

**« LES MICRO-REACTEURS :
OPPORTUNITES ET
APPLICATIONS POUR LES
INDUSTRIES CHIMIQUES »**

Le 14 septembre 2006

SOMMAIRE

CHAPITRE 1 : CONTEXTE ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

1. CONTEXTE DE L'ETUDE	10
1.1. Les microstructures, une nouvelle approche de synthèse et de production de composés chimiques	10
1.2. Les enjeux techniques associés aux microstructures	11
1.3. Des microstructures... pour quelles applications ?	12
1.4. Une effervescence marquée autour des microstructures	13
2. OBJECTIFS DE L'ETUDE	15
3. DEROULEMENT DE L'ETUDE	16

CHAPITRE 2 : ELEMENTS DE CONTEXTE SUR LES TECHNOLOGIES MICROSTRUCTURES

1. DEFINITIONS	18
1.1. Les technologies microstructures	18
1.1.1. <i>L'échelle micrométrique</i>	18
1.1.2. <i>Définition des technologies microstructures</i>	18
1.1.3. <i>Acquisition et traitement de l'information et transformation chimique</i>	20
1.2. Champ de l'étude	21
1.2.1. <i>Première segmentation des outils issus de la technologie microstructure</i>	21
1.2.2. <i>Critères de choix : définition du champ de l'étude</i>	21
2. PANORAMA DES TECHNOLOGIES MICROSTRUCTURES	24
2.1. Identification des principaux outils des technologies microstructures destinés à la transformation chimique	24
2.1.1. <i>Technologies microstructures et production chimique</i>	24
2.2. Description des outils disponibles pour la réaction chimique	26

Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006

2.2.1. Micro-outils	26
2.2.2. Outils microstructurés	28
2.3. Description des outils périphériques	30
2.3.1. Outils de gestion de la fluidique	30
2.3.2. Outils de contrôle et d'analyse	31
2.3.3. Outils dédiés aux opérations de traitement	32
2.4. Synthèse des principaux outils identifiés	32
2.4.1. Outils à privilégier pour développer une politique de soutien à la recherche industrielle	32
2.5. Positionnement des principaux acteurs	33
2.5.1. Les start-ups et les spin off issues de centres de recherche	34
2.5.2. Les fabricants d'échangeurs thermiques et les équipementiers de la filière industrielle traditionnelle	35

3. APPLICATIONS CIBLES DES TECHNOLOGIES	
MICROSTRUCTURES	37
3.1. Critères et logiques d'utilisation de la technologie microstructure	37
3.2. Cas d'étude industriels pour l'optimisation de réactions chimiques	38
3.2.1. Cas n°1 : réaction de diazotation (Clariant)	39
3.2.2. Cas n°2 : réaction de polymérisation radicalaire (Siemens Axiva)	40
3.2.3. Cas n°3 : époxydation du propène (projet DEMIS)	40
3.3. Optimisation de procédés chimiques industriels	41
3.4. Développement de nouveaux procédés chimiques industriels	41
4. SYNTHÈSE	42

CHAPITRE 3 : LES TECHNOLOGIES MICROSTRUCTURES EN FRANCE : SAVOIR-FAIRE ET BESOINS INDUSTRIELS

1. BILAN DES COMPETENCES CLES ET DES SAVOIR-FAIRE ACADEMIQUES ET INDUSTRIELS EN FRANCE	45
1.1. Identification des compétences	45
1.2. Principaux acteurs	46
1.3. Evaluation des compétences	47
1.3.1. Evaluation : catalyse	48
1.3.2. Evaluation : génie chimique / procédés	49
1.3.3. Evaluation : microfluidique	50

Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006

1.3.4. <i>Evaluation : industrialisation</i>	51
1.3.5. <i>Evaluation : micro-engineering</i>	52
1.4. Synthèse des compétences de la France	53
2. BESOINS ET ATTENTES DES INDUSTRIELS FRANÇAIS	56
2.1. Secteur des gaz industriels	56
2.1.1. <i>Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés</i>	56
2.1.2. <i>Pertinence des technologies microstructures pour ce secteur</i>	57
2.1.3. <i>Impacts attendus de la technologie microstructure</i>	58
2.2. Secteur des produits pétroliers	58
2.2.1. <i>Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés</i>	58
2.2.2. <i>Pertinence de la technologie microstructure pour ce secteur</i>	59
2.2.3. <i>Impacts attendus de la technologie microstructure</i>	60
2.3. Secteur de la chimie organique de base	61
2.3.1. <i>Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés</i>	61
2.3.2. <i>Pertinence de la technologie microstructure pour ce secteur</i>	61
2.3.3. <i>Impacts attendus de la technologie microstructure</i>	62
2.4. Secteurs de la chimie fine et de la pharmacie	62
2.4.1. <i>Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés</i>	62
2.4.2. <i>Pertinence de la technologie microstructure pour ces secteurs</i>	63
2.4.3. <i>Impacts attendus de la technologie microstructure</i>	64
2.5. Secteur de la chimie de spécialités	65
2.5.1. <i>Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés</i>	65
2.5.2. <i>Pertinence de la technologie microstructure pour ce secteur</i>	66
2.5.3. <i>Impacts attendus de la technologie microstructure</i>	66
2.6. Synthèse des besoins et attentes des industriels français	67

CHAPITRE 4 : POSITION DE LA FRANCE DANS UN ENVIRONNEMENT INTERNATIONAL

1. L'EUROPE : LE PROJET IMPULSE ET 3 PAYS MOTEURS	72
1.1. Le projet IMPULSE, pour la production chimique de demain	72
1.2. Position de l'Allemagne, le pays leader	73
1.2.1. <i>Les principaux acteurs académiques</i>	74
1.2.2. <i>Les principaux acteurs industriels</i>	74
1.2.3. <i>Les principaux programmes</i>	75
1.3. Position de la Grande-Bretagne	76
1.3.1. <i>Les principaux acteurs académiques</i>	76

Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006

1.3.2. Les principaux acteurs industriels	77
1.3.3. Les principaux programmes	78
1.4. Position des Pays-Bas	78
1.4.1. Les principaux acteurs académiques	78
1.4.2. Les principaux acteurs industriels	79
1.4.3. Les principaux programmes	80
1.5. Synthèse de la position européenne	80
2. LES ETATS-UNIS	82
2.1. Les principaux acteurs académiques	82
2.2. Les principaux acteurs industriels	83
2.3. Les principaux programmes	83
2.4. Synthèse de la position des Etats-Unis	84
3. LE JAPON	85
3.1. Les principaux acteurs académiques	85
3.2. Les principaux acteurs industriels	86
3.3. Les principaux programmes	86
3.4. Synthèse de la position du Japon	87
4. SYNTHÈSE : POSITION DE LA FRANCE	88

CHAPITRE 5 : SYNTHÈSE ET RECOMMANDATIONS POUR LE MINEFI

1. POSITIONNEMENT « MICRO-OUTILS »	93
1.1. Rappels des éléments de contexte du positionnement « micro-outils »	93
1.2. Produits et compétences à développer pour le soutien du positionnement « micro-outils »	94
1.3. Actions à soutenir pour le positionnement « micro-outils »	95
2. POSITIONNEMENT « OUTILS MICROSTRUCTURES »	97
2.1. Rappels des éléments de contexte du positionnement « outils microstructurés »	97
2.2. Produits et compétences à développer pour un positionnement « outils microstructurés »	98

-
- 2.3. Actions à soutenir pour le positionnement « outils microstructurés »
99

3. CONCLUSION : QUELLE POLITIQUE POUR LA FRANCE ? 101

Tableau 1. Exemples d'outils issus des technologies microstructures utilisés pour la production de composés chimiques	106
Tableau 2. Avantages et limitations des technologies microstructures	106
Tableau 3. Evaluation des principaux pays engagés dans le développement des technologies microstructures	106

CHAPITRE 1

CONTEXTE ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

SYNTHESE DU CHAPITRE

- Les technologies microstructures représentent une opportunité offerte à l'industrie chimique de créer une rupture technologique dans le domaine des procédés industriels.
- Le développement des micro-outils et outils microstructurés s'accélère aujourd'hui malgré les enjeux techniques associés, et s'appuie à la fois sur la mise en place de premiers réseaux européens et sur un dynamisme fort de l'Europe, en particulier l'Allemagne, des Etats-Unis et du Japon.
- Dans cette effervescence actuelle, la France semble aujourd'hui en retrait.
- Dans ce contexte, le MINEFI envisage de participer à la promotion d'une politique de soutien à la recherche industrielle sur le thème des microréacteurs pour maintenir et renforcer la compétitivité de la France par une approche d'innovation et de développement durable.

1. CONTEXTE DE L'ETUDE

1.1. Les microstructures, une nouvelle approche de synthèse et de production de composés chimiques

Les microstructures sont développées depuis les années 80 sous l'impulsion de quelques pionniers aux Etats-Unis et en Europe. Elles commencent à toucher une communauté de scientifiques et d'industriels de plus en plus grande depuis le milieu des années 90, comme en témoigne le premier meeting international dédié aux microstructures, organisé par l'IMM (Institut für Mikrotechnik Mainz).

Les outils issus des progrès de cette technologie, qui sont développés depuis une quinzaine d'années environ, constituent aujourd'hui une classe innovante d'équipements de synthèse et de production de composés chimiques. Ces outils s'intègrent dans une approche nouvelle (liée à la microfluidique) s'appuyant notamment sur l'utilisation d'unités réactionnelles élémentaires associées en parallèle pour obtenir des unités de production de forte capacité.

Les micro-réacteurs sont développés selon cette nouvelle approche. Ils fonctionnent sur le principe d'un procédé en continu et se différencient fortement des réacteurs de synthèse traditionnels par plusieurs caractéristiques clés comme un plus haut gradient de température et de pression, un transfert thermique plus élevé et une augmentation de la surface d'échange surface/volume.

Ils permettent de favoriser un meilleur contrôle des conditions de réactions, une diminution de la taille des équipements, une amélioration des conditions de sécurité et des économies d'énergies. Ils apportent aussi une

grande flexibilité lors des augmentations de capacité de production et facilitent les étapes de scale-up des procédés.

Les micro-réacteurs attirent ainsi les convoitises de nombreux industriels de la chimie qui y voient un moyen d'accéder à des procédés plus propres ou à des voies de synthèse jusqu'alors inaccessibles dans les réacteurs classiques : réactions très exothermiques, réactions dangereuses, ... Ils suscitent aussi l'intérêt de l'industrie pharmaceutique qui pourrait y trouver une solution pour diminuer les temps de développement de nouvelles molécules.

1.2. Les enjeux techniques associés aux microstructures

Les enjeux techniques sont cependant de taille, à la fois au niveau de la fabrication des outils eux-mêmes, mais aussi dans les phases de développement associées aux applications visées.

L'utilisation d'outils opérationnels nécessite encore des efforts de recherche et développement au niveau de leur fabrication et de leur design (design des micro-canaux, matériaux utilisés...). Les premiers essais ont montré des différences techniques fortes et des performances variées en fonction des systèmes proposés.

Par ailleurs, des tests répétés en laboratoire et au niveau pilote sont aujourd'hui nécessaires pour valider les performances de ces nouveaux outils de production et estimer leurs avantages techniques et leur intérêt économique par rapport aux procédés existants.

Enfin l'intégration des éléments de contrôle de procédé doit encore être approfondi pour envisager une utilisation de ces outils au niveau d'unités de production.

1.3. Des microstructures... pour quelles applications ?

Au-delà des enjeux techniques qu'ils suscitent, ces nouveaux outils doivent également trouver leur place entre la pétrochimie, la chimie fine et les nombreuses applications de la chimie de spécialités, ce qui soulève de nombreuses questions :

- Quels sont les secteurs d'applications prioritaires pour les outils issus de la technologie microstructure ?
- Quel est le degré d'acceptabilité de ces outils dans des secteurs parfois composés de nombreux procédés en batch ?
- Quelle va être la fiabilité de ces outils ?
- Quels sont les coûts d'installation acceptables et acceptés ?
- Quels vont être les impacts de ces nouveaux outils de production sur le secteur de la chimie : arrivée de nouveaux acteurs, changement du positionnement et du métier des utilisateurs, ... ?

Malgré ces nombreuses questions, le développement de cette technologie s'accélère aujourd'hui et s'appuie à la fois sur la mise en place des premiers réseaux européens et sur un dynamisme fort de l'Europe, en particulier de l'Allemagne, des Etats-Unis et du Japon.

Différents réseaux ont été créés en Europe autour de ces technologies. Par l'intermédiaire du réseau « Microfluidique » en France, Rhodia, Prologo, Biomérieux, Comelec et Novalase collaborent par exemple sur le développement de micro-outils pour le secteur des Sciences de la Vie.

Par ailleurs, le programme IMPULSE (Intregated Mutiscale Process Units with Locally Structured Elements) fédère à un niveau européen universitaires et utilisateurs finaux tels que Siemens, Degussa, GlaxoSmithKline, Procter & Gamble et le CNRS (laboratoires LSGC de Nancy, LGC de Toulouse, LPGC de Lyon).

1.4. Une effervescence marquée autour des microstructures

Au delà de ces réseaux nationaux ou européens, les industriels communiquent de plus en plus sur des projets d'envergure concernant les microstructures.

C'est le cas notamment en Allemagne et en Suisse, avec un intérêt marqué de groupes comme Clariant, Degussa ou Merck. Clariant a, par exemple, créé un centre de compétences dédié aux micro-réacteurs (C3MRT : Clariant Competence Center for Microreactor Technology) et revendique vouloir les utiliser pour remplacer 15 à 20 % de ses unités de production. Dans le cadre de son activité pigments, Clariant teste ainsi des micro-réacteurs pour la production de pigments organiques au niveau pilote et arrive déjà à des volumes de production de plusieurs dizaines de tonnes. De son côté, Merck utilise les micro-réacteurs depuis quelques années sur des unités de capacité industrielle et revendique la production de 15 tonnes par an d'un intermédiaire chimique de spécialité. Degussa a présenté l'année dernière un premier projet pilote autour d'un réacteur microstructuré, doté d'un montant de 4,6 millions d'euros.

Sigma-Aldrich a, de son côté, installé un micro-réacteur dans son centre de R&D et commence à le tester sur une série de réactions réputées difficiles. Enfin, GlaxoSmithKline teste les micro-réacteurs pour le screening de nouvelles molécules dans le secteur pharmaceutique.

Les Etats-Unis se positionnent également sur ces nouvelles approches technologiques. A titre d'exemple, Global Hydrogen Inc (joint-venture entre ConocoPhillips et Velocys Inc) a annoncé en 2003 l'utilisation de micro-réacteurs pour la production d'hydrogène à partir de gaz ; les budgets associés (investis par Conoco) sont considérables, de l'ordre de 70 millions de dollars.

Le Japon s'investit également fortement dans les technologies microstructures. Il dispose ainsi d'un centre de recherche actif sur le sujet, composé de grands industriels (Sankyo, Ube Industries, Mitsubishi Chemicals, Idemitsu ...), et soutient un programme de recherche sur 6 ans doté d'un budget de 35 millions d'euros.

Le dynamisme de ces technologies est aussi lié à la présence de différents fournisseurs déjà officiels comme Ehrfeld, CPC Systems, Bartels Microtechnik, ... et l'arrivée probable de nouveaux acteurs spécialistes des matériaux.

Dans cette effervescence actuelle, la France semble aujourd'hui en retrait.

Les outils issus des technologies microstructures pourraient pourtant participer au maintien des activités industrielles et des compétences scientifiques liées à la chimie en France et s'intégrer de façon significative dans des programmes d'innovation ou de recherche liés à la chimie verte ou aux problématiques environnementales.

2. OBJECTIFS DE L'ETUDE

Dans ce contexte, le MINEFI envisage de participer à la promotion d'une politique de soutien à la recherche industrielle sur le thème des technologies microstructures pour renforcer la compétitivité des entreprises de chimie et créer de nouveaux emplois, améliorer la sécurité en matière de risques et promouvoir des actions concrètes dans le cadre de la politique de préservation de l'environnement (réduction des rejets, économie d'énergie, meilleure intégration des infrastructures industrielles).

Le MINEFI souhaite aujourd'hui se donner les moyens :

- de soutenir des actions de R&D susceptibles de lever les verrous scientifiques et technologiques du domaine
- de valoriser ce soutien en maintenant et en renforçant notre compétitivité en chimie par une approche d'innovation et de développement durable.

L'objectif d'ALCIMED est d'aider le MINEFI dans cette démarche en réalisant une étude en trois phases :

- La première phase devra dresser un panorama des différents outils issus de la technologie microstructure et recenser les applications actuelles et en développement.
- La deuxième phase s'attachera à cartographier le savoir-faire français dans le domaine, et à évaluer le positionnement de la France dans un environnement international.
- La troisième et dernière phase analysera les besoins et les attentes des industriels français en terme de technologies liées aux microstructures, évaluera les impacts associés (techniques, économiques et humains), puis une synthèse de la position de la France dans son environnement européen et mondial sera réalisée afin d'élaborer des premières recommandations pour le MINEFI en terme d'actions de soutien à promouvoir.

3. DEROULEMENT DE L'ETUDE

L'étude s'est déroulée sur les trois premiers trimestres 2006 (février-septembre 2006).

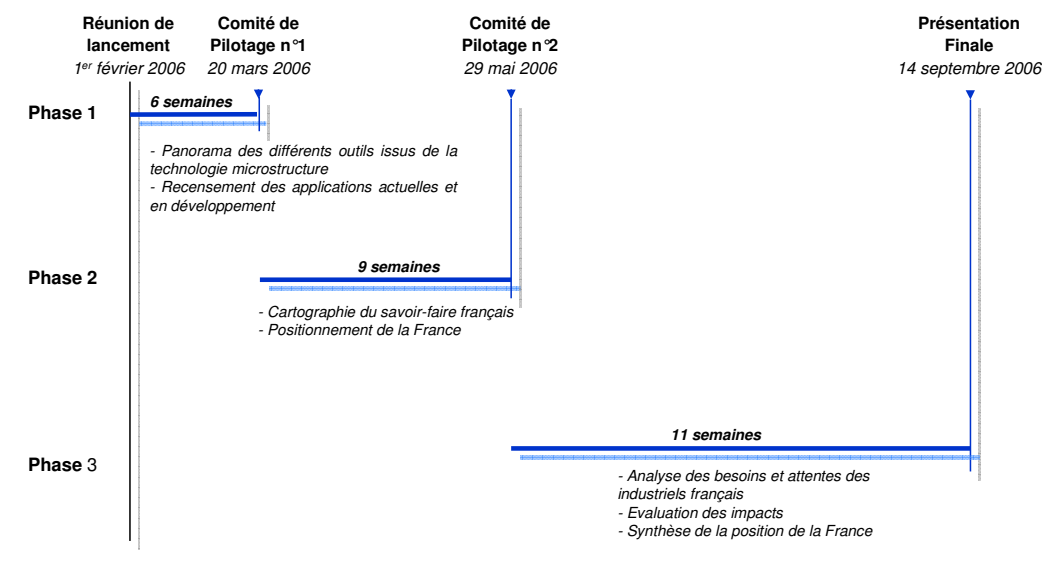


Figure 1. Déroulement de l'étude

Cette étude a fait l'objet de la remise de cinq documents :

- Deux rapports synthétiques au format PowerPoint reprenant les principaux éléments des Phases 1 et 2, remis à l'issue des réunions intermédiaires 1 et 2 des 20 mars et 29 mai 2006 (« *Microréacteurs_Phase1_Alcimed_Minefi_20mar06* » ; « *Microréacteurs_Phase2_Alcimed_Minefi_29mai06* »).
- Un rapport synthétique au format PowerPoint (« *Microréacteurs_Phase3_Alcimed_Minefi_14sept06* ») et ce présent rapport (« *Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques* ») contenant l'ensemble des éléments opérationnels et stratégiques.
- Une note de synthèse de large communication reprenant les conclusions de l'étude.

CHAPITRE 2

ELEMENTS DE CONTEXTE SUR LES TECHNOLOGIES MICROSTRUCTURES

SYNTHESE DU CHAPITRE

- Les technologies microstructures sont développées depuis une quinzaine d'années.
- Ces technologies reposent sur une structuration des outils de production à l'échelle de la centaine de microns. Elles permettent de tirer profit des comportements fluidiques et réactionnels originaux qui apparaissent à ces échelles.
- Si les technologies microstructures peuvent dans l'absolu intervenir à tous les niveaux d'un procédé chimique, dans la pratique le nombre d'outils de production disponibles commercialement reste limité : micro-échangeurs, mélangeurs ou –réacteurs, échangeurs microstructurés et micro-pompes.
- Les technologies microstructures sont aujourd'hui utilisées dans les secteurs de la chimie fine, de la pharmacie et de la chimie de spécialités, dans des cas spécifiques de réactions chimiques réputées difficiles ou dangereuses, ou dans le cas de réactions à fort échange thermique.
- Ces technologies sont également choisies pour leur capacité à améliorer le rendement et la qualité d'un produit, et permettent en outre de réduire le temps nécessaire au scale-up d'une ligne de production.

