

---

# Corrélation entre les conditions opératoires et les propriétés texturales des produits synthétisés

L'objectif de ce chapitre est d'effectuer une corrélation qualitative entre les nanostructures carbonées obtenues par le procédé et les conditions opératoires.

Par la suite, une étude plus poussée, décrite dans le chapitre V, visant à modéliser l'écoulement des fluides dans le réacteur a été réalisée afin d'estimer, de manière quantitative cette fois, le champ de température dans le réacteur plasma et d'expliquer la formation des structures de noirs d'acétylène, de « papiers froissés » et de noirs de carbone.

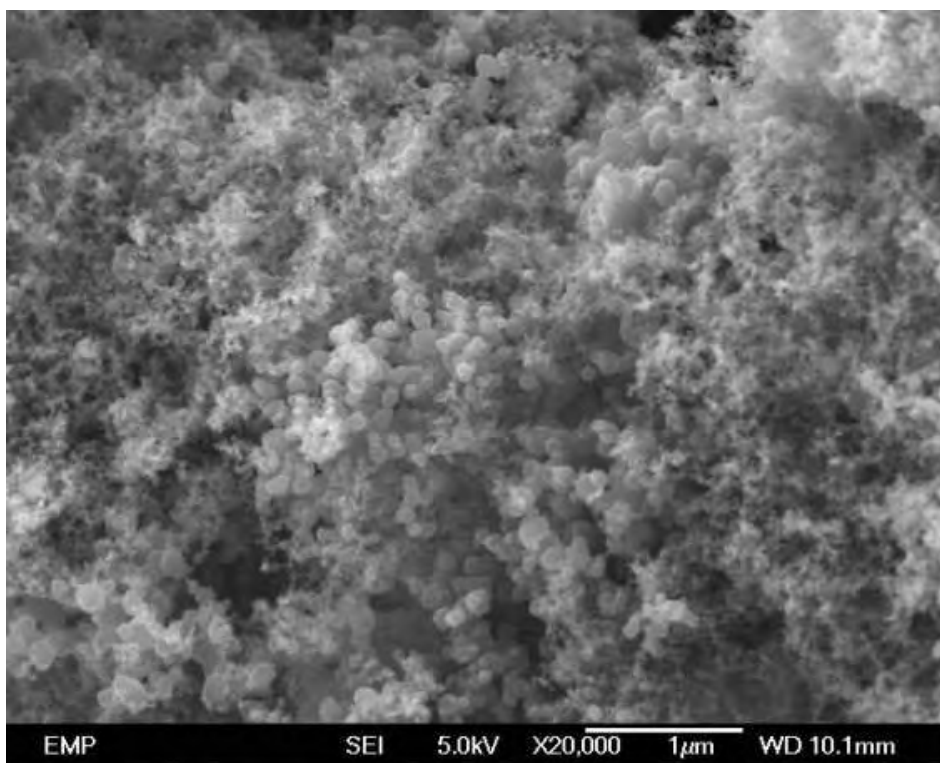
## VII.1. Influence de la nature du gaz plasmagène

Les propriétés du plasma généré étant fonction des propriétés physico-chimiques du gaz plasmagène employé (viscosité, conductivité thermique ...), chaque gaz plasmagène conduit à des conditions particulières de synthèses telles que le type d'écoulement, le champ de température et le type d'atmosphère (neutre, oxydant, réducteur). Deux essais ont été réalisés avec deux gaz plasmagènes de différente nature, l'arcal 21 et l'argon pur. Le tableau V.2 présente les conditions opératoires de cette étude.

Gaz plasmagène	$Q_{\text{gaz plasmagène}}$ , NI/h	$Q_{\text{C}_2\text{H}_4}$ , NI/h	$P_{\text{efficace}}$ , W	Tuyère	Position de l'injection de l'hydrocarbure
Argon	236	10	60	Tuyère cylindrique de longueur $L = 100$ mm	A la base de la torche plasma
Arcal 21			180		

Tableau IV. 2 : Récapitulatif des conditions opératoires.

Les figures IV. 55 et IV.56, présentant deux clichés MEB des échantillons issus de l'essai avec l'argon, mettent en évidence l'hétérogénéité du produit avec la présence, entre autres, d'agrégats de diamètres variables entre 50 et 100 nm. L'essai avec l'argon conduit à des nanostructures carbonées différentes de celles issues des essais avec l'arc 21 pour lesquels nous pouvons observer des textures de types « papiers froissés » (figure IV.57).



