après absorption (RMN, viscosimétrie, modélisation moléculaire)
- Mesures des isothermes d'absorption du CO2, estimation de l'enthalpie de réaction
- Etude de la régénération

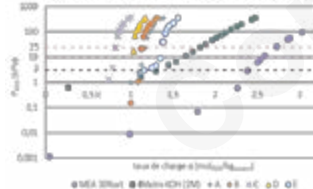
C'est dans ce contexte que les **Liquides Ioniques (LI)** sont envisagés. Ce sont des sels organiques dont le point de fusion est inférieur à 100°C. Ils présentent l'avantage d'être *ajustables, non-volatiles, très stables*. Mais, leur *forte viscosité* peut constituer un frein majeur à leur application dans un procédé industriel. L'étude se basera sur des **liquides ioniques** à base d'**anions hétérocycliques aprotiques**, avec un ou plusieurs sites actifs aminés, en mélange avec un **Donneur de Liens Hydrogènes (DLH)**, dans le but de diminuer leur viscosité. Ces formulations constitueront alors un Solvant Eutectique Profond (SEP), avec des propriétés physico-chimiques différentes.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Absorption

Isothermes d'absorption du CO2 par les liquides ioniques en comparaison avec des amines classiques



- Moins capacitifs que les amines classiques en mol/kg
- MAIS
- Faibles enthalpies d'absorption
- Faible impact de la température sur l'absorption*
- Capacitifs aux basses pressions de CO2

Scénarios	Aciérie			Charbon			Gaz naturel			-ΔH _{abs,CO2} (kJ.mol ⁻¹)
	P _{CO2} (kPa)	α _{CO2}	α _{CO2}	α _{CO2}	α _{CO2}	α _{CO2}	α _{CO2}	α _{CO2}		
MEC (30wt)	2,70	2,30	2,60	2,10	2,30	1,90	1,80	1,80	88	
MEIm-KOH	1,90	1,70	1,70	1,50	1,40	1,30	2,7	2,7	46	
A	1,17	1,15	1,16	1,13	1,11	1,06	46	46	50	
B	1,15	1,12	1,13	1,11	1,11	1,09	50	50	50	
C	0,83	0,81	0,82	0,79	0,78	0,72	50	50	50	
D	1,04	1,04	1,03	1,03	nd	nd	nd	nd	nd	
E	1,38	1,35	1,37	1,30	1,25	1,16	44	44	44	

Enthalpies calculées à partir de la relation de Gibbs-Helmholtz



CONCLUSIONS

- ✓ Formulation de SEP à base de LI possédant des propriétés physico-chimiques intéressantes pour l'absorption du CO2.
- ✓ Enthalpies d'absorption plus faibles que les solvants benchmark (MEA par ex)
- ✓ Toxicité des corps plus industriellement acceptable (molécules non classées ICPE)

¹Steffen, Will and al. (2015). The trajectory of the Anthropocene: The Great Acceleration. In: The Anthropocene Review, vol. 2, n° 1, p. 81-98. DOI: 10.1177/2051264415284676.
²Hachour et al. Changements climatiques 2014. Rapport de groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat. 2014. 180 p.
³CO2 Emissions in 2022 - Analysis - IEA. Extrait de <https://www.iea.org/reports/co2-emissions-in-2022>, consulté 3 juin 2023.

Mécanismes

Confirmés par RMN¹³C, HSC, HMEC...

- 3 réactions se produisent:
Carbonate A + CO2 ⇌ A-CO2
Carbonate A + DLH + CO2 ⇌ AH + DL-CO2
Bicarbonate A + CO2 + H2O ⇌ AH + HCO3-

A: représente l'anion du LI
A-CO2, DL-CO2: les produits résultants de l'absorption du CO2

Viscosité*

- Diminution forte de la viscosité des LI après ajout de 10% de DLH, avec l'augmentation de la température* et du taux de charge de la solution

Viscosité du LI A à 40°C avant et après absorption



Régénération

- Déploiement d'un plan d'expérience de type Doelhet pour identifier les paramètres conduisant à une régénération maximale, en minimisant le nombre d'expériences (13)

Paramètres	Durée (h)	Pression (mbar)	Température (°C)
Min	3	951	120
Max	1	80	80

Régénération à l'évaporateur rotatif, puis calcul du %_{regénération} par bilan de masse
→ Difficultés liées à la répétabilité des mesures, induisant un manque de cohérence dans les résultats

Perspectives:

- Améliorer la capacité massique : utilisation d'un cation ayant une masse molaire plus faible, utilisation d'autres molécules multistates
- Détermination de l'enthalpie d'absorption (par calorimétrie) et de la cinétique d'absorption
- Détermination de la dégradation de la formulation en conditions « industrielles »

Optimisation d'un procédé d'électrolyse

TOULOUSE
INP Ensiacet



ARKEMA – Denis SIGURET

ARKEMA

CORTIAL Johan, CH

CDB / CFiBio



OBJECTIFS

Le perchlorate de sodium est essentiellement produit pour être ensuite transformé en perchlorate d'ammonium afin d'alimenter les boosters de fusées lors de la phase de décollage.

D'un point de vue technique, l'électrolyse du chlorate en perchlorate de sodium s'effectue avec une cathode en acier et une anode en platine. La feuille de platine est soudée par point sur le substrat en titane. Cependant, cette technologie de revêtement est moins durable, l'absence de continuité physique homogène entre les métaux engendrant des phénomènes potentiellement délétères (complexité de réalisation des points de soudure, effets Joule locaux, ...).

Récemment, un nouveau revêtement adapté pour ce type d'électrolyse est apparu, le diamant dopé au bore (Boron Doped Diamond). Ce revêtement est préférentiellement déposé sur du Niobium. Il a un énorme intérêt pour cet usage car la fenêtre de potentiel électrochimique est beaucoup plus large que celle du platine et le taux d'oxygène mesuré pour les anodes de diamant dopé au bore est moindre, ce qui permet in fine, de gagner en rendement faradique (1). Les objectifs de ce stage sont donc l'optimisation des différentes conditions expérimentales lors de l'électrolyse, mais également de tester des anodes BDD de différents fournisseurs et de faire des études de leur vieillissement. Des essais issus d'un plan d'expérience seront ainsi réalisés afin de déterminer les paramètres clés de l'électrolyse, pour une anode platine et une anode BDD.



Figure 1 – Pilote d'électrolyse



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Suivi de la tension :

Pour suivre la tension, un montage à trois électrodes est utilisé. L'avantage de ce montage est qu'il permet, en une seule expérience, de mesurer trois tensions : la tension de cellule, la tension anodique et la tension cathodique.

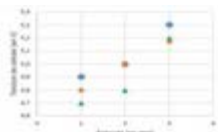


Figure 2 – Suivi de la tension de cellule en fonction de l'entrede

Suivi de l'évolution des concentrations :

La détermination des concentrations en espèces chlorate et perchlorate est liée. La première étape consiste à effectuer un dosage des ions chlorates par le sel de Mohr.

Une fois la concentration massique en ions déterminée, la masse volumique de la liqueur est mesurée grâce à un densimètre. Cette masse volumique permet ensuite de déterminer la concentration massique en perchlorate grâce à une corrélation.

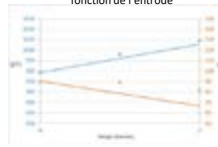


Figure 3 – Suivi des concentrations en fonction du temps

Suivi de l'évolution des rendements faradiques :

Les pourcentages molaires en O₂ et en H₂ sont mesurés toutes les 30 minutes en CPG-FID (2) et permettent de calculer le rendement faradique en fonction de l'aire sous les pics de concentration en H₂ et O₂ dans le mélange gazeux du réacteur.



CONCLUSIONS

Les résultats obtenus par la CPG ont été fiabilisés, en optimisant le pilote, permettant d'obtenir des résultats (rendement faradique) plus précis et mieux exploitables.

Les conditions optimales de l'électrolyse (l'intensité du courant, l'entrede...) ont pu être obtenues grâce au plan d'expérience et l'exploitation des résultats.

L'analyse d'échantillons pour l'utilisation de nouvelles anodes en Niobium et BDD, a démontré une fragilité importante au niveau de la soudure des matériaux. De nouvelles méthodes de soudure pourront être testées, et différents fournisseurs pourront être contactés afin d'élargir les possibilités pour le choix de nouvelles anodes.

1 Rapport entre la quantité d'électricité effectivement produite, absorbée ou utilisée au cours d'un processus électrochimique et la quantité théorique associée à ce processus.
2 Chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme

Développement d'une méthode chromatographique pour l'analyse d'excipients lipidiques

TOULOUSE
INP Ensiacet



UNITHER DEVELOPPEMENT BORDEAUX
ROY Claude-Eric & BRASSEUR Emilie

UNITHER

DANFLOUS Cloé, CH

MAMAR / IA / CONTRAT PRO



OBJECTIFS

Unither Pharmaceuticals est une entreprise spécialisée dans le développement et la fabrication en sous-traitance de produits pharmaceutiques pour les laboratoires et les génériqueurs.

L'objectif de mon contrat, au sein du service analytique d'Unither Développement Bordeaux, est de développer une méthode d'analyse par UPLC-CAD (Ultra Performance Liquid Chromatography - Charged Aerosol Detector) afin de séparer et quantifier les excipients lipidiques contenus dans un produit fini, dans le cadre des déformulations par exemple. Le CAD est un détecteur évaporatif, adapté pour l'analyse de molécules ne possédant pas de chromophores et de ce fait ne répondant pas en UV, ce qui est le cas des lipides étudiés.

Le développement de la méthode d'analyse est réalisé à l'aide du logiciel de plans d'expériences Fusion, qui permet d'étudier l'influence des divers paramètres chromatographiques tout en réalisant un minimum d'essais. Deux mélanges de lipides sont étudiés. Le premier standard est composé de cholestérol (CHOL), d'hydrogenated soy phosphatidylcholine (HSPC) et de distéaroylphosphatidylcholine (DSCP). Le second standard est formé d'huile de ricin (HR) et de labrafac (LAB : mélange d'acide caprylique (C8) et d'acide caprique (C10)).



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Principe du détecteur CAD

Le détecteur CAD permet l'analyse de molécules non-volatiles ou semi-volatiles. L'échantillon est nébulisé afin de générer un aérosol, puis parcourt un tube de séchage où la phase mobile est vaporisée. Au sein de la chambre d'ionisation, un flux d'azote chargé positivement transfère sa charge aux particules d'analytes. La détection des particules chargées est réalisée grâce à un électromètre, qui crée un signal proportionnel à la quantité d'analyte.

