UNIVERSITE DU MAINE

Concours externe d'Assistant Ingénieur de Recherche et de Formation

BAP B : Sciences chimiques et Sciences des matériaux

Emploi-type : assistant ingénieur en élaboration de matériaux massifs

SESSION 2017

Epreuve écrite d'admissibilité

Durée de l'épreuve : 3 heures – coefficient 4

Date de l'épreuve : Jeudi 22 juin 2017 à 9h00 à l'Université du Maine

Nom de famille : .....

Nom d'usage : .....

Prénom : .....

Date de naissance : .....

RESERVE A L'ANONYMAT NE RIEN	INSCRIRE DANS CES CASES

RESERVE A L'ANONYMAT NE RIEN	INSCRIRE DANS CES CASES

UNIVERSITE DU MAINE

Concours externe de recherche et de formation

ASSISTANT INGENIEUR EN ELABORATION DE MATERIAUX MASSIFS

B.A.P. B – SESSION 2017

EPREUVE ECRITE D'ADMISSIBILITE

Jeudi 22 juin 2017 à 9h00 à l'Université du Maine

Durée : 3 heures – Coefficient : 4

Le sujet comporte 18 pages (en comptant les 2 pages de présentation) numérotées de 1 à 18. Assurez-vous que cet exemplaire soit complet avant de commencer. Le cas échéant, demandez un autre exemplaire au surveillant.

Instructions importantes

- Les réponses aux questions doivent être portées directement sur le sujet aux emplacements prévus à cet effet. Si vous avez besoin de plus d'espace vous pouvez répondre au verso en référençant le numéro de la question (en précisant également le numéro de la partie).
- Complétez les feuilles à l'encre bleue ou noire en soignant la présentation. L'usage du crayon à papier est interdit.
- L'usage d'une calculatrice non programmable est autorisé,
- Le téléphone portable doit être éteint et rangé pendant toute la durée de l'épreuve.

AUCUN DOCUMENT N'EST AUTORISE.

Attention : vous inscrirez votre nom uniquement sur la première page du document mis à votre disposition (1/18). Toute mention d'identité ou tout signe distinctif porté sur les autres pages du sujet (2 à 18) conduira à l'annulation de votre épreuve.

PARTIE I: **Connaissances générales du domaine d'exercice** /10pts

1) Qu'appelle-t-on une structure primaire de polymère ? (0,5 pts)

2) Donnez le nom de chacune des formes de l'isomère primaire de motif CH_2-CH(Ph)-CH_2-CH(Ph)-CH_2-CH(Ph)- (1pts)

3) Donnez la définition d'une structure secondaire de polymère ? Comment réagit-elle en solution ? (1pts)

4) Quel est la différence entre un thermoplastique et un thermodurcissable ? (0,5 pts)

5) Classez les polymères organiques selon leur origine (1pts)

6) Que signifie les sigles suivants : (0,5 pts)

- PVC

- PS

- PET ou PETE

- HDPE ou PEHD

- PEN.

7) Quelles sont les grandes méthodes de synthèse de polymères ? (1,5 pts)

8) Donnez la définition des techniques suivantes : (1,5 pts)

- Extrusion

- Malaxage

- Filage à voie fondue

9) Citez deux procédés utilisés pour la fabrication des fils chimiques (artificiels ou synthétiques) et donnez quelques techniques de caractérisation des matériaux polymères et textiles (1,5 pts)

10) Citez quelques exemples de valorisation de déchets polymère (1 pts)

PARTIE II: Sciences des matériaux /10pts

Exercice II.1 : Rhéologie (5 pts)

On veut étalonner un viscosimètre à capillaire. Le temps de vidange d'un tel capillaire est lié à la viscosité dynamique par la relation :

$$\eta = \frac{\pi R^4 g}{8V} * \rho * t$$

Avec V : volume de fluide,
R : rayon du capillaire,
η : la viscosité dynamique du liquide ,
ρ : sa masse volumique.

Soit η = K.ρ.t ; K est la constante d'étalonnage du viscosimètre.