**Figure IV. 55 : Cliché MEB de l'échantillon synthétisé avec l'argon pour gaz plasmagène.**

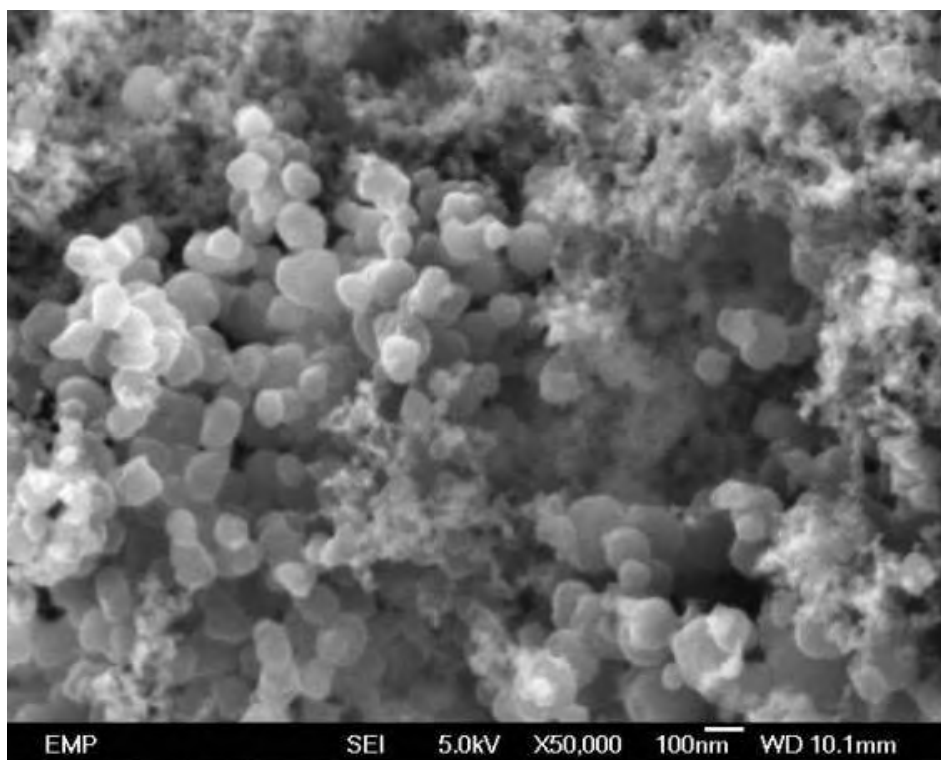


Figure IV. 56 : Clichés MEB de l'échantillon synthétisé avec l'argon pour gaz plasmagène.