Plan de screening

Les paramètres les plus influents sur la sélectivité en chromatographie liquide sont la phase stationnaire de la colonne, la composition de la phase organique et dans une moindre mesure le temps de gradient.

Les recherches bibliographiques ainsi que l'analyse physico-chimique des molécules selon la méthode AQBD (Analytical Quality by Design) ont permis de sélectionner les phases stationnaires et les solvants organiques à tester.

Colonnes	Acquity BEH C18 (2,1x150 mm ; 1,7 µm) ISIS (2x150 mm ; 1,8 µm) Acclaim (2x250 mm ; 3 µm)
Phase organique	ACN + 0,1 % acide formique ACN/IPA (50/50) + 0,1% acide formique ACN/THF (90/10) + 0,1% acide formique
Temps de gradient	Montée en gradient de 0 à 100% de phase B en 5, 10 ou 15 min

Paramètres chromatographiques testés durant le screening

Le pH n'est pas un paramètre étudié étant donné que les molécules n'y sont pas sensibles.

Le plan généré est de type A et G-optimal et comporte 38 expériences.

La meilleure réponse (nombre maximal de signaux séparés) est obtenue lorsque la phase organique est composée d'ACN/IPA, le temps de gradient est maximal et pour les colonnes ISIS et BEH.

Plan d'optimisation

Le plan d'optimisation (A et G-optimal, 48 expériences) a pour but d'optimiser les deux méthodes plus finement. Pour cela, un mélange contenant l'ensemble des molécules à séparer, est utilisé.

L'influence du temps de gradient, de la température du four et du débit sont étudiés lors de ce plan.

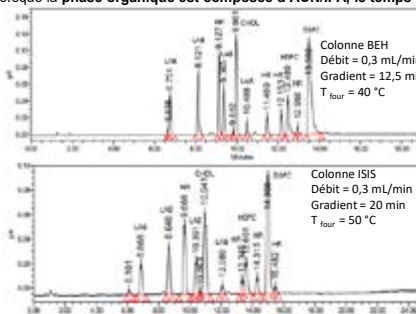
Colonnes	Acquity BEH C18 (2,1x150 mm ; 1,7 µm) ISIS (2x150 mm ; 1,8 µm)
Débit	0,2 / 0,25 / 0,3 / 0,35 ou 0,4 mL/min
Temps de gradient	Montée en gradient de 0 à 100% de phase B en 5 / 8,8 / 12,5 / 16,3 ou 20 min
Température du four	30, 35, 40, 45 ou 50 °C

Paramètres chromatographiques testés durant l'optimisation

Les résultats sont traités par type de colonne avec pour critères de sélection, des résolutions entre pics supérieures à 1 et un nombre maximal de signaux. Ainsi, deux méthodes chromatographiques permettent de séparer le mélange de lipides. Les chromatogrammes obtenus sont présentés ci-contre.

En ajoutant comme critère la symétrie de pic, la méthode avec la colonne BEH apparaît être la meilleure solution.

ACN = Acétonitrile IPA = Isopropanol THF = Tétrahydrofurane



Chromatogrammes obtenus lors de l'analyse du mélange de lipides avec le détecteur CAD



CONCLUSIONS

Les deux méthodes chromatographiques issues du plan d'optimisation vont être appliquées sur des produits finis : deux médicaments commercialisés contenant les excipients lipidiques étudiés. L'objectif étant de pouvoir séparer et doser ces excipients. Le choix définitif entre l'une des deux méthodes sera fait à l'issue de ces tests. Une validation de méthode sera ensuite effectuée.

Synthèse de composés soufrés

TOULOUSE INP Ensiacet



ARKEMA – SKOWRON Pierre-Thomas

DAUGA Estelle, CH

Echange : BME (Hongrie)

ARKEMA



OBJECTIFS

Arkema est un groupe de chimie français orienté dans la chimie de spécialité résultant de la réorganisation de la branche chimie de Total. Les compétences d'Arkema s'organisent autour de trois axes majeurs : les adhésifs, les matériaux avancés et les coating solutions.



Les marchés desservis par la thiochimie sont vastes, allant de la pharmaceutique à la pétrochimie. Le service Thiochimie et Chimie Fine se concentre sur la synthèse de produits soufrés, tels que des sulfures et des mercaptans. Le site R&D de Lacq travaille sur plusieurs points : l'assistance aux usines, le support client ainsi que le développement de nouvelles molécules soufrées.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Objectifs:

- Séparation et caractérisation de différents isomères
- Isolement d'impuretés pour les identifier
- Bibliographie sur les matières premières biosourcées



Compétences:

- Séparation par trituration, distillation et chromatographie
- Caractérisation physico-chimique
- Outils bibliographiques Scifinder et Patbase



CONCLUSIONS

La compréhension des molécules présentes dans le produit final peut permettre d'expliquer certaines caractéristiques physico-chimiques. De plus l'élucidation de la structure des impuretés est importante pour caractériser pleinement un produit.

Synthèse de polyglycidols fonctionnalisables à propriétés contrôlées pour des applications en propulsion spatiale

TOULOUSE INP Ensiacet



ARIANEGROUP SAS – EYMANN JOHN

DETOURNAY Méлина, CH

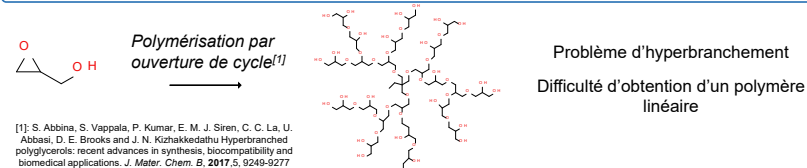
Echange : ENSICAEN (France)

arianegroup

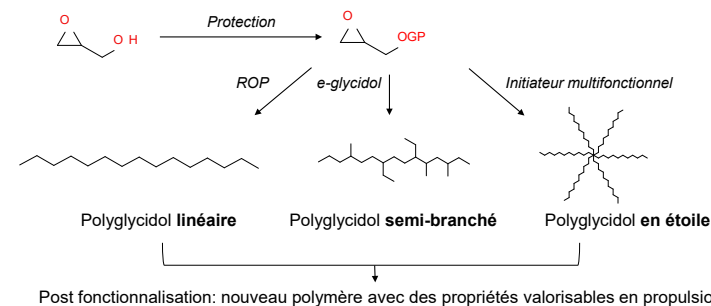


OBJECTIFS

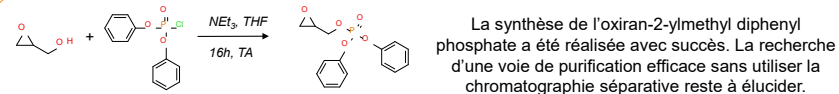
Obtenir divers polymères post-fonctionnalisables de structures contrôlées à partir de glycidol



Stratégies alternatives



PRINCIPAUX RÉSULTATS



CONCLUSIONS

- ✓ Une stratégie d'obtention du polyglycidol sous différentes micro-structures a été mise au point par protection de l'unité monomérique, le glycidol.
- ✓ Une étude bibliographique sur la protection et la polymérisation du glycidol a été réalisée et des premiers essais de synthèse au DPPCI ont été initiés.
- ✓ De nouveaux essais avec divers groupements protecteurs sont à l'étude.

Fermentation et Modélisation Cinétique

TOULOUSE INP Ensiacét



SOLVAY – PIREAU Guillaume

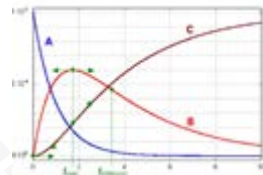
FAURE Romain, CH

CFiBio



OBJECTIFS

- Étudier le procédé de synthèse de la vanilline par voie bactérienne, afin de pouvoir construire un modèle cinétique de la phase de bioconversion. Ce modèle pourra servir au pilotage et à la prédiction du procédé industriel
- Développer une application de visualisation de données en collaboration avec un développeur du service digital
- Tester des applications développées en interne pour faciliter le DATA management, la visualisation de ces données ainsi que des prédictions de résultats



PRINCIPAUX RÉSULTATS

- Prise en main réussie du procédé à l'échelle labo (fermenteurs 2L et 5L)
- Elaboration d'un plan d'expérience et réalisation des essais correspondants
- Prise en main du logiciel Aspen Custom Modeller (ACM) et Minitab
- Exploitations des données obtenues lors de la campagne d'essais afin de construire un modèle cinétique, choix entre Excel, ACM, Minitab
- Application de visualisation opérationnelle après 2 mois de stage



CONCLUSIONS



BIOTECH

- Stage formateur dans le domaine des biotechnologies
- Différentes compétences développées certaines vues lors de la formation à l'école d'autres non (rôle d'interface, échanges à l'international, rigueur QHSE et confidentialité, autonomie)
- Bonne vision de ce qu'est le métier d'Ingénieur R&D Bioprocédés

Caractérisation de tensioactifs par MALDI-TOF-MS

TOULOUSE INP Ensiacét

SNF SA – Geoffroy GERMAIN

FAUSTIN LEYBACH Paul, CH

MAMAR/IA



OBJECTIFS

- Mettre en place une méthode d'analyse de tensioactif seul, en mélange et dans des émulsions par MALDI-TOF-MS.
- Etudier la faisabilité du projet.
- Réaliser la gestion du projet.

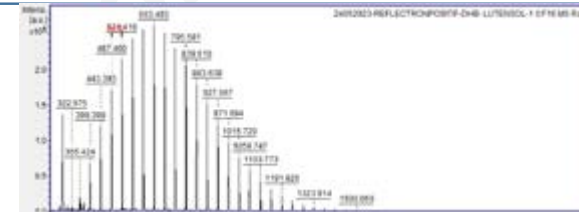


PRINCIPAUX RÉSULTATS

L'entreprise, est volontairement discrète mais et cependant présente dans tous les secteurs d'activités (cosmétique, traitement des eaux, textiles, mines, extraction de pétrole, papeterie, agriculture) par la fabrication de polymère.

Ce stage m'a permis de travailler sur le MALDI-TOF, très peu vu en cours et très utilisée pour l'analyse de polymère, et de me faire une première expérience sur le développement de méthode. De plus le travail ce faisant en distanciel, j'ai pu développer mon autonomie, ma rigueur, et ma capacité de pédagogie pour expliquer les résultats en distanciel. Enfin le projet étant à ces débuts, il est important, surtout en analyse, de garder un esprit critique et de ne pas surinterpréter les résultats.

Pour réaliser l'analyse des mélanges, je suis amenés à créer une base de données grâce à l'outil Excel qui pourrait permettre de faciliter l'identification des tensioactifs dans les mélangent



Spectre du Lutensol T089 obtenu par MALDI-TOF-MS



CONCLUSIONS

Les spectres d'une trentaine de tensioactifs ont pu être obtenu grâce à cette outil, et l'analyse des mélanges est encore en cours. L'utilisation de l'ionisation MALDI présente des problèmes de sélectivité aux quels il faut trouver une solution mais certaines familles peuvent être identifiées.

