



Journée de l'axe Matériaux Carbonés de la FRMNGE
18 Mars 2025, IS2M, Mulhouse

Programme & Résumés

PROGRAMME

9h30 : Mot d'accueil

9h40 : Conférence de Nicolas BRUN, ENSCM, « *Solvothermal carbonization as a tool for the design of functional materials with multiscale porosity* »

10h20-10h50 Pause-café / Session Posters

10h50 : Sergey PRONKIN, ICPEES, « *Propriétés électrochimiques des matériaux poreux en carbone analysées par spectroscopie d'impédance* »

11h10 : Sébastien CAHEN, IJL, « *Méthodes de synthèse pour l'intercalation des métaux dans le graphite* »

11h30 : Louiza LARBI, LCMCP, « *Impact of Graphite Properties and Electrode Formulation on Potassium-Ion Battery Performance and Storage Mechanisms* »

11h50 : Hieu NGO-VAN, ICPEES, « *Catalytic methane decomposition process on carbon catalyst under contactless electromagnetic induction heating* »

12h10-13h50 Déjeuner

13h50 : Lucie SPEYER, IJL, « *Elaboration de matériaux carbonés à porosité contrôlée pour batteries Na-ion* »

14h10 : Elsun AZIZOV, ICPEES, « *Bio-sourced N-doped ultramicroporous carbon materials for supercapacitors* »

14h30 : Cyril VAULOT, IS2M, *Plateforme adsorption*

14h50 : Visite de plateformes

15h20-16h00 Pause-café / Session Posters

16h00 : Ademola ADENIJI, IS2M, « *The role of porous carbon properties towards high performance sodium ion capacitors* »

16h20 : Ansem BEL HAJ RHOUMA, IS2M, « *Biochars derived from shrimp shells: Production and Characterization* »

16h40 : Marine GUILMONT, IS2M, « *Valorisation de boues de stations d'épuration et de biomasse lignocellulosique par copyrolyse. Application pour la catalyse et l'adsorption CO₂* »

17h00 : Fin de la journée



Présentations Orales

Prénom, NOM : Sergey PRONKIN
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Chercheur
Employeur, Laboratoire : ICPEES (UMR-7515)
Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es):
Ville : Strasbourg
Email: sergey.pronkin@unistra.fr

Propriétés électrochimiques des matériaux poreux en carbone analysées par spectroscopie d'impédance

Résumé

(Calibri 11 // max. 15 line // Ne pas dépasser 1 page)

Les matériaux poreux en carbone sont couramment utilisés comme électrodes pour les applications de stockage d'énergie (batteries, condensateurs électrochimiques) et de conversion (piles à combustible, électrolyseurs). La porosité des matériaux a un impact déterminant sur leurs propriétés électrochimiques. La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) est une méthode puissante de caractérisation in situ des propriétés interfaciales des matériaux d'électrode. En particulier, l'influence du vitesse de modulation du potentiel sur la capacité de surface globale et l'accessibilité des pores peut être étudiée.

L'interprétation des résultats des études d'impédance d'électrodes poreuses nécessite l'élaboration d'un modèle géométrique très complexe. Dans notre travail, nous présentons l'approche plus simple de l'interprétation des données d'impédance par l'analyse de la capacité complexe. Nous avons réalisé cette analyse pour des matériaux en carbone présentant des structures poreuses très différentes, à savoir des noirs de carbone commerciales et du carbon actif « fait maison ». La différence de dépendance de la capacité complexe par rapport à la fréquence de modulation a été expliquée quantitativement par la différence de structure poreuse des matériaux étudiés. Ainsi, nous proposons la spectroscopie d'impédance comme un outil in situ de sondage des propriétés interfaciales des matériaux d'électrodes poreux.

Mots-clefs (4-5) : Carbones poreux, spectroscopie d'impédance, stockage d'énergie

Prénom, NOM : Sébastien CAHEN
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Enseignant-chercheur
Employeur, Laboratoire : Université de Lorraine, Institut Jean Lamour
Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): ---
Ville : Nancy
Email: sebastien.cahen@univ-lorraine.fr

Méthodes de synthèse pour l'intercalation des métaux dans le graphite

L'intercalation des alcalins dans le graphite est une réaction redox topotactique conduisant à de nombreux matériaux qui ont fait l'objet d'un grand nombre d'études. En ce qui concerne l'intercalation des métaux, après celle des alcalins, les travaux référencés dans la littérature ont porté sur les alcalino-terreux et les lanthanoïdes, de façon à préparer des composés de formule générale MC_6 . Ces Composés d'Intercalation du Graphite (CIG) sont de premier stade, du fait que tous les espaces interfeuillets de l'hôte graphitique sont occupés par un insérat, ce qui leur confère alors des propriétés physiques particulières, notamment magnétiques ou supraconductrices. Toutefois, selon l'élément métallique considéré, son intercalation dans le graphite reste parfois limitée et il est alors nécessaire de développer une stratégie de synthèse adaptée.

Nous présentons ici un vaste éventail de méthodes de synthèse développées dans l'équipe : réaction solide-gaz, réaction solide-liquide en milieu alliage fondu à base de potassium ou de lithium ou en milieu sels fondus, réaction solide-solide catalysée par le sodium.

En utilisant la méthode de synthèse la plus adaptée selon le métal alcalino-terreux ou lanthanide considéré, nous démontrons ici la possibilité d'obtenir des CIG de 1^{er} stade de grande qualité permettant de réaliser à la fois des études structurales et des propriétés physiques. Des composés binaires MC_6 et ternaires voire quaternaires seront présentés sous forme d'exemples choisis pour chaque méthode de synthèse considérée.

Mots-clefs (4-5) : graphite, intercalation, alcalin, magnétisme, supraconductivité

Prénom, NOM : Louiza LARBI

Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Post-doc

Employeur, Laboratoire : Laboratoire de Chimie de la Matière Condensée de Paris (LCMCP) UMR 7574, Sorbonne Université, CNRS, Collège de France.

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Camelia Ghimbeu (PhD) ; Arnaud PEREZ (Post-doc)

Ville : Paris

Email: louiza.larbi@sorbonne-universite.fr

Impact of Graphite Properties and Electrode Formulation on Potassium-Ion Battery Performance and Storage Mechanisms

Résumé

Graphite is a promising negative electrode material for K-ion batteries thanks to its high reversibility, stability, and low potential plateau. This study examines four commercial graphite samples with different particle sizes and properties, along with three electrode formulations. Smaller particle sizes (Gr-SLP6 and Gr-SLP10) lead to lower performance due to higher specific surface area (SSA), active surface area, and oxygen functional groups. Gr-SLP30 and Gr-SLP50 present similar properties, but the large particle size of Gr-SLP50 hinders the benefits of its properties, leading to lower performance. Additionally, an electrode formulation using both carboxymethyl cellulose and Styrene-Butadiene Rubber as a binder was found to be the most promising electrochemical performance. Optimal particle size, low SSA, low defect content, and enhanced electrode structure ensured such good performance. The X-ray photoelectron spectroscopy analysis was performed to explain the initial coulombic efficiency using PVDF binder and revealed an evolution of the electrode-electrolyte interface over multiple cycles, characterized by a slight decrease in organic by-products and an increase in inorganic potassium species, while maintaining a relatively stable organic-to-inorganic ratio. Ex situ and in situ X-ray diffraction identified a four-stage K^+ intercalation mechanism and structural modifications after extraction. Self-depotassiation studies showed that the KC_8 phase was not formed during potassiation, while depotassiation occurred with slower kinetics in self-discharge compared to electrochemical discharge.

Mots-clefs: Graphite, particle size, electrode formulation, storage mechanisms, interfaces.