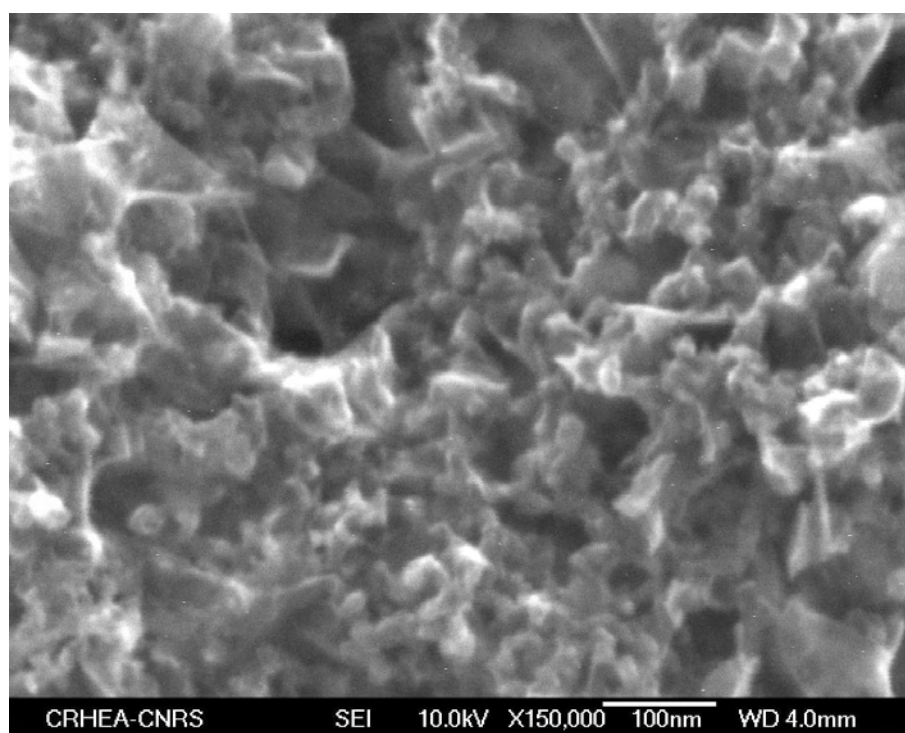


Figure IV. 57 : Cliché MEB de l'échantillon synthétisé avec l'arcal 21 pour gaz plasmagène.

Les clichés MET à la figure IV.58 confirment l'hétérogénéité texturale et nanotexturale de l'échantillon synthétisé avec l'argon. En effet, on observe des textures concentriques de noirs d'acétylène, et des textures isotropes de type « papiers froissés » et « microporeux ». En revanche, l'arc 21 conduit à la synthèse de composés relativement homogènes en texture et de type « papiers froissés » (figure IV.59).

