

Dossier d'évaluation
d'une unité de recherche
Vague E : campagne d'évaluation 2013-2014

UMET

Unité Matériaux Et Transformations

Unité Matériaux et transformations (UMR 8207)
Université Lille 1
Centre national de la recherche scientifique (CNRS)
École Nationale Supérieure de Chimie de Lille (ENSCL)

Nom de l'unité : Unité Matériaux et Transformations
Acronyme : UMET
Nom du directeur pour le contrat en cours : Alexandre LEGRIS
Nom du directeur pour le contrat à venir : Alexandre LEGRIS

Type de demande : Renouvellement avec une évolution de périmètre

Renouvellement à l'identique

Restructuration

Création ex nihilo

Choix de l'évaluation interdisciplinaire de l'unité de recherche :

Oui

Non



SOMMAIRE

1. Présentation de l'unité	1 à 10
- Politique scientifique	
- Les équipes de l'UMET	
- Organisation et vie de l'Unité	
- Faits marquants	
2. Réalisations	11
- Présentation des activités et des résultats de la recherche par thèmes de recherche	
3. Implication de l'unité dans la formation par la recherche	12 à 14
- Formation initiale	
- Formation doctorale	
- Formations ponctuelles (formation continue, écoles, ...)	
4. Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat	15 à 17
- Nous porterons ou soutiendrons des actions d'envergure	
- Nous favoriserons les actions transversales	
- Nous consoliderons l'excellence de UMET en lien avec la microscopie électronique	

Présentation des Equipes

. Matériaux Moléculaires et Thérapeutiques (MMT)	21 - 35
- Présentation de l'équipe MMT	
- Réalisations	
- Implication de l'équipe dans la formation par la recherche	
- Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat	
. Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (MPGM)	37 - 53
- Présentation de l'équipe MMT	
- Réalisations	
- Implication de l'équipe dans la formation par la recherche	
- Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat	
. Physiques des Minéraux (PM)	55 - 69
- Présentation de l'équipe MMT	
- Réalisations	
- Implication de l'équipe dans la formation par la recherche	
- Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat	
. Ingénierie des Systèmes Polymères (ISP)	71 - 86
- Présentation de l'équipe MMT	
- Réalisations	
- Implication de l'équipe dans la formation par la recherche	
- Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat	
. Processus aux Interfaces et Hygiènes des Matériaux (PIHM)	87 - 100
- Présentation de l'équipe MMT	
- Réalisations	
- Implication de l'équipe dans la formation par la recherche	
- Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat	

1. Présentation de l'unité

L'UMR « Unité Matériaux Et Transformations » a été créée le 01/01/2010 suite à la fusion/éclatement de quatre anciennes UMR lilloises. Elle regroupe aujourd'hui une bonne partie des activités de science des matériaux sur le site du campus scientifique de l'Université Lille1. L'unité est composée de 52 enseignants chercheurs, de 11 chercheurs CNRS, de 20 personnels ITA-BIATSS, 53 thésards et d'environ 9 chercheurs contractuels et professeurs émérites. Elle compte donc environ 150 membres, dont 83 personnels permanents. L'unité est divisée en quatre équipes de recherche de taille variable (entre douze et vingt-quatre permanents) à savoir : Matériaux Moléculaires et Thérapeutiques (MMT), Physique des Minéraux (PM), Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (MPGM) et Ingénierie des Systèmes Polymères (ISP). Toutes ont un cœur de métier centré sur la science des matériaux mais leurs champs d'applications sont bien diversifiés. Le projet pour la future période de contractualisation prévoit l'incorporation d'une cinquième équipe : Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux (PIHM) dont la tutelle est l'INRA et qui s'intéresse essentiellement aux interactions bio-films/surfaces métalliques. Hormis PIHM, toutes les équipes sont localisées sur le site de l'Université Lille 1, majoritairement dans le bâtiment C6. L'équipe MMT est localisée au bâtiment P5 et une partie de l'équipe ISP dans le bâtiment C7 (ENSCL). L'équipe PIHM est actuellement localisée en périphérie du Campus (Villeneuve D'Ascq) et un projet d'installation sur le campus de la Cité Scientifique est à l'étude.