Prénom, NOM : Hieu NGO-VAN

Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Doctorant

Employeur, Laboratoire : CNRS, ICPEES (UMR 7515)

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Sergey PRONKIN, Cuong PHAM-HUU

Ville : Strasbourg

Email: van-hieu.ngo@etu.unistra.fr

Catalytic methane decomposition process on carbon catalyst under contactless electromagnetic induction heating

Hieu Ngo-Van,^a Lai Truong-Phuoc,^a Ahmed Essyed,^a Xuan-Huynh Pham,^a Thierry Romero,^a Jean-Pierre Dath,^b Jean-Mario Nhut,^a Arnaud Brazier,^c Loïc Vidal,^d Lam Nguyen-Dinh,^e Cuong Pham-Huu,^a

(a) Institute of Chemistry and Processes for Energy, Environment and Health (ICPEES), ECPM, UMR 7515 CNRS-University of Strasbourg, 25 rue Becquerel, 67087 Strasbourg Cedex 02, France

(b) TotalEnergies One Tech Belgium, Industrial Zone Feluy C, B-7181 Seneffe, Belgium

(c) TotalEnergies Jean Fégier Scientific and Technique Center in Pau - EB429,
Avenue Larribau – 64 018 Pau Cedex – France

(d) The Mulhouse Institute of Materials Science (IS2M), UMR 7361, University of Haute-Alsace, CNRS,
15, rue Jean Starcky, BP 2488, 68057 Mulhouse, France

(e) University of Science and Technology, The University of Da-Nang, 54, Nguyen Luong Bang,
550000 Da-Nang, Viet-Nam

Résumé

Hydrogen obtained from decomposition of natural gas with direct sequestration of carbon in solid form could be an attractive and cost-effective alternative for large-scale hydrogen production. We report here the use of a carbon-based catalyst to achieve the catalytic decomposition of methane (CMD) at medium temperature, 800 °C, under induction heating (IH). Analyses of the catalytic results and characterizations of the spent catalyst have shown that the carbon deposited during the reaction acts as the active phase for the reaction and can therefore be recycled infinitely. This autocatalytic effect can only be observed when the carbon catalyst operates under induction heating because the same catalyst operating under conventional heating (CH) deactivates rapidly in the same way as that already reported in the literature and no autocatalytic effect has been observed. The carbon formed is in the form of a graphene layer with a high degree of graphitization and is completely different from the carbon black powder obtained in other processes. These promising results could lay the groundwork for the development of an industrially and economically viable way to convert natural gas into turquoise hydrogen, using renewable energy and low-cost catalysts, with better resistance to poisoning by impurities present in the processing load. The combination of a carbon-based catalyst and non-contact induction heating could also lead to combined catalytic processes for many challenging reactions.

Mots-clefs (4-5) : Catalytic Methane Decomposition - Induction heating – Carbon catalyst – Carbon sequestration

Prénom, NOM : Lucie SPEYER
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Enseignant-chercheur
Employeur, Laboratoire : Université de Lorraine, Institut Jean Lamour
Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es):
Ville : Nancy
Email: lucie.speyer@univ-lorraine.fr

Elaboration de matériaux carbonés à porosité contrôlée pour batteries Na-ion

Le développement de systèmes de stockage d'énergie performants et peu coûteux est désormais indispensable afin de garantir un approvisionnement énergétique stable et de limiter le recours aux énergies fossiles. Les batteries lithium-ion (LIB), grâce à leur forte densité d'énergie et de puissance, sont actuellement les systèmes les plus courants. Cependant, la forte expansion de ces systèmes s'accompagne de diverses problématiques liées à l'utilisation du lithium, qui est une ressource stratégique et localisée. Depuis quelques années, les recherches se sont donc étendues aux batteries sodium-ion (NIB), le sodium étant une ressource abondante et bien plus accessible. Si les matériaux d'électrode positive pour batteries sodium-ion sont largement inspirés de ceux qui sont utilisés dans les batteries lithium-ion, un changement drastique de matériau est nécessaire dans le cas de l'électrode négative. En effet, les ions sodium s'intercalent très mal dans le graphite qui est classiquement utilisé en LIB. Parmi les candidats potentiels à son remplacement, les carbones durs sont très étudiés. Il s'agit de matériaux non graphitisables, constitués de domaines graphitiques nanométriques incurvés et orientés de façon aléatoire, et comportant à la fois des pores ouverts et des pores fermés, accessibles au sodium par diffusion, mais non aux gaz. Ils peuvent être aisément élaborés par pyrolyse de divers précurseurs tels que les sucres, certains polymères synthétiques ou les déchets issus de la biomasse.

Afin d'optimiser les performances des carbones durs, il est nécessaire de comprendre précisément le mécanisme de stockage des ions sodium dans ces matériaux. Alors que ce mécanisme a longtemps été sujet à controverse dans la littérature, avec un très grand nombre de publications, un point de convergence semble être récemment identifié à propos du rôle la porosité dite « fermée » des carbones durs : il s'agirait des sites dans lesquels le sodium vient se stocker à bas potentiel, ce qui est essentiel pour un matériau d'électrode négative. Développer cette porosité fermée apparaît donc comme un point capital, et peut se faire par plusieurs méthodes, la plus courante étant de pyrolyser à haute température (environ 1400°C).

Dans le but de développer la porosité fermée des carbones durs sans recourir à des températures de traitement élevées et donc à des procédés énergivores, nous proposons dans cette étude des traitements thermiques sous pression. En effet, une pyrolyse sous pression et sous flux doit permettre de réguler l'échappement des gaz émis lors de la décomposition des précurseurs, et une fermeture des pores à des températures relativement basses est donc attendue. A partir de précurseurs classiques (saccharose et fructose), des carbones durs ont donc été élaborés à diverses pressions et l'impact de ce paramètre a été évalué sur la structure, la texture et le comportement électrochimique. Par ailleurs, dans la gamme de pressions utilisée, la composition chimique et la qualité cristalline des carbones durs ne subit pas de modifications significatives : seule la texture poreuse est impactée. Cette approche permet donc de confirmer l'importance de la porosité fermée au regard des performances électrochimiques, les autres caractéristiques des carbones durs restant inchangées. D'autres précurseurs tels que les polysaccharides pourront être envisagés dans le cadre de cette étude qui vise à confirmer le mécanisme de stockage du sodium dans les carbones durs, et à élaborer des carbones durs performants selon un procédé simple et relativement peu énergivore.

Mots-clefs (4-5) : batteries, carbones durs, pression, porosité

Prénom, NOM : Elsun AZIZOV

Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Doctorant

Employeur, Laboratoire : CNRS, ICPEES UMR 7515, Université de Strasbourg, 25 rue Becquerel, F-67087 Strasbourg, France

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Dr. Sergey PRONKIN

Ville : Strasbourg

Email: elsun.azizov@etu.unistra.fr

Bio-sourced N-doped ultramicroporous carbon materials for supercapacitors

This study focuses on the development of carbon materials for electrodes in high-power supercapacitors, which are essential for efficient and reversible energy storage, particularly in renewable energy systems. Given the importance of electrode materials in determining the performance of electrochemical energy storage devices (EESDs), the research investigates activated carbons derived from sucrose and cellulose—key biomass constituents. The synthesis involved ammonium citrate as a nitrogen source and KOH activation, with variations in precursor ratios and drying temperatures. The activation process significantly improved the specific surface area and nitrogen content of the carbon materials, enhancing their electrochemical properties. Optimized sucrose-based activated carbon (ACN 1:2:0.5 K130) demonstrated a capacitance of 310 F/g at 2 A/g for 5000 cycles and 346 F/g at 0.5 A/g, while cellulose-based carbon (C-ACN 1:1:2 K130) achieved 264 F/g at 2 A/g and 287.7 F/g at 0.5 A/g. These results highlight the potential of bio-derived activated carbons in improving the efficiency and performance of supercapacitors, contributing to advancements in energy storage technologies.