Stagiaire – Responsable Projet Produit



SANOFI – Aurélie LEVEQUE



FAVIE Marie, CH

- COF (Chimie Organique Fine)
- Echange : ENSCM



OBJECTIFS

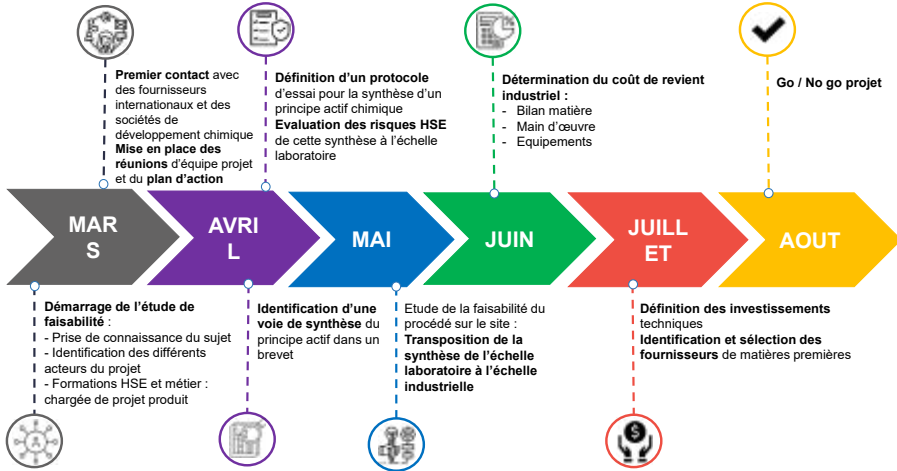
OBJECTIFS :

- Etude de faisabilité pour l'internalisation de la production d'un principe actif chimique sur le site : Création et pilotage d'une équipe projet transverse (développement produit, production, contrôle qualité, technique, finance et HSE)
- Investigations techniques dans le cadre d'un remplacement de matières premières dans la formule d'un médicament à libération prolongée

MISSIONS :



PRINCIPAUX RÉSULTATS



CONCLUSIONS

- Découverte du **métier chargée de projet** sur un site pharma et chimie : mise en place d'un planning, d'un plan d'action, identification des interlocuteurs pertinents, développement des connaissances en génie chimique et en sourcing de matières premières
- Découverte de la **formulation de médicaments de différentes formes** : semi-solide (gel, pommade et crème), poudre et médicaments à libération prolongée sous forme de microsphères (technique du prilling et du spray)

Analyse de Cycle de Vie sur des produits bitumineux



TotalEnergies – Géraldine PAPIN



FENDER Aurélie, CH

MAMAR / IA / CONTRAT PRO



OBJECTIFS

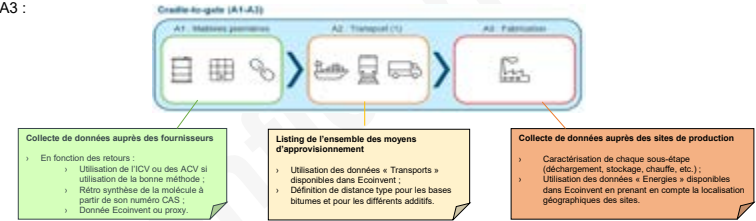
Rattachée à la branche Marketing & Services de TotalEnergies, mes principales missions consistent à :

- Réaliser des calculs d'empreintes environnementales selon la méthodologie ACV;
- Participer à la récolte des données fournisseurs et des données de production sur les sites concernés;
- Accompagner le Métier des Bitumes dans le développement et le management d'un outil d'éco-conception et marketing durable;
- Participer à la réalisation de dossier de labellisation des produits Ecosolutions by TotalEnergies.



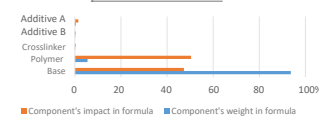
PRINCIPAUX RÉSULTATS

- L'Eco-calculateur que nous avons développé est un outil d'éco-conception qui a pour but d'évaluer l'impact environnemental de différents bitumes produits par l'entreprise. Le périmètre d'évaluation est du Cradle to Gate, c'est-à-dire de l'extraction des matières premières à la porte de nos usines.
- Le bitume étant considéré comme un produit de la construction, l'analyse environnementale du produit doit suivre la norme EN 15804 + A2 qui défini les étapes à prendre en compte en ACV. Dans notre cas il s'agit des étapes A1, A2 et A3 :

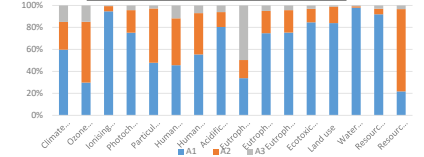


Sur un produit bitumineux, la phase de production des matières premières est la plus impactante (environ 60% de l'impact global sur le changement climatique), d'où une volonté d'introduire des composants bas carbone comme certaines matières biosourcées. On constate également que certains additifs ont un impact environnemental important relativement à leur proportion en formule (dans l'exemple ci-dessous, le polymère présent à 5% m/m dans la formule contribue à 50% de l'impact matières premières sur l'empreinte carbone)

Impact des composants comparé à leur poids dans la formule



Analyse multicritères d'un bitume additivé



CONCLUSIONS

Compétences développées au cours de cette alternance : connaissance des produits bitumineux, pratique de l'analyse de cycle de vie, utilisation du logiciel ACV SimaPro, participation à la réalisation d'un outil d'éco-conception, connaissance des normes ACV EN14040/44 ainsi que la norme EN15804 concernant l'ACV des matériaux de construction, analyse critique des résultats et développement de la compétence de marketing environnemental.

Evaluation préliminaire du risque PFAS pour les aéroports franciliens d'ADP



GROUPE ADP- JULIEN Guillaume (Expert SSP ; Tuteur)

FIOL Thibault, Chimie

MASTER NEWS – University of Sciences and Technology of Hanoi



OBJECTIFS

L'objectif de ce stage est d'évaluer le risque environnemental lié aux PFAS (substances per- et polyfluoroalkylées) sur les aéroports franciliens du Groupe ADP. Ce stage s'inscrit dans un projet plus vaste visant à établir un plan d'action relatif à cette problématique environnementale. Ainsi, en travaillant de concert avec un bureau d'étude spécialisé, les objectifs de ce stage sont multiples :

- ❖ Recueillir et traiter les données relatives aux usages industriels actuels et passés de ces composés et créer une **base de données** des activités à risque.
- ❖ **Noter le risque environnemental** pour les activités recensées afin de les hiérarchiser.
- ❖ Créer un **outil de cartographie** des usages et des risques à l'aide d'un SIG.
- ❖ Permettre la création ultérieure d'outil permettant la prise de décisions liées aux PFAS.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

- ❖ Un **travail bibliographique** préalable a permis de préciser les principales propriétés connues des PFAS mais aussi leurs usages historiques et actuels au sein de l'industrie.
- ❖ L'animation d'un **groupe de travail** au sein de l'entreprise a été à l'origine d'un travail collaboratif efficace pour la définition de la méthodologie de travail/communication et la collecte d'informations.
- ❖ La réalisation de nombreuses **interviews / visites de sites** ont permis de collecter des informations précieuses relatives aux usages de produits susceptibles de contenir des PFAS.
- ❖ Les recherches dans les **archives** du GROUPE ADP sont à l'origine de la découverte d'usages ou d'incidents anciens, non connus des exploitants actuels.
- ❖ L'analyse et le traitement des données collectées ont abouti à une **évaluation préliminaire du risque environnemental** associé à chaque usage de PFAS recensé en distinguant les milieux potentiellement concernés.
- ❖ La définition d'une **représentation cartographique « SIG » des usages / risques liés aux PFAS**, fondée sur l'exploitation de la base de données créée, constituera un outil d'aide à la décision pour GROUPE ADP dans le cadre de l'établissement de son plan d'action.



CONCLUSIONS

Depuis les années 50, les PFAS sont entrés dans la composition de nombreux produits utilisés par l'industrie, notamment sur les sites aéroportuaires. Leur recensement et hiérarchisation constitue le point de départ d'une gestion raisonnée des potentielles conséquences environnementales associées. La participation à un tel projet collaboratif est une expérience professionnelle précieuse car cela m'a demandé de comprendre le fonctionnement d'une entreprise très complexe, de maîtriser les règles de communication relatives aux sujets sensibles et de mettre en œuvre une planification rigoureuse. La gestion de projet et le travail collaboratif sont primordiaux dans ce projet, qui comporte également un volet technique important et évolutif (sujet émergent). L'une des principales difficultés de ce stage a été de sélectionner, dans la masse des données collectées, celles qui avaient un intérêt réel pour le projet.



➢ Plus de 5000 salariés



➢ Activités industrielles diverses



➢ Sites anciens

Développement et validation d'une méthode de dosage des cannabinoïdes et du GHB dans les cheveux en GC/MS²



SNPS - LABORATOIRE DE POLICE SCIENTIFIQUE – CARINE ROUSSEL

GERARDIN Agathe, CH

MAMAR / IA



OBJECTIFS

Le Service National de Police Scientifique effectue tous les examens et analyses d'ordre scientifique et technique demandés aux fins de constatations des infractions et d'identification de leur auteur. La section Toxicologie Médico-légale du laboratoire de Toulouse a pour objectif d'identifier les substances médicamenteuses et stupéfiantes dans diverses matrices (urine, sang, cheveux...), dans le cadre de découverte de cadavre, de soumission chimique, d'homicide...



Figure 1 : Mèche de cheveux

L'acide gamma-hydroxybutyrique (GHB) est un neurotransmetteur naturellement présent dans l'organisme, qui peut être utilisé pour ses propriétés hypnotiques, comme médicament anesthésiant. Cependant, il peut être détourné de son usage, à des fins délictueuses ou criminelles, dans le cadre de la soumission chimique¹. Le GHB agit très rapidement en provoquant une sédation et son élimination dans le sang et l'urine est rapide (quelques heures). L'analyse dans les cheveux est réalisée afin d'élargir la fenêtre de détection de la molécule (quelques mois). La quantité de GHB mesurée dans les cheveux est très faible (de l'ordre du ng/mg).



Figure 2 : Feuilles de cannabis



Figure 3 : GC-MS² SHIMADZU

La recherche dans les cheveux des cannabinoïdes présents dans la plante de cannabis (THC, CBD, CBN) et des métabolites du THC (THC-OH, THC-COOH) permet d'établir un profil d'exposition (exposition occasionnelle ou régulière). La présence du THC-COOH dans les cheveux, de l'ordre du picogramme par milligramme, est un marqueur spécifique de la consommation de cannabis.