1. DEFINITIONS

1.1. Les technologies microstructures

1.1.1. L'échelle micrométrique

Les dimensions caractéristiques d'une réaction chimique (transport de matière, transfert de chaleur et mélange) sont généralement comprises entre 50 et 300 microns. Réaliser des écoulements de fluides à ces échelles permet donc de mettre en œuvre une physico-chimie inhabituelle et ouvre de nouveaux potentiels en terme de génie chimique.

Les écoulements de fluide à l'échelle micrométrique sont en effet des écoulements laminaires sans turbulence, caractérisés par de bas nombres de Reynolds. De ce fait, ces milieux présentent une homogénéité intéressante à mettre en œuvre au niveau industriel. Par ailleurs, à ces dimensions, les phénomènes hydrodynamiques et physico-chimiques liés aux différents mécanismes de transport de matière, de transfert de chaleur ou de mélange ne sont plus gouvernés en volume mais par des effets surfaciques. Dès lors, des comportements « non conventionnels » peuvent être observés ouvrant de nouvelles perspectives dans la conduite de réactions chimiques dites aujourd'hui « difficiles » (réductions, nitrations, oxydations...).

Jusqu'à présent, le monde de la production chimique industrielle ne mettait généralement pas en œuvre de telles dimensions, vraisemblablement par manque de connaissances théoriques et par manque d'outils de production adaptés.

1.1.2. Définition des technologies microstructures

La microstructuration des outils de production revêt aujourd'hui de nombreuses formes très diverses. Il n'est pas rare de rencontrer sur le

marché ou dans des laboratoires académiques des réacteurs microstructurés, des micro-réacteurs, des micro-échangeurs thermiques des micro-mélangeurs

Dans le cadre de cette étude, il a été décidé de rassembler l'ensemble des micro-outils de production (actuel ou en développement) sous le vocable « technologies microstructures ». En particulier, il a été décidé avec le comité de pilotage d'inclure dans les technologies « microstructures » l'ensemble des outils dont les dimensions caractéristiques (longueur, épaisseur, finesse de gravure) sont usuellement comprises au sens large entre 50 μm et 1 mm.

Il faut également noter que ce terme générique « technologies microstructures » représente deux approches distinctes de développement : les micro-outils et les outils microstructurés.

1.1.2.1. L'approche micro-outils

Cette première approche consiste à développer des outils de taille micrométriques. Leur élaboration repose sur une approche dite « bottom-up » qui consiste à construire, à partir d'une structure initiale, un dispositif de taille supérieure par assemblage ou auto-assemblage. Cette approche permet un contrôle précis de la matière, en s'affranchissant des limitations de la miniaturisation. Cette approche a été favorisée par les acteurs de la recherche académique, et en particulier par les spin-offs issues des centres de recherche allemands, tels Ehrfeld, CPC-Systems ou MikroGlas, qui ont conçu les premiers micro-outils il y a une dizaine d'années, au début des années 90, et qui proposent aujourd'hui des micro-mélangeurs, des micro-échangeurs, des micro-réacteurs, des micro-capteurs, et des micro-pompes...

1.1.2.2. L'approche outils microstructurés

L'approche « microstructurée » consiste à structurer à l'échelle micro tout ou partie d'outils de production macroscopique. Cette approche dite « top-down » repose sur une logique de miniaturisation des outils existants. Cette approche est aujourd'hui privilégiée par les fabricants d'échangeurs thermiques (Heatric ou Chart Marston) et les équipementiers de la filière traditionnelle (Alfa Laval).

Les premiers essais de conception d'appareillages microstructurés ont été réalisés à la fin des années 80, et ont abouti au développement d'une offre

commerciale basée sur des échangeurs thermiques compacts et des réacteurs chimiques microstructurés de taille macroscopique.

1.1.3. Acquisition et traitement de l'information et transformation chimique

Actuellement, dans le domaine des industries chimiques, les technologies microstructures sont plus particulièrement destinées à deux types d'applications distinctes : *l'acquisition et le traitement de l'information*, pour permettre de caractériser en temps réel des substances ou un système chimique et *la transformation chimique*, pour initier et conduire une ou plusieurs réactions chimiques. Seuls la deuxième catégorie d'applications peut être associée à la production de substances chimiques (figure 2).

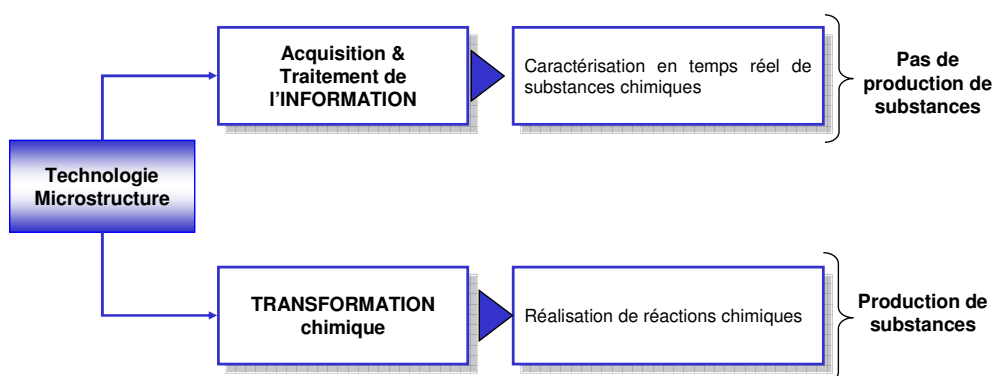


Figure 2. Principales applications des outils issus de la technologie microstructure

1.2. Champ de l'étude

1.2.1. Première segmentation des outils issus de la technologie microstructure

Un premier recensement des outils de type « technologies microstructures » utilisés pour l'acquisition et le traitement de l'information d'une part et la transformation chimique d'autre part permet d'identifier dix-huit types d'outils (figure 3).

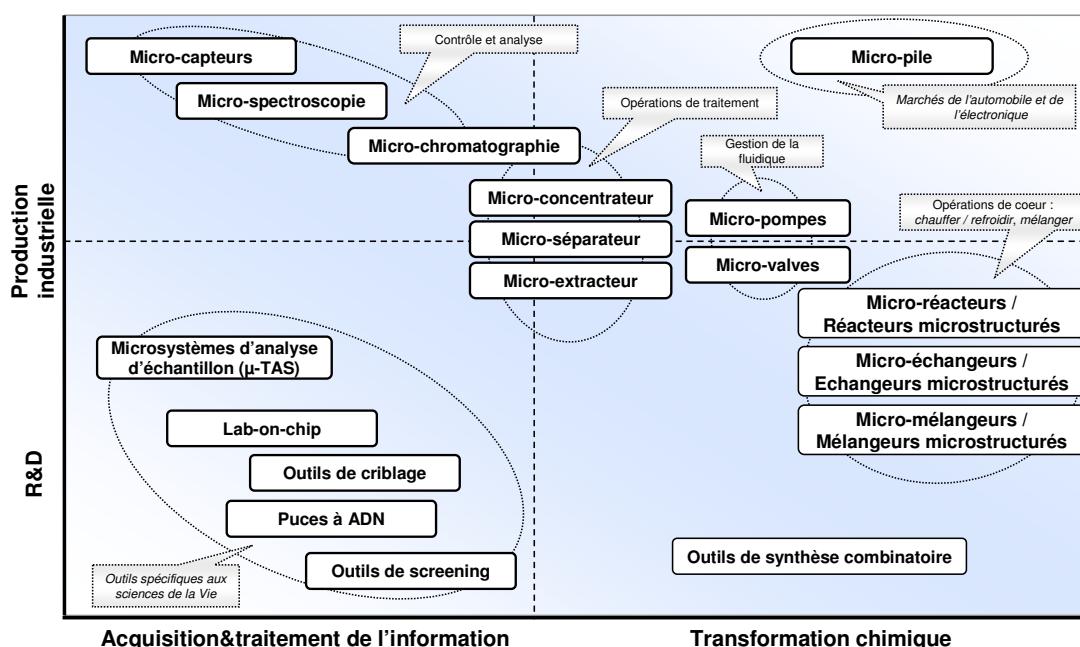


Figure 3. Recensement des outils issus des technologies microstructures dans le secteur des industries chimiques

1.2.2. Critères de choix : définition du champ de l'étude

Cette étude s'inscrit, au niveau français, dans la volonté d'identifier les opportunités de demain pour la Chimie. Dans le cadre particulier des technologies microstructures, l'étude devra s'attacher à clarifier la situation

Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006

actuelle en terme de développement technique pour dégager des lignes « force » pour la chimie française. La question qui est posée aujourd'hui est de savoir si les technologies microstructures seront une alternative aux procédés actuelles énergétivores et pourront permettre une entrée dans l'ère de la chimie « propre ». Afin de mettre en place une politique de soutien efficace à la recherche industrielle sur les technologies microstructures, il faudra s'assurer de la capacité de ces technologies à :

- renforcer la compétitivité
- créer de nouveaux métiers et de nouveaux emplois
- améliorer la sécurité en matière de risques industriels
- préserver l'environnement.

Au-delà de ces considérations d'ordre général, la DGE a souhaité définir un cadre précis pour évaluer la pertinence des technologies microstructures. Ainsi, en accord avec le comité de pilotage, il a été décidé que cette étude, à destination de l'industrie chimique, soit orientée autour de la production de composés chimiques et puisse permettre d'évaluer la pertinence d'une filière « technologies microstructures » en France, tout en intégrant le concept de chimie durable.

Ainsi, en prenant en compte ces différents critères, il apparaît que plusieurs outils identifiés lors du premier recensement, ne font pas partie du champ de l'étude. Ils ne seront donc pas traités ici. Il s'agit :

- *des outils spécifiques aux Sciences de la Vie dédiés à la R&D ainsi que des outils de synthèse combinatoire.*
Ces outils ne participent pas à la production industrielle et sont en outre développés dans une logique d'acteurs plutôt que de filière.
- *des micro-piles à combustible sont principalement destinées aux marchés de l'automobile et de l'énergie.*
- Par ailleurs, les *micro-capteurs* sont également exclus de la présente étude, car ils ont déjà fait l'objet d'une étude pour le compte du MINEFI (étude « Capteurs Chimiques », Alcimed, 2003).

Au final, le champ de l'étude concerne donc treize outils développés dans un but de transformation chimique à destination de la production industrielle ou dans un but d'acquisition et traitement de l'information pour optimiser l'étape de production (figure 4). Ces treize outils sont :

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

- la micro-spectroscopie
- la micro-chromatographie
- les micro-concentrateurs
- les micro-séparateurs
- les micro-extracteurs
- les micro-pompes
- les micro-valves
- les micro-réacteurs
- les micro-mélangeurs
- les micro-échangeurs de chaleur
- les réacteurs microstructurés
- les échangeurs microstructurés
- les mélangeurs microstructurés

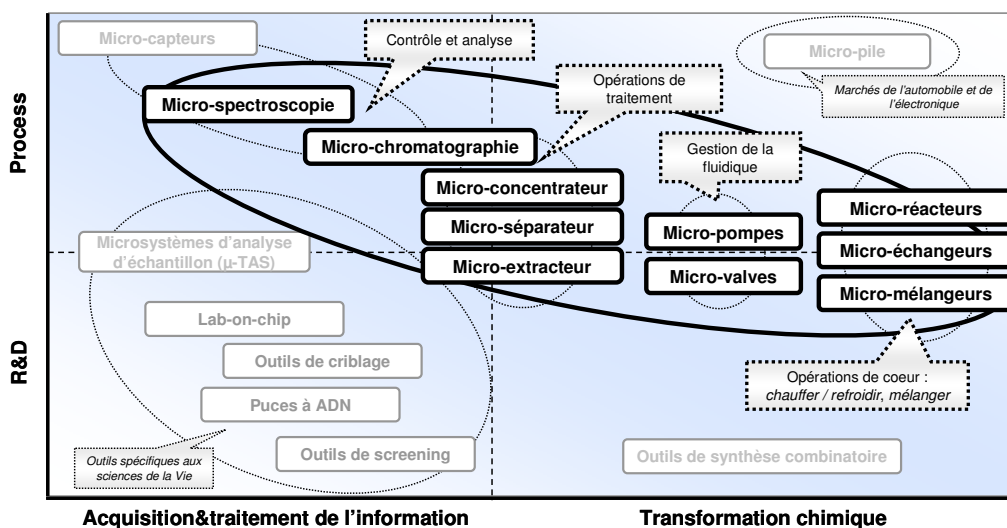


Figure 4. Outils issus des technologies microstructures rentrant dans le champ de l'étude

2. PANORAMA DES TECHNOLOGIES MICROSTRUCTURES

2.1. Identification des principaux outils des technologies microstructures destinés à la transformation chimique

2.1.1. Technologies microstructures et production chimique

Toute étape de production d'un composé chimique peut être décomposée en quatre étapes unitaires, à savoir (figure 5) :

- *la réaction chimique*, elle-même. Cette étape, où deux (ou plusieurs) réactifs en présence conduisent dans des conditions prédéfinies à un ou plusieurs produits, se trouve au cœur du procédé.
- *la fluïdique*, qui regroupe toutes les actions de gestion du transport de matière (transfert des matières premières et des produits de réaction, transport des fluides caloporteurs).
- *les actions de contrôle et d'analyse*, qui permettent le suivi en ligne de la réaction chimique, grâce à différents indicateurs physico-chimiques (température, pression, pH, viscosité, composition...).
- *les opérations de traitement*, qui consistent à réaliser une suite d'opérations unitaires (extraction, distillation) sur un mélange issu d'une réaction en vue de l'isolement du ou des composés formés.

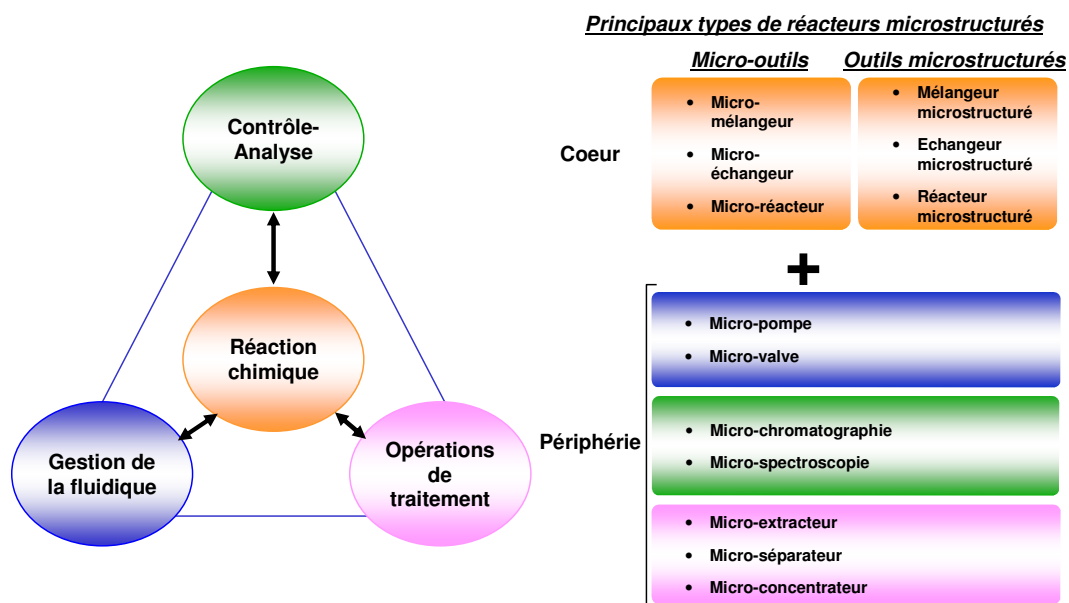


Figure 5. Principaux outils des technologies microstructures destinés au procédé chimique

Il est important de souligner que les technologies microstructures peuvent se positionner dans les quatre étapes unitaires d'un procédé chimique (tableau 1).

Etapes clés dans la production de composés chimiques	Principaux outils des technologies microstructures identifiés
Réaction chimique	micro-mélangeur, micro-échangeur, micro-réacteur (famille des micro-outils) ; mélangeur microstructuré, échangeur microstructuré, réacteur microstructuré (famille des outils microstructurés)
Fluidique	micro-pompe, micro-valve
Contrôle et Analyse	micro-chromatographie, micro-spectroscopie
Opérations de traitement	micro-extracteur, micro-séparateur, micro-concentrateur

Tableau 1. Exemples d'outils issus des technologies microstructures utilisés pour la production de composés chimiques

2.2. Description des outils disponibles pour la réaction chimique

2.2.1. Micro-outils

A ce jour, trois types de micro-outils ont été identifiés : les micro-mélangeurs, les micro-échangeurs de chaleur et les micro-réacteurs.

2.2.1.1. Les micro-mélangeurs

Le micro-mélangeur a pour fonction de réaliser le mélange des réactifs chimiques, en préambule à l'étape de réaction chimique. Il optimise ainsi l'étape-clé de mélange des réactifs chimiques, en réalisant un mélange cent fois plus rapide qu'un système traditionnel et en améliorant la qualité du mélange (un mélange homogène est obtenu, malgré l'absence de turbulence à cette échelle).

Les micro-mélangeurs comptent parmi les micro-outils les mieux documentés et les plus répandus sur le marché, avec des applications académiques et industrielles nombreuses, allant de la réalisation d'émulsions fines au pré-mélange du monomère et de l'initiateur d'une réaction de polymérisation. Leur utilisation reste cependant limitée aux phases gazeuses et liquides, la présence de composés sous forme solide ou présentant d'importantes viscosités engendrant des risques élevés de colmatage des micro-canaux. Les micro-mélangeurs sont aujourd'hui proposés par des start-ups ou des spins off telles IMM, MikroGlas, CPC-Systems, Ehrfeld, et Lionix. Ces sociétés sont généralement d'origine allemande (voir partie 2.5 principaux acteurs).



Figure 6. Micro-mélangeur de type « cyclone » développé par le FZK (Allemagne)

2.2.1.2. Les micro-échangeurs de chaleur

L'échangeur de chaleur est un appareil qui transfère la chaleur entre deux matériaux différents (entre un liquide chaud et un liquide froid, entre un liquide et l'air, ...), en maintenant une séparation physique entre les deux milieux.

La microstructuration d'un échangeur thermique permet de réaliser un échange jusqu'à 300 fois plus efficace (surface d'échange par unité de volume plus élevée) et un contrôle plus fin de la température du système par rapport à un échangeur classique.

Les micro-échangeurs de chaleur sont principalement utilisés aujourd'hui dans le secteur de la chimie, dans le cas de réactions où les échanges thermiques sont importants (réformage du méthanol, réduction de composés carbonylés, ...).

Les principaux développements portent actuellement sur de nouveaux matériaux permettant d'augmenter la résistance en température (carbure de silicium, céramiques techniques...). Les micro-échangeurs de chaleur sont aujourd'hui proposés par les sociétés Ehrfeld, MikroGlas, IMM, Protensive (voir détails dans la partie 2.5 principaux acteurs).



Figure 7. Micro-échangeur de chaleur proposé par la société MikroGlas (Allemagne)

2.2.1.3. Les micro-réacteurs

Une microstructure apporte efficacité, sécurité et flexibilité à un réacteur en assurant un meilleur contrôle des paramètres de réaction. Par ailleurs des gains sont obtenus au niveau des rendements et des sélectivités tout en s'accompagnant d'une diminution de la quantité de substances dangereuses par unité de volume.

Les micro-réacteurs sont aujourd'hui conçus selon un cahier des charges spécifique à l'application ciblée, pour assurer un contrôle optimal des paramètres de réaction.

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

Aujourd'hui, ils sont principalement utilisés en laboratoire sur des réactions de synthèse organique (réduction de cétones, nitration, sulfonation...), et commencent à être utilisés d'un point de vue industriel. Il persiste cependant de nombreux verrous technologiques qui limitent leur utilisation industrielle, en particulier la difficulté de réaliser des réactions aux temps de séjour longs, la mise en oeuvre de réactions à haute température. Les principaux axes de développement concernent le dépôt de catalyseurs sur les parois, la limitation de l'encrassement des micro-canaux, la gestion des phénomènes de colmatage et de fuite.