1. On utilise de l'eau pure de viscosité 1,00 mPl à 20°C. A cette température le temps d'écoulement est to = 4 min 55 s. Calculer la constante de ce viscosimètre (ρ_o = 1000 kg.m^{-3}) (1pts)

2. Le volume écoulé est V = 5 mL.

a) Calculer le débit volumique moyen lors de la mesure avec l'eau (1pts)

b) Calculer le rayon R du capillaire (g = 9,81 m.S^{-2}) (1pts)

c) Calculer la vitesse moyenne v d'écoulement (1pts)

d) Calculer le nombre de Reynolds de cet écoulement et vérifier qu'il est bien laminaire. (1pts)

(Rappel : $R_e = \frac{V\rho 2R}{\eta}$)

<u>Exercice II.2</u> : Polymères (5 pts)

(Il est important de noter que les questions 1 et 2 sont indépendantes)

1) Un monomère a pour formule brute $C_2H_2Cl_2$.

a. Écrire les 3 formules développées possibles pour M (1,5 pts)

b. En déduire les motifs des polymères correspondant à ces formules. (1,5 pts)

2) Un polymère P a une masse molaire moléculaire moyenne de M = 51,8 kg.mol^{-1}.

Son indice de polymérisation est n = 1,85*10^3

En déduire la masse molaire moléculaire de son monomère (2pts)

PARTIE III: Risque et sécurité / 10pts

(Si la question est à choix multiple entourez la bonne réponse)

1) La salle blanche : (2,5 pts / 0,5 pts par question)

- En quelques lignes, pouvez-vous donner la définition d'une salle en blanche ?

- Quels paramètres doit-on contrôler en permanence ?

- Que signifient classe 100 (ISO 2), classe 1000 (ISO 3) ? Quelle est la classe la plus performante, la plus « propre » ?

- Quelles sont les règles à respecter en salle blanche ?

- Pourquoi travaillerez-vous en salle blanche ?

2) Qu'est ce que le point éclair d'un produit ? (0,25 pts)
- La température à laquelle le produit s'enflamme spontanément
- La température à laquelle le produit s'enflamme en présence d'une flamme
- La température de vaporisation du produit

3) Que signifie le sigle FDS ? (0,25 pts)
- Fichier des Dangers pour la Santé
- Fiche Directive de Sécurité
- Fiche de Données de Sécurité

4) Quelles sont les trois familles de substances dont le stockage sous clé et la traçabilité d'utilisation sont obligatoires ? (0,75 pts)

5) Quels sont les 3 principaux risques liés à l'utilisation de gaz en bouteille ? Pouvez-vous donner l'affichage adéquat ? (1pts)

6) Citez les 2 familles de risques chimiques que l'on rencontre (0,5 pts)

7) Pouvez-vous énumérer les EPI/EPC lorsque vous travaillez avec des nanomatériaux ? (1 pts)

8) Complétez le tableau suivant : (3,75 pts / 0,75 pts par case)

Pictogramme	Signification	Symptômes	Consignes
			
			
			
			
			

PARTIE IV: Compréhension d'une notice d'utilisation d'un appareil / 10pts

Après la lecture de la documentation se trouvant à la fin du sujet, répondez aux questions suivantes :

1) Elaborer un protocole d'utilisation du broyeur planétaire compréhensible pour une personne du service où se situe le matériel. (2 pts)

2) Qu'est-ce qu'il faut savoir sur les besoins de broyage avant de choisir un appareil ? (1pts)

3) Quelle est votre démarche face à une panne d'appareil ? (1 pts)

4) Quelles sont les 2 types d’actions sur les appareils ? (1pts)

5) En quelques lignes, quel appareil utiliser pour broyer un échantillon dur jusqu'à la taille nanométrique ? (2 pts)

6) Quel appareil convient pour les échantillons d'une dizaine de cm ? (1pts)

7) Quel appareil utiliser pour le broyage non-polluant et préservant la structure cristallographique d'un matériau ? (1pts)