The work is financed by ANR-INFINE project, ANR-21-CE08-0025, and by the fellowship of ministry of science and education Republic of Azerbaijan.

Mots-clefs (4-5) : electrochemical energy storage devices (EESD), activated carbon, supercapacitors

Ademola Adeniji
2ND Year PhD Student
CNRS IS2M Mulhouse
Camélia Matei Ghimbeu and Adrian Beda
Mulhouse
Email: ademola.adeniji@uha.fr

The role of porous carbon properties towards high performance sodium ion capacitors.

Abstract

The potential of sodium ion capacitor exhibiting high energy and power density has seen their adoption on the rise. They typically consist of negative electrode made of hard carbon (where Na ion insertion takes place) and a positive electrode composed of activated carbon (involving adsorption/desorption of the negative electrolytic ions) [1], Figure 1a. However, activated carbon are often limited by their low discharge specific capacity (< 100 mAh/g) in comparison with the hard carbon anode with a discharge capacity > 300 mAh/g [2]. Thus, this has necessitated the synthesis of new porous materials and the investigation of how the properties of this materials affects their electrochemical performance. In this work, we described the development of porous carbon using soft-salt templating method where nitrogen and oxygen functionalities are incorporated into the carbonaceous structure. This helps in achieving textural modification consisting of large specific surface area (up to 2650 m²/g), graphitic domains, and a tuned pore size that satisfies electrolytic ion size requirement of 0.8 nm. The developed porous carbon achieved a capacity of 189 mAh/g in NaPF₆ electrolyte. Linear trends (Figure 1b) showed that the improved specific capacity is as result of the well-developed textural properties such as the high specific surface area which enhance the electric double layer capacitance. The SIC full-cell configuration, which comprises a hard carbon anode and the optimal positive electrode material, achieves a high energy density and power output with excellent cycle life.

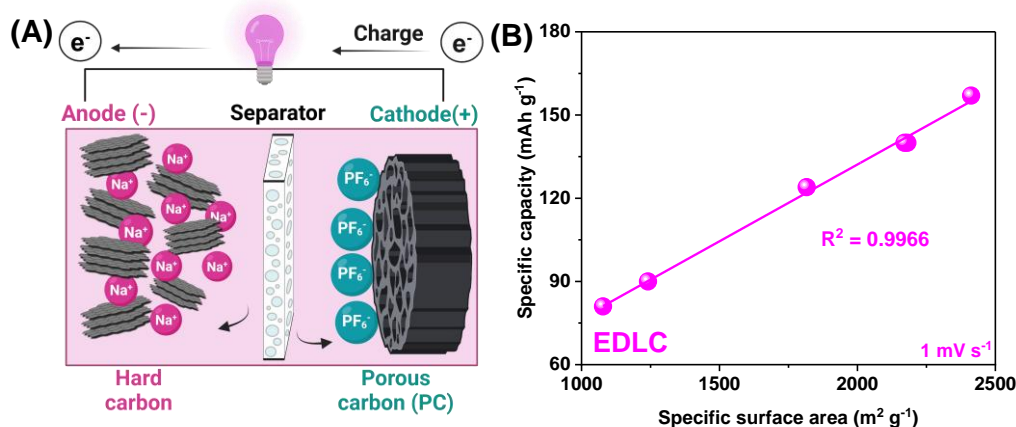


Figure 1: Graphical representation of sodium ion capacitor full cell. (b) Plot of the specific capacity versus the specific surface area highlighting the electric double layer capacitive (EDLC) mechanism.

References

- [1] Kuratani et al., *Electrochimica Acta*, 2012, 76, 320 – 325.
- [2] Wang et al., *Batteries & Supercaps*, 2021, 4, 538 – 553.

Keywords: EDLC, Heteroelement, Porous Carbon, Soft-salt template, Sodium Ion capacitor

Prénom, NOM : Ansem Bel hadj rhouma
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Doctorante
Employeur, Laboratoire : TRM2P

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Dr. Mejdi Jeguirim
Ville : Mulhouse
Email: ansem.belhadjrhouma@fsb.ucar.tn

Titre : Biochars derived from shrimp shells: Production and Characterization

Résumé

This study investigates the production of biochar from shrimp shells through pyrolysis at 400°C, 500°C, and 600°C, followed by a comprehensive physicochemical characterization. Thermogravimetric analysis (TGA) was performed to determine the thermal decomposition stages and select optimal pyrolysis temperatures. The obtained biochars were analyzed using elemental analysis, pH and electrical conductivity measurements, ash content determination, and BET surface area analysis. Morphological and textural properties were examined using Scanning Electron Microscopy (SEM) and N₂ adsorption-desorption isotherms. Results indicate that higher pyrolysis temperatures lead to reduced biochar yield, increased alkalinity, and enhanced porosity. The biochar produced at 500°C exhibited the best properties, including a well-developed porous structure and improved surface chemistry, making it suitable for applications in agriculture and water treatment. This study highlights the potential of shrimp shell biochar as a value-added product, offering an environmentally friendly solution for waste management while contributing to circular economy practices.

Mots-clefs (4-5) : shrimp shell, pyrolysis, biochar, characterization, valorization

Prénom, NOM : Marine, GUILMONT
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Ingénieure
Employeur, Laboratoire : CNRS, IS2M
Encadrant (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es) : Roger GADIOU
Ville : Mulhouse
Email : marine.guilmont@uha.fr

Valorisation de boues de stations d'épuration et de biomasse lignocellulosique par copyrolyse. Application pour la catalyse et l'adsorption CO₂.

Résumé

La gestion des boues de station d'épuration (STEP) représente un défi majeur des systèmes de traitement des eaux usées. Elles sont généralement valorisées ou incinérées en cas de présence de métaux lourds. La valorisation des boues non conformes constitue un enjeu crucial et leur richesse en matières organiques et minérales ouvre des perspectives pour leur utilisation sous forme de carbones fonctionnalisés.

Des procédés d'imprégnation de matériaux carbonés poreux par des métaux lourds ont déjà été proposés pour la fabrication de catalyseurs supportés sur carbone¹ ou de matériaux pour le captage de CO₂². Dans ce contexte, une série de matériaux carbonés a été préparé par pyrolyse de boues de STEP et d'une biomasse lignocellulosique (Bois de hêtre) ainsi que la copyrolyse de ces deux biomasses (Bois + Boues). L'objectif de la copyrolyse étant la fabrication en une seule étape de matériaux carbonés dopés en minéraux. Ces échantillons ont été caractérisés en terme de texture, de structure et de propriétés chimiques. Enfin, deux voies de valorisation ont été testés sur les matériaux obtenus : la catalyse hétérogène et le captage de CO₂.

Les tests catalytiques en reformage à sec du méthane ont montré de meilleures performances pour les matériaux obtenus par copyrolyse que pour les matériaux obtenus par pyrolyse des précurseurs seuls. Les tests de sorption de CO₂ des biochars composites ont aussi montré une capacité de stockage intéressante ainsi qu'une stabilité remarquable de ces matériaux après plusieurs cycles de sorption/désorption.

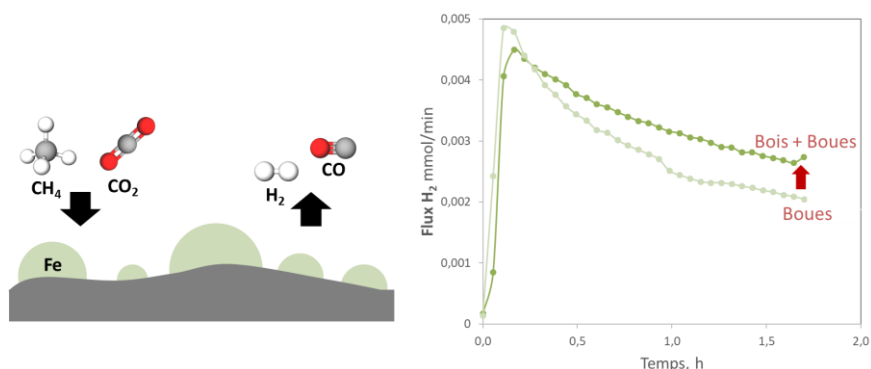


Figure : Suivi de la formation de H₂ en reformage à sec de méthane en présence de catalyseurs (biochar de boues de STEP et biochar de copyrolyse bois + boues)

¹ Mahmoudi et al., « Hydrogen Production by Methane Decomposition over Ni-Doped Activated Carbons ».