Les micro-réacteurs sont actuellement proposés par IMM, Ehrfeld, Protensive, Lionix, MikroGlas, CPC-Systems (voir détails partie 2.5 principaux acteurs)



Figure 8. Micro-réacteur développé à l'Université de Bath (Royaume-Uni)

2.2.2. Outils microstructurés

2.2.2.1. Les échangeurs de chaleur microstructuré

Le terme échangeur de chaleur microstructuré s'applique à un échangeur de chaleur conventionnel dans lequel les structures caractéristiques d'échange de circulation et d'échange thermique avec les fluides est inférieur au millimètre. Les échangeurs de chaleur ont été le premier type d'équipement traditionnel à bénéficier de l'apport d'une structuration à l'échelle milli ou micrométrique, il y a une quinzaine d'années.

Les avantages sont multiples, notamment en terme de volume et de masse de l'équipement (on parle souvent d'échangeur « compact »), en terme de quantité de fluide circulant (idéal pour tout fluide cher, rare, toxique, explosif, ou dangereux), et du temps de réponse thermique, généralement faible. Les inconvénients recensés sont des pertes de pression potentiellement élevées et la nécessité de faire circuler des fluides très propres ou d'installer des filtres de protection.

La technologie des échangeurs microstructurés est relativement nouvelle, peu connue et peu validée, l'offre industrielle reste faible, et la plupart des technologies de fabrication utilisées sont des techniques sophistiquées et coûteuses. Les principaux développements portent actuellement sur de nouveaux matériaux permettant d'augmenter la résistance en température ou en pression.

Les échangeurs microstructurés de taille macro sont aujourd'hui utilisés en petite série dans le domaine de la pétrochimie ou de la chimie fine, et sont proposés par des sociétés telles que Heatric, Chart Marston, Nordon ou Alfa Laval (voir détail partie 2.5 principaux acteurs).



Figure 9. Echangeurs microstructurés PCHE proposés par Heatric

2.2.2.2. Les réacteurs microstructurés

D'un point de vue conceptuel, certains échangeurs microstructurés dans lesquels une réaction chimique se produit peuvent être considérés comme les premiers réacteurs microstructurés. Leur caractéristique principale, par rapport aux réacteurs conventionnels, réside dans leur rapport surface/volume, de deux ordres de grandeur supérieure (les valeurs usuelles oscillent entre 10 000 et 50 000 m²/m³). Dans l'industrie chimique, la mesure du rapport surface/volume traduit la performance du réacteur. En particulier, un rapport surface/volume élevé permet d'optimiser les échanges thermiques dans le réacteur : les points chauds peuvent être évités.

De par leurs propriétés de transfert thermique améliorées, facilitant l'évacuation de la chaleur et limitant les risques d'emballement thermique, les réacteurs microstructurés sont particulièrement bien adaptés aux réactions rapides et hautement exothermiques ou aux réactions explosives. Leur taille macro permet en outre d'assurer des productions en volume significatif. Les exemples industriels d'utilisation de réacteurs microstructurés sont encore confidentiels, en dépit de la formidable démonstration de Degussa, dont le réacteur microstructuré catalytique permet de réaliser l'époxidation du propène en toute sécurité. Le principal verrou technique réside dans l'introduction de la phase catalytique au sein

de la microstructure, ce qui limite l'utilisation de tels équipements pour des procédés industriels.

Les exemples industriels de réacteurs microstructurés sont issus de développements internes ou de partenariats étroits entre des groupes chimiques et des équipementiers industriels.



Figure 10. Réacteur microstructuré du projet DEMIS porté par Degussa

2.2.2.3. Les mélangeurs microstructurés

Peu de développements liés à la microstructuration d'un mélangeur classique ont été identifiés ; les efforts concernant l'étude de mélanges (en recherche, ou pour des études pré-industrielles) semblent en effet plutôt porter sur le développement de micro-mélangeurs.

2.3. Description des outils périphériques

Les outils périphériques sont destinés à assurer les actions périphériques d'une réaction chimique : gestion de la fluidique, opérations de contrôle et d'analyse et opérations de traitement.

2.3.1. Outils de gestion de la fluidique

Les micro-pompes et micro-valves sont des outils de gestion de la fluidique développés dans une logique de miniaturisation pour optimiser le

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

déplacement des fluides au sein d'une microstructure. Elles permettent le transport de fluides ou la création de flux pulsatiles.

Si certaines micro-pompes et micro-valves sont déjà commercialisées, majoritairement pour des applications dans le secteur des Sciences de la Vie (micro-pompes implantables pour la délivrance contrôlée de médicaments), elles sont encore aujourd'hui dans leur majorité en cours de développement, car elles se heurtent encore à de nombreux verrous, notamment au niveau du pompage de mélange liquide-gaz et des risques élevés de colmatage.



Figure 11. Micro-valve développée par l'Université de Rostock (Allemagne)

2.3.2. Outils de contrôle et d'analyse

La spectroscopie et la chromatographie sont des outils de contrôle et d'analyse, permettant le suivi en ligne de la réaction chimique, notamment en donnant en temps réel la composition du mélange. Ces techniques bénéficient désormais des avancées en instrumentation pour pouvoir être miniaturisées. Les micro-spectromètres et les micro-chromatographes sont en cours de développement, avec un début de commercialisation pour des applications de recherche et développement dans les Sciences de la Vie (criblage enzymatique). Cependant, il reste de nombreux verrous technologiques à résoudre, qui concernent notamment les limites de détection et la manipulation de liquide à l'échelle nanométrique voire picométrique. De ce fait, leur utilisation dans la production industrielle de composés chimiques ne semble pas envisageable à court/moyen terme.



Figure 12. Appareil LIGHTMAN® de micro spectrométrie commercialisé par la société The Electrode Co.

2.3.3. Outils dédiés aux opérations de traitement

Extracteur, séparateur et concentrateur sont des outils utilisés dans les étapes de traitement des réactifs ou des produits de réactions, dans un but de purification ou d'analyse. Les technologies microstructures liées aux étapes de traitement sont aujourd'hui utilisées en recherche et développement pour la préparation d'échantillons pour l'analyse, dans les domaines de l'environnement et des Sciences de la Vie (micro-extracteur pour la préparation d'échantillons pour l'analyse par chromatographie en phase gaz de pesticides).

La conception de ces outils se fait encore au cas pas cas, et est souvent réalisée par les équipes de recherche elles-mêmes. A l'heure actuelle, aucune offre commerciale n'a pu être identifiée sur ces outils.

2.4. Synthèse des principaux outils identifiés

2.4.1. Outils à privilégier pour développer une politique de soutien à la recherche industrielle

Il ressort de ce panorama des technologies microstructures que les premiers outils commercialement disponibles concernent l'étape de la réaction chimique. De nombreux produits et développements ont été identifiés sur ce secteur démontrant un engouement fort. Ces outils, encore

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

fortement utilisés au niveau de la Recherche et du Développement sont néanmoins perçus comme source d'amélioration voire de rupture pour la production industrielle.

Les autres familles de produits, comme les micro-pompes / valves, les micro-spectromètres / chromatographes, les micro-concentrateurs / séparateurs / extracteurs ne sont pas encore disponibles au niveau industriel. Par ailleurs, ces outils sont plutôt perçus comme des aides au niveau de la Recherche et Développement et ne sont pas pressentis pour la production industrielle.

C'est pourquoi, la suite de l'étude se focalisera sur les outils associés à la réaction chimique (figure 13).

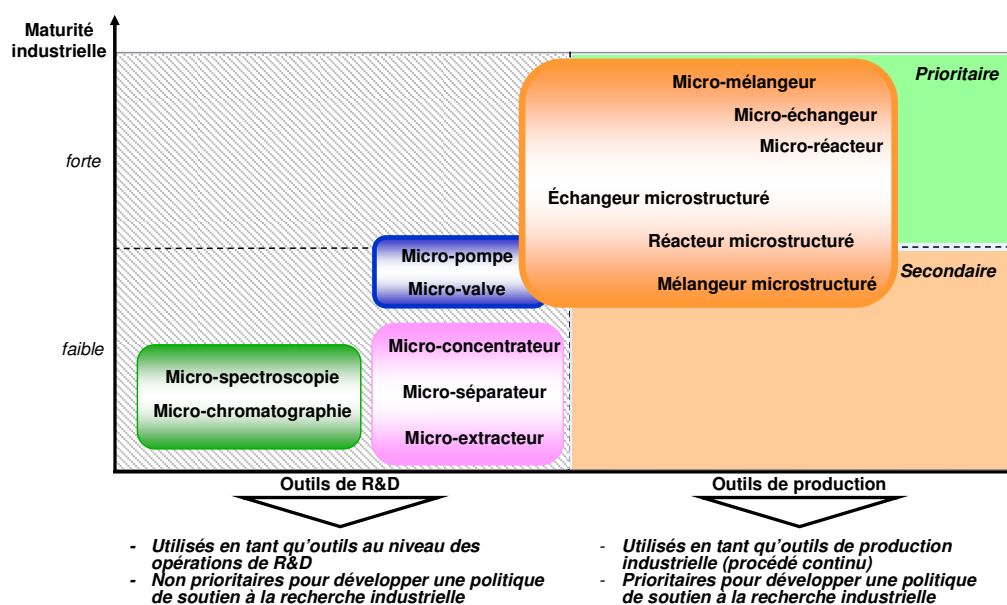


Figure 13. Outils associés aux applications R&D et à la production (réaction chimique)

2.5. Positionnement des principaux acteurs

Deux catégories d'acteurs industriels sont aujourd'hui positionnées sur les technologies microstructures :

- les start-ups et les spin off issues de centres de recherche
- les fabricants d'échangeurs thermiques et les équipementiers de la filière industrielle traditionnelle

2.5.1. Les start-ups et les spin off issues de centres de recherche

Cette typologie d'acteurs se positionne sur l'approche bottom-up. Ces acteurs ont donc fait le choix de développer et de commercialiser des solutions de types micro-produits. Six sociétés apparaissent aujourd'hui comme clé :

1- **Ehrfeld (BTS)** – Allemagne, CA : 720 millions € Effectifs : 2300 (2003) -

Start-up de taille moyenne fondée en 2000, Ehrfeld a été rachetée en 2004 par Bayer Technology Services (BTS). Cette société propose une large gamme de systèmes microstructurés : micro-mélangeurs, -échangeurs, -réacteurs, -capteurs, -actuateurs... pour des applications R&D ou de production.

2- **IMM** – Allemagne, Effectifs : 100 (2005) –

IMM a été fondé en 1990, et se définit comme un fournisseur de microsystèmes pour la R&D, avec une large gamme de micro-mélangeurs, -échangeurs de chaleur, -réacteurs, -capteurs, -actuateurs, puces...

3- **CPC-Systems** – Allemagne, Effectifs : 25 (2005) - Spin-off d'IMM, CPC-Systems a été fondé en 1999, et propose le micro-réacteur CYTOS à destination de l'industrie pharmaceutique.

4- **Mikroglas** – Allemagne, Effectifs : 15 (2005) - Spin-off d'IMM, Mikroglas a été fondé en 2004 et se spécialise dans la conception et la fabrication de micro-mélangeurs, -échangeurs, -réacteurs en verre.

5- **Bartels Mikrotechnik** – Allemagne, Effectifs : 30 (2005) -

Bartels a été fondé en 1996 et propose des outils de microfluidique (micro-pompes, -valves) à destination de l'industrie.

6- **Velocys** – USA, Financement : 70 millions \$ sur 3 ans -

Velocys développe des micro-réacteurs à destination des secteurs de la chimie et de l'énergie.

Au global, seuls Ehrfeld, CPC et IMM proposent un savoir-faire large sur les micro-outils, les autres acteurs identifiés étant plutôt spécialisés sur une ou deux technologies.

2.5.2. Les fabricants d'échangeurs thermiques et les équipementiers de la filière industrielle traditionnelle

Les acteurs de cette deuxième catégorie ont fait le choix de se positionner sur l'approche top-down. Les produits proposés par ces sociétés correspondent à des solutions de types produits microstructurés. 3 sociétés apparaissent aujourd'hui comme des acteurs clés :

1- **HEATRIC** – Royaume Uni, CA : 50 millions \$ -

HEATRIC conçoit et fabrique des échangeurs thermiques, et propose aujourd'hui deux appareillages microstructurés de taille macro :

- a. *L'échangeur circuit imprimé ECI* (de l'anglais Printed Circuit Heat Exchanger-PCHE), échangeur compact de très haute résistance, généralement utilisé dans des procédés d'hydrocarbures
- b. *Le PCR*, réacteur chimique incorporant les deux fonctions mélange et échange de chaleur, pour des applications allant du réformage pour piles à combustible, à la production de chimie fine.

2- **CHART** – USA, CA : 305.6 millions \$, Effectifs : 1770 (2004) -

CHART est un fournisseur de systèmes de refroidissement et propose aujourd'hui des échangeurs thermiques et des réacteurs chimiques microstructurés compacts ou de taille macroscopique, comme le réacteur *ShimTec* qui combine les deux fonctions mélange et échange de chaleur, pour des applications de réformage et de synthèse en chimie fine et pharmacie.

3- **ALFA LAVAL** – Suède, CA : 1,6 millions €, Effectifs : 9500 (2004) -

ALFA LAVAL est leader dans le domaine des équipements de séparation, des échangeurs thermiques et du transfert des fluides, et propose aujourd'hui des échangeurs thermiques compacts à plaques.

Au global, les fabricants d'échangeurs thermiques (Heatric ou Chart Marston) et les équipementiers de la filière traditionnelle (Alfa Laval) ont développé une offre commerciale basée sur des échangeurs thermiques microstructurés, tandis que Velocys propose également son savoir-faire sur des réacteurs catalytiques microstructurés.

Aucun acteur industriel majeur n'a été identifié sur les outils de type mélangeur microstructuré.

3. APPLICATIONS CIBLES DES TECHNOLOGIES MICROSTRUCTURES

Malgré la disponibilité sur le marché de certains produits standardisés comme les micro-mélangeurs ou les échangeurs microstructurés, l'utilisation industrielle des outils issus des technologies microstructures est très récente. Elle représente aujourd'hui une trentaine de projets industriels dans le monde, dont la majeure partie se trouve en Europe, et surtout en Allemagne.

Les retours d'expérience sont donc aujourd'hui peu nombreux, et peu d'industriels, hormis quelques acteurs de l'industrie pharmaceutique et de la chimie fine ou de spécialités comme Merck, Degussa, Clariant, BASF ou Rhodia, communiquent sur l'utilisation de ces outils soit sur des projets de recherche et développement ou bien de production industrielle. Ces communications restent bien souvent au niveau d'une description techniques et n'abordent pas les gains économiques et environnementaux obtenus. Il est cependant important de souligner que ces retours d'expérience ne représentent que la partie visible des recherches. De nombreux développements sont aujourd'hui menés en interne de sociétés sans que ces dernières ne communiquent sur ces sujets perçus comme des sujets « brûlants ».

3.1. Critères et logiques d'utilisation de la technologie microstructure

Les différents fournisseurs d'outils issus des technologies microstructures mettent en avant des critères techniques, économiques et écologiques pour promouvoir l'utilisation de leurs produits au niveau industriel (Tableau 2).

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

	Avantages	Limitations
Critères techniques	<ul style="list-style-type: none"> • Meilleure prédictibilité et reproductibilité des phénomènes de transport (diffusion, chaleur, ...) • Amélioration du rendement et de la qualité des produits obtenus • Miniaturisation • Compacité • Automatisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Travail de design important et dépendant de l'application envisagée • Interface avec le monde macro (problèmes de connectique) • Adaptation des systèmes aux phases solides et aux solutions visqueuses • Intégration de systèmes d'analyse miniaturisés délicate
Critères économiques	<ul style="list-style-type: none"> • Scale-up facilité et plus rapide • Passage à un procédé continu • Production sur site ou sur demande 	<ul style="list-style-type: none"> • Coûts d'investissement techniques et humains élevés • Le procédé batch est bien implanté dans les secteurs de la chimie fine et de la pharmacie
Critères écologiques / Sécurité	<ul style="list-style-type: none"> • Meilleur contrôle des réactions • Moindre quantité de déchets 	

Tableau 2. Avantages et limitations des technologies microstructures

De l'avis de ces fournisseurs de solutions techniques, il existe trois cas de figure distincts justifiant l'introduction d'outils issus des technologies microstructures. :

- Utilisation des technologies microstructures pour l'optimisation de réactions chimiques
- Utilisation des technologies microstructures pour l'optimisation de procédés chimiques industriels
- Utilisation des technologies microstructures pour le développement de nouveaux procédés chimiques industriels

3.2. Cas d'étude industriels pour l'optimisation de réactions chimiques

Optimiser une réaction chimique consiste à déterminer les meilleures conditions opératoires (température, nature des solvants, concentrations des réactifs,...) de façon à améliorer le rendement et la pureté des produits de réaction. L'utilisation des technologies microstructures est étudiée pour trois grandes familles de réactions chimiques :

-
- *les réactions dangereuses*, qui présentent des risques d'accidents graves, voire majeurs (incendie, explosion, pollution, intoxication...)

Exemple industriel retenu : réaction de diazotation

- *les réactions difficiles à mettre en œuvre au niveau industriel*. Ces réactions présentent des difficultés diverses, liées à l'instabilité ou à la sensibilité des intermédiaires réactionnels et des produits de réaction, à l'énergie d'activation élevée requise, ou au nombre important de sous-produits formés.

Exemple industriel retenu : polymérisation radicalaire

- *les réactions à très fort échange thermique*, qui dégagent une quantité importante de chaleur, et qui peuvent être exothermiques ou endothermiques (problèmes liés au phénomène de l'emballement thermique, ...).

Exemple industriel retenu : époxydation du propène

3.2.1. Cas n°1 : réaction de diazotation (Clariant)

La production de pigments organiques peut être réalisée par réaction de diazotation. Cette réaction peut être dangereuse à cause de la décomposition des réactifs mis en jeu, libérant de l'azote.

CPC-Systems et Clariant ont démontré qu'il était possible de concevoir, pour une production pilote, un micro-réacteur compatible avec des composés sous forme solide s'affranchissant des problèmes de colmatage.

En passage à une production continue en micro-réacteur, la conversion est supérieure à 99 % et les coproduits sont à l'état de traces, avec des qualités de produit final améliorées.

Clariant a d'ailleurs lancé un programme de recherche sur les micro-réacteurs en 1999, qui a débouché début 2004 sur l'ouverture du centre de compétences sur la technologie des microréacteurs baptisé C3-MRT, afin de développer l'utilisation de cette technologie en interne et de commercialiser les équipements à des tiers.

3.2.2. Cas n°2 : réaction de polymérisation radicalaire (Siemens Axiva)

L'équipementier Siemens Axiva cherchait à améliorer le processus de mélange d'un procédé de polymérisation radicalaire d'acrylate afin d'empêcher l'encrassement du mélangeur statique dû à la formation des chaînes de polymère (projet Corapol, COntinuous RAdical POLymerization).

La solution a été d'installer un micro-mélangeur en amont du mélangeur statique afin d'obtenir une distribution uniforme des réactifs (mélange monomère + initiateur + solvant), démontrant ainsi qu'il était possible d'intégrer une microstructure dans une installation industrielle existante (procédé Bayer).

L'intégration de 28 micro-mélangeurs permet aujourd'hui d'atteindre une capacité de production s'élevant à 2 000 tonnes / an.

3.2.3. Cas n°3 : époxydation du propène (projet DEMIS)

L'époxydation du propène par le peroxyde d'hydrogène gazeux est une réaction très exothermique, pouvant être explosible.

Dans le cadre du projet DEMIS (Demonstrationsprojekt zur Evaluierung der Mireaktionstechnik in Industriellen Systemen), l'Université Technique de Chemnitz a développé en collaboration avec le chimiste Degussa et l'équipementier Uhde un réacteur industriel microstructuré permettant de conduire cette réaction dans les conditions de température optimales.

Les micro-canaux du réacteur (d'une hauteur de 4 m et d'un diamètre de 1,4 m) ont subi un traitement de couche à base de silicate de titane, permettant la catalyse. Il s'agit véritablement du premier exemple industriel d'utilisation d'un réacteur microstructuré.

Le projet, d'une durée de 4 ans (2001-2005), a été financé à hauteur de 4,6 millions d'euros par le BMBF¹, avec la participation des universités

¹ BMBF : Bundesministerium für Bildung und Forschung, ministère allemand de l'Enseignement et de la Recherche

d'Erlangen-Nürnberg et de Darmstadt, et du Max-Planck-Institut de Mülheim-an-der-Ruhr.