8) Quel(s) appareil(s) peuvent être utilisés pour un broyage humide ? (1pts)

Reproducible Sample Preparation for Reliable Analysis Results

A reliable and accurate analysis can only be guaranteed by reproducible sample preparation. The "art of milling and homogenization" is turning a laboratory sample into a representative part sample with homogeneous analytical fineness. For these tasks RETSCH offers a comprehensive range of the most modern mills and crushers for coarse, fine and ultra-fine size reduction of almost any material. The choice of grinding tools and accessories not only ensures contamination-free preparation of a wide range of materials but also the adaptation to the individual requirements of such different areas of application as construction materials, metallurgy, foodstuffs, pharmaceuticals or environment.

To find the best suited mill for a specific application, the following should be considered in advance:

- Quality/characteristics of sample (e.g. dry, tough, abrasive, fibrous, brittle, hard, soft, temperature-sensitive etc.)
- Feed size
- Required final fineness
- Sample volume
- Sample throughput
- Subsequent analysis (which type of contamination by abrasion of grinding tools is acceptable?)
- May the sample be dried or embrittled before grinding?

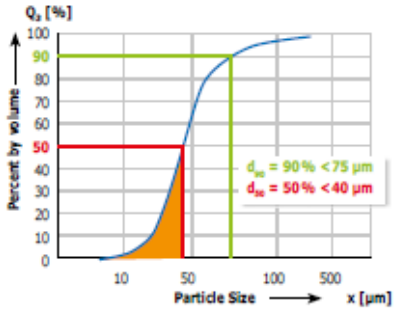


Depending on the quality of the material different size reduction principles are applied to obtain the required fineness. Hard-brittle materials, for example, are best comminuted with impact and friction, for example in a planetary ball mill. For soft and elastic materials, however, size reduction with knife or cutting mills is the most suitable method.

Large particles cannot always be ground to analytical fineness in one step. In some cases it is possible to carry out coarse and fine grinding in the same mill with different settings; in other cases two mills or crushers are required.

An essential rule of thumb for size reduction is to only grind the sample as fine as necessary and not as fine as possible.

Cumulative distribution of a bulk material



The grind sizes indicated in this catalog relate to the d_{90} value which means that 90 % of the sample has a particle size smaller or equal to that value. The exemplary graphic shows that the sample also contains considerably smaller particles. Generally, the achievable grind sizes depend on the sample characteristics and instrument configurations which means that different results may be obtained with apparently similar samples.

12 Jaw Crushers

BB 100, BB 200, BB 300 – Robust and Versatile Floor Models

The powerful RETSCH jaw crushers are designed for the rapid, coarse and primary crushing of hard, brittle and tough materials. The breaking jaws are available in a variety of materials which include heavy-metal-free steel. Their efficiency and safety makes these crushers ideal for sample preparation in laboratories and industrial plants.

The floor models BB 100, BB 200 and BB 300 are characterized by robust design, easy operation and rapid cleaning. The crushers process samples both batchwise and continuously.

Safety is a top priority with RETSCH jaw crushers. The feed hopper with splash-back protection cannot be accessed by hand. A safety switch and the brake motor ensure an immediate stop if the unit is opened or switched on incorrectly. For easy cleaning of the crushing chamber, the hinged hopper can be removed in a few simple steps. The jaw crushers run very smoothly and quietly and are virtually maintenance-free.



Floor model BB 300



Benefits

- High throughput, high degree of size reduction
- Feed size up to 130 mm (BB 300)
- High final fineness (d_{50} < 2 mm)*
- Zero point adjustment for wear compensation
- Batchwise or continuous grinding
- Breaking jaws made of 4 different materials
- Feed hopper with splash-back protection
- Safe and simple operation and cleaning