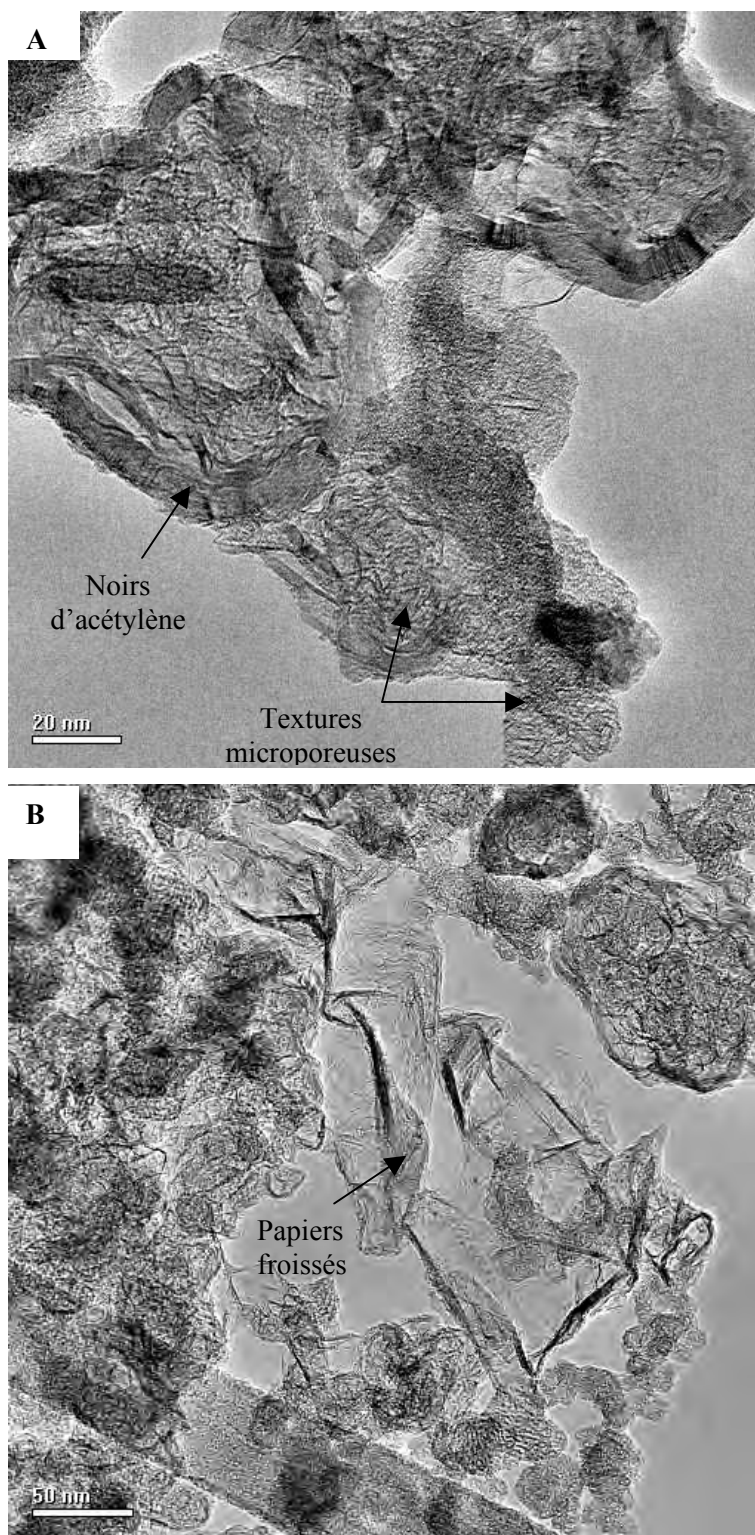


Figure IV. 58 : Clichés MET de l'échantillon synthétisé avec l'argon pour gaz plasmagène.

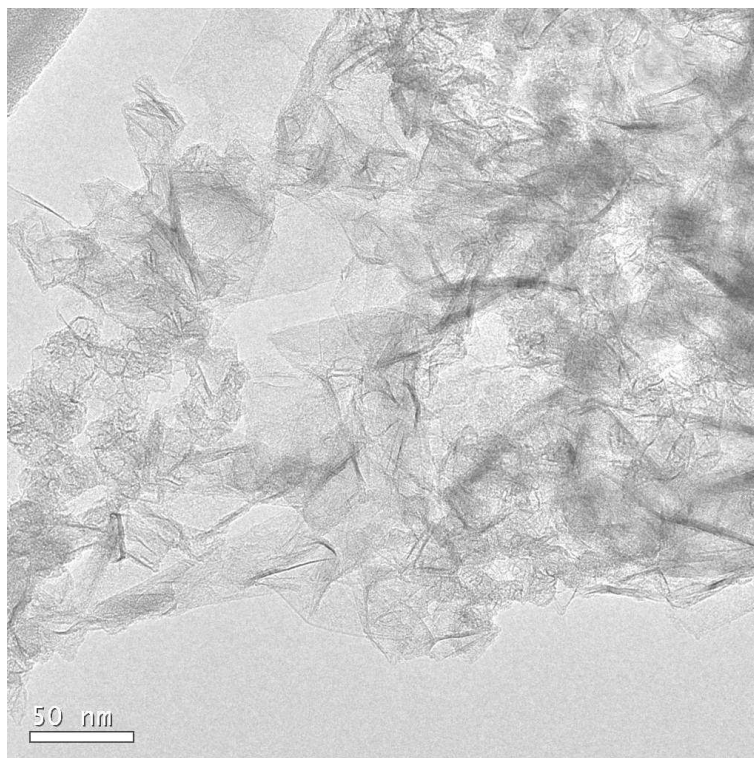


Figure IV. 59 : Clichés MET de l'échantillon synthétisé avec l'arcal 21 pour gaz plasmagène.

## VII.2. Influence du débit du gaz plasmagène

### VII.2.1. Injection d'hydrocarbure à la base de la tuyère

Le tableau IV.3 rassemble les conditions opératoires de cette étude où le seul paramètre variable est le débit de gaz plasmagène.

$Q_{C_2H_4}$ , NI/h	$P_{efficace}$ , W	Tuyère	Position de l'injection de l'hydrocarbure	$Q_{arcal\ 21}$ , NI/h
10 - 60	~ 140 W	Longueur L = 50 mm Diamètre 15 mm (Tuyère A, figure III.50)	A la base de la tuyère	112
				140
				187

Tableau IV. 3 : Récapitulatif des conditions opératoires.

Quel que soit le débit de gaz plasmagène, les produits synthétisés sont identiques et appartiennent à la famille des noirs de carbone « classiques » (figures IV.60, IV.61 et IV.62).