Mots-clefs (4-5) : Boues de STEP, Copyrolyse, Capture CO₂, Catalyse



Posters

Prénom, NOM : Mélodie, BECKER

Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Doctorante

Employeur, Laboratoire : Université de Lorraine, Institut Jean Lamour

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es) : Sébastien, FONTANA, et Lucie, SPEYER

Ville : Nancy

Email : melodie.becker@univ-lorraine.fr

Elaboration par voie solvothermale de matériaux graphéniques tridimensionnels dopés à l'azote et au fer : vers une catalyse de l'ORR sans platine pour la PEMFC

Dans le domaine du transport, les piles à combustible, et plus particulièrement la pile à combustible à membrane échangeuse de protons (PEMFC), représente une alternative non polluante particulièrement intéressante à nos moteurs thermiques actuels. Cependant, leur accessibilité reste limitée en raison de l'utilisation de platine dans la couche catalytique nécessaire à la réaction de réduction de l'oxygène (ORR) à la cathode. Ainsi, l'objectif est de développer un nouveau catalyseur sans platine, en introduisant une structure moins coûteuse et très prometteuse : les « single-atoms » dans le matériau carboné, composés d'un atome métallique entouré par des atomes d'azote.

Le matériau carboné utilisé dans cette étude est un matériau graphénique tridimensionnel, élaboré par une réaction solvothermale entre un alcool et du sodium suivie d'une pyrolyse entre 750 et 850°C puis lavé à l'acide chlorhydrique. Ce matériau, déjà étudié au sein de l'équipe pour sa très grande surface spécifique (jusqu'à 2200 m².g⁻¹) a fait l'objet d'une précédente thèse portant sur son dopage avec des hétéroatomes tels que l'azote, en introduisant un précurseur azoté supplémentaire dans la réaction solvothermale. Dans cette nouvelle étude, un précurseur de fer a été ajouté en plus, soit pendant la pyrolyse, soit directement dans la réaction solvothermale. Les matériaux obtenus ont ensuite été caractérisés par spectroscopie Raman (**Figure 1a**), MET (**Figure 1b**), ATG, et adsorption de N₂.

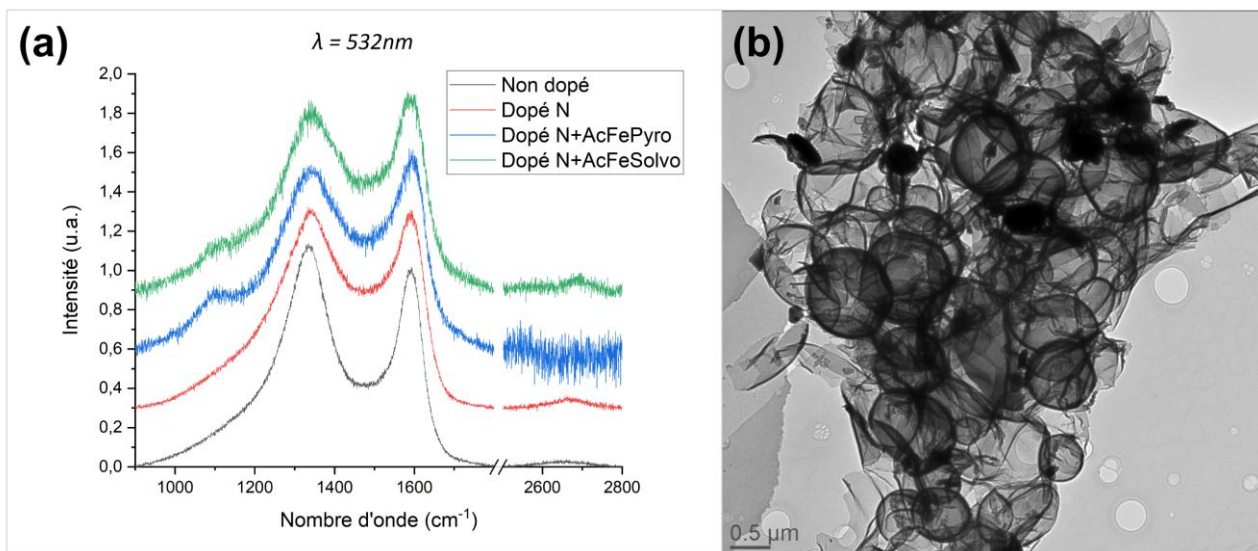


Figure 1 : (a) spectres Raman des matériaux pyrolysés à 800°C, (b) image MET du matériau dopé à l'azote pyrolysé à 800°C

Mots-clefs (4-5) : Hydrogène, PEMFC, ORR, Matériaux graphéniques

Prénom, NOM : Fatima BEN YOUSSEF

Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Doctorante

Employeur, Laboratoire : Université de Haute Alsace (UHA), Institut de Sciences des Matériaux de Mulhouse (IS2M)

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Julien PARMENTIER et Florence BALLY-LE GALL

Ville : Mulhouse

Email: fatima.ben-youssef@uha.fr

Optimisation des conditions laser pour l'obtention de films de graphène poreux à partir de tanin

Résumé

Les méthodes conventionnelles de fabrication de matériaux à base de graphène impliquent généralement un traitement physique et/ou chimique conséquent en particulier lorsqu'un film doit être préparé pour des applications d'électrodes ou de capteurs. Une méthode alternative, qui s'est imposée comme une technique efficace pour produire des films de carbone, est l'écriture directe par laser (DLW), qui convertit rapidement les polymères précurseurs du carbone en matériaux à base de graphène. Cette méthode de synthèse de graphène induite par laser (Laser Induced Graphene, LIG) est rapide, économe en énergie et bien adaptée à la préparation de films présentant une bonne conductivité électrique [1]. Divers précurseurs de carbone ont été étudiés pour la préparation du LIG, notamment des résines phénoliques, des matériaux lignocellulosiques et du chitosane, soit sous forme de matériaux auto-supportés, soit sous forme de films déposés sur un substrat. Bien que le procédé de synthèse de LIG génère naturellement des matériaux (macro)poreux, le contrôle de leur porosité n'a pas fait l'objet d'études approfondies. Notre objectif est ici de maîtriser la micro- et mésoporosité de films de carbone élaborés par DLW et de caractériser cette porosité.

Afin de mieux appréhender la conductivité du film LIG, un substrat non conducteur tel que le verre a été choisi. Par ailleurs, le tanin de Quebracho a été sélectionné comme précurseur de carbone car il s'agit d'un polymère polyphénolique naturel, abondant et peu toxique. Un film mésostructuré de tanin/tensioactif (Pluronic F127) a été élaboré par le mécanisme d'auto-assemblage induit par évaporation (EISA) entre le tanin et le tensioactif afin de conduire à une mésostructuration du film de tanin [2]. Puis, le film a été converti en carbone à l'aide d'un laser CO₂ (longueur d'onde de 10,6 μm). Afin d'optimiser les conditions pour convertir le film de polymère en LIG, les paramètres de balayage laser (puissance et vitesse) ont été étudiés.

Les films obtenus ont été caractérisés par plusieurs techniques, notamment les spectroscopies Raman et photoélectronique à rayons X (XPS), les microscopies numérique, électronique à balayage (MEB) et électronique à transmission (MET), l'adsorption de gaz et les mesures de conductivité électrique.