Video on www.retsch.com/bb

3 XRD-Mill

XRD-Mill McCrone – Rapid Particle Size Reduction for X-Ray Diffraction

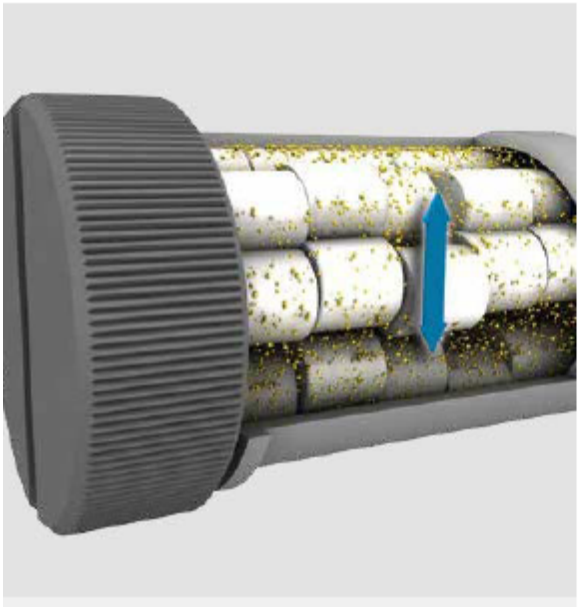
The XRD-Mill McCrone was specifically developed for sample preparation to X-Ray diffraction analysis. Typical areas of application include geology, chemistry, mineralogy and materials science.

What makes this mill so effective is the unique grinding action of the cylinders producing both linear contact blows and planar shearing. This results in short grinding times with virtually no sample loss as well as exceptionally narrow particle size distributions. **The crystal lattice structure of the sample is largely preserved.**

The grinding vessel consists of a 125 ml polypropylene jar fitted with a screw-capped gasketless polyethylene closure. The jar is packed with an ordered array of forty-eight identical cylindrical grinding elements which are available in either agate, zirconium oxide or sintered corundum. For optimum micronization the mill is operated for periods of 3 to 30 minutes; the recommended sample volume is 2 to 4 ml



XRD-Mill McCrone



Benefits

- Crystal lattice structure is preserved
- Minimum sample contamination
- Narrow, reproducible particle size distribution
- Compact bench-top model
- Pouring lid for easy sample recovery
- Easy cleaning
- Timer up to 99h:59min:50s
- Grinding performance adjustable in 4 steps
- Materials: agate, zirconium oxide, sintered corundum
- Suitable for dry and wet grinding
- Quiet operation
- Virtually maintenance-free

Video on www.retsch.com/xrd-mill

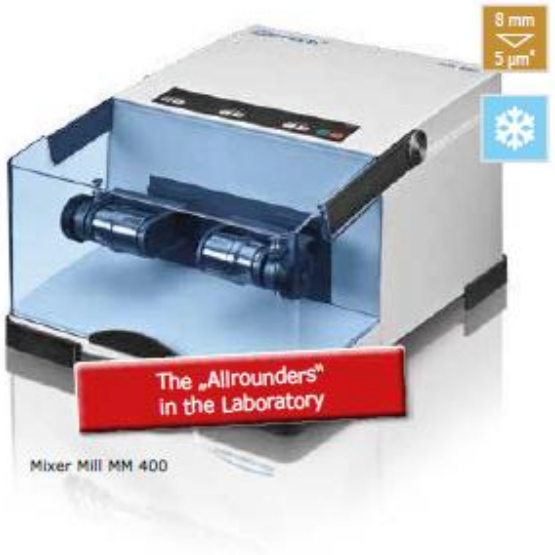
XRD-Mill Technology:
In the XRD-Mill McCrone size reduction is primarily achieved through friction. 48 cylindrical grinding elements are placed into the grinding jar in 8 rows of 6 elements each. The grinding jar is gyrated around a horizontal axis. Each element within the jar moves with respect to its neighbor so as to produce linear contact blows and planar shearing. Thus the particles are pulverized to sizes in the lower micron range (typically < 10 µm).

MM 400 – Grinding, Mixing, Disrupting Small Sample Amounts

The Mixer Mill MM 400 is a true multipurpose talent in the lab. It has been developed specifically for dry, wet and cryogenic grinding of small sample amounts. The powerful ball mill grinds, mixes and homogenizes powders and suspensions with up to 30 Hz within a few seconds, providing grind sizes in the submicron range.