3.3. Optimisation de procédés chimiques industriels

Au-delà de ces aspects réactionnels, les outils issus des technologies microstructures sont introduits notamment en chimie fine pour leur capacité à améliorer le rendement et la pureté de produits à forte valeur ajoutée. En effet, en travaillant dans des conditions réactionnelles plus poussées dans une logique d'intensification des procédés, de meilleurs rendements sont généralement observés par rapport à l'utilisation d'un réacteur conventionnel. Les conditions opératoires étant en outre finement contrôlées, la formation de sous-produits ou de produits de dégradation est très limitée, conduisant ainsi à des produits de meilleure pureté.

3.4. Développement de nouveaux procédés chimiques industriels

Les technologies microstructures sont également employées pour leur capacité à gagner du temps dans les phases de scale-up, particulièrement dans l'industrie pharmaceutique.

En plus de la diminution des coûts de production, les entreprises pharmaceutiques jouent en effet sur la rapidité de mise sur le marché d'un principe actif pour rester compétitives. Les départements R&D cherchent ainsi à réduire la durée des phases de scale-up (passage du pilote laboratoire à la production à l'échelle) de 10 à 6 ans environ.

Dans ce cadre, les technologies microstructures présentent un double intérêt. Elles sont, d'une part, un outil parfaitement adapté aux phases de recherche dans la mesure où ces dernières ne requièrent que de faibles quantités de matière. D'autre part, la possibilité de les faire fonctionner en parallèle (logique du «numbering-up») facilite grandement les changements d'échelle de production.

4. SYNTHÈSE

Les technologies microstructures sont développées depuis une quinzaine d'années et reposent sur une structuration des outils de production à l'échelle de la centaine de microns, tirant ainsi profit de comportements fluidiques et réactionnels originaux.

Les outils issus de ces technologies peuvent intervenir à tous les niveaux d'un procédé, de la réaction chimique aux opérations de traitement en passant par le contrôle et l'analyse, et la gestion de la fluide.

Aujourd'hui, seuls les outils liés à la réaction chimique sont l'objet d'une véritable offre commerciale pour des logiques de production. Les premiers produits disponibles concernent des micro-outils comme des micro-mélangeurs, micro-échangeurs, micro-réacteurs, ou des outils dits « microstructurés » comme des réacteurs ou des échangeurs microstructurés.

D'autres types d'outils sont actuellement en cours de développement, notamment pour l'acquisition et le traitement de l'information et les opérations de traitement (micro-pompes, micro-chromatographie).

Deux types d'acteurs ont été identifiés pour la fabrication de ces outils : les équipementiers traditionnels dans une logique de miniaturisation et des start-ups issues de centres technologiques.

L'utilisation de ces outils se fait encore aujourd'hui dans une logique de cas par cas, principalement sur des réactions chimiques réputées difficiles et/ou dangereuses. Ils sont également choisis pour leur capacité à améliorer les rendements et à produire des substances de haute pureté. Ils permettent en outre de réduire le temps nécessaire au scale-up d'une ligne de production.

CHAPITRE 3

LES TECHNOLOGIES MICROSTRUCTURES EN FRANCE : SAVOIR-FAIRE ET BESOINS DES INDUSTRIELS

SYNTHESE DU CHAPITRE

- La France possède une position prometteuse sur certaines compétences jugées clés pour le développement des technologies microstructures, notamment en génie chimique et en micro-engineering, à la fois d'un point de vue académique et industriel.
- La France possède par contre une position beaucoup plus modeste en industrialisation, avec un savoir-faire industriel balbutiant, voire inexistant, en raison d'un nombre réduit d'équipementiers et de compagnies d'engineering.
- L'analyse des besoins et attentes des industriels français fait apparaître deux positionnements : un premier positionnement regroupant la pharmacie, la chimie fine et la chimie de spécialités comme secteurs d'application les plus prometteurs pour les micro-outils dans une logique court terme, et un second regroupant les gaz industriels, les produits pétroliers et la chimie organique de base comme secteurs d'application les plus prometteurs pour les outils microstructurés dans une logique plus long terme. A noter également que ces secteurs sont demandeurs de micro-outils en R&D.

Ce chapitre a pour objectif de mettre en perspective le savoir-faire des acteurs académiques et industriels français et les attentes des industriels français.

Il s'organise en deux parties distinctes :

- Dans un premier temps, *un bilan des compétences clés en France* nécessaires au développement d'outils issus des technologies microstructures est réalisé. Ce bilan s'appuie sur l'interrogation d'une trentaine d'experts académiques et industriels.
- Dans un second temps, *les besoins et attentes des industriels* français en terme de nouveaux procédés de fabrication en général, et en terme de technologies microstructures en particulier, seront abordés. Cette partie repose sur l'interrogation d'une trentaine d'industriels répartis sur les secteurs clés d'application des technologies microstructures. Cette deuxième partie s'attachera également à faire ressortir les impacts attendus liés à l'utilisation des technologies microstructures.

1. BILAN DES COMPETENCES CLES ET DES SAVOIR-FAIRE ACADEMIQUES ET INDUSTRIELS EN FRANCE

1.1. Identification des compétences

5 compétences ont été considérées comme savoir-faire clés dans le développement de solutions de type microstructures, micro-outils ou outils microstructurés :

– **Compétence « Catalyse »**

La réalisation de réactions catalytiques en micro-réacteur ou réacteur microstructuré est un des axes de recherche actuels dans le domaine des technologies microstructures. Ces développements nécessitent des compétences poussées en catalyse et en sciences des matériaux, en particulier pour la conception et la fabrication du catalyseur et du support catalytique, pour le dépôt du catalyseur sur une surface microstructurée, pour la caractérisation de l'activité catalytique...

– **Compétence « Génie chimique et Procédés »**

Le génie chimique est la science de la mise en œuvre des procédés de transformation de matières premières en produits fonctionnels. Il intervient donc de façon primordiale dans toute recherche académique ou industrielle liée aux microstructures (analyse des bilans et équilibres cinétiques, thermiques, thermodynamiques...). La modélisation des différents phénomènes de transport via des logiciels spécialisés apporte également une aide précieuse.

– **Compétence « Microfluidique »**

La microfluidique est l'étude et la manipulation des fluides aux petites échelles. Elle intervient dans l'étude de toutes les opérations élémentaires de stockage, mélange, filtration, extraction et détection des fluides dans un micro-outil, et, de façon plus générale, dans un micro-système.

– **Compétence « Industrialisation »**

L'industrialisation recouvre l'ensemble des savoir-faire nécessaires au dimensionnement, à l'installation et à la gestion d'une unité de fabrication de composés chimiques, d'un point de vue technique et économique. Cette compétence est nécessaire pour l'intégration d'un système issu de la technologie microstructure dans une installation industrielle.

– **Compétence « Micro-engineering »**

Le micro-engineering concerne les activités liées à la fabrication d'un réacteur microstructuré, depuis la mise en forme d'un matériau à l'échelle micro (LIGA, photolithographie), jusqu'à la réalisation finale d'une pièce du réacteur (micro-canaux, micro-valves...). Il fait appel à des compétences poussées en sciences des matériaux, traitement de surface et simulation numérique.

1.2. Principaux acteurs

Une trentaine d'acteurs académiques et industriels ont été identifiés sur les 5 compétences retenues (figure 14). Suite aux différents entretiens téléphoniques réalisés, chacun de ces acteurs a fait l'objet d'une fiche récapitulative reprenant les éléments suivants :

- Fiche d'identité de l'acteur interrogé (identité, localisation géographique, nombre de collaborateurs...)
- Principales compétences et thématiques identifiées
- Produits et technologies liées aux microstructures en développement
- Renommée et collaborations

Ces fiches sont présentées en annexe (cf. document PowerPoint « *Microréacteur_Phase2_Alcimed_Minefi_29mai06* »)

<u>Compétences retenues</u>	<u>Principaux acteurs académiques</u>	<u>Principaux acteurs industriels</u>
Catalyse	<ul style="list-style-type: none"> • LGPC (Lyon) • IRC (Lyon) • IEM-GPM (Montpellier) 	<ul style="list-style-type: none"> • Axens (IFP, Lyon) • Saint-Gobain (Cavaillon)
Génie Chimique / Procédés	<ul style="list-style-type: none"> • LGC (Toulouse) • LSGC (Nancy) • CEA-GRETh (Grenoble) • IEM-GPM (Montpellier) 	<ul style="list-style-type: none"> • Prosim (Toulouse) • Aspen (Paris) • IFP (Lyon)
Microfluidique	<ul style="list-style-type: none"> • LOF (Bordeaux) • ESPCI-MMN (Paris) • CEA-LETI (Grenoble) • LAAS (Toulouse) 	<ul style="list-style-type: none"> • Aucun acteur français identifié
Industrialisation	<ul style="list-style-type: none"> • LGPC (Lyon) • LSGC (Nancy) 	<ul style="list-style-type: none"> • De Dietrich (Zinswiller) • Nordon Cryogénie (Golbey) • Citex (Technip, Lyon) • Processium (Lyon) • IFP (Lyon) • ESI Group (Paris/Lyon)
Micro-engineering	<ul style="list-style-type: none"> • LAAS (Toulouse) • CEA-LETI (Grenoble) • ONERA (Palaiseau) 	<ul style="list-style-type: none"> De nombreux acteurs présents dont : • Diatomic (Tarbes) • CTI (Nîmes)...

en gras : acteurs dont la compétence citée est une compétence de cœur

Figure 14. Principaux acteurs académiques et industriels identifiés

1.3. Evaluation des compétences

Au global, l'analyse des éléments recueillis au cours des différents entretiens permet d'évaluer le potentiel de la France sur chacune de ces compétences. Pour chaque compétence, ce potentiel a été évalué au travers de 5 critères :

– Critère n°1 : **la force académique**

Ce critère prend en compte le nombre de laboratoires ou de centres de recherche identifiés, ainsi que les investissements humains et financiers associés.

– Critère n°2 : **la force industrielle**

Ce critère prend en compte le nombre d'acteurs industriels identifiés, ainsi que les investissements humains et financiers associés.

– Critère n°3 : **le niveau de compétence**

Ce critère évalue le degré d'avancement du savoir-faire dans le domaine des technologies microstructures.

– Critère n°4 : **la renommée internationale**

Ce critère reflète la reconnaissance de la France à un niveau international sur la compétence considérée, notamment par la participation à des projets ou programmes nationaux et/ou internationaux.

– Critère n°5 : **l'intérêt pour un futur projet**

Ce critère traduit la volonté de s'impliquer dans un futur projet lié à la technologie microstructure (participation aux discussions, investissements techniques, humains, financiers...).

Pour mener à bien l'évaluation de chaque compétence, chaque critère est noté sur une échelle de notation allant de 1 à 5. Un critère présentant un potentiel très faible reçoit une note de 1, alors qu'un critère présentant un potentiel très élevé reçoit une note de 5.

Au global, une note est attribuée à chaque compétence en moyennant l'ensemble des notes attribuées à chacun des 5 critères. Cette note finale reflète le potentiel de la France sur la compétence étudiée.

1.3.1. Evaluation : catalyse

Sur la compétence « catalyse », la France possède un savoir-faire académique reconnu mondialement, avec notamment un noyau à Lyon constitué de l'IFP, l'IRC et du LGPC-CPE. Ces équipes sont déjà impliquées dans les technologies microstructures, avec des thématiques concernant la catalyse industrielle ou la production d'énergie. Cependant, ce savoir-faire ne se concrétise pas au niveau industriel, même si l'on peut compter sur la présence d'Axens, toujours à Lyon, filiale de l'IFP positionnée sur la catalyse industrielle ou sur Saint-Gobain en tant que fournisseur de supports catalytiques.

Même si l'IFP reste aujourd'hui encore très sceptique sur le devenir de cette technologie, les autres centres académiques ont exprimé leur volonté de s'impliquer dans un futur projet de démonstration.

Compte tenu de ces éléments, la note globale évaluant la compétence catalyse en France s'élève à 2,8 / 5 (figure 15).

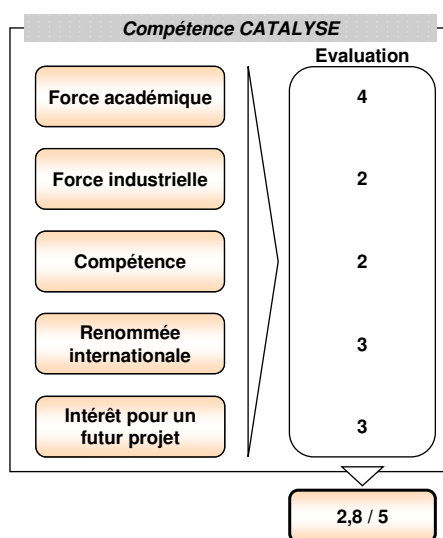


Figure 15. Evaluation de la compétence catalyse

1.3.2. Evaluation : génie chimique / procédés

La France jouit d'une position relativement forte dans le domaine du génie chimique et des procédés. Elle bénéficie d'une concentration académique reconnue au niveau mondial sur Lyon, Nancy et Toulouse, avec près de 200 chercheurs permanents, qui s'implique dans des projets ambitieux comme IMPULSE (détails page 71) et compte dans ses rangs des acteurs industriels sensibilisés prêts à s'investir, même si ces derniers sont moins avancés sur la question des microstructures (Nordon, Processium...). Ces acteurs académiques et industriels ont de plus manifesté un intérêt très marqué de participation aux futurs développements autour des technologies microstructures sans pour autant se positionner comme acteurs clés dans la structuration des initiatives. Compte tenu de ces éléments, la note globale évaluant la compétence génie chimique/procédés en France s'élève à 4,4 / 5 (figure 16).

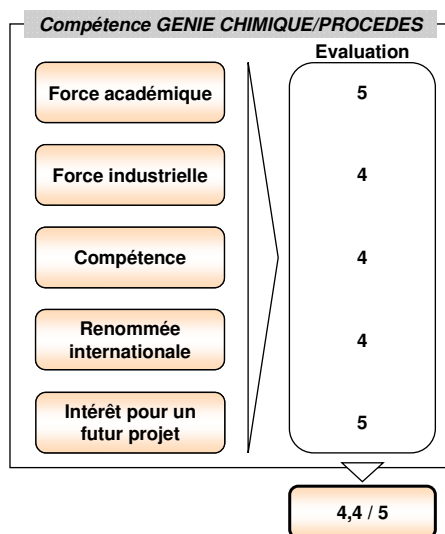


Figure 16. *Evaluation de la compétence génie chimique/procédés*

1.3.3. Evaluation : microfluidique

La France dispose également de bons atouts académiques sur cette compétence et peut compter un début d'intérêt de la part des industriels. La communauté microfluidique en France rassemble 150 chercheurs autour du « Réseau Microfluidique », avec le LAAS, le LOF, le CEA-LETI, l'ESPCI-MMN... Cette communauté possède un fort savoir-faire en Sciences de la Vie, qui commence à être valorisé dans le domaine de la Chimie, avec déjà quelques réalisations.

Si aujourd'hui aucun acteur français en composants microfluidiques n'a été identifié, il faut noter l'attrait marqué de la part de Rhodia pour la microfluidique, avec l'inauguration en 2004 du « Laboratoire du Futur » (LOF), qui vise à démontrer les apports de la microfluidique à l'industrie.

Compte tenu de ces éléments, la note globale évaluant la compétence microfluidique en France s'élève à 3,4 / 5 (figure 17).

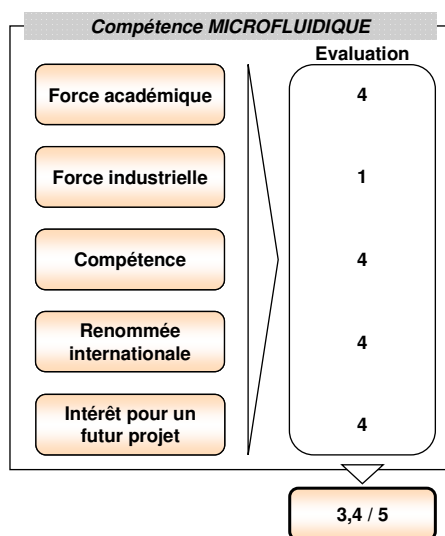


Figure 17. *Evaluation de la compétence microfluidique*

1.3.4. Evaluation : industrialisation

Si la France compte de bonnes compétences académiques, avec une recherche orientée autour des procédés et des installations à Nancy, Toulouse et Lyon, elle souffre malheureusement d'un manque d'implication et de connaissance concernant la réalisation industrielle.

Des acteurs industriels tels que Technip ou Nordon, reconnus dans leur métier, mais pas dans le domaine des réacteurs microstructurés, sont pour l'instant en phase d'attente, et restent assez sceptiques sur les apports des technologies microstructures au niveau industriel, même s'ils manifestent un certain intérêt pour des développements futurs.

Compte tenu de ces éléments, la note globale évaluant la compétence industrialisation en France s'élève à 2 / 5 (figure 18).

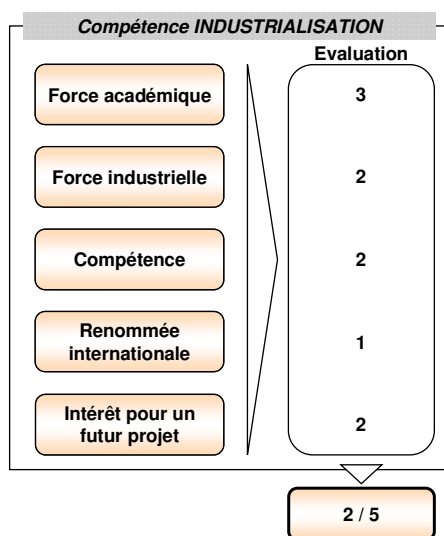


Figure 18. *Évaluation de la compétence industrialisation*

1.3.5. Evaluation : micro-engineering

La France possède une position forte en micro-engineering tant d'un point de vue académique qu'industriel. Des laboratoires comme le CEA, le FEMTO, ou le LAAS ont une renommée internationale et regroupent près de 100 chercheurs permanents. Ces compétences peuvent être renforcées par des tissus industriels de PME-PMI très performants qui pourraient être impliqués dans des développements futurs autour des technologies microstructures :

- pôle des Microtechniques, autour de Besançon
- pôle MINATEC à Grenoble
- pôle de la micromécanique dans la vallée de l'Arve (Haute-savoie).

La France jouit en outre d'une visibilité mondiale par la présence de pôles de compétitivité et de collaborations actives avec des laboratoires étrangers déjà reconnus dans ce domaine.

Si les acteurs académiques expriment aujourd'hui un intérêt sans réserve à participer à un projet lié aux technologies microstructures, il faudra convaincre et inclure de futurs partenaires industriels.

Compte tenu de ces éléments, la note globale évaluant la compétence micro-engineering en France s'élève à 4,2 / 5 (figure 19).

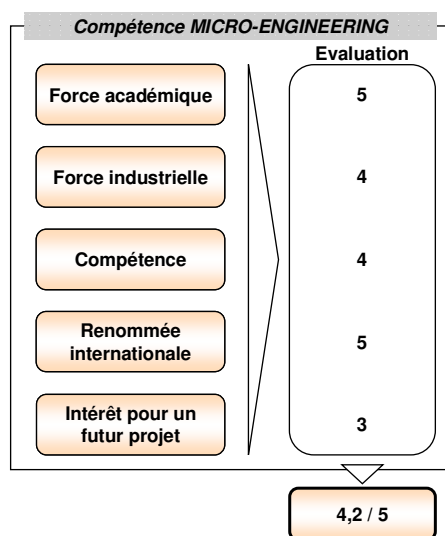


Figure 19. *Evaluation de la compétence micro-engineering*

1.4. Synthèse des compétences de la France

En conclusion, la France possède une position prometteuse en génie chimique / procédés ainsi qu'en micro-engineering, avec de bonnes compétences académiques et industrielles, renforcées par des collaborations existantes entre ces différents acteurs. Elle possède par ailleurs de bonnes compétences académiques dans les domaines de la catalyse et de la microfluidique, mais souffre d'un manque de « champions nationaux » au niveau industriel.

Enfin, la position de la France est plus modeste en industrialisation, avec un savoir-faire industriel aujourd'hui balbutiant, voire inexistant. L'intérêt des acteurs de l'industrialisation reste aujourd'hui limité pour intégrer des réacteurs microstructurés à des installations industrielles (figure 20).

Il ressort de cette analyse que les véritables enjeux se situent aujourd'hui dans la capacité à :

- créer des passerelles entre ces différentes compétences et plus généralement entre le monde académique et industriel
- identifier des « porteurs de projets » au niveau industriel pour garantir la mise en place et les développements des projets futurs.