Les résultats montrent que différents degrés de graphitisation peuvent être atteints, avec une augmentation, en spectroscopie Raman, de l'intensité des pics 2D caractéristiques d'un empilement très limité de couches graphéniques (Few layer graphene) dans des cas spécifiques. L'évolution de la porosité a été suivie et corrélée aux conditions laser.

[1] Pinheiro, T., *et al Adv. Mater.* 2024, 36, 26, 2402014, doi: 10.1002/adma.202402014.

[2] Schlienger, S., Graff, A.-L., Celzard, A., Parmentier, *Green Chem.* 2012, 14, 313, doi.org/10.1039/C2GC16160E.

Mots-clefs (4-5) : Graphène induit par laser (LIG), tanin, mésoporosité, few layer graphene (FLG)

Prénom, NOM : Romain CHEVIGNY

Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Post-doc

Employeur, Laboratoire : Institut Jean Lamour UMR 7198 CNRS – Université de Lorraine

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Sébastien Fontana

Ville : Nancy

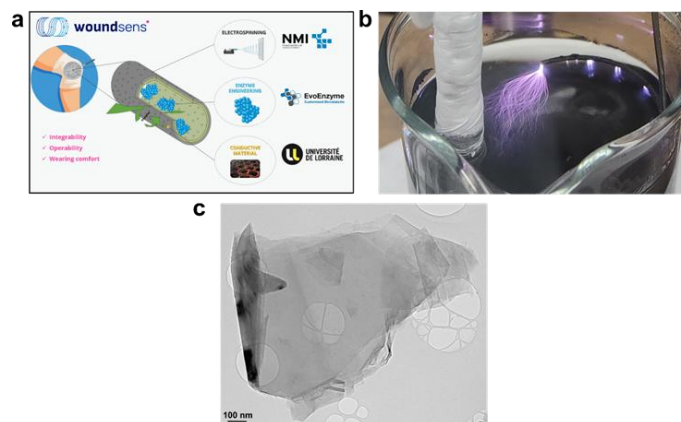
Email: romain.chevigny@univ-lorraine.fr

Exfoliation de graphite en milieu aqueux par traitements plasma pulsé et ultrason haute-puissance : vers la fonctionnalisation de surface

La prévalence des plaies chroniques non cicatrisantes est estimée à environ 2 % de la population mondiale, ce qui est donc souvent qualifié d' "épidémie silencieuse". Ces plaies engendrent des coûts sociaux importants pour la société et impactent la qualité de vie des patients. En dépit des méthodes bien établies d'inspection des plaies, qui sont souvent coûteuses et douloureuses, pour identifier les infections sous-jacentes, il demeure un manque de systèmes intelligents, fiables et intégrés pour la détection précoce et la surveillance des infections. Ces travaux visent à concevoir un changement de paradigme dans le domaine des pansements intelligents et des éléments de détection. Une partie de ce travail consiste à préparer et à fonctionnaliser de nouveaux nanomatériaux carbonés. Plusieurs méthodes ont été explorées, notamment l'exfoliation mécanique par ultrasons. Cependant, les approches précédentes utilisaient en général des sondes à puissance modérée (100–200 W).

Dans ces travaux, nous présentons un procédé d'exfoliation mécanique sans tensioactif utilisant une sonde ultrasons de haute puissance (jusqu'à 4000 W) en milieu aqueux contenant entre 0 % et 10 % de DMF. Une diminution significative du nombre de couches graphène empilées est observée, avec une très faible augmentation de la quantité de défauts dans le réseau sp^2 .

Par ailleurs, nous montrons que l'application d'une décharge plasma pulsée à une dispersion de graphite dans l'eau permet à la fois l'exfoliation et la fonctionnalisation de surface du graphite. La diminution du nombre de couches de graphène et la présence de groupes fonctionnels de surface sont observées. Ces résultats ouvrent la voie à l'exfoliation et à la fonctionnalisation de surface *in situ* de graphite dans des milieux propres, sans tensioactifs, et à fort potentiel de mise à l'échelle.



Mots-clefs (4-5) : Exfoliation ; Ultrasons haute-puissance, Plasma pulsé ; Fonctionnalisation de surface.

Prénom, NOM : Jérémy DRUON

Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Doctorant

Employeur, Laboratoire : UHA / IS2M

Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Arnaud Spangenberg, Camélia Ghimbeu

Ville : Mulhouse

Email: jeremy.druon@uha.fr

3D printing of Carbon Architecture using bio-based resins

Carbon-based materials are increasingly gaining attention for various applications, particularly in energy storage, due to their low cost, excellent electrical conductivity, and high specific surface area. However, most of the carbons produced are in powder form, which complicates their shaping and requires the use of binders that can alter their performance. This challenge can be overcome by combining additive manufacturing and heat treatment.¹ This project focuses on the development of photosensitive resins, composed of photosensitive polymers and bio-based resins that can be shaped by Digital Light Processing (DLP) or by volumetric printing, enabling the rapid shaping of complex and varied structures (Figure 1). Volumetric printing is a relatively new technique in which a dose of light is received by a volume of photoresist, enabling the rapid formation of layer less objects on the order of a centimetre.² Numerous factors such as structure, composition, and porosity play a crucial role in determining the performance of printed objects.³ Particular attention is being paid to controlling porosity (micro-, meso-, or macro-porosity) using physicochemical activation methods or the development of multi-phase inks to enhance performance, with the aim of exploiting these structures in energy storage devices (batteries, supercapacitors) or for water remediation.

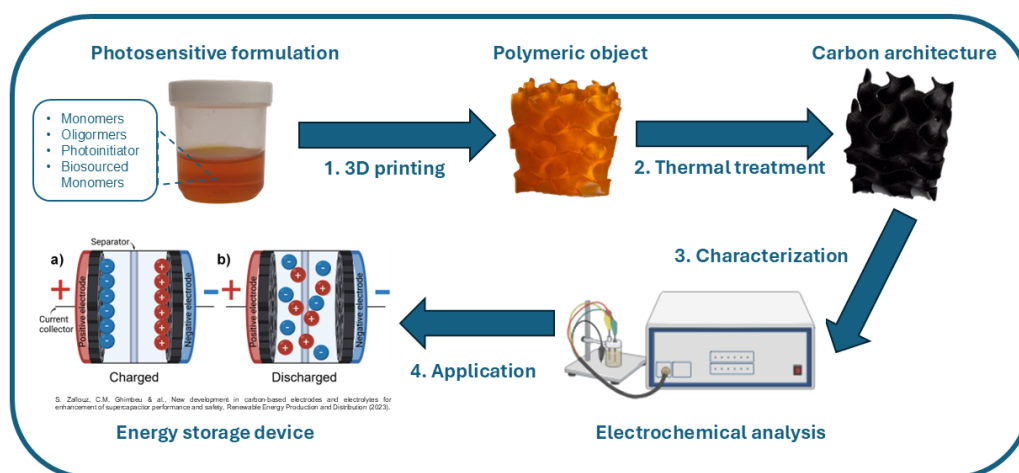


Figure 1 Global outline of the subject

¹ Blyweert, P.; Nicolas, V.; Macutkevicius, J.; Fierro, V.; Celzard, A. Tannin-Based Resins for 3D Printing of Porous Carbon Architectures. *ACS Sustainable Chem. Eng.* **2022**, *10* (23), 7702–7711.

² Madrid-Wolff, J.; Toombs, J.; Rizzo, R.; Bernal, P. N.; Porcincula, D.; Walton, R.; Wang, B.; Kotz-Helmer, F.; Yang, Y.; Kaplan, D.; Zhang, Y. S.; Zenobi-Wong, M.; McLeod, R. R.; Rapp, B.; Schwartz, J.; Shusteff, M.; Talyor, H.; Levato, R.; Moser, C. A Review of Materials Used in Tomographic Volumetric Additive Manufacturing. *MRS Communications* **2023**, *13* (5), 764–785.