La recherche de ces composés nécessite donc un appareil analytique très sensible et spécifique. Le choix du laboratoire s'est porté sur un GC-MS² Shimadzu (analyse par impact électronique en chromatographie gazeuse couplé à un spectromètre de masse en tandem), acquis récemment. Les objectifs du stage sont : la qualification de l'appareil, la mise au point de la méthode analytique du GHB et des cannabinoïdes dans les cheveux, puis la validation pour une utilisation en routine.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

• Qualification de l'appareil :

Les qualifications à l'installation et opérationnelle ont été réalisées par le fournisseur. La qualification des performances a été réalisée selon les tests et critères du Tableau 1. Les résultats sont conformes aux critères fixés, ce qui a permis de finaliser la rédaction du rapport de qualification.

Tableau 1 : Critères de qualification des performances du GC-MS²

4 - Les performances	
injecteur	Le débit de gaz est stable et conforme aux spécifications du fournisseur.
GC	La résolution des pics est conforme aux spécifications du fournisseur. La stabilité de la température est vérifiée.
détecteur	Le bruit de fond est stable et conforme aux spécifications du fournisseur. La sensibilité est vérifiée.

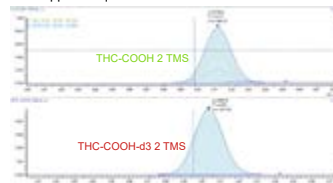


Figure 4 : Exemple de chromatogramme obtenu pour le THC-COOH

• Mise en place de la méthode d'analyse :

- **Spectrométrie de masse**
Identification des ions parents et des ions fils abondants et spécifiques à chaque molécule après fragmentation
Optimisation des énergies de collision (en eV)
Création de la méthode d'analyse MRM²
Optimisation de l'électromultiplicateur
- **Chromatographie gazeuse**
Test de deux colonnes (longueurs différentes)
Optimisation du volume d'injection et du gradient de température

Tableau 2 : Transitions sélectionnées

Substance	Ion Parent (m/z)	Ion Fil (m/z)	Energie de collision (eV)
GHB	105	43	15
	105	77	15
THC-COOH	221	91	15
	221	151	15

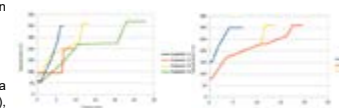
• Mise en place des méthodes d'extraction :

Les cheveux sont coupés en segments de 0.5 ou 1 cm, chaque segment est ensuite broyé en poudre. Après hydrolyse, les composés recherchés sont extraits de la matrice par extraction liquide-liquide. Les extraits sont ensuite dérivés puis injectés.

Optimisation de l'hydrolyse (concentration des réactifs), de l'extraction L-L (temps d'agitation et volume de solvant) et de la dérivation (durée et température)

• Validation des méthodes :

Détermination du rendement d'extraction
Élaboration d'un plan expérimental afin d'évaluer l'effet de matrice, la spécificité, la justesse, la fidélité (répétabilité et précision intermédiaire), l'incertitude et les LOQ et LOD, l'exactitude, la linéarité et l'intervalle de dosage, la contamination inter-échantillons et la stabilité de l'échantillon



Figures 5 et 6 : Gradients de température testés pour le GHB (à gauche) et les cannabinoïdes (à droite)



CONCLUSIONS

Après optimisation et validation, les méthodes seront applicables en routine et un suivi sera réalisé par la mise en place d'une carte de contrôle. L'acquisition future d'un module d'extraction en ligne devrait, par l'automatisation de l'extraction, permettre un réel gain de temps pour l'analyse.

¹ Administration à des fins criminelles ou délictueuses de substances psychoactives à l'insu de la victime ou sous la menace. Il s'agit le plus souvent de substances actives à faible dose, rapidement solubles en milieux aqueux, sans goût, et dont les effets sont rapides à s'installer en provoquant une sédation, désinhibition et amnésie antérograde.

² Multiple Reaction Monitoring : Méthode doublement spécifique : sélection de l'ion parent dans le premier analyseur, fragmentation dans la cellule de collision et focalisation sur l'ion fils dans le second analyseur.

Synthèse de molécules d'intérêt pour la parfumerie

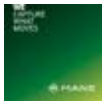
TOULOUSE
INP Ensiacet



V.MANE FILS – Matthieu TECI

GUISIANO Romane, CH

CVEBIO / CONTRAT PRO



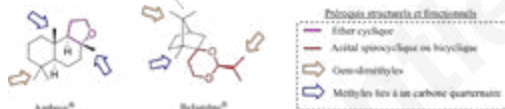
OBJECTIFS

Fondée au XIX^{ème} siècle, **V. Mane Fils** est une entreprise familiale indépendante, leader français et 5^{ème} mondial de la création et de la **production d'arômes et de parfums**. Le travail décrit dans ce poster a été réalisé au sein du service de recherche en **chimie organique** au Bar-sur-Loup (Alpes Maritimes), dont l'objectif était la **synthèse** de nouvelles molécules aromatisées **renouvelables** et **biodégradables** pour répondre aux besoins de la parfumerie.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

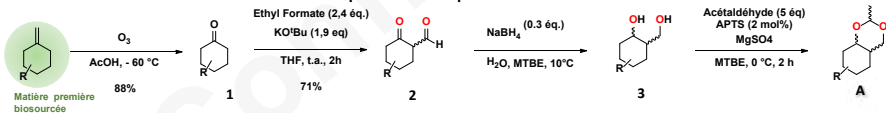
□ Détermination des paramètres structuraux et fonctionnels de l'olfactophore ambré



□ Synthèse de l'acétal bicyclique A

Un mélange racémique de l'acétal A isolé via une synthèse non sélective à partir de matières premières biosourcées a suscité beaucoup d'engouement chez les parfumeurs de l'entreprise lors d'études préliminaires :

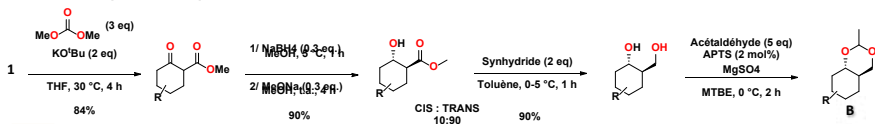
- Séquence ozonolyse / formylation / réduction / acétalisation.
- Isolement du produit par distillation et caractérisation par GC, GC-MS, RMN, FTIR.
- **L'isomère dérivé du diol TRANS-3 est responsable de la performance olfactive!**



□ Développement d'une synthèse TRANS-sélective

Nouvelle séquence réactionnelle :

- Séquence ozonolyse / méthoxycarbonylation / réduction I / isomérisation CIS-TRANS / réduction II / acétalisation.
- L'acétal B a été obtenu avec une **pureté de 95%** à l'issue d'une distillation avec colonne garnie.
- **Livré aux parfumeurs pour des essais de formulation.**



CONCLUSIONS

- Mise en œuvre de connaissances acquises pendant la formation : étude bibliographique, synthèse organique, suivi de réaction, analyse, interprétation des résultats...
- Synthèse de nouvelles molécules aux propriétés organoleptiques passées en phase d'évaluation par les parfumeurs.

GESTION DU RISQUE CHIMIQUE SUR SITE

TOULOUSE
INP Ensiacet



MBDA – Tuteur : K.V.

HELEINE Emma, CH

Echange : Université de Brême (Allemagne)

MBDA



OBJECTIFS

MBDA France est une entreprise du secteur de l'aéronautique et du spatial et est le leader européen de conception de missiles et de systèmes de missiles. Dans cette entreprise, j'ai intégré le site du Plessis-Robinson au sein du service Santé Sécurité Environnement, rattaché à la Direction Etablissement. Ce site de plus de 4000 personnes, regroupe les activités de recherche et développement ainsi que le siège social. Mon stage s'articule autour de 3 missions principales :

- Réaliser l'évaluation du risque chimique sur site,
- S'assurer et accompagner les opérateurs pour que les standards de l'entreprise relatifs à l'utilisation des produits chimiques soient compris et mis en pratique,
- Participer à l'appropriation de la culture Sécurité et Environnement sur site.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Evaluation du risque chimique (EvRC) sur site

- Réalisation d'inventaires de produits chimiques en salles d'essais
- Déploiement et programmation d'une méthode pour l'évaluation des risques chimiques
- Evaluation de chaque produit chimique présent sur site :
8% présentent un risque élevé
51% présentent un risque modéré
- Mise en place du plan d'action associé (prélèvement au poste, EPI, catalogue équipements chimie...)



Accompagnement à l'utilisation de produits chimiques

- Gestion de l'autorisation d'entrée de nouveaux produits selon la politique MBDA France
- Contribution à la commission des produits chimiques du site
- Mise à jour des notices au poste avec les nouvelles FDS parues
- Réactualisation des notices au poste en salle d'essais (vérification que les notices au poste utilisées soient à jour)



Appropriation de la culture Sécurité et Environnement sur site

- Réalisation des supports de communication SSE et animations de réunions (rituels SSE pour échanger autour des sujets de sécurité, journée SSE, animation du réseau des correspondants produits chimiques, sensibilisations...)
- Visites et échanges avec les opérationnels (pré-audit de certification, audits internes, soutien, expertise...)




CONCLUSIONS

Bilan sur les compétences :

- Compétences organisationnelles : Travail en autonomie sur les différentes missions (organisation et réalisation des visites terrain, déploiement et amélioration de la méthodologie d'évaluation des risques chimiques)
- Utilisation d'Excel et Programmation VBA : développement de l'EVRC via l'utilisation d'Excel et de macros
- Prise de parole en public : animation de réunions pour échanger sur des sujets liés à la sécurité et permettre l'appropriation de la culture sécurité dans l'entreprise à différents niveaux
- Compétences sur la sécurité au travail : sécurité chimique, systèmes de management de la sécurité, audit de certification
- Travail agile : gestion des priorités, diversité des tâches et des interlocuteurs

Copyright © MBDA 2023. All rights reserved.


Ce document est la propriété de MBDA. Il ne peut être communiqué à des tiers et / ou reproduit sans l'autorisation préalable écrite de MBDA et son contenu ne peut être divulgué. © 2023 MBDA. This document and the information contained here is proprietary information of MBDA and shall not be disclosed or reproduced without the prior authorization of MBDA. © 2023 MBDA.