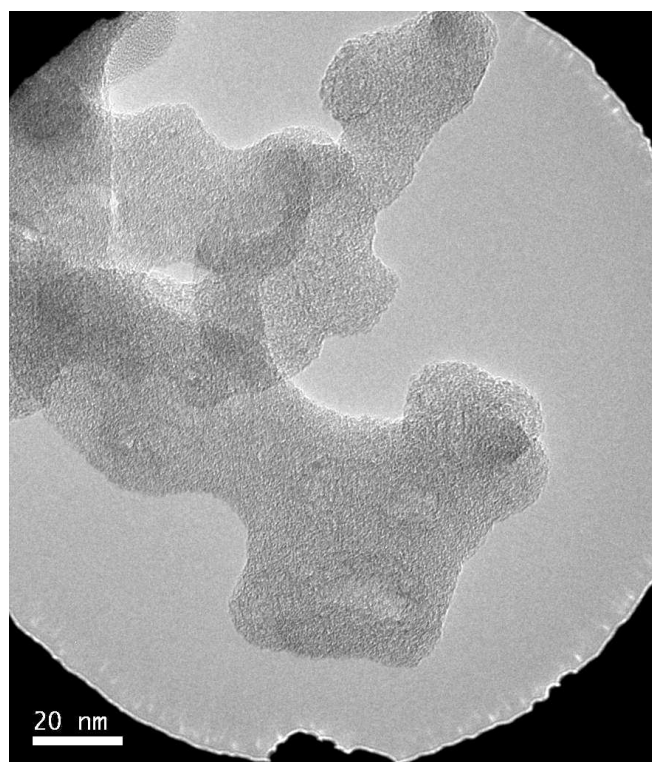


Figure IV. 60 : Cliché MET de noir de carbone synthétisé avec  $Q_{\text{arcal } 21} = 112 \text{ NI/h}$ .

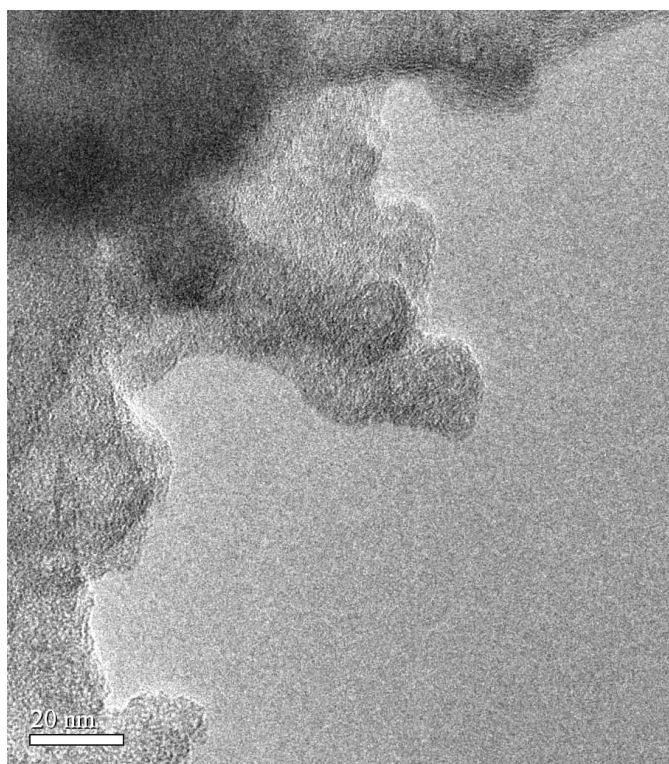


Figure IV. 61 : Cliché MET de noir de carbone synthétisé avec  $Q_{\text{arcal } 21} = 140 \text{ NI/h}$ .