Au sein des différentes équipes la plupart des aspects liés aux matériaux sont développés : élaboration/synthèse/fonctionnalisation, études des déformations et transformations sous sollicitations variées, caractérisation des structures/microstructures et étude des relations microstructures et propriétés en relation avec les conditions d'usage. Les objectifs des travaux menés par les équipes sont diversifiés. Ils peuvent viser une application directe avec des partenaires industriels ou la compréhension de processus élémentaires qui conditionnent un phénomène ou un comportement donné. Les domaines d'étude incluent les matériaux à usage mécanique, les matériaux thérapeutiques, les matériaux biocompatibles, le traitement et la fonctionnalisation des surfaces, le comportement sous irradiation, sous déshydratation et sous broyage, le comportement au feu, les revêtements céramiques ultralégères, jusqu'à la compréhension du comportement des minéraux du manteau terrestre ou ceux d'environnements extraterrestres. Les champs d'applications sont donc plutôt variés, avec de nombreuses interfaces avec d'autres champs disciplinaires (géophysique, pharma, biologie- santé, mécanique,...).

L'UMET fait partie de la fédération de recherche Michel-Eugène Chevreul (FR 2638), qui regroupe les unités de recherche dans le domaine Chimie et Matériaux de la région Nord, Pas-de-Calais. Notre unité constitue l'un des trois piliers centraux de la fédération avec l'Unité de Catalyse et de Chimie du Solide (UCCS) et le Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman (LASIR). Outre le suivi des projets dans le cadre du projet phare du CPER 2007-2013 « Chimie et Matériaux pour le développement Durable » et sa politique active visant l'émergence de nouveaux projets, la fédération concentre et gère la mutualisation d'équipements sous la forme de plateformes analytiques (RMN, Microscopies, Diffraction RX, RPE, Surfaces, Spectrométrie de Masse, Spectroscopies Vibrationnelles). L'UMET participe largement à la vie de ces plateformes, en particulier en ce qui concerne la microscopie électronique (environ 50 utilisateurs, 8 laboratoires associés de l'Université Lille 1, plusieurs partenariats industriels en cours). UMET héberge cette plateforme dans ses locaux et fournit le personnel technique nécessaire à son fonctionnement.

Politique scientifique

L'activité de recherche de l'UMET est centrée sur la science des matériaux et couvre des aspects tels que l'élaboration, la fonctionnalisation, les-transformations thermomécaniques et les mises en relation entre les microstructures et les propriétés des matériaux. L'activité scientifique couvre un large spectre allant de thèmes à fort caractère fondamental à d'autres plus axés sur des actions à fort impact socio-économique. Ses champs d'application sont diversifiés souvent positionnés à la lisière d'autres champs disciplinaires (géophysique, biologie, santé, mécanique ...). L'UMET est structurée en équipes qui portent les thèmes scientifiques.

Les équipes de l'UMET :

L'équipe **Matériaux Moléculaires et Thérapeutiques (MMT)**, qui dépend de la section 5 du comité national, est dirigée par Marc Descamps (PR 28). Elle regroupe les activités en lien avec la physique des matériaux moléculaires, et oriente son champ d'application vers la physique des matériaux moléculaires à usage pharmaceutique et s'intéresse également à la bio protection. L'équipe est composée de 11,5 permanents chercheurs et enseignants-chercheurs (EC) (4 PR, 6,5 MCF et 1 CR passé DR en 2013). L'enseignement des EC (section 28 du CNU) est réalisé à l'UFR de Physique de l'Université Lille 1 et l'IUT A -Dép. Mesures Physiques de Lille 1. L'équipe a développé depuis plus

d'une décennie une activité de recherche originale à l'interface Matériaux/Pharmacie à un moment où l'industrie pharmaceutique réalise l'urgente nécessité de rationaliser la formulation des « matériaux médicaments ».

L'équipe **Physique des Minéraux (PM)**, dirigée par Patrick Cordier (PR 28), relève de la section 18 du comité national et s'intéresse à la plasticité du manteau terrestre et aux matériaux extraterrestres. Son champ d'application est donc largement tourné vers les sciences de la Terre et de l'Univers (INSU). Elle est composée de 12 permanents : 4 chercheurs CNRS (2 DR, 2 CR), et 8 enseignants-chercheurs (4 PR et 4 MCF ; en section 28 du CNU). L'enseignement est majoritairement dispensé à l'UFR de physique et des interactions avec l'UFR des sciences de la Terre sont développées.