AMELIORATION PROCEDES 

SEQENS – POUPART SEVERINE

LARRIEU Jérémy, CH

- CDB/ CFiBio
- CONTRAT PRO



Rédaction revue qualité produit et libération des vaccins 

BOEHRINGER INGELHEIM – SEVERINE DESPRELS

LEJUEZ Emilie, CH

- ISI
- CONTRAT PRO




OBJECTIFS

- Procédé 1 :
 - Optimiser les paramètres du procédé au travers d'essais labo (ajustements de la stœchiométrie des réactifs, ajustement temps coulée réactifs...)
 - Suivre les résultats des optimisations mises en place à l'atelier lors de la campagne de production (bilan matière, rendement, suivi analyses)
 - Rechercher un solvant organique pour contrôle de nettoyage après une campagne du procédé étudié
 - Mettre en place une méthode d'analyse quantitative au cours du procédé permettant d'évaluer le rendement de la synthèse avant la purification
- Procédé 2 :
 - Mettre en place un nouveau mode de chargement d'un réactif
 - Optimiser les paramètres de distillation d'un solvant afin de limiter les pertes de celui-ci dans le système de vide



PRINCIPAUX RÉSULTATS

- Procédé 1 :
 - Pas de nettes améliorations lors de la mise en place des optimisations à l'échelle labo mais une augmentation du rendement observée lors de la campagne de production à l'atelier
 - Analyse HPLC mise en place à l'issue de la synthèse, avant la purification (mesure de la teneur en produit, teneur en réactif limitant et en impuretés)
 - Mise en évidence d'un solvant pouvant substituer l'eau lors du contrôle de nettoyage
- Procédé 2 :
 - Mise en place du nouveau mode de chargement du réactif sur le procédé
 - Proposition de possibles améliorations à mettre en place lors de prochaines distillations de solvant à l'atelier sur le procédé



CONCLUSIONS

- Point de vue professionnel :
 - Optimisations mises en place à l'atelier sur le procédé 1 ont permis de corriger les baisses de rendement observées ces dernières années
 - Modification du mode de chargement du réactif contribue à l'amélioration des conditions HSE dans l'atelier de production
 - Optimisations des paramètres de distillation permettraient d'améliorer la qualité des rejets aqueux de l'usine
- Point de vue personnel :
 - Découverte de l'atelier de production (équipements, fonctionnement, feuilles de marche...)
 - Lien entre essais réalisés au laboratoire et la mise en place du procédé à l'atelier
 - Renforcement des compétences de manipulation labo



OBJECTIFS

Boehringer Ingelheim Animal Health France est une entreprise pharmaceutique spécialisée dans les biotechnologies et l'innovation thérapeutique. Le site basé à Saint-Priest produit environ 40 milliards de doses de vaccins pour les animaux chaque année.

- Je travaille au département assurance qualité et deux missions m'ont été confiées:
- Rédaction des revues qualités produits (PQR) annuelles.
 - Pré-libérations des vaccins sur le marché



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Revue Qualité Produit (PQR)

La PQR concerne tous les médicaments fabriqués par le site et destinés à la commercialisation. Elle est réalisée pour avoir un suivi de tous les vaccins produits et libérés sur le marché.

- Un certain nombre d'extractions sont nécessaires:
- ERP (SAP): afin de savoir le nombre de lots libérés et rejetés sur la période.
 - Trackwise: afin de connaître les déviations, les OOX (Out of Expectation), les changements et les réclamations liés à chaque produit.
 - Davidah: afin d'avoir les variations et les engagements liés à chaque produit.

Ensuite, il faut étudier toutes ces informations et vérifier que tout est cohérent en échangeant avec les différentes équipes.
8 revues m'ont été confiées. La contrainte principale est l'approbation et la signature par les responsables dans un délai limité.



CONCLUSIONS

Cette alternance m'a permis de découvrir le fonctionnement de l'assurance qualité au sein de l'industrie pharmaceutique. Ce fut une expérience enrichissante qui m'a permis d'acquérir de nouvelles connaissances, ainsi que de rencontrer et d'échanger avec différentes équipes.

Libération des lots

Mon rôle est de faire une pré-revue des lots avant de les confier au responsable pharmaceutique qui donnera la décision finale. Il existe plusieurs niveaux dans la chaîne de production.



Figure 1: Etapes du cycle de production des vaccins (Source interne BI)

Je réalise donc une check-list avec différents paramètres (calcul de la date de péremption, vérification des conditions de transports et du respect de la chaîne du froid, cohérence des stocks) en travaillant avec SAP et LIMS.

Je suis également amenée à échanger et travailler avec des équipes sur d'autres sites (production, conditionnement). Le délai de réalisation est fixé à la semaine ou au jour selon les urgences.

Développement de méthodes d'analyse par spectroscopie Proche Infra-Rouge



FERMENTALG – Christine BOUSSES



LESPINE Bianca, CH

MAMAR / IA / CONTRAT PRO



OBJECTIFS

Dans un contexte de développement de techniques analytiques plus respectueuses de l'environnement au sein du département Développement Analytique et Contrôle Qualité de Fermentalg, l'objectif principal de mon contrat de professionnalisation est de développer, valider et mettre en place des méthodes d'analyses par spectroscopie Proche Infra-Rouge (NIR).

La méthode NIR est une méthode non invasive, non destructive qui ne nécessite pas de préparation d'échantillon. Les mesures sont basées sur l'absorbance des échantillons dans le domaine du proche infrarouge (800 nm et 2500 nm). Pour associer les valeurs de références avec les valeurs d'absorbance, la régression PLS est utilisée, c'est un outil chimiométrique pour traiter des bases de données spectrales complexes.

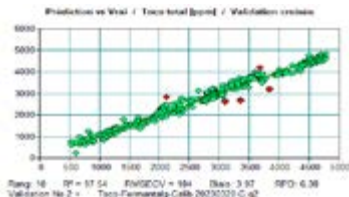


PRINCIPAUX RÉSULTATS

Deux méthodes utilisées en routine au laboratoire ont été remplacées par la méthode NIR

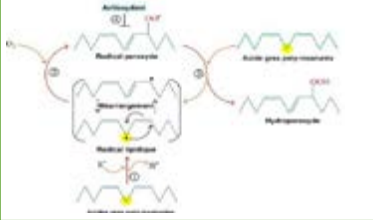
Dosage des tocophérols

- Tocophérols = antioxydant ajouté dans les huiles riches en DHA oméga 3 produites par Fermentalg
- Valeur de référence mesurée par HPLC
- Création de la calibration de 1500 à 4000 ppm ε



Indice de peroxyde

- Indice de peroxyde = indice de première oxydation des matières grasses
- Valeur de référence mesurée par dosage colorimétrique
- Oxydation par aération des huiles pour



Validation avec des études de robustesse, de spécificité, de justesse et de précision.



CONCLUSIONS

Le développement de la méthode d'analyse par spectroscopie Proche Infra Rouge nécessite d'analyser un grand nombre d'échantillon et sur l'entièreté du domaine de validation afin de construire un modèle robuste, précis et juste. Ces méthodes peuvent être améliorées en continu pour obtenir un modèle de plus en plus robuste. Le NIR s'inscrit dans la démarche RSE de Fermentalg car c'est une méthode plus verte qui ne nécessite aucun consommable excepté un vial en verre.

Alternante Process Leader Enduction



SYMBIO – Xavier MARTIN



MACE Camille, CH

• CDB/ CVeBio/ CONTRAT PRO



PRESENTATION DE L'ENTREPRISE ET DES OBJECTIFS

La société : SYMBIO

- Joint-venture Michelin, Faurecia et Stellantis.
- Conception, production, et commercialisation de solutions hydrogène pour les véhicules légers à lourds.
- Objectifs : capacité de production de 200 000 StackPacks par an d'ici à 2030.



Ma mission :

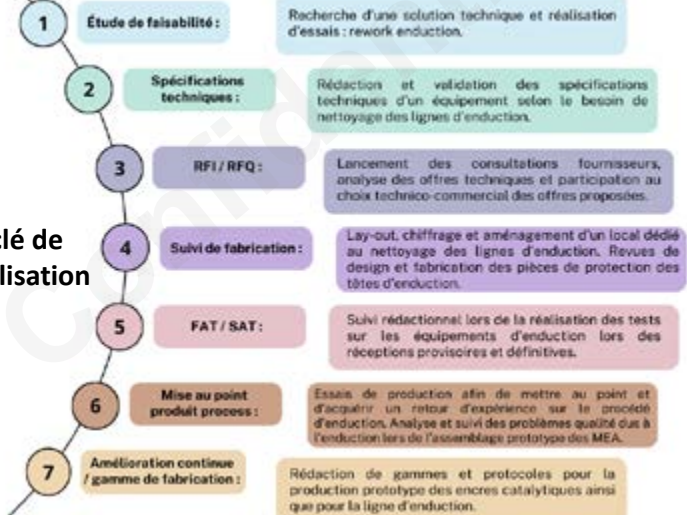
- Intégrée à l'équipe enduction, à l'interface entre les procédés de formulation et d'enduction d'encre catalytique.
- Contexte des missions : lancement d'une usine de production de pile à combustible sur le site de Saint-Fons.
- Suivi de toutes les étapes de l'industrialisation à travers l'arrivée des 1^{ères} lignes d'enduction haute cadence.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Mes réalisations

Étapes clé de l'industrialisation



CONCLUSIONS

Ce contrat de professionnalisation m'a permis de suivre toutes les étapes de l'industrialisation d'un process, de son design jusqu'à sa mise en service afin de lancer la production. De plus, cette alternance m'aura également permis de participer au projet de lancement d'une usine de production : *Symbio SymphonHy* et d'être confrontée aux aléas de l'industrie et du métier de process leader en industrialisation.

Etude de l'influence de la qualité de l'air sur la qualité de l'eau



KUMULUS – Mohamed Ali ABID



MERLET Thomas, CH

USTH (Vietnam)



OBJECTIFS

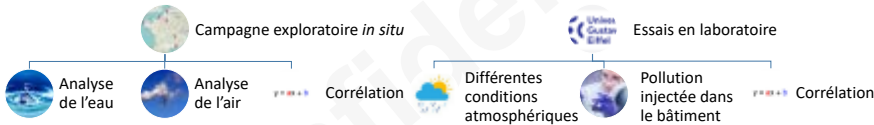
Kumulus est une start-up innovante qui a pour but d'aider à résoudre le problème de manque d'eau et d'accès à l'eau potable dans le monde. Kumulus conçoit des générateurs atmosphériques d'eau, c'est-à-dire des appareils récupérant l'humidité de l'air pour la traiter et la potabiliser.