The mixer mill simultaneously pulverizes two samples from 0.2 to 20 ml. Thanks to the self-centering mechanism of the grinding jars and the self-locking clamping device handling of the grinding jars is extraordinarily safe and convenient. The MM 400 is perfectly suitable for the disruption of up to 20 samples of biological cells in one working run as well as for DNA/RNA and protein extraction. The MM 400 can also be used for wet grinding due to the screw-top grinding jars; these may also be embrittled in liquid nitrogen for cryogenic applications.

The mill operates so effectively that the sample is hardly warmed due to the very short grinding time. Thus most materials can be pulverized and mixed at ambient temperature, without any cooling. Thanks to the effective homogenization process, the MM 400 is also perfectly suited to mix powdered sample and binder in plastic vessels prior to pelletizing, for example for XRF analysis.



Mixer Mill MM 400

For dry processing of small sample volumes RETSCH also offers the basic model MM 200 as a budget-priced alternative with push-fit lids.

Benefits

- Quick, efficient pulverization and homogenization
- Suitable for wet and cryogenic grinding (MM 400)
- High sample throughput due to two grinding stations and short grinding times
- Digital parameter setting ensures reproducible results
- Choice of different sizes and materials for grinding jars
- Memory for 9 Standard Operating Procedures (SOP)
- Adapter for single-use vials, simultaneous preparation of up to 20 biological samples
- Suitable for cell disruption of up to 240 ml (8 x 30 ml) cell suspension (MM 400)
- Suitable for mixing up to 8 samples in 50 ml centrifuge tubes (MM 400)

Video on www.retsch.com/mm



Mixer Mill Technology:
The grinding jars perform horizontal oscillations. The inertia of the grinding balls causes them to impact with high energy on the sample material at the rounded ends of the grinding jars and pulverize it. Moreover, the movement of the grinding jars combined with the movement of the balls result in the intensive mixing of the sample. The degree of mixing can be increased by using several smaller balls.

Copyright © by RETSCH GmbH, Haan | www.retsch.com

*depending on feed material and instrument configuration

Retsch®
Solutions in Milling & Sieving

Planetary Ball Mills

PM Series – Grind Sizes Down to the Nanometer Range

The powerful and versatile planetary ball mills meet and exceed all requirements for fast and reproducible grinding down to the submicron range. They are used for the most demanding tasks, from routine sample processing to colloidal grinding and mechanical alloying. The extremely high centrifugal forces of the planetary ball mills result in exceptional pulverization energy and therefore short grinding times.

The planetary ball mills are available in versions with 1, 2 and 4 grinding stations. The freely selectable parameter settings, comprehensive range of grinding jars made from top-quality materials as well as the numerous possible ball charge combinations (number and ball size) allow for individual adaptation to a particular size reduction task and are the basis of unmatched versatility in the PM range.

All RETSCH planetary ball mills feature programmable starting time, power failure back-up with storage of the remaining grinding time and automatic grinding chamber ventilation which also cools the grinding jars during operation. Grinding parameters are easily selected and stored via a single button and a graphic display. The mills – which are available in 7 different versions – are characterized by maximum performance, safety and reliability.



Planetary Ball Mill
PM 400 | PM 400 MA



Benefits

- Efficient grinding process for excellent results down to the submicron range
- Reproducible results due to energy and speed control
- 1-button operation and graphics display
- Memory for 10 Standard Operating Procedures (SOP)
- Smooth and safe operation
- Suitable for long-term trials and continuous use
- Different speed ratios available (1:-1; 1:-2; 1:-2,5; 1:-3)
- Grinding jar volumes from 12 ml to 500 ml, in 8 different materials
- Automatic direction reversal helps to avoid caking
- Free-Force-Compensation-Sockets for perfect stability on the bench
- Programmable starting time
- Automatic grinding chamber ventilation

Video on www.retsch.com/pm