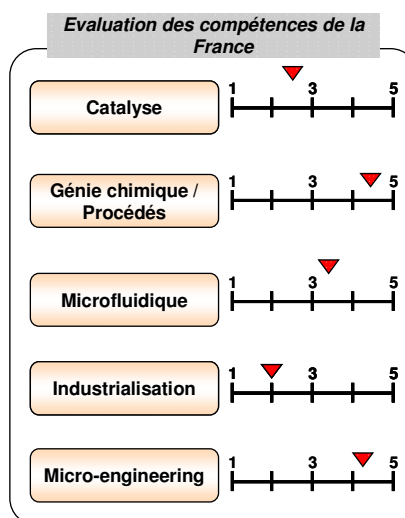


Figure 20. Synthèse des compétences de la France

D'un point de vue géographique, les compétences académiques liées aux microstructures sont majoritairement présentes en Rhône-Alpes et en Midi-Pyrénées (figure 21), tandis que les compétences industrielles sont majoritairement localisées en Rhône-Alpes (figure 22).

Le tissu académique et industriel lié à ces compétences est souvent supporté par des pôles déjà existants, surtout en Rhône-Alpes (figure 23). Par ailleurs, l'existence d'autres pôles en France permettra le moment venu de compléter l'éventail des compétences et savoir-faire mobilisables (pôle Matériaux Innovants – Produits Intelligents (MIPI) par exemple).

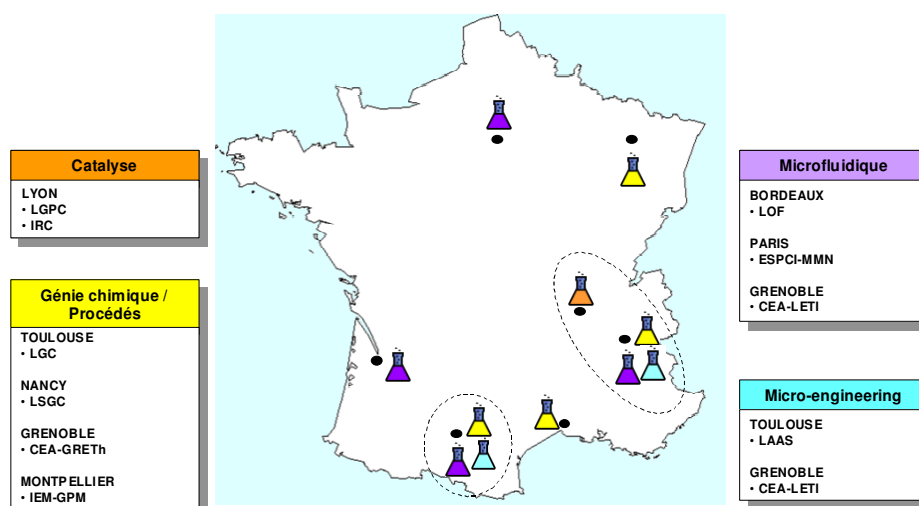


Figure 21. Synthèse des compétences académiques en France

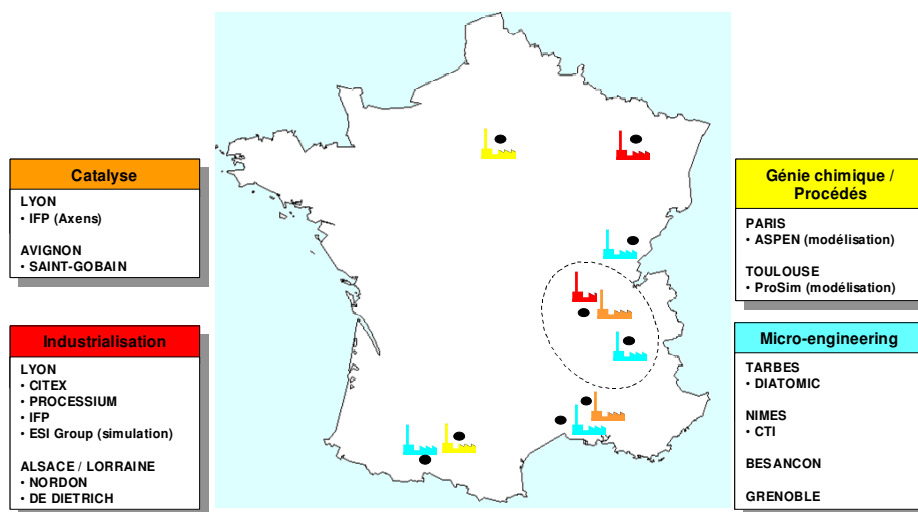


Figure 22. Synthèse des compétences industrielles en France

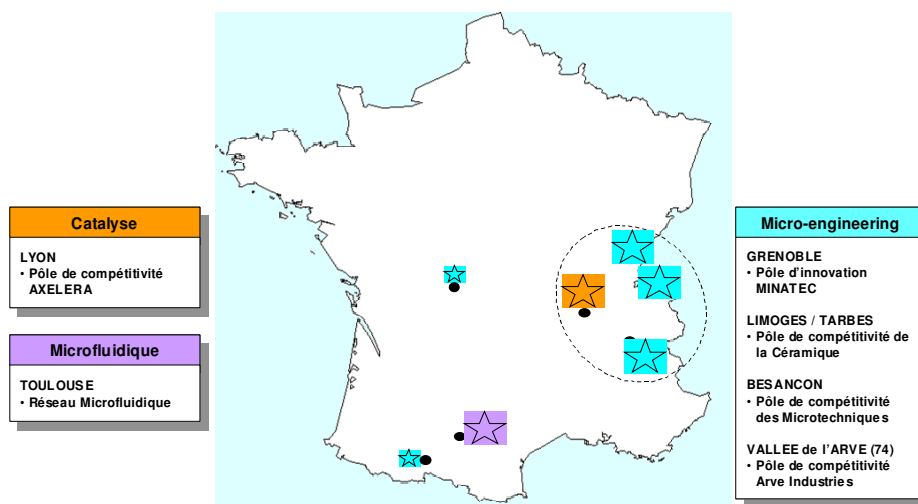


Figure 23. Synthèse des pôles existants en France

2. BESOINS ET ATTENTES DES INDUSTRIELS FRANÇAIS

Six secteurs de l'industrie chimique ont été retenus pour l'analyse des besoins et attentes des industriels français sur le sujet des technologies microstructures, et de façon plus générale, en terme d'équipements de production.

Il s'agit des secteurs suivants :

- Gaz industriels
- Produits pétroliers
- Chimie organique de base
- Chimie fine et pharmacie
- Chimie de spécialités

En annexe figurent quelques données macro-économiques pour chacun de ces secteurs afin de rappeler le poids qu'ils représentent dans l'industrie française.

2.1. Secteur des gaz industriels

2.1.1. Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés

Dans le domaine des gaz industriels, les besoins et attentes exprimés concernent les deux principaux procédés de production que sont le procédé cryogénique et le réformage catalytique.

Le procédé cryogénique est basé sur la séparation des différents constituants de l'air (azote, oxygène, argon) dans une colonne de

rectification en fonction de leur point de liquéfaction (-196°C pour l'azote, -185°C pour l'oxygène). L'air est comprimé, traité puis refroidi jusqu'à liquéfaction avant distillation. Ce procédé, bien éprouvé, est continu.

Les innovations attendues concernent plutôt la colonne de rectification et la turbine cryogénique, qui sont les équipements critiques du procédé.

Le réformage catalytique à haute température du gaz naturel est utilisé pour la production d'hydrogène (800-900°C, catalyseur à base de nickel). La réaction est très endothermique et nécessite un apport continu d'énergie. Ce procédé, bien éprouvé, est continu.

Le réacteur catalytique ainsi que les échangeurs thermiques associés sont des éléments critiques de ce procédé. Actuellement, les principales attentes se situent sur l'amélioration des rendements, notamment sur la partie réacteur de réformage.

2.1.2. Pertinence des technologies microstructures pour ce secteur

Les échangeurs et les réacteurs microstructurés suscitent l'intérêt du secteur des gaz industriels pour leur efficacité énergétique et leur compacité.

Le secteur des gaz industriels cherche aujourd'hui à diminuer les coûts de production. Les pistes explorées pour relever ce défi concernent aussi bien la réduction des coûts d'entretien (*via* la diminution de taille des équipements, notamment la colonne de rectification ou les échangeurs thermiques), la réduction des coûts de transport (production délocalisée chez le client), ou la réduction des coûts de production (en jouant sur la compacité des installations, ou en recherchant des équipements de meilleure efficacité énergétique).

Ce secteur exprime donc un certain intérêt pour des solutions technologiques innovantes liées à l'efficacité énergétique, la compacité et le concept portatif, qui permettent de produire au coût le plus bas. Dans ce cadre, leur attention se porterait sur des échangeurs milli- ou microstructurés résistants à la corrosion, ainsi que sur des réacteurs catalytiques milli- ou microstructurés à rendements élevés.

Sans réelle preuve de faisabilité à l'échelle industrielle à son actif dans le domaine des gaz, les technologies microstructures devront faire face à des verrous d'ordres techniques et économiques : réalisation de réactions catalytiques de réformage, résistance des équipements aux conditions extrêmes de température et de pression, coûts d'investissements élevés en regard du prix de revient des gaz industriels...

Par ailleurs, dans ce secteur, les outils actuels issus des technologies microstructures ne convainquent pas les industriels interrogés. Ces outils sont plutôt perçus comme des gadgets et non pas comme des solutions industriels viables. Par contre, les industriels interrogés restent convaincus que de nouvelles générations de produits microstructurés, adaptés à leurs conditions opératoires, pourraient être tout à fait envisagés dans leurs activités.

2.1.3. Impacts attendus de la technologie microstructure

Dans un marché très concurrentiel et dynamique (à titre d'exemple, le marché de la fabrication d'hydrogène est estimé à 368 M\$ pour l'année 2005, avec une croissance annuelle de 10-15%), l'introduction des outils microstructurés permettrait l'accroissement de la compétitivité des entreprises par réduction de leurs coûts de production, et ainsi d'asseoir au niveau mondial la position d'acteurs clés français comme Air Liquide.

2.2. Secteur des produits pétroliers

2.2.1. Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés

Les besoins et attentes exprimés pour la production et le raffinage de produits pétroliers concernent majoritairement les équipements thermiques ou de séparation.

La production de pétrole (en particulier la production off-shore) fait appel à des techniques très sophistiquées et coûteuses, notamment au niveau des

échangeurs thermiques, en raison du prix élevé du m² sur une plateforme. Les pétroliers ont ainsi recours à l'utilisation d'échangeurs compacts depuis environ une quinzaine d'années. Peu de besoins et attentes ont été exprimés, hormis sur des milliéchangeurs thermiques compacts capables de supporter des pressions élevées (100 bars), uniquement proposés aujourd'hui par Heatric.

Pour la partie raffinage, les procédés sont éprouvés et ont peu évolué depuis 30 ou 40 ans. Les équipements sont lourds (échangeurs thermiques à gros débits par exemple) et très fiables. Les besoins et attentes concernent les colonnes à distiller (distillation séparative) et les échangeurs de chaleur, qui sont les éléments critiques du process.

Des besoins et attentes ont également été exprimés sur l'unité de désulfuration, dont l'efficacité repose en partie sur celle de son réacteur catalytique, que l'on cherche sans cesse à améliorer pour satisfaire les différentes évolutions réglementaires.

2.2.2. Pertinence de la technologie microstructure pour ce secteur

Le secteur pétrolier, très conservateur, montre néanmoins de l'intérêt pour des technologies compactes de bonne efficacité séparative et énergétique, dans la mesure où ces technologies permettent d'accroître l'efficacité de la distillation pour récupérer le maximum de coupes et perdre le minimum de brut. Le secteur pétrolier cherche également à valoriser ses coupes lourdes pour convertir les résidus de la distillation sous vide en produits légers, afin de s'adapter à l'évolution du marché (diminution de la demande en fiouls lourds).

Dans ce cadre, le secteur pétrolier a particulièrement montré de l'intérêt pour des échangeurs thermiques compacts de fiabilité excellente, et ayant une bonne efficacité énergétique.

Outre certains verrous techniques (tonnages élevés, produits visqueux, réalisation de réactions catalytiques), l'introduction de la technologie microstructure dans cette branche se heurte principalement à des verrous d'ordre humain : le secteur pétrolier est très conservateur, et les rares

innovations technologiques sont plutôt attendues sur la partie distillation et ne concerneront que les nouvelles installations ou les rénovations, pour limiter les risques d'arrêt d'une unité de raffinage, surtout dans le contexte actuel de flambée des prix du pétrole.

A l'image du secteur des gaz industriels, les industriels interrogés perçoivent les micro-outils actuels comme des gadgets. Par contre ils sont tout à fait prêts à considérer des solutions microstructurées compatibles avec leurs procédés.

2.2.3. Impacts attendus de la technologie microstructure

Considérées comme non prioritaires, les innovations liées aux outils microstructurés auraient un impact positif à court terme sur l'environnement et à plus long terme sur les coûts de production.

Un réacteur microstructuré pourrait en effet aider à accroître l'efficacité de l'unité de désulfuration (H.D.S.), donc aider à réduire les émissions de soufre. L'H.D.S. a pour objectif de réduire la teneur en soufre de la coupe gazole par traitement à l'hydrogène. Cette coupe ayant une teneur en soufre de l'ordre de 1% avant traitement, elle doit être désulfurée dans sa quasi-totalité pour satisfaire aux directives européennes de plus en plus restrictives. Les investissements réalisés aujourd'hui sont liés aux directives européennes de 2005 et 2009 sur la teneur en soufre des carburants.

A plus long terme, les technologies microstructures permettraient de réduire les coûts de production, notamment par le gain de place offert et par le gain d'efficacité énergétique associé.

2.3. Secteur de la chimie organique de base

2.3.1. Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés

Peu de besoins et attentes concernant de nouvelles technologies de production ont été exprimés dans ce secteur où les procédés sont parfaitement éprouvés.

Les procédés utilisés, dédiés à la production des grands intermédiaires de la chimie organique (éthylène, propylène, benzène, styrène...) et des polymères et matières plastiques (PE, PP, PVC, polyamides...), sont des procédés continus de gros tonnages (100 000 à 200 000 T/an pour une unité), opérationnels depuis 10 à 30 ans (ex. : vapocraqueur pour l'obtention d'éthylène, procédés d'extraction pour les composés aromatiques, procédé catalytique de polymérisation du styrène...).

Les besoins et attentes concernent plutôt l'automatisation des procédés existants et le dégoulotage (remodelage d'une installation industrielle existante pour lui permettre de dépasser sa capacité de production théorique) que les réacteurs ou les échangeurs. Néanmoins, la recherche de nouveaux catalyseurs permettant d'améliorer le rendement des procédés reste toujours d'actualité.

2.3.2. Pertinence de la technologie microstructure pour ce secteur

Ce secteur a toutefois montré de l'intérêt pour les aspects sécurité et sélectivité offerts par les outils microstructurés, en particulier dans le cas d'un réacteur catalytique milli- ou microstructuré. Il est également intéressant de noter que le design des installations est plus souple que pour la partie raffinage, les progrès technologiques étant bien souvent proposés par les équipementiers eux-mêmes lors des rénovations ou réparations.

Les verrous à lever pour l'introduction de la technologie microstructure dans le secteur de la chimie organique de base sont principalement d'ordre technique : les exemples de procédés catalytiques en microstructure sont encore peu nombreux et doivent pouvoir assurer des tonnages importants. Le secteur de la chimie de base est également un secteur possédant relativement peu de budget pour renouveler ses installations, hormis en ce qui concerne la sécurité.

2.3.3. Impacts attendus de la technologie microstructure

Bien que le bilan 2005 de la pétrochimie française soit positif, avec par exemple une production d'éthylène et de propylène en hausse (1% et 3% respectivement), aucune capacité d'extension en France ne semble prévue, mais quelques rénovations d'unités sont en cours ou programmées.

Les industriels sont inquiets de la hausse des prix des matières premières et de l'énergie, qu'ils ont de plus en plus de difficultés à répercuter sur leurs prix. De ce fait, ils sont frileux sur leurs dépenses liées aux nouveaux équipements, hormis sur les dépenses liées à la sécurité. Les équipements pouvant apporter une amélioration du rendement pourraient cependant accroître la production, et par répercussion, accroître la compétitivité des entreprises.

2.4. Secteurs de la chimie fine et de la pharmacie

2.4.1. Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés

La chimie fine élabore, à partir de produits issus de la chimie de base, des molécules complexes grâce à la mise en oeuvre des grandes réactions de la synthèse organique. Ce secteur exige un processus de recherche et de

développement intense et propose des produits à très forte valeur ajoutée (par exemple à destination de l'industrie pharmaceutique).

Les procédés de synthèse mis en œuvre sont complexes et variés (concept de « Multi-Purpose Plants » = « usine multi-produits »), et peuvent quelquefois être dangereux ou délicats : condensation, nitration, phosgénation, hydrogénation, bromation, méthylation, sulfonation, oxydation nitrique...

Les secteurs de la chimie fine et de la pharmacie utilisent ainsi de façon quasi-exclusive des réacteurs de type « batch » (taille variable, de 60 L à 15-20 m³) car chaque synthèse nécessite de repenser l'outil de production, pour des productions allant de quelques dizaines de kilogrammes à quelques dizaines/centaines de tonnes.

Les besoins et attentes exprimés par ces secteurs concernent la résolution de certains problèmes liés à l'utilisation de réacteurs batch : problèmes d'inertie, temps de séjour, existence de gradients, reproductibilité des lots. Des besoins et attentes plus précis ont été exprimés sur des micro-réacteurs catalytiques et des micro-échangeurs thermiques (gain d'efficacité) ou sur certains outils annexes (instrumentation et capteurs).

2.4.2. Pertinence de la technologie microstructure pour ces secteurs

Les micro-outils peuvent aujourd'hui répondre aux grands défis des secteurs de la chimie fine et de la pharmacie, que sont la sécurité et la chimie verte, mais ils se heurtent à de nombreux verrous techniques, économiques et humains.

Dans ces deux secteurs où des procédés variés et complexes sont mis en oeuvre, la sécurité des procédés et la gestion du risque sont en effet des thématiques récurrentes, allant de pair avec certaines thématiques liées à la chimie verte : substitution de solvants, utilisation de bio-ressources, recherche de nouvelles voies de synthèse, réduction de la quantité de déchets produits... Par ailleurs, en raison de la très forte valeur ajoutée des composés synthétisés, ces deux secteurs recherchent constamment l'amélioration de la qualité et du rendement des procédés. Dans ce cadre, le passage batch-continu pourrait être une opportunité très intéressante.

Les micro-outils apportent aujourd'hui de nombreuses réponses à ces interrogations. Les acteurs interrogés sont en grande partie convaincus de l'intérêt scientifique et technique des technologies microstructures, qui permettent d'obtenir une qualité de produit continue et la réalisation de réactions dangereuses ou difficiles. Dans ce cadre, les secteurs de la chimie fine et de la pharmacie ont montré un intérêt très marqué pour des micro-réacteurs catalytiques, multi-phasiques et des micro-échangeurs encore plus performants. Ces deux secteurs industriels représentent à l'heure actuelle les principaux débouchés industriels des technologies microstructures.

Cependant, en dépit de la sensibilisation de ces deux secteurs à cette technologie, les acteurs français interrogés se plaignent d'un manque d'information et de communication sur le sujet et ont du mal à projeter leurs procédés actuels dans la technologie microstructure.

Celle-ci possède une image très académique et encore peu industrielle, si bien que les micro-outils sont actuellement plutôt considérés comme une aide à la recherche et au développement.

La transition vers la production industrielle devra faire face à des verrous à la fois d'ordre technique (réalisation de réactions multi-phasiques et nettoyabilité des micro-canaux pour raisons réglementaires) ; économiques (preuves de viabilité économique à apporter, problème du numbering-up, chiffrages sur un cas concret, coût de développement en regard du cycle de vie des produits...) et même humains : les micro-outils se heurteront à la suprématie du réacteur batch comme outil de production. En outre, le passage batch/continu est perçu comme un choc culturel important.

2.4.3. Impacts attendus de la technologie microstructure

Les grands acteurs de la chimie fine en France et en Europe sont mis en difficulté sur le marché pharmaceutique par la concurrence des acteurs asiatiques, et notamment indiens. En Europe sont conservés les savoir-faire de pointe pour la synthèse d'intermédiaires à haute valeur ajoutée et de principes actifs innovants, tandis que l'Asie produit les matières premières et certains intermédiaires à coûts réduits. Les micro-outils pourraient ainsi permettre aux grands groupes de conserver une partie de

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

leurs procédés en France ou en Europe, en garantissant la traçabilité de la qualité des produits synthétisés.