- Prouver que l'eau produite respecte les normes française et européenne régissant la qualité de l'eau pour la consommation humaine
- Etude des mécanismes de transfert des polluants atmosphériques dans l'eau produite
- Etude de l'influence des conditions météorologiques sur la qualité de l'eau



PRINCIPAUX RÉSULTATS



- Création, mise en place et réalisation avec différents partenaires d'une campagne exploratoire d'essais sur tout le territoire français (métropole) dans des sites avec fortes émissions dû à une multitude de sources de pollutions atmosphériques : industriel, agricole, trafic routier, etc.
- Screening théorique des polluants les plus à risques selon leurs sources d'émissions, leurs propriétés physico-chimiques, leur famille chimique, leurs taux dans l'air
- Identification de l'influence entre concentrations des polluants dans l'air sur la quantité des polluants retrouvés dans l'eau produite grâce au générateur d'eau atmosphérique actif
- Corrélation entre conditions atmosphériques et météorologiques (température, humidité) sur la quantité des polluants retrouvés dans l'eau produite grâce au générateur d'eau atmosphérique actif à l'aide d'une étude en chambre climatique



CONCLUSIONS



Apport au sein du service législatif pour la mise sur le marché du générateur. Réalisation complète d'un projet, de la mise en place du protocole jusqu'à la réalisation ainsi que son analyse.

Analyse agroalimentaire par méthodes isotopiques



Eurofins Analytics France – Freddy THOMAS



MORTAGNE-CODERCH Anaëlle, CH

MAMAR / IA

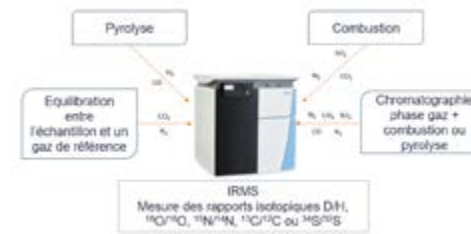


OBJECTIFS

Introduction

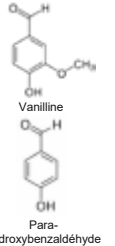
- Réalisation de projets au sein de l'équipe IRMS (Spectrométrie de Masse à Rapport Isotopique) pour le contrôle d'authenticité et d'origine géographique de produits agroalimentaires (boissons, arômes, ...)

Présentation de la technique



Objectif du stage

- **Qualification** d'un nouvel appareil GC-C-IRMS (Chromatographie en phase gazeuse - combustion – IRMS) utilisé pour l'analyse de la vanilline et du para-hydroxybenzaldéhyde
- **Fiabilisation** de l'analyse de la vanilline par GC-C-IRMS en remplaçant l'injection liquide par un couplage de l'appareil avec la technique de micro-extraction en phase solide (SPME) afin d'augmenter la sensibilité et de pouvoir mesurer les rapports isotopiques pour des quantités plus faibles de vanilline et de para-hydroxybenzaldéhyde



MÉTHODOLOGIE DE QUALIFICATION D'ÉQUIPEMENTS EN IRMS

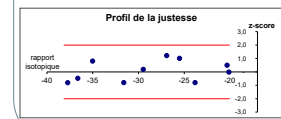
- **Sélection d'échantillons** déjà analysés avec l'équipement de production pour couvrir une large gamme de matrices et de rapports isotopiques



- Vérification de l'**indépendance** entre la quantité d'échantillon analysée et le rapport isotopique mesuré



- Vérification de la justesse des résultats avec la construction d'un **profil de justesse sur l'ensemble de l'étendu de mesure**



- Rédaction des dossiers de qualification
- Révision des **protocoles d'analyses** et **export des résultats sous LIMS** (système de gestion des informations de laboratoire)
- **Formation des opérateurs**



CONCLUSIONS

- Qualification d'un des nouveaux appareils de mesure pour les analyses réalisées en routine dans le laboratoire → amélioration de la productivité en augmentant les capacités de traitement d'échantillons
- Essai en vue d'améliorer la sensibilité des analyse GC-C-IRMS par utilisation de fibres SPME → amélioration de la qualité de service en permettant l'analyse d'échantillons moins concentrés
- Autres projets : extension de matrice du dosage de la caféine par HPLC-DAD (analyse réalisée en routine) vers des boissons spiritueuses

Recherches sur l'arôme floral des eaux-de-vie de malt



Maison Lineti - Magali PICARD / ISVV - Georgia LYTRA

MULLER Esteban, CH

CVeBio, CDB

OBJECTIFS

- Optimiser certains paramètres clés de l'étape de distillation afin de développer les arômes floraux dans le whisky, signature organoleptique de la Maison Lineti.
- Comprendre l'évolution au cours de la distillation du profil en molécules aromatiques florales par un suivi analytique (qualitatif et quantitatif) et sensoriel.

Compétences acquises :

Procédé de distillation discontinue - Analyse chimique – Analyse sensorielle – Analyse statistique

PRINCIPAUX RÉSULTATS



ÉCHELLE INDUSTRIELLE

ÉTAPE 1 : Variations du reflux lors de la distillation des têtes et des cœurs de chauffe

Comparaison de 6 profils de distillation différents

ÉTAPE 2 : Suivi temporel des molécules florales

Collecte de fractions toutes les 10 min

Étude du profil de distillation retenu dans l'étape 1

ÉCHELLE LABORATOIRE

Analyse GC-MS (36 composés cibles)

Analyse sensorielle (dégustations orthonasales)

Analyse GC-MS des différentes fractions collectées

Corrélation entre la concentration totale en terpénols et l'intensité de l'arôme floral perçue par le panel dans le cœur de chauffe

CONCLUSIONS

- L'analyse statistique a permis de montrer qu'un profil de distillation, avec un **reflux moyen** lors de la distillation des **têtes**, **augmente la concentration** en molécules aromatiques du distillat. Ce distillat, est également **perçu plus floral** par le panel lors de l'analyse sensorielle. Pour un **reflux croissant par paliers** lors de la distillation des **cœurs**, les **résultats** vont dans le **même** sens.
- Le suivi temporel de ce profil de distillation a permis de déterminer que la plupart des **molécules à odeurs florales** proviennent de la **fin de distillation du cœur**. Ainsi l'opération de coupe entre le cœur et les queues est cruciale.
- Ces résultats ouvrent de nouvelles **perspectives** à étudier, comme la **température de distillation** du cœur et des têtes.

Development of a multi-parameter chemical analyzer for water monitoring



FLUIDION – Dr. Victoire Rérolle

NOYÉ Alex, CH

Lund University, LTH (Sweden)

CONTEXT & OBJECTIVES

- ❖ *fluidion* is a high-technology company, providing autonomous *in-situ* sampling and measurement solutions for environmental and water quality monitoring.
- ❖ My internship focuses on the in-line chemical analyzer which is a new highly miniaturized microfluidic system capable of performing pH, chlorine, and nitrite analysis of drinking water in a fully autonomous manner.



Objectives:

- I. **Optimizing and characterizing metrology** of the analyzer to improve its accuracy, repeatability, and reliability.
- II. **Developing an activated carbon-based filter** capable of effectively purifying chemical-rich outlet solutions.
- III. Ensuring the robustness and durability of the system by conducting a series of **temperature tests**.
- IV. **Developing a tangential filter** for surface water applications with high turbidity.

RESULTS

I.

Nitrite calibration curve on the analyzer

❖ Selection of the activated carbon materials

❖ Development of a UV method to ensure purification for long-term use

❖ Creation of a 3D prototype subjected to extensive testing before market launch

III.

Influence of temperature on nitrite measurements

❖ Optimal parameters have been identified for repeatable and accurate measurements

❖ Performed calibrations, limit of detection (LOD), and limit of quantification (LOQ)

❖ Development of a climatic chamber to simulate temperatures from 5°C to 50°C

❖ Temperature calibration

II.

3D design of the activated carbon filter

IV.

Tangential filter experiment setup

❖ Implementation of a bleach injection system to prevent undesirable biofilm formation on a tangential filter

CONCLUSION

This internship has given me a comprehensive overview of the development of a microfluidic analytical analyzer. During this project, I was confronted not only with chemistry-related problems but also with electronics and computer science, which gave me a very enriching overall view of the project.

Synthèse de polysaccharides organosolubles

TOULOUSE INP Ensiacet



CERMAV – S. HALILA

PARISI Chloé, CH

CVeBio / CDB

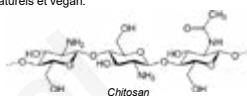


OBJECTIFS

Les industries cosmétiques, contraintes aux réglementations internationales actuelles qui interdisent l'utilisation de nombreux produits chimiques comme ingrédients dans les formulations, tendent de plus en plus vers les "cosmétiques verts". Cette transition demande alors des produits plus durables sur le plan écologique ce qui a donné lieu à des recherches approfondies dans le but de remplacer les composés dérivés de la pétrochimie par des ingrédients bien plus éco-responsables. Cette étude se focalise sur l'alternative des biopolymères dans les cosmétiques en substitut des polymères pétrosourcés possédant un large éventail d'applications. Ils servent à la fois de modificateurs rhéologiques, d'émulsifiants, mais aussi de protecteur de la peau, etc.

La chitine est l'un des polysaccharides les plus abondants dans la nature et peut être dérivée en chitosan par désacétylation. Le chitosan se trouve aussi dans certaines espèces de champignons et représente un actif d'intérêt pour les cosmétiques naturels et végan.

Biocompatible, biodégradable et non toxique, il est aussi soluble en milieux aqueux acides contrairement à la chitine. Cependant, son utilisation reste limitée dans les cosmétiques à phase grasse. L'objectif de ce projet est d'essayer de rendre le chitosan organosoluble dans des huiles végétales d'intérêt par modification des fonctions amines et/ou alcools, d'optimiser les procédés de synthèse et d'étudier leurs propriétés physico-chimiques.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Caractérisations des chitosans de départ (CPG et RMN)

Champignon source	PM (µm)	PM (mg)	DD (µm)	DD (mg)
<i>Kluyveromyces fragilis</i>	14 200 (gros)	>80%	90%	
<i>Kluyveromyces fragilis</i>	36 500 (gros)	>80%	90%	

Conditions de réaction

- Milieu acide
- Milieu basique
- Milieu hydro-alcoolique

Propriétés filmogènes

Caractérisations RMN et FTIR → Degré de substitution (DS)

Hydrophobicité

Angles de contact moyens

Matériau	Angle (°)
Chitosan	119.7
Chitosan modifié	119.7

Test de solubilité (valeurs comparatives non-exhaustives)

Techniques de caractérisation maîtrisées

Fonctionnalisations possibles

Deviens soluble ou partiellement soluble mais dispersion stable en milieu organique (chloroforme ou huiles végétales)

Forme un film hydrophobe dans certaines conditions

Optimisations des protocoles de synthèse et de purification

→ Chimie plus verte → Répétabilité → DS ≤ 3



CONCLUSIONS

Remplacer les polymères pétrosourcés par des polymères naturels comme le chitosan, qui ne provient pas des animaux et qui évite diverses étapes de modifications chimiques de la chitine, s'inscrit entièrement dans une démarche de transition écologique pour les cosmétiques.

