



La Lignine de la Taille Micro à NANométrique

Prénom, Nom du porteur : Isabelle Ziegler-Devin

Laboratoire d'appartenance : UL LERMAB 4370

Partenaires Labex : Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP, UMR 7274), Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), Laboratoire Lorrain de Chimie Moléculaire (L2CM, UMR 7053)

Collaborations : Institut Galien Paris-Saclay (UMR CNRS 8612), Laboratoire TIMR EA 4297 (UTC/ESCOM), Holding Textile Hermès, Universidad de Concepción (Chili), Mahatma Gandhi University (Inde), Universiti Sains Malaysia (Malaisie)

Action thématique concernée : WP3 Transversal

Contexte —

La valorisation du biopolymère de lignine est une thématique essentielle du développement des bioraffineries lignocellulosiques au sein de la bioéconomie. Malgré sa structure chimique intéressante car riche en unités phénoliques, la lignine est encore considérée comme un déchet des procédés de pulping (kraft) et principalement réservée à des usages énergétiques.

Objectifs —

L'objectif du projet LIMINA était d'extraire puis produire des nanoparticules de lignine à partir de déchets forestiers et agricoles locaux par des procédés innovants et respectueux de l'environnement (explosion à la vapeur, procédé organosolv et précipitation anti-solvant) ; puis de valoriser ce polymère aux propriétés augmentées dans des applications à fort potentiel : nanomatériaux, propriétés pour les plastiques biosourcés, émulsions de Pickering ou substitution de nanoparticules non biosourcées et faiblement biodégradables dans les produits médicaux, cosmétiques et solaires.

Démarche —

Le projet s'est articulé autour de plusieurs axes : premièrement, l'étude de 3 types de biomasse (hêtre, épicéa, paille de blé) et 3 pré-traitements différents (explosion vapeur, organosolv, solvants eutectiques profonds) a permis de mettre en évidence l'importance de la structure chimique de la lignine extraite (analysée par RMN, SEC, FT-IR) dans son mécanisme de nano-précipitation par anti-solvant. Ensuite, l'analyse des paramètres de précipitation (vitesse d'addition, concentration de la solution, composition et température de l'anti-solvant) a entraîné la production de suspensions stables de nano-lignines avec des propriétés (taille, forme, réactivité) contrôlées (caractérisation par DLS et microscopie TEM). Enfin, ces suspensions ont été intégrées dans divers produits tels que des crèmes solaires, du PVA et des émulsions de Pickering pour notamment améliorer leurs propriétés anti-UV (analyses de transmittance par spectrométrie UV-Vis).

Résultats marquants — Les principaux résultats marquants sont les suivants :

- Développement d'un procédé innovant et respectueux de l'environnement, utilisant uniquement de l'eau, de l'éthanol et de la chaleur, pour la production de nano-lignines en partant de déchets de biomasses locaux.
- Identification de l'impact du type biomasse (feuillus, résineux, herbacés) et du procédé d'extraction de la macro-lignine sur les propriétés des nanoparticules produites.
- Etude et maîtrise des paramètres de production de nano-suspensions stables dans le temps (+90j) avec des tailles de particules comprises entre 50 et 200nm.
- Valorisation de ces suspensions de nano-lignines pour des applications packaging, crèmes solaires et émulsion de Pickering avec des résultats très intéressants notamment en termes de résistance aux UV.

Principales conclusions incluant des points-clés de discussion —

Le projet LIMINA ouvre de nouvelles perspectives concernant la valorisation de la lignine. Cette étude approfondie, de l'arbre à la nanoparticule, offre une perspective novatrice sur la lignine, la considérant désormais comme une ressource de premier ordre plutôt que comme un simple déchet. Cette étude ouvre la voie à une production contrôlée et répétable de nanoparticules renouvelables et biodégradables, suscitant un intérêt accru pour des applications à haute valeur ajoutée telles que la médecine, la cosmétique et les matériaux.

Perspectives —

Les futurs travaux visent à publier les différents résultats (4 publications au total), maîtriser le séchage des nanoparticules afin de conserver les propriétés des particules entre suspension liquide à poudre solide, et démarrer le projet *NANOLIGNOV (NANOLIGNin for inNOVative materials)* afin de mieux développer les valorisations des nanoparticules de lignine tout en renforçant les collaborations actuelles

Valorisation —

Scientifique : *Conférences* : présentation par affiche lors des 11èmes Journées Scientifiques du GDR Sciences du bois (16 – 18 Novembre, Nice) / présentation orale lors du LignoCOST meeting (31 Janvier – 2 Février 2023, Reims) / présentation orale lors de l'ACS Fall 2023 (13 – 17 Août 2023, San Francisco) / présentation orale à l'ACS Spring 2024 (17 – 24 Mars, La Nouvelle-Orléans). *Publications* : Girard, V., Chapuis, H., Brosse, N., Canilho, N., Marchal-Heussler, L., & Ziegler-Devin I. (2024). Lignin nanoparticles: Contribution of biomass types and fractionation for an eco-friendly production. Preprint: hal-04232814 / Girard, V., Chapuis, H., Brosse, N., Canilho, N., Parant, S., Marchal-Heussler, L., & Ziegler-Devin I. (2024). Size and chemical structure impact of lignin 1 biopolymer over performances of next-generation 2 sunscreens. Preprint : hal-04503643 **Diffusion** : participation à un podcast sur le LERMAB avec les objectifs du projet LIMINA



Effet levier du projet —

Introduction d'une nouvelle thématique de recherche dans l'équipe *Procédés de Valorisation du Bois et des Déchets* du LERMAB centrée sur la lignine et débouchant sur le nouveau projet doctoral *NANOLIGNOV* (début en octobre 2024 dans le cadre d'une thèse MESR). Achat de divers équipements dont une pompe péristaltique, un pousse seringue, un ultra turrax ainsi qu'un lyophilisateur afin de produire et valoriser les nanoparticules de lignine.