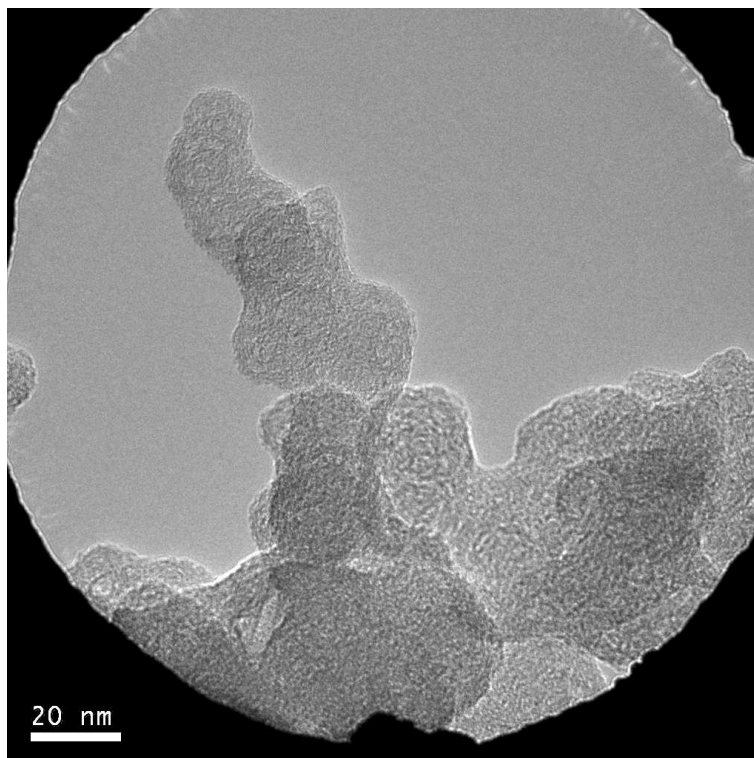


Figure IV. 62 : Cliché MET de noir de carbone synthétisé avec  $Q_{\text{arcal 21}} = 187 \text{ NI/h}$ .

### VII.2.2. Injection d'hydrocarbure à la base de la torche plasma

L'objectif de cette étude est de déterminer l'influence du débit de gaz plasmagène lorsque l'injection de l'hydrocarbure s'effectue à la base de la torche plasma. Le tableau IV.4 rassemble les conditions opératoires de cette étude.

$Q_{\text{C}_2\text{H}_4}$ , NI/h	$P_{\text{efficace}}$ , W	Tuyère	Position de l'injection de l'hydrocarbure	$Q_{\text{arcal 21}}$ , NI/h
8	~ 150 W	Tuyère cylindrique Longueur $L = 100 \text{ mm}$ Diamètre = 6 mm (figure II.7)	A la base de la torche plasma	177
				236

Tableau IV. 4 : Récapitulatif des conditions opératoires.

Il apparaît qu'un faible débit d'arcal 21 conduit à la formation de structures « papiers froissés » de haute nanotexture. Une explication possible à ce résultat pourrait être que dans un milieu fortement concentré, les gênes stériques entre les différents précurseurs carbonés soient plus importantes que celles rencontrées dans un milieu plus dilué. Ceci conduirait à des structures plus repliées sur elles-mêmes, soit des « papiers froissés » de faible nanotexture.

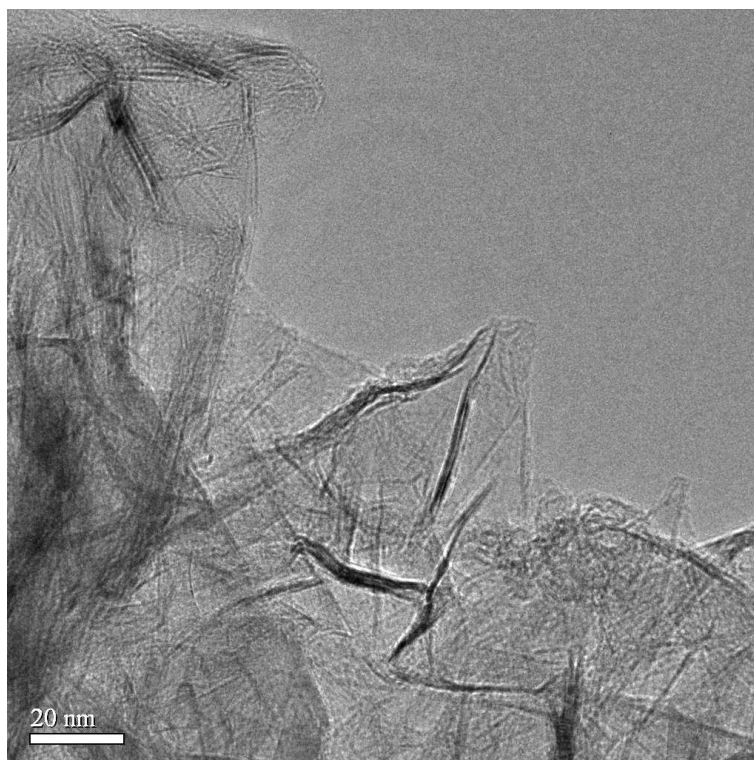


Figure IV. 63 : Cliché MET de « papiers froissés » de haute nanotexture obtenus avec  $Q_{\text{arcal } 21} = 177 \text{ NI/h}$ .