La fonctionnalisation du chitosan a permis une solubilisation partielle mais une dispersion stable dans certaines huiles végétales. Cette dispersion modifie bien, visuellement, la viscosité de l'huile en la rendant plus dense. Les propriétés filmogènes sont aussi respectées dans certaines conditions et une hydrophobicité peut être constatée.

Les conditions seront par la suite optimisées pour conférer au chitosan les meilleures propriétés possibles tout en assurant une parfaite répétabilité et une chimie plus verte. D'autres polysaccharides biosourcés pourront être étudiés...

Synthèse de molécules aux propriétés organoleptiques

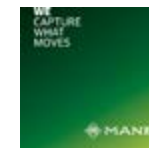
TOULOUSE INP Ensiacet



V. MANE FILS – FABIEN GRASSET

ROLLO Fanny, CH

CDB / CVeBio / CONTRAT PRO



OBJECTIFS

V. Mane Fils est une entreprise familiale française spécialisée dans la production d'arômes et de parfums. Elle a été créée en 1871 par Victor Mane à Grasse, la capitale mondiale du parfum. Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Recherche en Chimie Organique (RCO) sur le site de Notre-Dame, au Bar-sur-Loup. L'objectif de la RCO est de synthétiser ou de trouver de nouvelles voies de synthèses pour des molécules présentant un intérêt pour la parfumerie et les arômes.

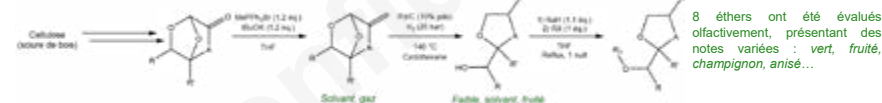
Dans le cadre de ce projet de fin d'études, deux principaux projets m'ont été confiés :

- ❖ La synthèse de nouvelles molécules à partir d'une matière première biosourcée
- ❖ La synthèse de molécules polycycliques pouvant présenter un intérêt olfactif pour la parfumerie

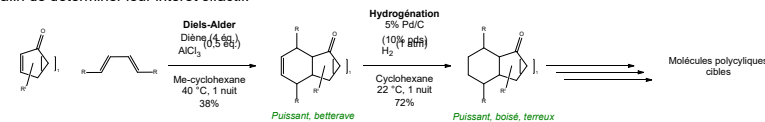


PRINCIPAUX RÉSULTATS

- ❖ **Synthèse à partir de matière première biosourcée :**
 - Les réactions étudiées dans cette partie de projet sont : la réaction de Wittig, l'hydrogénation et enfin l'éthérisation de l'alcool
 - Chaque nouvelle molécule est purifiée (distillation ou colonne chromatographique) pour obtenir une pureté > 95% puis caractérisée en GC-MS, IR et RMN (¹H et ¹³C), sauf les éthers finaux qui sont analysés bruts par chromatographie gazeuse-olfactométrie (GC-O) en compagnie d'une parfumeuse-chimiste pour sélectionner les structures intéressantes pour une possible application en parfumerie.



- ❖ **Synthèse de molécules polycycliques :**
 - Un criblage de conditions (solvant, concentration, quantité de catalyseur et de diène) puis un plan d'expérience (paramètres : température, quantité de catalyseur et quantité de diène) ont été mis en place afin de déterminer les conditions optimales de la réaction de Diels-Alder
 - Les molécules sont purifiées et caractérisées comme indiqué précédemment puis présentées à un panel d'évaluateurs afin de déterminer leur intérêt olfactif.



CONCLUSIONS

Lors de ces différents projets j'ai pu approfondir mes compétences en chimie organique telles que la recherche bibliographique, la synthèse, la purification ou la caractérisation, tout en les appliquant à la parfumerie.

La mise en place de plans de criblages ainsi que d'un plan d'expérience m'ont permis d'aborder une partie d'optimisation de synthèse très intéressante. Enfin, l'aspect d'évaluation sensorielle des molécules, en collaboration avec les parfumeurs et aromaticiens, est un très bon exercice afin de développer ses sens et la description d'odeurs.

Mise en œuvre de circuits fluidiques conducteurs pour PEMFC avec une encre à liant biosourcé



CEA Grenoble – FURIA Gioia, BLACHOT Jean-François

RYS Julie, CH

CDB / CVeBio



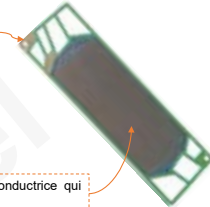
OBJECTIFS

Les plaques imprimées font partie des dernières innovations dans le secteur des PEMFC, promettant une architecture plus compacte, plus facile à fabriquer et moins coûteuse qu'avec les plaques bipolaires embouties. Cependant, cette nouvelle technologie utilise des composés fluorés dont l'utilisation est controversée. L'ambition du CEA est de trouver une alternative verte pour la formulation de ces encres.

Les objectifs de ce stage sont donc multiples :

- **Formuler** une encre homogène intégrant des charges de graphite dispersées dans une solution contenant un liant d'origine naturelle;
- **Optimiser** la conductivité du composite carboné;
- **Tester** la résistance au milieu PEMFC (propriétés mécaniques et thermiques);
- **Ajuster** le comportement rhéologique pour garantir une compatibilité avec le procédé d'impression.

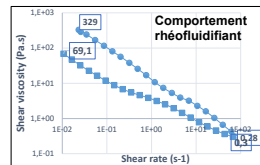
Feuillard doré sur lequel sont imprimés les circuits fluidiques



Objet de l'étude : encre conductrice qui constitue la zone active



PRINCIPAUX RÉSULTATS

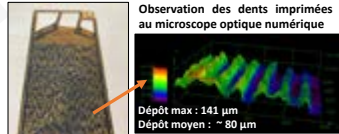


Comportement rhéofluidifiant

Rhéologie de l'encre : validation de la compatibilité avec le procédé d'impression



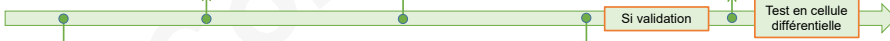
Enduction sur feuillard doré : Préparation des échantillons pour la caractérisation



Observation des dents imprimées au microscope optique numérique

Dépôt max : 141 µm
Dépôt moyen : ~ 80 µm

Impression motifs et métrologie : vérification de la hauteur et de la morphologie de dents imprimées

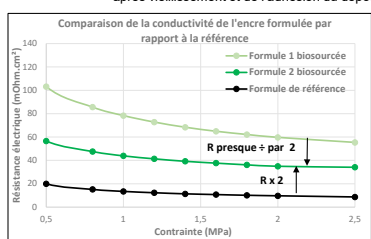


Fabrication de l'encre : formulation et dispersion

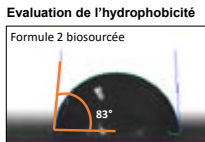
Caractérisation matériau : Vérification de la conductivité, de l'hydrophobicité avant et après vieillissement et de l'adhésion du dépôt sur le support



Encre après dispersion des charges



Comparaison de la conductivité de l'encre formulée par rapport à la référence



Evaluation de l'hydrophobicité Formule 2 biosourcée



CONCLUSIONS

Les résultats des premières encres formulées sont prometteurs. Nous espérons pouvoir augmenter la conductivité de l'encre pour atteindre des performances similaires à la référence et trouver une rhéologie adaptée pour le procédé d'impression d'ici la fin du stage.

Optimisation énergétique de projets d'installations de séparation de Terres Rares



Carester – LEHMANN Benoît

THEOLOGIEN Nathan, CH

CFBio



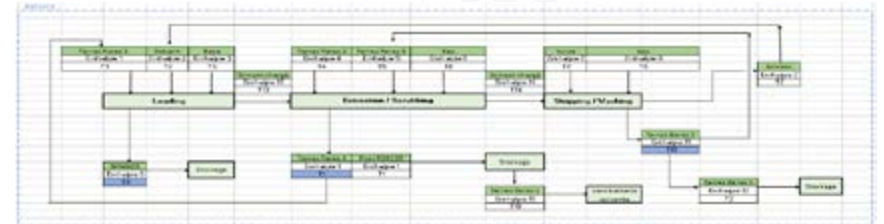
OBJECTIFS

Carester est une entreprise spécialisée dans la séparation et la purification de terres rares ainsi que dans le recyclage d'aimants contenant aussi des terres rares. Pour son développement, l'entreprise lancera prochainement la construction d'une usine destinée à leur exploitation. Chez Carester, les différents objectifs de mon stage peuvent se décrire de la manière suivante:

- Etablir le bilan thermique sur les différents batteries constituant le procédé de séparation via des simulations sur le logiciel Excel.
- Faire l'inventaire des points chauds du procédé pouvant amener à la meilleure récupération de chaleur possible.
- Evaluer les besoins énergétiques des différents équipements du procédé et les combler au maximum à l'aide des points chauds repérés précédemment.

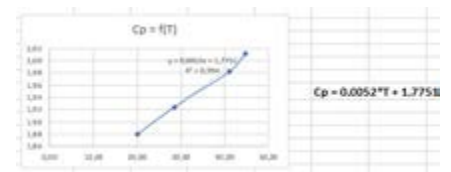


PRINCIPAUX RÉSULTATS



Une batterie repose sur le procédé de séparation liquide-liquide et peut être schématisée de la manière ci-dessus.

Pour le bilan thermique, on s'aide de températures d'entrée connues, des débits et de Cp préalablement estimées à l'aide de corrélations tirées des essais laboratoires pour calculer l'enthalpie de chaque flux. On suppose que les températures de sorties sont égales et l'on fait fonctionner le solveur pour que la somme des enthalpies entrantes soit égale à celle qui sort en faisant varier les températures de sortie.



Estimation du Cp d'un des solvants utilisés



CONCLUSIONS

- Le bilan thermique a été fait sur toutes les batteries
- Certaines batteries sont cependant annoncées plus chaudes que leur température de fonctionnement; des modifications doivent donc être apportées
- Le réseau d'échangeurs de chaleur est à faire

Substitution des solvants CMR dans les analyses



Laboratoires M&L, Groupe L'OCCITANE – Virginie ROUQUET

THIEFFIN Lisa, CH

Double diplôme : UQAC (Canada)



OBJECTIFS

Contexte : Le Groupe L'Occitane fabrique des produits cosmétiques à partir d'ingrédients issus de la nature. De ce fait, la préservation de cette dernière est une des principales missions du groupe. De plus, le bien-être des collaborateurs importe beaucoup à l'entreprise. Ainsi, dans ce cadre et dans le contexte d'émergence croissante de la chimie verte, la gestion des solvants CMR (Cancérogènes, Mutagènes, Reprotoxiques) est essentielle dans le laboratoire d'Analyses Physico-chimiques.