A côté des poids lourds du secteur (européens comme Lonza, Clariant, Degussa) existent des spécialistes français (comme PCAS) et un réseau de PME-PMI focalisées sur des marchés porteurs ou certaines niches technologiques, qui pourraient bénéficier d'un gain de compétitivité et d'une image innovante.

De plus, les micro-outils sont bien adaptés techniquement aux réactions difficiles à réaliser (stabilité, contrôle thermique, ...) généralement associées à des synthèses de haute valeur ajoutée.

Le nombre de réalisations industrielles faisant appel aux micro-outils reportées en Europe, et au Japon est d'ailleurs en augmentation : micro-réacteur pour la synthèse de pigments chez Clariant, micro-réacteur pour l'isomérisation de la vitamine D3 chez Toray au Japon...

2.5. Secteur de la chimie de spécialités

2.5.1. Besoins et attentes concernant les équipements et les procédés

La chimie de spécialités fabrique des produits possédant des propriétés bien définies comme la peinture, les vernis et encres d'imprimerie, les explosifs, les colles, produits cosmétiques ...dans des tonnages très variables, allant de 1 000 à 100 000 tonnes par an.

Les procédés sont de type continu ou semi-continu selon le tonnage, mais l'on peut recenser quelques procédés en batch pour certaines réactions particulières (estérifications ou sulfonations délicates).

Les besoins et attentes concernent tout type de solutions permettant de maîtriser la rentabilité d'un procédé (prise en compte globale des coûts d'investissements, des coûts de fabrication, des prix du marché...). Dans cette optique, des échangeurs de chaleur ou des réacteurs à efficacité améliorée sont recherchés.

De plus, les apports d'un micro-mélangeur seraient susceptibles d'intéresser des formulateurs (fabricants d'intermédiaires ou de formules pour les industries de la cosmétique et de la peinture), pour la réalisation d'émulsions fines par exemple.

Les solutions technologiques permettant d'améliorer la sélectivité d'un procédé sont également très recherchées.

2.5.2. Pertinence de la technologie microstructure pour ce secteur

Les acteurs de la chimie de spécialités ne se sentent aujourd'hui pas forcément concernés par de nouvelles technologies de production qui sont un facteur peu différenciant selon eux, dans la mesure où les procédés sont éprouvés et où l'objectif est aujourd'hui de réduire les coûts énergétiques.

Malgré les apports en terme de sécurité, gestion des risques et réduction de la quantité de déchets, les outils de production microstructurés ne sont pas reconnus pour leurs gains économiques. Toutefois, des réacteurs et/ou des échangeurs permettant de réduire les coûts énergétiques et d'améliorer la sélectivité des procédés suscitent l'intérêt.

Les verrous à franchir sont à la fois d'ordre technique et économique : les procédés sont souvent multi-phasiques et les tonnages assez importants ; d'autre part, ce secteur cherche à maîtriser ses coûts et ne souhaite pas forcément investir dans de nouvelles technologies de production sans preuve de viabilité économique du nouveau procédé.

2.5.3. Impacts attendus de la technologie microstructure

Ce secteur, composé de logiques industrielles diverses, pourrait bénéficier d'un regain de compétitivité grâce à la réduction de sa facture énergétique.

En effet, la chimie de spécialités est sensible à l'augmentation du prix des matières premières et des coûts de transport, mais reste attractive en raison d'un commerce extérieur excédentaire. Par ailleurs, de forts contrastes sont observés : fort repli dans les encres d'imprimerie, les colles et les secteurs liés à l'agriculture (produits phytosanitaires et engrais), tandis que l'activité des peintures confirme sa reprise, en étant soutenue dans le bâtiment et mais affaiblie dans l'automobile. Pour les cosmétiques, les segments de production s'appuient fortement sur l'offre de nouveaux produits développés grâce à de nouvelles technologies (notamment les nanotechnologies).

La technologie microstructure, en favorisant de meilleurs rendements et/ou de meilleurs échanges thermiques, pourrait réduire les coûts de production et la facture énergétique. Elle pourrait de plus conduire à une qualité des produits améliorée grâce à une meilleure sélectivité des procédés. Ceci pourrait se traduire par un accroissement de la compétitivité des entreprises.

2.6. Synthèse des besoins et attentes des industriels français

L'analyse des besoins et des attentes des industriels interrogés dans le cadre de cette étude permet d'identifier deux comportements distincts. Ces comportements sont directement liés au type d'outils (issus des technologies microstructure) utilisé.

Ainsi, si l'offre des micro-outils (micro-échangeurs, micro-réacteurs, ...) est considérée, ce sont les secteurs de la pharmacie, de la chimie fine et de la chimie de spécialités qui expriment le plus fort intérêt (figure 24). Cet intérêt repose en particulier sur :

- l'adéquation des micro-outils avec les modes de production de ces secteurs (faible volume, forte valeur ajoutée)
- disponibilité actuelle des produits
- l'apport technique indéniable (amélioration des rendements, puretés, nouvelles réactions accessibles, ...)

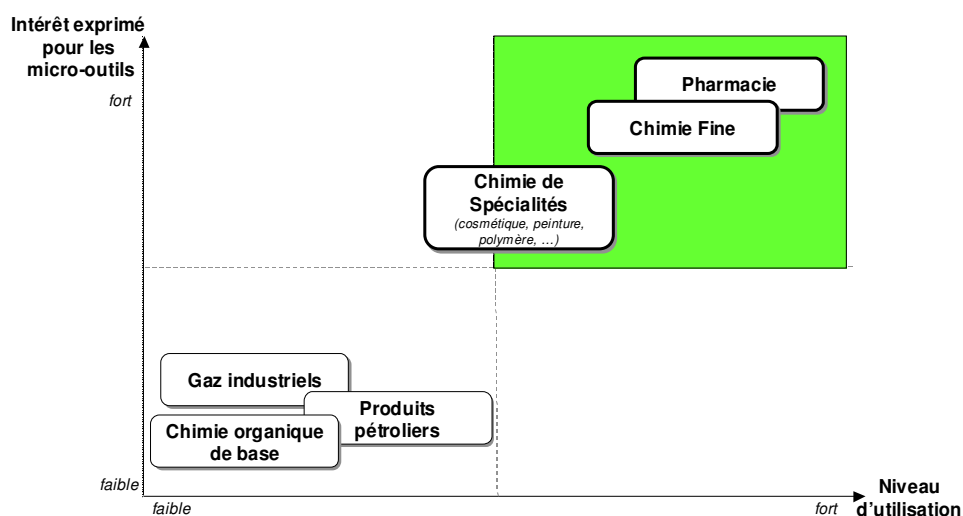


Figure 24. Synthèse : micro-outils

Si l'offre des outils microstructurés est maintenant considérée (réacteurs microstructurés, échangeurs microstructurés, ...), ce sont les secteurs des gaz industriels, des produits pétroliers et de la chimie organique qui expriment leur intérêt (figure 25). Même si aujourd'hui, la disponibilité de ces outils est faible, les industriels voient dans ces derniers la possibilité de maintenir une forte compétitivité, d'augmenter la productivité et de diminuer les coûts de production. Par ailleurs, les notions de sécurité et de développement durable participent à l'attrait pour ces solutions. Mais il convient également de noter que ces secteurs (gaz industriels, produits pétroliers, chimie organique) formulent un intérêt pour les micro-outils dans le cadre de leurs projets de développement, avec comme principale force motrice la diminution des coûts et des temps d'industrialisation.

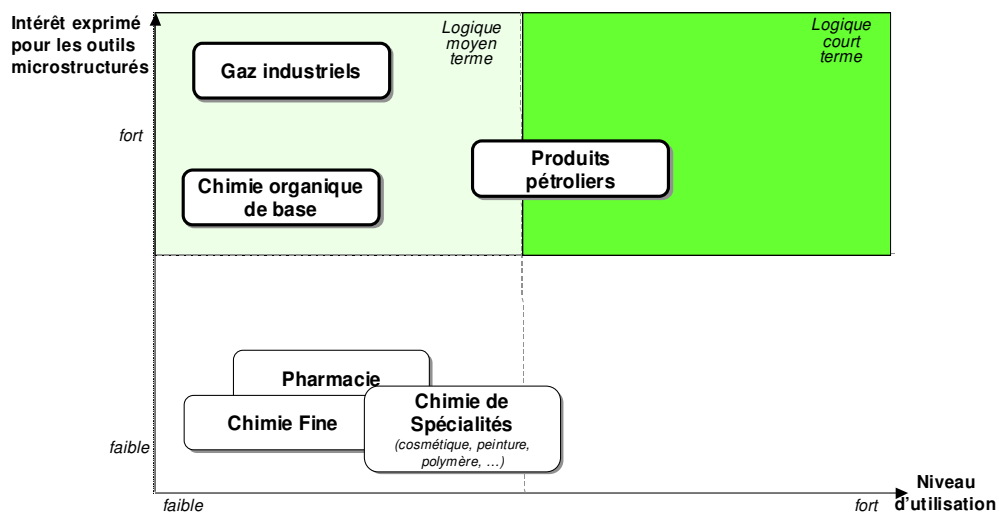


Figure 25. Synthèse : outils microstructurés

CHAPITRE 4

POSITION DE LA FRANCE DANS UN ENVIRONNEMENT INTERNATIONAL

SYNTHESE DU CHAPITRE

- L'Allemagne est le leader mondial dans le domaine, avec une position forte reconnue des acteurs académiques et industriels.
- Le Japon menace la suprématie de l'Allemagne, en allouant des budgets annuels importants et en favorisant le passage à l'échelle industrielle.
- En Europe, la Grande-Bretagne et les Pays-Bas sont au coude à coude pour la place de dauphin. La Grande-Bretagne a fait le choix de l'intensification des procédés, tandis que les Pays-Bas font preuve d'une réelle dynamique de création d'une filière technologique.
- Les Etats-Unis possèdent une excellente compétitivité au niveau mondial, en dépit d'un manque de structuration des actions universitaires et industrielles.
- La France apparaît comme légèrement en retrait, mais peut capitaliser sur sa force académique et un début de structuration des actions impliquant recherche académique et partenaires industriels.

1. L'EUROPE : LE PROJET IMPULSE ET 3 PAYS MOTEURS

En Europe, les actions liées à la technologie microstructure sont portées par trois pays moteurs : l'Allemagne, la Grande-Bretagne et les Pays-Bas, ainsi que par l'existence d'un projet européen regroupant les actions de 8 pays autour d'une thématique liée à l'usine chimique de demain : le projet IMPULSE.

1.1. Le projet IMPULSE, pour la production chimique de demain

Le projet intégré IMPULSE est une initiative européenne de recherche et de développement, qui correspond aux objectifs de recherche de la thématique NMP 3 du 6^{ème} PCRD (« Nanotechnologies and nanosciences, knowledge based multifunctional materials, new production processes and devices »).

Projet subventionné à hauteur de 10,5 millions d'euros par l'Union Européenne, IMPULSE cherche dans les micro-technologies les clés pour inventer l'usine chimique de demain. Une approche originale qui vise un double objectif : produire plus propre et plus sûr et conforter le leadership européen dans le secteur de la chimie (2 millions d'emplois directs assurant le quart de la production mondiale).

IMPULSE vise à concevoir l'architecture des procédés et des équipements autour de la chimie. La nouvelle approche est la conception multi-échelle structurée, à savoir la technologie micro intégrée pour une production macro. Cela veut dire intégrer les micro-éléments, comme les micro-mélangeurs, les micro-réacteurs et les échangeurs thermiques compacts

lorsqu'ils sont plus efficaces, dans l'unité de production avec d'autres unités "macros" plus performantes.

IMPULSE regroupe douze partenaires universitaires (CNRS, IMM, FZK...) possédant des compétences en génie chimique, génie catalytique, microréaction, sécurité... issus de six centres de recherche et de six universités, dont les trois laboratoires français suivants : LSGC-Nancy, LGC-Toulouse, LGPC-Lyon.

Du côté industriel, IMPULSE regroupe quatre producteurs de composés chimiques (GSK, Degussa, P&G, Solvent Innovation) et quatre sociétés de services (Britest, Siemens, Dechema, ARTTIC).

1.2. Position de l'Allemagne, le pays leader

L'Allemagne est le pays précurseur dans le domaine des microstructures.

Aujourd'hui pays leader d'un point de vue tant académique qu'industriel, l'Allemagne a fait le choix de développer une véritable filière autour de la technologie microstructure, portée par de nombreux projets stratégiques. Parmi ceux-ci, le projet DEMIS est reconnu comme la première véritable réalisation industrielle des microstructures pour l'industrie chimique.

La recherche académique allemande, portée par des universités et des centres de recherche indépendants, est mondialement reconnue pour son avance et sa capacité à réaliser le transfert technologique de ses travaux, tandis que les industriels, fabricants, intégrateurs ou utilisateurs finaux sont très fortement impliqués, en travaillant en étroite collaboration avec les centres universitaires. On retrouve ici une des forces des projets allemands qui n'hésitent pas à associer très tôt dans le processus de développement, à la fois les compétences académiques et les compétences industrielles (sociétés d'engineering, équipementiers, clients finaux).

1.2.1. Les principaux acteurs académiques

De nombreux laboratoires académiques et centres de recherche indépendants travaillent sur les microstructures et la micro-chimie en général, dans une approche multi-disciplinaire.

Les Universités de Darmstadt, Chemnitz, Aachen, Erlangen-Nürnberg, ou Dortmund investissent leurs compétences en matériaux, catalyse, génie chimique, microfluidique... dans la recherche sur les micro-outils ou les outils microstructurés.

De grands centres de recherche technologique indépendants regroupant de nombreuses compétences en chimie et sciences de la vie travaillent depuis près de quinze ans sur les outils miniaturisés (micro-réacteurs, micro-mélangeurs, micro-échangeurs, puces, lab-on-chip...). Les plus renommés sont IMM, FZK, IMTEK, ACA Berlin, Max-Planck-Institut et l'institut Fraunhofer ICT (grâce à son programme FAMOS, dont les thématiques de recherche concernent les micro-systèmes en céramique ou le dépôt de catalyseurs...).

Historiquement premier pays à étudier cette problématique, l'Allemagne démontre son avance par une communication scientifique et un nombre de spin-offs important. L'ensemble des équipes de recherche publie ses travaux et participe massivement à tous les congrès internationaux (IMRET, μ TAS, Achema...), ce qui leur assure une reconnaissance internationale. Les spin-offs issues des centres de recherche perdurent et deviennent des PME, traduisant ainsi une avance académique en réalisations techniques. Elles proposent une offre commerciale très vaste *via* des acteurs comme CPC, MikroGlas, Ehrfeld (micro-réacteurs silicium, verre...).

1.2.2. Les principaux acteurs industriels

Aujourd'hui, les principaux fournisseurs d'outils issus de la technologie microstructure sont les centres de recherche eux-mêmes (IMM, FZK) ou les spin-offs issues de ces centres de recherche (Ehrfeld, MikroGlas, Little Things Factory, Bartels, Syntics...), qui proposent des outils miniaturisés

dans une approche « bottom-up » (micro-mélangeurs, micro-réacteurs, micro-échangeurs...).

Atotech adopte une approche « top-down » et propose des micro-échangeurs métalliques à l'échelle millimétrique (Ardex).

Les intégrateurs et sociétés d'engineering (Uhde, Lurgi, Siemens) s'impliquent fortement dans les projets destinés à permettre l'utilisation de l'échelle micrométrique au niveau industriel. Ainsi Uhde a été un acteur essentiel du projet DEMIS, en travaillant en étroite collaboration avec Degussa et l'Université de Chemnitz.

De nombreuses sociétés s'intéressent de très près aux applications de la technologie microstructure pour la production chimique, de façon publique par la diffusion de communiqués de presse ou bien silencieusement... Parmi les acteurs allemands communiquant sur cette technologie, on compte Degussa, Merck, BASF, Bayer, Schering, ou Clariant ; beaucoup d'entre eux ont travaillé ou travaillent d'ailleurs en collaboration avec IMM ou FZK, dans une logique de filière.

1.2.3. Les principaux programmes

Outre le projet de démonstration DEMIS évoqué précédemment, deux programmes liés aux microstructures sont en cours en Allemagne.

Le projet de recherche stratégique MicroChemTec (Modular Micro Chemical Engineering) a été lancé en 2001, sur la base de discussions au sein de la Dechema, avec des financements issus de la Dechema, du BMBF, de la VDI-VDE.

Au-delà de la création d'un véritable réseau regroupant académiques et industriels, l'objectif est de promouvoir l'utilisation des micro-techniques pour le process chimique (élaboration d'une boîte à outils contenant des objets de taille micro compatibles entre eux, travail sur la connectique macro / micro, investigations sur les futurs composés micro, démonstration des bénéfices de la miniaturisation...)

Les membres du réseau comptent les acteurs les plus avancés sur ces thématiques, à savoir Corning, MikroGlas, Schering, BASF, Degussa, Fraunhofer-ICT, IMM, Siemens, Ehrfeld, Bayer, Syntics ou Merck...

Un nouveau programme de recherche sur les micro-systèmes, baptisé « Microsystem », a été lancé récemment pour une durée de 5 ans (2004-2009), à hauteur de 260 millions d'euros, financés par le BMBF.

Les thématiques abordées dans ce nouveau programme toucheront notamment l'instrumentation, la micro-réaction et les micro-piles à combustible.

1.3. Position de la Grande-Bretagne

La Grande-Bretagne aborde la recherche sur les technologies microstructures dans une approche d'intensification des procédés et commence à la valoriser par la création de spin-offs.

Cette thématique permet notamment de rassembler acteurs académiques et industriels autour d'un réseau thématique, le réseau PIN, « Process Intensification Network », créant ainsi une ébauche de filière technologique sur cette problématique.

1.3.1. Les principaux acteurs académiques

La recherche académique liée à l'intensification des procédés en Grande-Bretagne a débuté il y a près de vingt ans grâce au Professeur Colin Ramshaw, alors collaborateur d'ICI.

Elle est aujourd'hui portée par six grands laboratoires universitaires. L'Université de Manchester, l'Université de Hull, l'Université de Newcastle, l'Imperial College de Londres, l'Université de Cranfield et l'University College of London comptent parmi les acteurs incontournables de la recherche académique liée aux micro-outils et outils microstructurés. Ces équipes de recherche font appel à ces outils dans une volonté d'améliorer des procédés déjà existants. Elles communiquent de façon régulière leurs résultats dans les journaux scientifiques spécialisés et participent à de nombreux congrès, ce qui leur assure une bonne visibilité internationale (conférences du BHR Group, PIN meeting, IMRET).

La recherche académique britannique cherche aujourd'hui à valoriser son travail par le dépôt de brevets et la création de spin-offs.

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

L'Université de Hull a ainsi déposé six brevets depuis 2002 et a créé en mars 2006 la société ChemtriX, conjointement avec LioniX, spin-off de l'Université de Twente, pour proposer des micro-réacteurs aux industriels de la pharmacie et de la chimie fine.

1.3.2. Les principaux acteurs industriels

Une offre commerciale autour des technologies microstructures commence à apparaître en Grande-Bretagne.

Les spin-offs telles que Protensive (Université de Newcastle) ou ChemtriX (Université de Hull) proposent des micro-réacteurs ou des micro-mélangeurs et ont une approche plutôt « bottom-up ».

Les équipementiers / intégrateurs traditionnels comme Heatric ou BHR Group ont une approche « top-down » et proposent des outils (réacteurs et échangeurs) dont la structuration est à l'échelle sub-millimétrique.

Par ailleurs, de nombreuses sociétés d'engineering de toute taille existent autour de l'intensification des procédés en Grande-Bretagne.

Protensive, acteur incontournable en Grande-Bretagne, propose de nouveaux équipements d'intensification (« Spinning Disc Reactor ») et son expertise sur l'amélioration des procédés (réduction des coûts, réalisation du scale-up). BHR Group, historiquement intégrateur « traditionnel », se présente désormais comme une société de conseil en intensification des procédés (le quart des effectifs du groupe est dédié à cette activité), capable de réaliser l'audit complet d'un procédé chimique en vue de son amélioration. BHR Group cherche à organiser un projet de démonstration, collabore avec IMM, Heatric et Chart et organise régulièrement des congrès internationaux.

Du côté des utilisateurs finaux, on note un intérêt marqué de la part de l'industrie pharmaceutique et en particulier de GSK, via la création d'une spin-off sur un de ses sites de production : la société Syrris.

1.3.3. Les principaux programmes

Il n'y a pas aujourd'hui en Grande-Bretagne de programmes nationaux comparables aux programmes allemands.

Toutefois, le réseau « Process Intensification Network » (PIN) existe depuis une dizaine d'années et se charge de mettre en relation par des congrès et une newsletter les différents acteurs de l'intensification des procédés de toute nationalité, pour favoriser des collaborations éventuelles.