³ Platek-Mielczarek, A.; Nita, C.; Matei Ghimbeu, C.; Frackowiak, E.; Fic, K. Link between Alkali Metals in Salt Templates and in Electrolytes for Improved Carbon-Based Electrochemical Capacitors. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **2021**, *13* (2), 2584–2599.

Mots-clefs (4-5) : 3D printing , carbon, energy storage, photopolymerisation

First Name, Family Name: Tong Gao
Title (PhD student / Post-doc / Researcher): PhD student
Employer & Laboratory:
Supervisor.s (PhD students / Post-docs): Jacques Lalevée
City: Mullhouse
Email: tong.gao@uha.fr

Novel High-Performance Glyoxylate Derivative-based Photoinitiators for Free Radical Photopolymerization and 3D Printing with Visible LED

Abstract

Investigations concerning the glyoxylate moiety as a photocleavable functional group for visible light photoinitiators, particularly in the initiation of free radical photopolymerization, remains limited. This study introduces nine innovative carbazole-based ethyl glyoxylate derivatives (CEGs), synthesized and found to exhibit excellent photoinitiation abilities as monocomponent photoinitiating systems. Notably, these structures demonstrate robust absorption in the near-UV/visible range, surpassing the commercial photoinitiators. Moreover, the newly developed glyoxylate derivatives showed higher acrylate function conversions compared to a benchmark photoinitiator (MBF) in free radical photopolymerization. Elucidation of the photoinitiation mechanism of CEGs was achieved through comprehensive analysis involving the decarboxylation reaction and electron spin resonance spin trapping. Furthermore, their practical utility was confirmed during direct laser write and 3D printing processes, enabling the successful fabrication of 3D printed objects. This study introduces pioneering concepts and effective strategies in molecular design of novel photoinitiators, showcasing their potential for highly advantageous applications in 3D printing.

Keywords : LED; photopolymerization; Type I photoinitiator; 3D printing.

Prénom, NOM : Amane, JADA
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Chercheur
Employeur, Laboratoire : IS2M
Encadrant (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Aboubakr BEN HAMOU
Ville : Mulhouse
Email: amane.jada@uha.fr

Enhancing Surface Area of HNO₃-Activated Digestate-Derived Biochar for Methylene Blue Adsorption: RSM-CCD Optimization and Mechanistic Study

A. Ben Hamou^{a b c *}, A. Sanromán^c, A. Jada^{b d *}, N. El Alem^a

^aLaboratory of Materials and Environment, Faculty of Sciences, Ibn Zohr University, Agadir, Morocco. ^bInstitute of Materials Science of Mulhouse (IS2M), Haute Alsace University, Mulhouse 68100, France. ^cCINTECX, Universidade de Vigo, BIOSUV group, Department of Chemical Engineering, 36310 Vigo, España. ^dStrasbourg University, Strasbourg 67081, France

Abstract

This study highlights the potential of anaerobically treated sewage sludge, a by-product of anaerobic digestion (AD) produced in large quantities by wastewater treatment plants (WWTPs), which is further thermally activated to yield biochar. This biochar serves as a template for nitric acid modification, enabling efficient pollutant remediation. Herein, we investigated the removal efficiency of methylene blue (MB) using modified biochars under different acid nitric concentrations. The results demonstrated that BC-HN9 exhibited the best MB sorption performance and was therefore selected for further analyses, including characterization, the evaluation of adsorption parameter effects, and investigations of kinetic and isotherm models. It was determined that both chemical and physical interactions contribute to MB sorption, with the maximum adsorption capacity, obtained using the Langmuir isotherm model at 25°C, being 176.05 mg·g⁻¹. Additionally, thermodynamic investigations confirmed that the process is endothermic and occurs spontaneously. The mechanism underlying the adsorption of MB dye was analyzed using a suite of advanced techniques, including assessments of pH impact, point of zero charge (pH_{pzc}), FTIR spectroscopy, BET surface area analysis, and XPS. This method demonstrates a scalable approach to producing activated biochars, providing both an effective pathway for fabricating high-value carbon materials and a practical means of mitigating environmental pollution associated with biomass waste.

Mots-clefs (4-5) : Digestate, Biochar activation, Surface functionalization, Optimization, Mechanisms.

Prénom, NOM : Amane, JADA
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Chercheur
Employeur, Laboratoire : IS2M
Encadrant (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Brahim Ennasraoui
Ville : Mulhouse
Email: amane.jada@uha.fr

Enhanced Solar-Driven Photocatalytic Decomposition of Ciprofloxacin antibiotic Using Innovative g-C₃N₄/BiOCl/Ag₂MoO₄ Nanocomposites

B. Ennasraoui¹, H. Ighnih¹, R. Haounati^{1,4}, M. Rhaya¹, R. E. Malekshah², S. Alahia³, H. Ouachtak^{1,3}, A. Jada^{4,5}, A. Ait Addi¹

¹Laboratory of Organic and Physical Chemistry, Faculty of Science, Ibn Zohr University, Agadir, Morocco.

² Department of Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Semnan, Semnan, Iran. ³ Faculty of Applied Science, Ait Melloul, Ibn Zohr University, Agadir, Morocco. ⁴Chemical and Biochemical Sciences, Green Process Engineering, Mohammed VI Polytechnic University (UM6P), Lot 660 - Hay Moulay Rachid, 43150 Ben Guerir, Morocco. ⁵Institute of Materials Science of Mulhouse (IS2M), Haute Alsace University, Mulhouse 68100, France. ⁶Strasbourg University, Strasbourg 67081, France

Abstract

This study investigates a g-C₃N₄/BiOCl/Ag₂MoO₄ nanocomposite for photocatalytic degradation of Ciprofloxacin. The synthesized composite and its individual components were characterized using XRD, FTIR, SEM, TEM, and EDX, confirming the formation of highly crystalline nanoparticles. The ternary nanocomposite achieved a 90% reduction in Ciprofloxacin within 100 minutes, driven by solar-powered redox reactions. Its enhanced performance is due to the synergistic effect in the heterojunction, improving charge carrier separation and it is supported by UV-vis, DRS and active species capture, which propose a detailed photocatalytic mechanism. The nanocomposite also demonstrates sustained photocatalytic efficacy and recyclability over four cycles.

This research presents a sustainable and cost-effective solution for water pollutant degradation with potential for environmental remediation.

Key-words (4-5) : Nanocomposite, Photocatalytic degradation, Heterojunction, Solar-powered redox reactions, Mechanisms.

Prénom, NOM : Amane, JADA
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Chercheur
Employeur, Laboratoire : IS2M
Encadrant (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Mohamed RHAYA
Ville : Mulhouse
Email: amane.jada@uha.fr

Sunlight-driven photocatalytic reduction for Cr(VI) and photocatalytic degradation of Orange G dye using $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{CuO}$ nanocomposite

M. Rhaya¹, H. Ighnih¹, H. Abou Oualid², R. Haounati¹, B. Ennasraoui¹, H. Ouachtak¹, A. Jada^{3,4} and A. Ait Addi¹

¹Laboratory of Organic and Physical Chemistry, Faculty of Science, Ibn Zohr University, Agadir, Morocco. ² Green Energy Park, IRESEN-UM6P, Benguerir, Morocco. ³Institute of Materials Science of Mulhouse (IS2M), Haute Alsace University, Mulhouse 68100, France. ⁴Strasbourg University, Strasbourg 67081, France

Abstract

This study presents the design and the characterization of a novel ternary photocatalyst, $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{CuO}$, synthesized via a co-precipitation process. Structural and optical analyses (XRD, FTIR, XPS, SEM, TEM, BET, UV-Vis DRS) were carried out and confirmed its unique properties. This composite was found to exhibit remarkable efficiency in the degradation of Orange G dye and the reduction of Cr(VI) under solar light, with EDTA acting as an electron donor. Moreover, compared to its individual components (Ag_3PO_4 , $\text{g-C}_3\text{N}_4$, and CuO), it demonstrates the occurrence of a synergistic effect, leading to an enhanced photocatalytic activity. The influence of various parameters (photocatalyst dosage, initial Cr(VI) concentration, EDTA amount, and pH) was investigated. Furthermore, the designed $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{CuO}$ nanocomposite was found to maintain good stability over four cycles. The trapping experiments reveal that electrons (e^-) and superoxide radicals ($\bullet\text{O}_2^-$) play the key role in the Cr(VI) reduction. In overall, the improved solar-driven photocatalytic performance of $\text{Ag}_3\text{PO}_4/\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{CuO}$ nanocomposite was attributed to a better electron-hole pair separation and to the formation of a double Z-scheme heterojunction, highlighting its potential for wastewater treatment.