Objectif : Ma mission consiste à substituer les solvants CMR dans les analyses par des solvants plus respectueux de l'homme et de l'environnement. Notamment, l'objectif est de mettre en place une méthode de substitution du Tetrahydrofurane (THF) dans l'analyse HPLC/DAD des filtres solaires dans des matrices cosmétiques complexes.



PRINCIPAUX RÉSULTATS

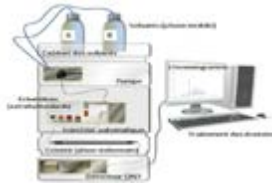
Optimisation de la préparation d'échantillon :



Les filtres solaires sont des molécules organiques complexes, difficiles à solubiliser, c'est pourquoi plusieurs solvants « verts » ont été testés afin d'obtenir une solubilité optimale, compatible avec des analyses quantitatives et comparable à la solubilité obtenue avec le THF.

Développement de la méthode d'analyse HPLC/DAD :

Adaptation de méthodes décrites dans la littérature par ajustement de plusieurs paramètres d'analyse (colonne, débit, température du four, gradient, pH, longueur d'onde...) afin de s'adapter au matériel utilisé et d'obtenir une analyse rapide et efficace.



Recherche sur les méthodes de rinçage de la colonne :

Amélioration de la méthode de rinçage préconisée par le fournisseur afin de réduire l'utilisation de solvant CMR tout en restant efficace pour garantir l'intégrité et la qualité de la colonne pour les analyses suivantes.



CONCLUSIONS

Poursuite des expérimentations afin de mettre au point une méthode d'analyse robuste, efficace et respectueuse de l'homme et de l'environnement, de la préparation d'échantillon, à l'analyse HPLC, jusqu'au nettoyage de la colonne.

Développement d'une méthode de dosage de substances per- et polyfluoroalkylés (PFAS) dans des matrices solides par LC-MS/MS



AUREA AGROSCIENCES – IDDER Salima

TISNERAT Léonie, CH

MAMAR / IA



OBJECTIFS

Les PFAS



Figure 1 : Formule développée de l'acide perfluorooctanoïque (PFOA)

Les substances per- et polyfluoroalkylés (PFAS) sont des contaminants très persistants dans l'environnement et toxiques pour la santé humaine. Utilisées dans de nombreuses applications (mousses anti-incendie, imperméabilisants textiles...), les PFAS sont une source d'inquiétude grandissante. Parmi ces molécules, l'acide perfluorooctanoïque (Fig. 1) est inscrit sur la liste des polluants organiques persistants (POP) de la Convention de Stockholm. Aujourd'hui, 20 PFAS sont déjà contrôlés dans les eaux pour la consommation humaine (Directive Cadre sur l'Eau, 2020) mais aucune réglementation n'existe encore pour les matrices environnementales solides.

Dosage des PFAS

Afin d'anticiper un futur besoin réglementaire sur les matrices telles que les boues ou les sols, Auréa Agrobiosciences souhaite développer une méthode de dosage de 20 PFAS. La Figure 2 illustre les différentes étapes du développement analytique. Celles-ci comprennent l'extraction-purification de l'échantillon après sa préparation puis le dosage à l'aide d'une technique de séparation chromatographique suivie d'une détection par spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS).

Les enjeux de ce stage sont multiples, puisque la méthode sera commercialisée, des compromis sont nécessaires afin de créer une méthode robuste, rapide, respectueuse de l'environnement (déchets, solvants organiques) et à un coût abordable.



Figure 2 : Etapes du développement analytique



PRINCIPAUX RÉSULTATS

Appareil de dosage



Figure 3 : LC-MS/MS utilisée pour le projet

La chromatographie liquide (LC) sépare les molécules d'un mélange complexe avant qu'elles soient analysées par un détecteur (ici MS/MS) reposant sur l'identification des composés par leur ratio masse/nombre de charge (m/z). D'abord, la molécule est ionisée dans la source. Puis les ions produits sont filtrés par un analyseur (quadrupôle) pour sélectionner un ion qui se fragmentera dans la cellule de collision. Les ions fils passent à travers un second quadrupôle afin de sélectionner ceux qui seront détectés par le photomultiplicateur d'électrons (Fig. 4). Lors du projet, une LC 1290 Infinity II et un 6470 Triple Quad LC/MS de Agilent Technologies ont été utilisés (Fig.3). Le début de l'étude portera sur l'optimisation des paramètres du détecteur MS/MS (source et quadrupôles).

Optimisation des paramètres de détection (quadrupôles)

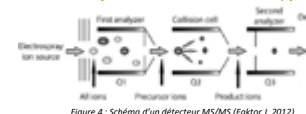


Figure 4 : Schéma d'un détecteur MS/MS (Faktor 1, 2012)

Premièrement, l'objectif est d'optimiser les transitions : chaque molécule donne un ion parent (précurseur) et des ions fils qui lui sont propres (Fig. 4) comme le PFOA dans le tableau 1. Ce sont ces transitions qui permettent d'une part d'identifier chaque molécule et d'autre part de les doser.

	Transition	Rôle
PFOA	413 → 369	Dosage
	413 → 169	Vérification de l'identification

Tableau 1 : Transitions du PFOA

Il est possible de faire varier par exemple des tensions ou les énergies de collision pour adapter les paramètres des quadrupôles à chaque transition. Cette optimisation est réalisée pour les deux transitions de chaque PFAS analysée.

Optimisation des paramètres de la source

Dans la source, les PFAS sont ionisés par électrospray (ESI en anglais) en formant des ions négatifs. La solution est ionisée dans un capillaire, puis est nébulisée en gouttelettes chargées. La figure 5 décrit le processus de production des ions avant introduction dans l'analyseur.



Figure 5 : Schéma d'une source ESI en mode positif (Banerjee S, 2012)

Pour le développement de la méthode instrumentale, les paramètres de la source tels que les températures et les débits des gaz, la tension du capillaire ou encore la pression du nébuliseur sont optimisés afin que les composés d'intérêt aient la meilleure réponse (Tab. 2). Cependant, des compromis sont nécessaires car les 20 molécules ne réagissent pas de la même manière vis-à-vis des paramètres de la source. L'objectif est alors de trouver un juste milieu pour favoriser un maximum de molécules sans trop en pénaliser d'autres.

Sheath gas flow	Sheath gas temperature	Direct gas flow	Direct gas temperature	Capillary	Nozzle	Nebulizer
11 L/min	350°C	4 L/min	200°C	2000 V	0 V	25 psi

Tableau 2 : Résultats d'optimisation de la source



CONCLUSIONS

L'optimisation des paramètres de la masse est concluante, ainsi, peut venir en second lieu le développement de la méthode chromatographique. L'objectif est alors de travailler la séparation des différents composés d'un milieu complexe (matrices solides), limiter la durée de la méthode et s'assurer de sa robustesse. Enfin, lorsque la méthode instrumentale sera finalisée, le travail se poursuivra avec le développement de la méthode de préparation des échantillons afin de les extraire et de les purifier à partir de différentes matrices solides.

Expertise d'une solution d'algue pour le coating de tablettes détergentes



ESCOM Chimie – BENALI Mohammed, THIEBAULT Nicolas
EUROTAB – BROSSE Jacques, MICHEL Pauline, PELISSIER Aprile



VAILLANT Clémence, CH

Echange : URV (Espagne)



OBJECTIFS



Contexte : Eurotab a développé un nouvel enrobage (coating) hydrosoluble et sans plastique pour ses tablettes détergentes.

Problématiques :

- Problèmes de stabilité de la solution
- Composition de la poudre d'algue imprécise

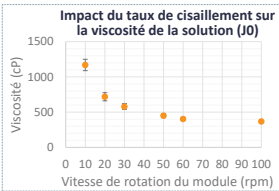
Missions : Expertiser la solution à base de poudre d'algue pour mieux maîtriser le procédé de coating :

- Etude rhéologique de la solution de coating (viscosité)
- Etude chimique de la poudre d'algue (composition)

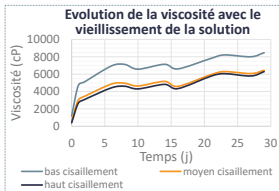


PRINCIPAUX RÉSULTATS

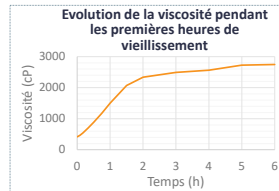
- **Etude rhéologique :** étude des facteurs impactant la viscosité de la solution.



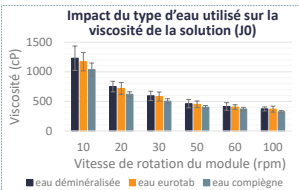
La solution a un **comportement rhéofluidifiant** : baisse de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement (proportionnel à la vitesse de rotation du module).



Lors du vieillissement de la solution, on observe une **instabilité de la viscosité** : prise de viscosité importante liée au gonflement de l'amidon.



La **prise de viscosité est rapide et importante** durant les **premières heures** après préparation de la solution.



Les écart-types des résultats montrent que le **type d'eau** utilisé (compositions ioniques, duretés différentes) n'a **pas d'impact significatif** sur la viscosité de la formule.
⇒ Reproductibilité de la formulation.

- **Analyse spectrale :** Spectre IR de la poudre d'algue (ATR).



Présence de **polysaccharides** (amidon, ulvanes...).



CONCLUSIONS

Principaux résultats obtenus

- Comportement rhéofluidifiant de la solution de coating
- Prise de viscosité rapide et importante de la solution de coating
- Présence de polysaccharides et potentiellement d'amidon

Principales limites actuelles :

- Matière première non standardisée (sans spécification des protéines, de l'amidon...)
- Pas d'identification ni de quantification des polysaccharides et protéines

Perspectives du stage :

- Continuer d'étudier la stabilité de la solution (viscosité, température, agitation, déphasage ...)



Naldeo

Un acteur engagé **AU CŒUR DE LA TRANSITION**
écologique, énergétique, hydrique et digitale

Toulouse INP-ENSIACET
4 allée Emile Monso - CS 44362
31030 Toulouse Cedex 4
+ 33 (0)5 34 32 33 00

TOULOUSE
INP Ensiacet

L'école de la transformation
de la matière et de l'énergie

www.ensiacet.fr

Naldeo
GROUP

Parrain de la promotion
www.naldeo.com