PIN compte aujourd'hui plus de 400 membres (50 % académiques, 50% industriels), très majoritairement européens, parmi lesquels Protensive, BHR Group, P&G, BP, Alfa Laval, Heatric, Rhodia, l'AIChE ...

Les projets universitaires liés à l'intensification des procédés sont soutenus par l'EPSRC, à l'aide d'une enveloppe de 1,5 millions d'euros en 2005 et début 2006, deux appels à projets ont été lancés par le gouvernement pour un montant de 10 millions d'euros.

1.4. Position des Pays-Bas

Les Pays-Bas possèdent une position d'outsider en Europe sur les thématiques de recherche liées aux microstructures. Pays ayant choisi la voie d'une filière technologique, les Pays-Bas s'appuient sur une recherche académique très dynamique, valorisée par la création de spin-offs, et l'implication des industriels néerlandais dans les programmes de recherche, qu'ils soient fabricants de microsystèmes, intégrateurs ou utilisateurs finaux.

1.4.1. Les principaux acteurs académiques

La recherche académique liée à la micro-chimie est principalement portée aux Pays-Bas par trois grands centres multi-disciplinaires depuis environ huit ans.

L'université Technique d'Eindhoven a été précurseur sur le sujet. Ses recherches portent sur le développement de nouvelles configurations (déposition de catalyseur, réacteur liquide-gaz, exploitation de l'échelle micro pour des réacteurs métalliques). L'université de Twente exploite ses

compétences en microfluidique et travaille depuis peu sur des thématiques liées à la chimie (intégration de capteurs, réaction haute pression en microréacteur), dans le cadre de l'institut MESA+ (institut multidisciplinaire pour les micro- et nano-technologies). L'Université Technique de Delft utilise quant à elle des micro-réacteurs dans le cadre de ses travaux de recherche sur l'intensification des procédés.

Ces groupes de recherche publient régulièrement leurs résultats dans des journaux scientifiques (20 à 30 publications par an) et participent aux grandes conférences internationales. Les Universités encouragent de plus la création de spin-offs et le dépôt de brevets (assistance d'un juriste, mise à disposition de locaux et accès aux équipements), avec succès puisque la plupart des spin-offs, créées sur le modèle allemand, perdurent. Citons, à titre d'exemple les sociétés Lionix, Micronit et Aquamarijn.

1.4.2. Les principaux acteurs industriels

Les principaux fournisseurs de technologie identifiés aux Pays-Bas sont les spin-offs issues des grands centres de recherche citées ci-dessus : Aquamarijn (fabrication de membranes céramiques microstructurées pour la filtration et l'émulsion), Lionix (outils de microfluidique pour la chimie et les Sciences de la Vie), Micronit (lab-on-chip en verre) ou Nanomi (membranes microstructurées fabriquées par photolithographie, pour l'élaboration d'émulsion, de bulles...).

La filiale européenne de la société d'engineering Zeton a montré son intérêt pour les réacteurs microstructurés en élaborant 4 petites installations « pilote » pour l'Université Technique d'Eindhoven, dans une logique proche du projet allemand DEMIS.

Les industriels néerlandais futurs utilisateurs n'hésitent pas à s'impliquer dans des programmes nationaux ou des collaborations bi-latérales avec les universités et les fournisseurs de technologie. Si historiquement ces thématiques intéressaient les acteurs de la chimie fine et de la pharmacie, comme DSM ou Organon; d'autres secteurs témoignent récemment de leur intérêt : Shell pour le réformage d'hydrogène, ou Engelhart pour le dépôt de catalyseurs sur des micro-canaux métalliques.

1.4.3. Les principaux programmes

Pas moins de quatre programmes nationaux incluant les microstructures comme thématique-phare ont été recensés, en particulier le programme « Process-on-a-chip » résolument tourné vers la production chimique.

Le programme « MicroNed », financé par le gouvernement depuis 2002 à hauteur de 28 millions d'euros, a pour objectif d'approfondir la connaissance actuelle des technologies liées aux microsystèmes et aux MEMS, avec une attention particulière sur les verrous rencontrés pour l'utilisation de ces objets dans l'industrie.

Le programme « NanoNed », dont les financements gouvernementaux s'élèvent à 235 millions d'euros, a pour objectif d'organiser un réseau national sur les nanotechnologies entre huit centres de recherche et Philips, pour financer des projets de recherche sur les lab-on-chip, micro- et nanosystèmes pour la chimie et les sciences de la vie.

Le programme « Process-on-a-chip », conjointement financés par le ministère de l'économie et des partenaires industriels (DSM, Organon, Lionix, Micronit, Bronkhorst, Aquamarijn) à hauteur de 8,2 millions d'euros pour 5 ans (2003-2008) a pour objectif de réaliser la passerelle entre la chimie et la micro-technologie pour réaliser un prototype industriel sur puce.

Enfin un nouveau programme, baptisé « Open Technology » sera mis en place prochainement, financé par la Fondation Technologique des Pays-Bas. Les thématiques concernent des projets apportant une rupture technologique pour l'industrie, et donc concernent les microstructures.

1.5. Synthèse de la position européenne

L'Europe possède donc une position relativement forte sur la technologie microstructure, avec trois pays aujourd'hui moteurs sur cette thématique : l'Allemagne, le pays pionnier, qui possède aujourd'hui une position de leader mondial dans ce domaine, la Grande-Bretagne et son réseau actif de 400 membres au sein du « Process Intensification Network », et les

Pays-Bas, avec pas moins de 4 programmes nationaux d'envergure incluant les réacteurs microstructurés et les micro-systèmes pour la chimie.

D'autres initiatives européennes ont également été identifiées, majoritairement autour de la synthèse organique, en Europe du Nord et en Europe de l'Est. En Autriche, DSM a installé une unité pilote en collaboration avec FZK, qui a conduit à la fabrication de 300 tonnes d'un polymère en 10 semaines. Les laboratoires de l'Université Technologique de Varsovie ou de l'Institut de Chimie de Prague sont rattachés au programme IMPULSE. Enfin, en Suisse, l'Université de Neuchâtel a ouvert un centre de microtechniques et s'intéresse à la production d'énergie, tandis que l'ETH-Zürich a entamé une collaboration avec le MIT pour la synthèse de glycosides.

2. LES ETATS-UNIS

Les Etats-Unis ont acquis une certaine visibilité au niveau mondial, notamment grâce à leur recherche académique, portée par une petite dizaine de laboratoires autour de la production d'énergie. Cependant, contrairement aux choix européens qui ont plutôt privilégié une logique de filière, les développements de solutions de type microstructure ne sont pas gérés dans le cadre de coordinations ou de programmes nationaux, et l'essor industriel des différents outils repose sur des développements ponctuels d'acteurs.

2.1. Les principaux acteurs académiques

La recherche académique liée aux technologies microstructures est portée par quelques grandes universités aux Etats-Unis, les plus emblématiques étant le MIT et le NJCMCS.

La plupart des universités ont pour thématique de recherche l'application des microstructures au secteur énergétique. Citons comme exemples l'Université de l'Oregon et la Clarkson University (production de biodiesel dans un réacteur microstructuré), le Georgia Institute of Technology et le Pacific Northwest National Laboratory (sources d'énergie portatives, piles à combustible), l'Université du Delaware et du Nouveau-Mexique (réformage du méthanol et production d'hydrogène), CPAC (consortium université / entreprises).

Les deux centres académiques les plus réputés sont le MIT (Department of Chemical Engineering, Pr. K. Jensen) et le NJCMCS (Pr. R. Besser). Le groupe du Pr. Jensen développe des micro-systèmes pour la chimie et la biologie, et s'intéresse parallèlement à la simulation multi-échelle de procédés. Le groupe du Pr. Besser travaille essentiellement avec le Department of Defense (DoD) sur le développement de sources portatives d'énergie.

Les recherches liées aux micro-systèmes pour la chimie ont commencé à être visibles aux Etats-Unis à partir de 1999-2000. La participation

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

américaine aux congrès internationaux s'accroît (plusieurs conférences prévues à l'IMRET 2006), et les universités encouragent les chercheurs à promouvoir leurs travaux par la création de spin-offs.

2.2. Les principaux acteurs industriels

Il n'y a pas aujourd'hui de réseau lié aux microstructures aux Etats-Unis, mais plutôt un développement unitaire d'acteurs (fabricants ou utilisateurs finaux) quels que soient les secteurs concernés (domaine énergétique, chimie organique, sciences de la vie...).

Velocys est un acteur incontournable des réacteurs microstructurés aux Etats-Unis, et s'intéresse à la réaction de Fisher-Tropsch et au réformage du méthanol (plus de 70 millions de dollars d'investissements). InnovaTek, spécialisé dans le développement durable, a annoncé au printemps 2006 le développement d'un réformeur microstructuré pour la production de biodiesel. En outre, un certain nombre de sociétés (CLP, EVG, Cascade Microtech, ...) proposent des micro-outils (puces, capteurs...) destinés aux secteurs de la chimie et des sciences de la vie.

Les industriels s'intéressent aux microtechniques, mais peu de communications sont reportées à l'heure actuelle. BMS vient de conclure une collaboration avec le NJCMCS et Lucent Technologies sur un projet concernant une réaction d'hydrogénation pour un montant de 2,4 millions de dollars). D'autres acteurs de la chimie fine ou de la pétrochimie déclarent s'intéresser à la technologie : Dow, Pfizer, UOP...

2.3. Les principaux programmes

Il n'y a pas aujourd'hui de coordination nationale autour des microstructures. Les initiatives sont bi-latérales, bien souvent conclues entre une université et un industriel ou le DoD par exemple.

Ceci tient au fait que les laboratoires travaillent « à la demande ».

Le Department of Defense (DoD) ou le Department of Energy (DoE) ont par exemple lancé des appels à projets en direction des laboratoires sur les thématiques suivantes : « Production d'hydrogène » et « Industries du futur pour les économies d'énergie ». Les laboratoires de recherche évaluent

Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006

ensuite les solutions à mettre en place, la solution « microstructure » pouvant être une solution possible parmi d'autres choix technologiques.

2.4. Synthèse de la position des Etats-Unis

Les Etats-Unis ont opté pour une voie différente de la voie européenne. Avec une dizaine de laboratoires académiques engagés dans la recherche liée aux microstructures, les projets sont majoritairement financés par le DoD et le DoE, pour la production locale d'énergie et le développement de nouvelles technologies pour l'économie d'énergie (réformage, Fisher-Tropsch). Les initiatives au niveau régional ou national restent donc assez limitées ; de leur côté les acteurs industriels restent discrets sur leurs projets.

3. LE JAPON

Le Japon a initié dès 2002 l'ambitieux programme de recherche MPCT pour le développement de nouveaux procédés chimiques utilisant la micro-réaction, avec une très forte implication des différents partenaires académiques et industriels, autant du côté fabrication que du côté utilisation.

3.1. Les principaux acteurs académiques

L'étude « PAMIR », réalisée en 2002, ne remarquait aucune effervescence particulière au Japon sur la thématique « microstructure ». Depuis, la présence japonaise aux différents congrès internationaux a explosé (5 papiers à l'IMRET 2001, 30 à l'IMRET 2005) et les acteurs européens et américains s'accordent à dire que les Japonais ont développé une recherche très compétitive, qu'il faut redouter, protégée par le dépôt systématique de brevets.

En cinq ans, la recherche académique japonaise a donc réussi à s'imposer au niveau mondial, et est reconnue comme étant extrêmement compétitive.

3 grands centres de recherche technologique se partagent aujourd'hui la recherche académique sur les microstructures, en compagnie d'une petite dizaine d'autres universités, aux compétences plus spécifiques. Il s'agit de :

- *Kyoto Intensive Research Center* (micro-réacteurs pour les réactions d'oxydation, de Grignard, la production d'hydrogène, la formation d'émulsion, 15 permanents)
- *Kanagawa Intensive Research Center* (fonctions de mélange, d'extraction et de séparation sur puces, micro-pompes, micro-HPLC, micro-capteurs, 25 permanents)
- *Tokyo Institute of Technology* (simulation des phénomènes de transport, étude d'adsorption sur micro-canaux, 10 permanents).

3.2. Les principaux acteurs industriels

Les fournisseurs de technologie sont aujourd'hui les centres de recherche qui fabriquent généralement leurs micro-systèmes. DaiNippon Screen travaille sur un prototype de micro-réacteur métallique à destination de l'industrie pharmaceutique, pour diminuer le temps du « Drug Discovery ».

De nombreux équipementiers s'intéressent également de près à la thématique « micro-chimie » et sont dans une logique de miniaturisation de leurs équipements (instrumentiers tels que DKK-TOA ou Horiba). Deux entreprises d'engineering sont impliquées dans le projet MCPT et participent activement à l'élaboration des projets pilotes au Japon (environ dix installations pilotes sont actuellement en cours de fonctionnement) : Asahi Engineering et Mitsui Engineering.

L'effervescence est très marquée de la part des industriels utilisateurs finaux, avec des projets tournant autour de la production énergétique (Toshiba a par exemple développé en mars dernier un micro-réacteur pour la production d'hydrogène à partir de DME) ou autour de la synthèse organique (Ube Industries pour l'oxydation de Swern en collaboration avec IMM, Kinki, Toray pour l'isomérisation de la vitamine D3...).

Deux installations pilotes chez Nippon Shokubai (réaction de Grignard, 8 tonnes / an) et Idemitsu Kosan (réaction de polymérisation, 10 tonnes / an) ont fait l'objet d'une forte communication.

3.3. Les principaux programmes

Le programme MCPT, lancé en 2002, soutient des actions de recherche expérimentale et technologique contribuant au développement de nouveaux procédés chimiques utilisant la micro-réaction. Il repose sur une mise en commun des efforts de R&D des participants au projet : entreprises des secteurs de la chimie, de la mécanique de précision et équipementiers et universités, avec le soutien administratif et financier du METI et du NEDO (budget de 8,1 millions d'euros). Officiellement clôt en 2005, le NETO envisage une suite à ce programme.

Le programme MCPT s'organise en trois grands axes de recherche : « Micro-chimie pour la production industrielle », « Microchips » et

Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006

« Systèmes pour la micro-chimie », chacun faisant intervenir une équipe constituée d'une dizaine d'industriels, chapeautés par un ou deux centres de recherche.

Les thématiques de recherche sont très larges et concernent le design de surface d'un micro-réacteur, micro-mélangeur pour élaboration d'émulsions, séparateur à micro-membranes, micro-absorbeurs...

Le programme MCPT rassemble 28 partenaires industriels parmi lesquels : Idemitsu, Ube, Nippon Steel Chemical, Sumitomo Bakelite, Mitsubishi Gas Chemical Company, Shimadzu, Kyoto Electronics Manufacturing, Hitachi Chemical ; 3 centres de recherche : Kyoto Intensive Research Center, Kanagawa Intensive Research Center, Tokyo Institute of Technology Intensive Research Center ; et 13 universités : Okoyama University, Kinki University, Osaka University, Institute for Molecular Science...

3.4. Synthèse de la position du Japon

Le Japon est devenu en cinq ans un pays qui pourrait très vite menacer la suprématie de l'Allemagne. A travers un programme national ambitieux soutenu par le METI et le NEDO, la recherche académique et les acteurs industriels sont devenus les moteurs du développement des microstructures, aboutissant à près d'une dizaine de réalisations industrielles.

4. SYNTHÈSE : POSITION DE LA FRANCE

Afin de pouvoir positionner la France dans un contexte international, il a été décidé d'évaluer les principaux pays engagés dans le développement des technologies microstructures. Cette évaluation est réalisée sur 6 critères clés :

- la force académique engagée sur les technologies microstructures
- la force industrielle engagée sur les technologies microstructures
- la renommée internationale
- la structuration des actions (à préciser)
- les financements accordés au développement des technologies microstructures
- la notion de filière industrielle autour des technologies microstructures

Pour mener à bien cette évaluation, une échelle de notation allant de 1 à 5 a été établie. Chaque pays est évalué sur les 6 critères clés. Une note de 1 sanctionne une faiblesse du pays sur le critère étudié. A partir de 3, le pays présente des atouts importants, la note 5 correspondant à un engagement fort du pays sur le critère étudié. L'ensemble des évaluations est reporté dans le tableau 3.

	Allemagne	Japon	Grande-Bretagne	Pays-Bas	Etats-Unis	France
Force académique	5	4,5	4	4	4	3,5
Force industrielle	5	5	4	4	4,5	3
Renommée internationale	5	4,5	4	4	4	3
Structuration des actions	5	5	3	4	2	3,5
Financements	5	4,5	3,5	3,5	5	2,5
Notion de filière	5	5	4	4	3,5	2,5

Tableau 3. Evaluation des principaux pays engagés dans le développement des technologies microstructures

La France apparaît comme légèrement en retrait par rapport aux pays moteurs sur les technologies microstructures que sont l'Allemagne, le Japon, la Grande-Bretagne, les Pays-Bas et les Etats-Unis. Elle peut néanmoins capitaliser sur sa force académique et sur sa volonté de structurer des actions impliquant recherche académique et partenaires industriels.

CHAPITRE 5

SYNTHESE ET

RECOMMANDATIONS POUR LE

MINEFI

SYNTHESE DU CHAPITRE

- Deux opportunités ont été identifiées pour la promotion d'une politique de soutien à la recherche industrielle sur la thématique des microstructures.
- La première opportunité consiste à favoriser l'utilisation des micro-outils dans les secteurs de la Pharmacie, de la Chimie Fine et de la Chimie de Spécialités.
- La seconde opportunité consiste à développer des outils microstructurés destinés aux secteurs des Gaz Industriels, de la Chimie Organique de Base et des Produits Pétroliers.
- En raison de son caractère ambitieux, des gains économiques associés et de son caractère « développement durable », la deuxième opportunité est jugée prioritaire par ALCIMED.

Il est apparu tout au long de cette étude que les technologies microstructures regroupent deux logiques distinctes. La première s'appuie sur la mise en œuvre de micro-outils. Ces solutions sont utilisées dans les secteurs de la pharmacie, de la chimie finie et de la chimie de spécialités et font l'objet d'importants efforts de recherche.

La deuxième logique concerne l'utilisation d'outils microstructurés. Ce deuxième cas est très différent du premier dans la mesure où il repose sur l'introduction des microstructures dans des outils classiques de production industrielle. Cependant, peu de produits sont actuellement disponibles. Néanmoins ces outils semblent les plus adaptés pour répondre aux exigences de production des secteurs des gaz industriels, de la pétrochimie et de la chimie de base (haut tonnage, production continue).

Ce dernier chapitre a donc pour objectif de rappeler les éléments clés associés à chacune des deux logiques identifiées afin de présenter les plans d'actions à mettre en place pour promouvoir une politique de soutien aux technologies microstructures.

1. POSITIONNEMENT « MICRO-OUTILS »

1.1. Rappels des éléments de contexte du positionnement « micro-outils »

L'utilisation des micro-outils concerne principalement les secteurs de la Pharmacie, de la Chimie Fine et de la Chimie de Spécialités.

Ces secteurs possèdent un portefeuille de produits synthétisés extrêmement vaste, ainsi que de nombreux outils d'aide au développement et à la production. Les micro-outils viennent s'intégrer sur des applications de faibles tonnages à forte valeur ajoutée, avec une logique d'introduction au cas par cas, et de préférence sur des réactions dangereuses ou difficiles (sulfonation, nitration, hydrogénation, méthylation...).

Dans un premier temps, ces outils, perçus comme une innovation incrémentale, seraient utilisés en pilote à l'échelle R&D (production rapide d'un lot de laboratoire) ou comme aide au scale-up pour les installations pré-pilotes et pilotes à l'échelle industrielle, en tant qu'outil de complément de la « boîte à outils de production » du chimiste.

A long terme, il est possible d'envisager que les micro-outils soient perçus comme une alternative aux réacteurs batch et deviennent les équipements miniaturisés de l'usine du futur.

Les micro-outils prennent leur essor depuis une dizaine d'années, avec notamment une recherche académique extrêmement dynamique aboutissant à une offre commerciale de plus en plus développée. Au départ centrés sur l'Allemagne, des débuts de réalisation industrielle avec des unités pilotes en fonctionnement ont été identifiés en Europe et au Japon.

1.2. Produits et compétences à développer pour le soutien du positionnement « micro-outils »

D'un point de vue technique, ce positionnement pourrait reposer sur une évolution de l'offre actuelle (= premières générations de micro-mélangeurs, micro-échangeurs et micro-réacteurs) vers des micro-outils dits de seconde génération. En particulier, il a été identifié des besoins au niveau de micro-réacteurs catalytiques ou bien de micro-réacteurs pour réactions multi-phasiques (figure 26).