Key-words (4-5) : Ternary photocatalyst, Photocatalytic degradation, Z-scheme Heterojunction, Solar-powered redox reactions, Mechanisms.

Prénom, NOM : Valeriy LUCHNIKOV
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Chercheur
Employeur, Laboratoire : IS2M
Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es):
Ville : Mulhouse
Email: valeriy.luchnikov@uha.fr

Self-assembly of carbon nano-onions formed by resistive heating of a carbonized chitosan filament in low-oxygen atmosphere.

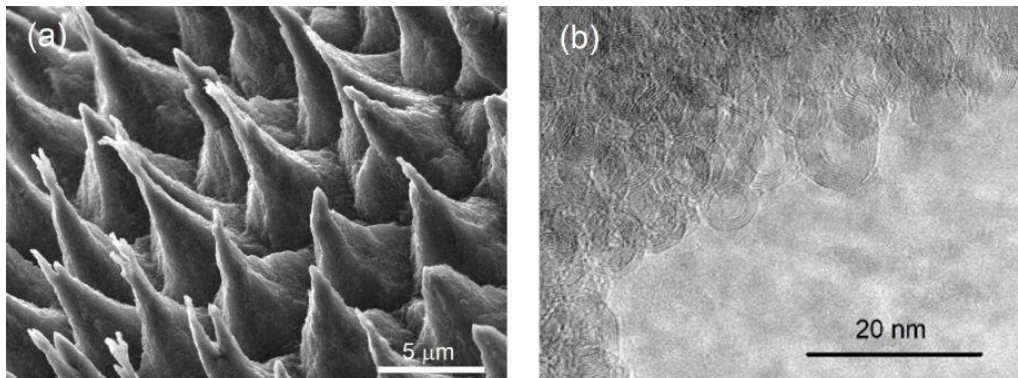


Figure 1. (a) An array of carbon micropyramids. (b) Carbon nano-onions, forming the micropyramids.

Almost regular hexagonal arrays of microscopic pyramids consisting of soot nanoparticles are formed on the surface of graphitized filaments of chitosane, which are resistively heated to $\sim 1800\text{--}2400\text{ }^{\circ}\text{C}$ under an Ar atmosphere containing trace amounts of oxygen ($\sim 300\text{ ppm}$) [1]. At higher temperatures ($T > 2300\text{ }^{\circ}\text{C}$, approximately) the soot particles are represented mainly by multishell carbon nano-onions. The height and width of the pyramids are strongly dependent on the temperature of the resistive heating, diminishing from 5 to 10 μm at $T \approx 1800\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $\sim 1\text{ }^{\mu}\text{m}$ at 2300–2400 $^{\circ}\text{C}$. The pyramids always point normally to the surface of the filaments. The pyramids are soft and can be easily destroyed by touching them but can be hardened by heating them under an oxygen-free atmosphere. The thermophoretic force generated by a strong temperature gradient near the tubes may be the cause of the micropyramid formation. The regular mutual arrangement and the sharp extremities of the micropyramids allow to consider them as prospective microstructures for advanced applications. We have demonstrated that the individual carbon micropyramids emit a tunneling current upon application of a local electrical field. This indicates the principal possibility to create field emitter arrays on the base of the micropyramid ensembles. The pyramids arrays may be also investigated for the creation of superhydrophobic and bactericidal coatings, as well as ultrablack materials.

[1] Valeriy A. Luchnikov, Yukie Saito, Luc Delmotte, Joseph Dentzer, Emmanuel Denys, Vincent Malesys, Ludovic Josien, Laurent Simon, Simon Gree, Self-Assembly of Soot Nanoparticles on the Surface of Resistively Heated Carbon Microtubes in Near-Hexagonal Arrays of Micropyramids., *ACS Nano* 2023, 17, 3, 1906–1915

Mots-clefs (4-5) : Self-assembly ; carbon nano-onions ; resistive heating ; low-oxygen atmosphere.

First Name, Family Name: Bénédicte, RETY
Title (PhD student / Post-doc / Researcher): PhD student
Employer & Laboratory: IS2M UMR CNRS-UHA
Supervisor.s (PhD students / Post-docs): Dr. Camélia GHIMBEU
City: Mulhouse
Email: benedicte.rety@uha.fr

TPD-MS to quantify the surface groups and active sites of activated carbons and their correlations with electrochemical performances in supercapacitors

Bénédicte Réty^{1,2,3}, Hui-Yi Yiin^{1,2}, Camélia Matei Ghimbeu^{1,2,3}

¹Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M), Université de Haute-Alsace, CNRS UMR7361, F-68100 Mulhouse, France

²Université de Strasbourg, F67081 Strasbourg, France

³Réseau sur le Stockage Electrochimique de l'Energie (RS2E), CNRS FR3459, 80039 Amiens Cedex, France

Activated carbons have been widely used in aqueous supercapacitors thanks to their high specific surface area. Their surface groups and active surface area (ASA), which are carbon edge planes and defects, are quantified by means of thermodesorption coupled with mass spectrometry (TPD-MS). New correlations with capacitance have been established in acidic, neutral and basic electrolytes.

ASA analysis has been developed for graphitic materials (Laine et al. [1]) but leads to material burn-off and ASA overestimation, when applied to activated carbons. The measurement of burn-off gases shows that oxygen chemisorption temperature should be lowered to 150°C for activated carbons (Figure 1, left).

The quantification of oxygenated surface groups, by means of the deconvolution of TPD-MS desorption rate profiles, highlights for the first time, a linear improvement in capacitance with increasing carboxylic acid and phenol-ether groups. On the contrary, carbonyl-quinones are detrimental to capacitance.

A new approach consisting in the deconvolution of the ASA profiles is proposed and highlights the correlations between the ASA groups, like carbonyls-quinones, and an enhanced capacitance (Figure 1, right). The energy storage mechanism is mainly governed by capacitive phenomena but pseudo-capacitive reactions, due to the oxygenated surface groups and active sites, also contribute to the capacitance depending on the electrolyte.