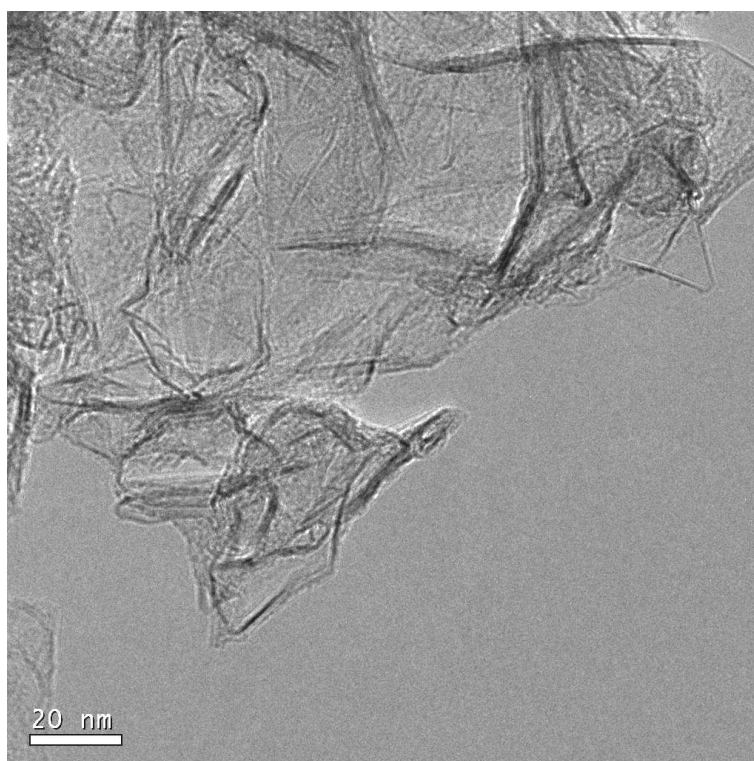


Figure IV. 64 : Cliché MET de « papiers froissés » de faible nanotexture obtenus avec  $Q_{\text{arcal } 21} = 236 \text{ NI/h}$ .



### VII.3. Influence de la position d'injection de l'hydrocarbure

La position de l'injection de l'hydrocarbure a une influence considérable sur la structure des produits carbonés synthétisés. Ainsi, les « papiers froissés » et les noirs d'acétylène sont obtenus uniquement lorsque l'injection de l'hydrocarbure s'effectue à la base de la torche, soit au même niveau que celle du gaz plasmagène. Avec ce type d'injection, l'hydrocarbure est directement mis en contact avec la zone de l'arc électrique, soit la zone la plus chaude du réacteur.

Lorsque l'hydrocarbure est injecté au niveau de l'électrode cylindrique, il traverse une faible fraction de la zone de l'arc, soit un très petit volume à haute température. Ce dernier mode d'injection conduit à la formation de noirs de carbone « classiques ».

Ces résultats expérimentaux tendent à montrer que la température de réaction est un facteur déterminant la microtexture des produits, ce qui est en accord avec les travaux de Bourrat [4]. **Ainsi, une température de réaction élevée tend à favoriser la croissance latérale des couches (obtention des noirs d'acétylène et des papiers froissés, figure IV.65) tandis qu'une faible température favorise une croissance de type radial ou à partir de gouttes d'hydrocarbures liquides (obtention de noirs de carbone « classiques », figure IV.66).**