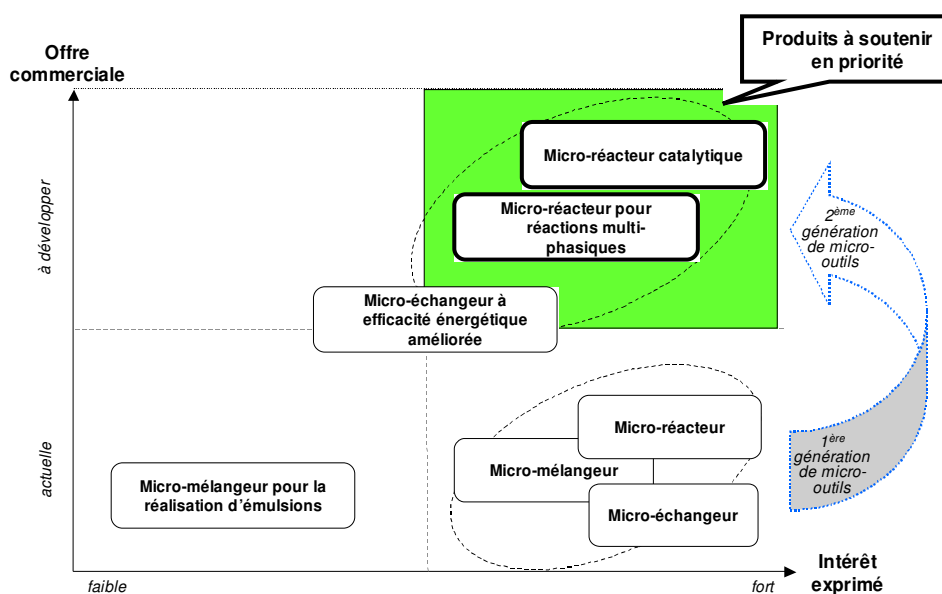


Figure 26. Produits à soutenir

Dans cette logique, la France possède deux types d'atouts :

- des atouts *techniques*, avec un fort savoir-faire à la fois académique et industriel en micro-engineering (pôles à Besançon et Grenoble), un fort savoir-faire académique en catalyse et synthèse organique, et plus généralement dans le domaine des matériaux
- des atouts *économiques*, avec la présence de grands groupes français ou bien de filiales France de grands groupes internationaux dans les domaines de la Pharmacie, de la Cosmétique et de la Chimie fine. La France peut également compter sur un vivier de

PME dynamiques basées sur des niches techniques susceptibles d'utiliser les micro-outils.

1.3. Actions à soutenir pour le positionnement « micro-outils »

Soutenir un positionnement sur les micro-outils nécessite de se poser la question de la filière technologique à mettre en place pour pénétrer ce marché.

Dans ce cadre, ALCIMED propose une filière idéale organisée autour de 3 typologies d'acteurs :

- les laboratoires et centres de recherche
- les fournisseurs de technologies (start-ups ou bien des acteurs établis ?)
- les utilisateurs finaux

Tout au long de l'étude, il est clairement apparu que la recherche académique française a la capacité de soutenir les développements autour des micro-outils. Par contre, la mise en place d'une telle filière en France nécessite d'identifier des fournisseurs de technologies potentiels car aujourd'hui aucun acteur français n'a pu être identifié. En effet, les principaux fournisseurs de micro-outils sont européens (Angleterre, Allemagne et Pays-Bas). Ils proposent des solutions techniques de première génération depuis une dizaine d'années.

Il faut donc avoir conscience que dans ce premier positionnement, la France doit construire tout le circuit industriel associé aux technologies microstructures. D'autres pays comme l'Allemagne ou les Pays-Bas ont déjà fait ce choix et possèdent aujourd'hui une certaine avance technico-économique. Il se pose alors la question suivante : comment peut-on combler un retard de 10 ans sur un savoir-faire industriel de production de micro-outils pour pouvoir lancer une 2^{ème} génération de micro-outils en étant compétitif ?

Dans le cadre de ce positionnement sur les micro-outils, le MINEFI pourrait être à l'origine d'actions :

-
- de *promotion et de diffusion de l'information* entre les acteurs de la recherche et les acteurs industriels, notamment en faisant connaître les enjeux liés aux micro-réacteurs, en favorisant les échanges et collaborations pour aboutir à un cahier des charges entre acteurs académiques et industriels ou en communiquant autour du passage batch-continu pour lever les réticences ;
 - de *soutien à l'innovation industrielle*, en impliquant les grands groupes industriels, les PME, et en appuyant la création d'entreprise (start-ups et/ou industriels déjà positionnés) ;
 - de *collaboration* en fédérant les compétences déjà existantes (réseaux/structures en France, en Europe).

2. POSITIONNEMENT « OUTILS MICROSTRUCTURES »

2.1. Rappels des éléments de contexte du positionnement « outils microstructurés »

Ce positionnement consiste à développer des outils microstructurés destinés principalement aux secteurs des Gaz Industriels, de la Chimie Organique de Base et des Produits Pétroliers.

Il s'agit de secteurs à gros tonnages, où chaque site industriel produit un nombre restreint de composés via des procédés continus. Les outils microstructurés viendraient alors s'intégrer sur des applications de fort volume à faible valeur ajoutée, ou sur des procédés à très fort échange thermique.

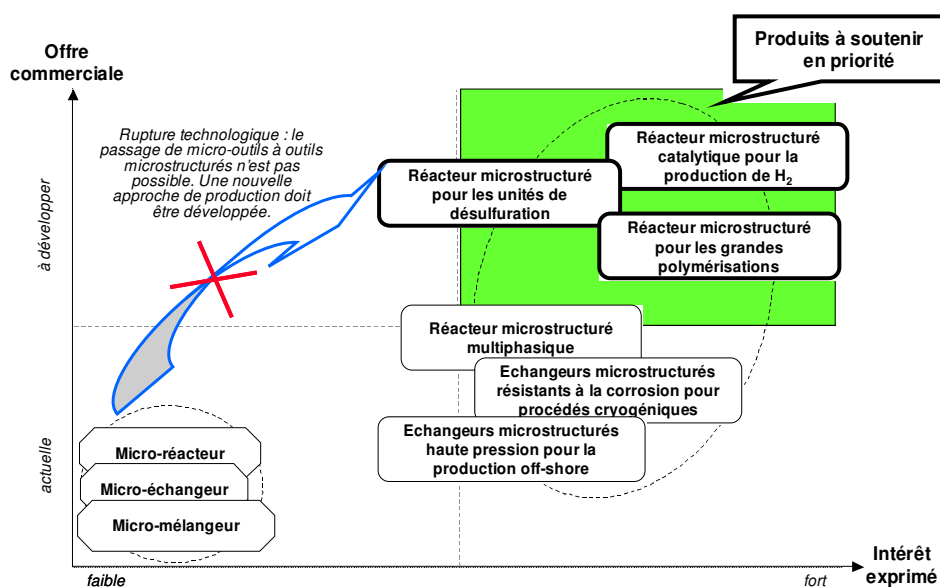
Les outils microstructurés représentent une véritable rupture technologique pour ces secteurs aux procédés parfaitement éprouvés, car ils sont pressentis comme de nouveaux équipements de production, introduits sur les équipements-clés des procédés créant par là même une approche-multi échelle.

Si aujourd'hui une offre commerciale se développe autour des échangeurs microstructurés, peu de réalisations à visée industrielle ont été recensées, malgré quelques projets de recherche académique en cours.

2.2. Produits et compétences à développer pour un positionnement « outils microstructurés »

Dans le choix d'un positionnement sur des outils microstructurés, de nouveaux développements seront nécessaires. En effet, les outils microstructurés ne correspondent pas à une évolution directe des micro-outils. Ils correspondent à un nouveau type de produits nécessitant de nouvelles compétences faisant le lien entre le génie chimique traditionnel et le monde de l'échelle « micro ». Ces nouveaux outils pourraient être développés dans un premier temps pour répondre aux besoins et attentes déjà identifiés (figure 27) :

- développement de réacteurs microstructurés catalytiques pour la production de H₂
- développement de réacteurs microstructurés pour les unités de désulfuration
- développement de réacteurs microstructurés pour les grandes polymérisations



A l'image du positionnement sur « les outils micro », la France possède à la fois :

Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006

- des atouts *techniques*, avec de nombreux centres de compétences (GRETh, IRC, LSGC, IFP, LGPC) dans les domaines des matériaux, de la catalyse et du génie chimique. A noter également, la présence d'un industriel reconnu dans le monde des échangeurs travaillant sur le sujet, Nordon.
- des atouts *économiques*, avec la présence de clients potentiels leaders mondiaux comme Air Liquide et Total.

2.3. Actions à soutenir pour le positionnement « outils microstructurés »

Dans ce deuxième positionnement, la notion de filière est encore plus décisive que dans le premier positionnement présenté précédemment. L'introduction de nouveaux outils au cœur de procédés matures nécessite de coordonner et mettre en œuvre différents savoir-faire. Dans ce cadre, ALCIMED propose une filière idéale organisée autour de 4 typologies d'acteurs :

- les centres de recherche académique et technologique
- les équipementiers
- les intégrateurs
- les utilisateurs finaux

La mise en place d'une telle filière reposera tout particulièrement sur l'identification d'équipementiers, d'intégrateurs qui vont jouer un rôle clé. Cependant, il est apparu au cours de l'étude que le potentiel français semble aujourd'hui limité sur ce point. Or toute la réussite du positionnement « outils microstructurés » reposera sur la capacité de la France à lever les verrous techniques mais surtout à passer au stade industriel.

Dans ce deuxième positionnement, il se posera la question de comment promouvoir cet aspect « équipementiers/intégrateurs ». Deux opportunités pourront être considérées : le soutien d'acteurs déjà présents sur le marché ou bien la mise en place de partenariats industriels avec des champions extra nationaux, notamment allemands.

Dans ce cadre, le MINEFI pourrait être à l'origine d'actions :

*Les micro-réacteurs : opportunités et applications pour les industries chimiques
2006*

- de *sensibilisation*, avec la mise en place d'une campagne d'information à destination des secteurs concernés pour présenter le potentiel de rupture associé, en axant sur les enjeux typiques de ces secteurs (réduction des effluents, déchets, nouvelles réglementations, réduction des coûts d'exploitation).
- de *mobilisation*, en impliquant les structures de recherche porteuses de projets de rupture telles que le CEA, l'IFP ou l'IRC, et d'autres partenaires aux compétences spécifiques.
- d'*industrialisation*, en soutenant les initiatives permettant l'industrialisation, c'est-à-dire soutenir les acteurs industriels existants ou favoriser l'émergence de nouveaux acteurs, ou mettre en place une collaboration au niveau européen pour la réalisation de prototypes industriels.

3. QUELLE POLITIQUE POUR LA FRANCE ?

Le choix d'une politique de soutien à une filière « microstructure » en France passe par une comparaison des deux positionnements précédemment décrits. Ces derniers peuvent être comparés selon deux critères : leur marché potentiel associé et leur impact potentiel pour la France.

En raison de son ambition, des gains économiques associés et de son caractère « développement durable », le positionnement « outils microstructurés » est jugé prioritaire par ALCIMED.

En effet, les impacts attendus du positionnement « micro-outils » pour la France semblent limités.

Reposant sur une approche au cas par cas, ce premier positionnement place les micro-outils au même niveau que d'autres solutions techniques. Cela revient à considérer que ce positionnement vise à compléter la « boîte à outils » déjà existantes des ingénieurs chimistes.

En particulier, comme il a été souligné dans ce document, ces micro-outils sont aujourd'hui utilisés dans le cas de réactions spécifiques (faible volume, haute valeur ajoutée, réactions dangereuses,...).

Le groupe suisse Lonza a d'ailleurs à ce sujet réalisé une étude en 2005, publiée dans la revue *Chemical Engineering & Technology*, en se basant sur leurs vingt-deux plus grands process : 50 % des réactions en chimie fine et pharmacie pourraient bénéficier d'une production en mode continu grâce à la technologie microstructure. Seules 37 % de ces réactions ont pu jusqu'à présent être testées, notamment en raison des problèmes liés aux réactions multi-phases ou catalytiques. Il apparaît donc primordial de lever ces verrous techniques, et d'étendre l'offre commerciale actuelle en micro-outils pour pouvoir répondre aux besoins des secteurs de la pharmacie, de la chimie de base et de spécialités.

A l'échelle des entreprises, le recours aux micro-outils apportera probablement des gains à la fois techniques et économiques : l'obtention

de produits de meilleure qualité et l'élargissement d'un portefeuille de savoir-faire, compétences capitales en Chimie Fine et en Pharmacie, pourront se traduire par un accroissement de la compétitivité des acteurs de ces secteurs. A l'échelle du tissu industriel français, ceci pourrait permettre de conserver une partie des procédés de haute valeur ajoutée sur le sol national.

Mais en aucun cas, ces micro-outils pourront être généralisés à tous les types de réactions et à tous les secteurs industriels, ce qui limite l'impact de cette approche.

Une politique plus risquée, mais plus ambitieuse, serait vraisemblablement à notre sens, de se tourner vers le positionnement « outils microstructurés » en favorisant l'introduction de ces outils dans des secteurs à forte problématique industrielle, comme les gaz industriels, la chimie de base ou les produits pétroliers.

Touchant l'ensemble des procédés de ces domaines, le marché potentiel associé aux outils microstructurés apparaît comme plus prometteur, dans la mesure où ces derniers sont considérés comme une rupture technologique qui amène à modifier le cœur même des procédés afin d'envisager une nouvelle façon de produire.

A cet égard, la technologie microstructure permettrait à ces secteurs d'adopter, en accord avec la plateforme technologique SUSCHEM, une démarche d'innovation destinée à assurer la compétitivité et le développement durable de ses acteurs. Pour preuve, le Centre de la Technologie de l'Energie de CANMET-Varennnes au Canada (CTEC-Varennnes), dont la mission est de développer, démontrer et promouvoir des technologies innovatrices dans le domaine de l'efficacité énergétique, a récemment démontré qu'adopter de nouveaux échangeurs de chaleur ou augmenter la surface d'échange thermique engendrent des économies d'énergie de 15 à 35 % dans les raffineries ou les usines pétrochimiques...On imagine ainsi très bien les bénéfices dans le secteur des gaz industriels où les coûts énergétiques représentent près de 40 % des coûts de production.

Dans ce deuxième positionnement, les opportunités pour la France sont double : d'une part, la France pourrait asseoir un leadership technologique dans le domaine des réacteurs microstructurés dans la mesure où il n'existe pas aujourd'hui en Europe, une volonté claire de développer des solutions pour les secteurs des gaz et de la chimie de base. Les positions

françaises fortes en génie chimique et en matériaux sont autant d'atouts de taille pour se lancer dans d'ambitieux programmes de recherche.

D'autre part, la présence de clients industriels français, leaders au niveau mondial comme Air Liquide ou Total, permettrait de maintenir des procédés lourds en France, tout en favorisant la mise en place d'une véritable filière industrielle.

Armée d'excellentes compétences en matériaux, génie chimique et micro-engineering, d'un tissu industriel renommé en Chimie Fine, Pharmacie et de leaders mondiaux dans les domaines des gaz et de la chimie de base, la France doit aujourd'hui s'interroger sur l'ambition de ses choix. A-t-elle pour vocation de suivre un modèle tracé depuis une dizaine d'années par des pays comme l'Allemagne, les Pays-Bas ou le Royaume-Uni qui ont fait le choix des micro-outils, avec succès ou bien doit-elle miser sur une approche plus innovante basée sur les outils microstructurés ?

Quoi qu'il en soit, les deux positionnements représentent des enjeux distincts qu'il est important d'analyser plus finement avant de prendre une décision. Une première étape consisterait à organiser une journée de sensibilisation au niveau national, afin de mobiliser les industriels autour de ces technologies et évaluer la possibilité de fédérer à la fois les acteurs académiques et industriels autour d'une problématique commune. Dans un marché actuel des micro-réacteurs estimé à 100 millions de dollars, en forte croissance, la France se doit de trouver sa place.

TABLE DES FIGURES

Figure 1.	Déroulement de l'étude.....	16
Figure 2.	Principales applications des outils issus de la technologie microstructure	20
Figure 3.	Recensement des outils issus des technologies microstructures dans le secteur des industries chimiques	21
Figure 4.	Outils issus des technologies microstructures rentrant dans le champ de l'étude.	23
Figure 5.	Principaux outils des technologies microstructures destinés au procédé chimique	25
Figure 6.	Micro-mélangeur de type « cyclone » développé par le FZK (Allemagne)	26
Figure 7.	Micro-échangeur de chaleur proposé par la société MikroGlas (Allemagne)	27
Figure 8.	Micro-réacteur développé à l'Université de Bath (Royaume-Uni)	28
Figure 9.	Echangeurs microstructurés PCHE proposés par Heatric	29
Figure 10.	Réacteur microstructuré du projet DEMIS porté par Degussa	30
Figure 11.	Micro-valve développée par l'Université de Rostock (Allemagne)	31
Figure 12.	Appareil LIGHTMAN® de micro spectrométrie commercialisé par la société The Electrode Co.	32
Figure 13.	Outils associés aux applications R&D et à la production (réaction chimique)	33
Figure 14.	Principaux acteurs académiques et industriels identifiés	47
Figure 15.	Evaluation de la compétence catalyse	49
Figure 16.	Evaluation de la compétence génie chimique/procédés	50
Figure 17.	Evaluation de la compétence microfluidique	51
Figure 18.	Evaluation de la compétence industrialisation	52
Figure 19.	Evaluation de la compétence micro-engineering	53
Figure 20.	Synthèse des compétences de la France	54
Figure 21.	synthèse des compétences académiques en France	54
Figure 22.	Synthèse des compétences industrielles en France	55
Figure 23.	Synthèse des pôles existants en France.....	55
Figure 24.	Synthèse : micro-outils	68
Figure 25.	Synthèse : outils microstructurés.....	69
Figure 26.	Produits à soutenir	94
Figure 27.	Produits à soutenir	98

Tableau 1. Exemples d'outils issus des technologies microstructures utilisés pour la production de composés chimiques	25
Tableau 2. Avantages et limitations des technologies microstructures	38
Tableau 3. Evaluation des principaux pays engagés dans le développement des technologies microstructures	89

Données macro-économiques

Les données macro-économiques reprennent le chiffre d'affaires (CA), l'effectif salarié et les acteurs-clés des secteurs sélectionnés :

2.1 Gaz industriels

- CA des gaz industriels en France : 2 245 M€ en 2005 (SESSI).
- 15 entreprises (20 salariés et plus)
- Effectif salarié au 31/12/2005 : 5 548 (SESSI)
- 1 acteur-clé au niveau mondial : Air Liquide
- Acteurs-clés en France : Air Liquide, Praxair, Air Products, Linde

- CA de l'activité raffinage en France : 64 265 M€ en 2005 (SESSI).
- 12 raffineries en France, d'une capacité totale de distillation de 98Mt (SESSI, 2006)
- Effectif salarié au 31/12/2005 : 16 649 (SESSI)
- 1 acteur-clé au niveau mondial : Total (4ème pétrolier mondial)
- Acteurs-clés en France : Total (6 raffineries), Shell (3 raffineries), Esso (2 raffineries), BP (1 raffinerie)

- CA de la chimie organique de base en France : 24 599 M€ en 2005 (SESSI).
- Effectif salarié au 31/12/2005 : 40 992 (SESSI)
- Acteurs-clés en France : Total Petrochemicals, Arkema, Rhodia, Shell Petrochimie, Lanxess, Basell

- CA de la chimie fine en France : 5 100 M€ en 2003 (SESSI).
- CA de l'industrie pharmaceutique en France : 46 000 M€ en 2005 (SESSI)
- Effectif salarié au 31/12/2005 : 101 849 en 2005 (industrie pharmaceutique)
- Acteurs-clés : ce secteur regroupe à la fois de grands groupes (Clariant, Rhodia, CIBA, Oril Industrie, Isochem, Gattefossé, Sanofi-Aventis) et un réseau de PME positionnées sur des niches spécifiques (Norchim, PCAS, Synkem).

2.5 Chimie de spécialités

- CA de la chimie de spécialités en France : 15 090 M€ en 2005 (SESSI).
- CA de l'industrie cosmétique en France : 19 920 M€ en 2005 (SESSI).
- Effectif salarié au 31/12/2005 : 45 354 (parachimie), 50605 (industrie cosmétique)
- Nombre d'entreprises au 31/12/2005 : 339 (parachimie) , 292 (industrie cosmétique)
- Acteurs-clés en France : Bostik, PPG, L'Oréal, Cognis, Grande Paroisse, Rhodia