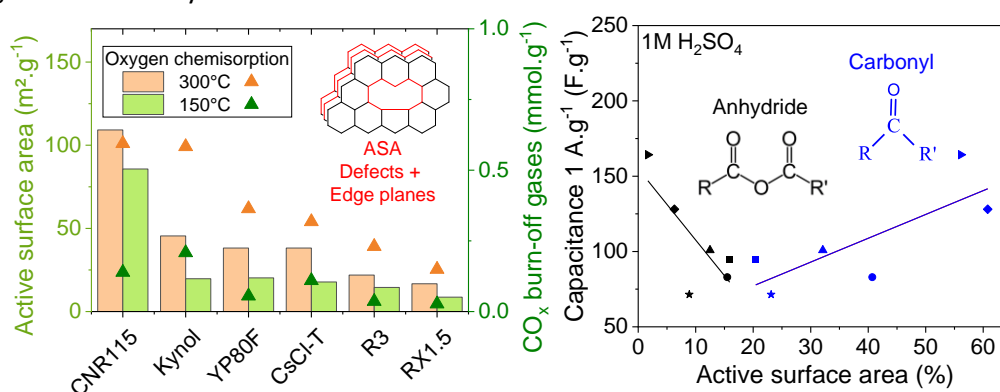


Figure 1: Active surface area and burn-off gases for ASA oxygen chemisorption at 300°C and 150°C (left) and correlations between capacitance and ASA anhydride and carbonyl groups (right) [2]

References:

- [1] N. R. Laine, F. J. Vastola, and P. L. Walker, "The importance of active surface area in the carbon-oxygen reaction 1,2," J. Phys. Chem., 1963
- [2] B. Réty, H.-Y. Yiin, and C. Matei Ghimbeu, "Quantification of activated carbon functional groups and active surface area by TPD-MS and their impact on supercapacitor performance," Energy Storage Materials, 2025

Keywords : activated carbons, thermo-desorption coupled with mass spectrometry (TPD-MS), surface groups, active sites, aqueous supercapacitors

First Name, Family Name: Tien-Nguyen-Khoi, TRINH
Title (PhD student / Post-doc / Researcher): PhD student
Employer & Laboratory: Université de Haute-Alsace, Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M), CNRS, UMR 7361, F-68100 Mulhouse, France
Supervisor.s (PhD students / Post-docs): Dr. Camélia MATEI GHIMBEU and Dr. Adrian BEDA
City: Mulhouse
Email: tien-nguyen-khoi.trinh@uha.fr

Biosourced hard carbons and binders for recyclable anodes for Na-ion battery

Abstract

Among the anode materials for sodium-ion batteries (SIBs), hard carbon (HC) attracts special attention due to its advantages: low cost, availability and theoretical capacity close to graphite (in lithium-ion batteries, LIBs).¹ Due to the abundant supply and eco-friendly properties, biopolymers and biomass are commonly used as precursors for the HC synthesis. For electrode preparation, HC powder is often mixed with a polymer binder to provide the mechanical stability between the active material and the current collector. Furthermore, the interaction between carbon/binder and electrolyte is crucial for the formation of the solid electrolyte interphase (called SEI), which impacts the battery performance and lifespan.² However, the binder can also cause some limitations related to electrode weight, compatibility with the active material and sometimes reduce performance. Moreover, some fluorinated binders are used (polyvinylidene fluoride, PVDF), which are difficult to recycle, require toxic and volatile solvents (N-Methyl-2-pyrrolidone, NMP) to dissolve, leading to environmental concerns. To overcome these issues, biosourced HC and four biodegradable binders (A, B, C and D) were used to produce environmentally friendly and sustainable electrodes. Besides, an electrode using PVDF binder was also prepared for comparison purpose. Concerning electrode formulation, binders A and B used water as the solvent, while binders C and D required water/ethanol mixtures. For each binder, several formulation parameters were optimized, such as solvent volume, ratio HC:binder, mixing conditions and current collector type. They have been shown to have an impact on the electrode homogeneity, its adhesion to the surface of the current collector and its thickness. The electrochemical evaluation of the electrodes pointed out that the initial Coulombic efficiency (iCE), the reversible capacity and the cycling stability exhibit variations depending on the binder used. These key parameters of battery performance are closely correlated with the electrode material properties and also SEI layer formation. Since the SEI properties are different for each binder, it is important to provide a comprehensive understanding of the binder's impact on the performance through determination of its chemical composition and homogeneity. Therefore, X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) analyses are ongoing for the pristine and post-mortem electrodes.

References

1. Matei Ghimbeu, C. *et al.*, *Adv. Energy Mater.* 2024, **14**(19), 2303833.
2. Beda, A. *et al.*, *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 2024, **16**(49), 68664–68679.

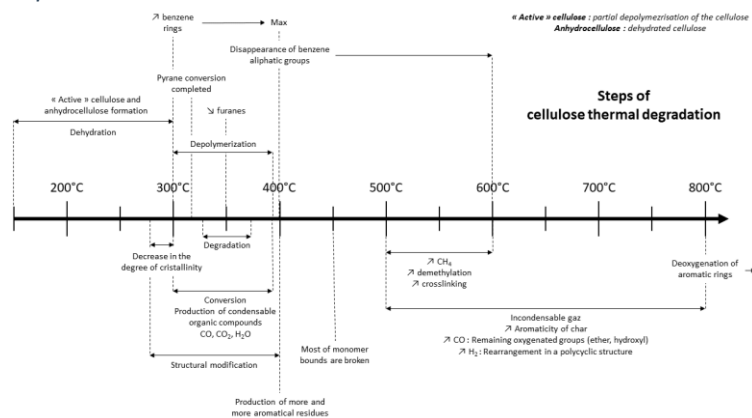
Keywords : Na-ion battery, hard carbon, green binder, electrode formulation, solid electrolyte interphase.

Prénom, NOM : Justine ZINNI
Statut (Doctorant / Post-doc / Chercheur) : Doctorante
Employeur, Laboratoire : Institut Jean Lamour - Verkor
Encadrant.e.s (pour les doctorants.es ou post-doctorants.es): Sébastien CAHEN et Lucie SPEYER
Ville : Nancy - Grenoble
Email: justine.zinni@univ-lorraine.fr

Effet de la réticulation des précurseurs de carbones durs sur les performances électrochimiques pour batteries Li-ion

Résumé

Depuis quelques années, le carbone dur semble s'imposer comme matériau alternatif au graphite dans les LIBs. En raison de leur nature désordonnée et de leur tortuosité, les carbones durs sont des matériaux difficiles à caractériser, ainsi la compréhension de leur structure et des mécanismes d'insertion électrochimiques restent toujours un défi [1]. Dans le but d'élucider les mécanismes de lithiation des carbones durs, la stratégie choisie dans ce travail consiste à utiliser des précurseurs standards et d'impacter leur réticulation tout au long du processus d'élaboration. Le procédé qui a été développé dans l'équipe se déroule en trois étapes principales : un prétraitement sous air pendant 12h, une pyrolyse à des températures et pressions d'argon définies et enfin une carbonisation à 950°C pendant 3h sous argon. Dans cette étude, nous comparons l'utilisation de la cellulose et du saccharose comme précurseurs de carbones durs, choisis du fait de leur capacité différente à se réticuler. Plusieurs températures de prétraitement ont été explorées (180, 275, 310 et 350°C) afin d'agir sur la réticulation de la cellulose [2]. Pendant la pyrolyse, deux paramètres ont été modifiés : la pression afin de développer la porosité interne et de minimiser la surface spécifique, et la température pour compléter la réticulation de la cellulose [3]. Nous avons ainsi obtenu des carbones durs avec des propriétés texturales et structurales variées que nous tenterons de corrélérer à leur comportement électrochimique. Enfin, il est nécessaire de compléter cette étude afin de mieux comprendre les mécanismes de lithiation des carbones durs.



1. L. Xie et al., *Hard Carbon Anodes for Next-Generation Li-Ion Batteries: Review and Perspective*, *Adv. Energy Mater.*, **11**, 2101650 (2021)
2. H. Yamamoto et al., *Synthesizing higher-capacity hard-carbons from cellulose for Na- and K-ion batteries*, *J. Mater. Chem. A.*, **6**, 16844 (2018)
3. L. Raspado et al., *Tuning the porosity of hard carbons elaborated from sucrose*, *J. Phys. Chem. Solids*, **191**, 112013 (2024)

Mots-clefs (4-5) : Carbones durs, Li-ion batteries, mécanismes, réticulation, lithiation