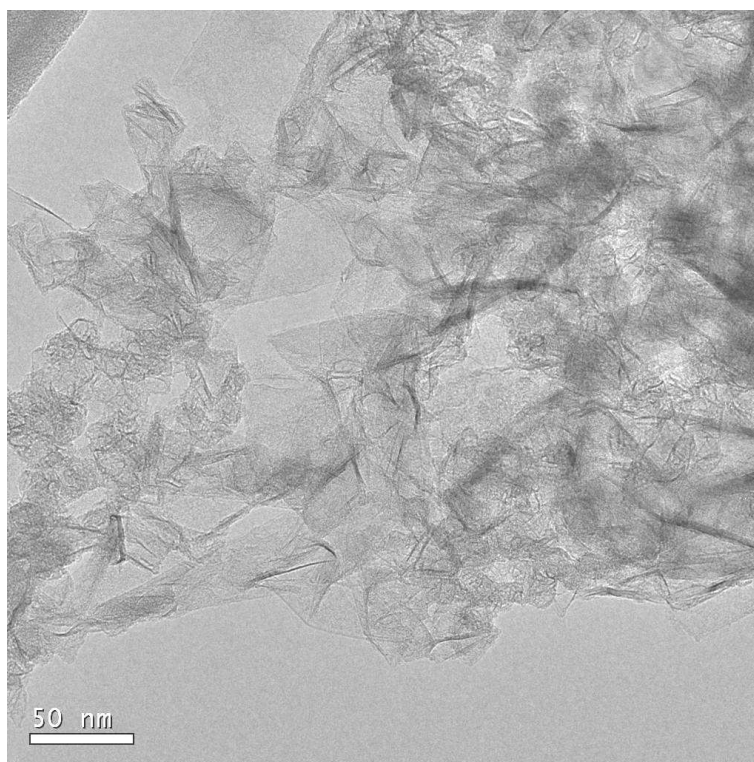
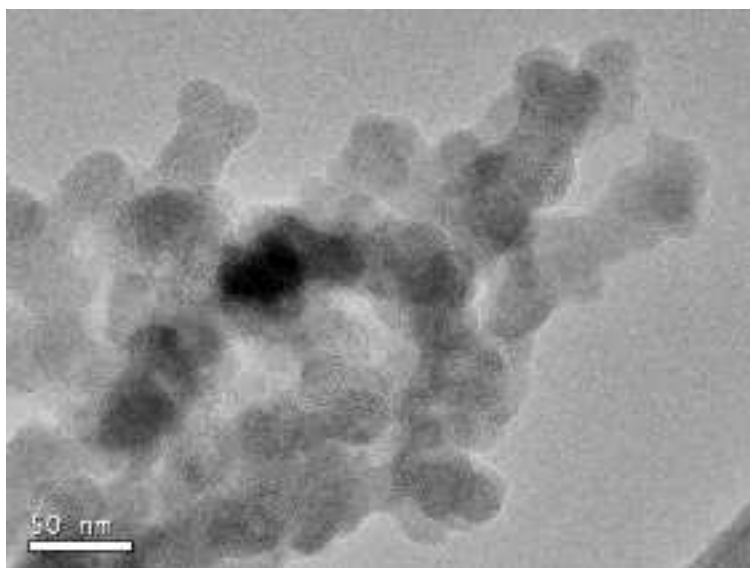


Figure IV. 65 : Cliché MET de « papiers froissés » obtenus lors de l'injection d'hydrocarbure à la base de la torche plasma.



**Figure IV. 66 : Cliché MET de noirs de carbone « classiques » obtenus lors de l'injection d'hydrocarbure au niveau de la tuyère.**

## VIII. Conclusion

Un résultat majeur qui découle de cette étude est la grande flexibilité présentée par le procédé plasma froid développé; en effet, en fonction des conditions opératoires, une large gamme de produits nanostructurés carbonés peut être synthétisée.

La caractérisation systématique des produits, réalisée essentiellement par microscopie à balayage (MEB) et à transmission (MET) en modes imagerie et diffraction, nous a permis de classer les produits selon trois familles, en fonction de leur texture. Il s'agit des composés à :

- Texture à tendance concentrique : les noirs de carbone « classiques », les noirs de type noirs d'acétylène et les coques de carbone remplies de métal,
- Texture globalement isotrope de type « papiers froissés » et « microporeux »
- Texture fibreuse comprenant les nanotubes de carbone et les nanofibres de carbone.

Enfin, une quatrième famille regroupe les composés possédant d'autres nanotextures carbonées :

- Tiges carbonées,
- Dépôts, recueillis au niveau des zones chaudes du réacteur.

La corrélation entre les caractéristiques nanotexturales des produits et les conditions opératoires du procédé met en évidence le rôle de la température, à l'origine de l'orientation des réactions vers la formation d'un type de texture particulier. Ce résultat est en accord avec la littérature [4] dans laquelle