L'équipe **Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (MPGM)** est dirigée par A. Legris (PR 33) et Jean-Bernard Vogt (PR 33) et se rattache à la section 15 du comité national. Elle se consacre principalement à l'étude des transformations de phases et des propriétés mécaniques principalement d'alliages métalliques tant du point de vue expérimental que par modélisation multi-échelles. Elle est composée de 14 permanents statutaires (EC et C), dont 4 PR, 7 MCF, 3 CR CNRS auxquels s'ajoutent 3 professeurs émérites et d'un ingénieur chercheur EDF à mi-temps. Les EC (section 33 du CNU) sont majoritairement rattachés à deux écoles d'ingénieurs situées sur le campus: l'École Nationale Supérieure de Chimie de Lille (ENSCL), et Polytech'Lille (Dép. Matériaux). Pendant le quadriennal l'équipe a constitué avec le GPM de Rouen un labo commun avec EDF R&D, EM2VM (Étude et Modélisation de Mécanismes du Vieillessement des Matériaux) en cours de renouvellement.

L'équipe **Ingénierie des Systèmes Polymères (ISP)** est dirigée par Jean-Marc Lefebvre (DR section 11 du comité national) et englobe les activités de synthèses, fonctionnalisations, de caractérisation structurale et mécanique ainsi que l'étude des propriétés ignifugeantes de matériaux à base de polymères. Dans cette équipe sont également développées des recherches concernant les biomatériaux et les traitements de surface dans les matériaux. Elle est composée de 22,5 EC (8 PR, 14,5 MCF, sections 28 et 62 du CNU en majorité) et 2 DR CNRS. Les enseignements sont dispensés dans deux écoles d'ingénieurs (ENSCL et Polytech'Lille), dans les UFR de physique et de chimie et à l'IUT A (départements de chimie et mesures physiques essentiellement).

L'équipe **Processus aux interfaces et hygiène des matériaux (PIHM)** dirigée par Christine Faille (**DR INRA, département MICA**) focalise ses travaux sur l'étude des processus aux interfaces dans les environnements agro-industriels essentiellement. Deux axes forts sont développés : i) la caractérisation des entités potentiellement encrassantes (aliments vs micro-organismes) et du rôle joué par les conditions rencontrées dans les industries agro-alimentaires (IAA) sur leur structure et leur aptitude à contaminer les surfaces et ii) la compréhension de la dynamique des interfaces dans les IAA et le rôle des propriétés des matériaux récepteurs sur ces interfaces Les thèmes de l'équipe correspondent à ceux des départements CEPIA et MICA de l'INRA.

Hors équipe : trois chercheurs et enseignants-chercheurs, anciens membres de l'une des unités qui a contribué à la création de l'UMET ont une activité de recherche en dehors des équipes de l'UMET. Ces trois personnes sont impliquées dans des actions en relation avec la microscopie électronique. Notre laboratoire étant la plaque tournante de la plateforme de microscopie, elles y trouvent un environnement scientifique favorable pour travailler sur de matériaux à l'interface avec des laboratoires voisins. Il s'agit de

- Brigitte Sieber (CR CNRS section 6) qui travaille en étroite collaboration avec l'IRI (Institut de Recherche Interdisciplinaire USR-3078, Université Lille1) sur les propriétés électroniques et la luminescence de nanofils à base de ZnO (7 publications sur la période concernée).
- Ydir Androusi (MCF, section CNU 28) qui travaille en collaboration avec une équipe de l'IEMN (Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, université Lille 1). Il étudie les microstructures de couches en épitaxie à base de Ga (4 publications sur la période concernée). Plusieurs actions de recherche pour lesquelles il peut apporter son expertise MET aux équipes de UMET sont actuellement en discussion (équipes PM et ISP).
- Etienne Brès (PR Lille 1, section CNU 28) qui travaille sur les biomatériaux et biocéramiques en lien avec la fédération de biomatériaux, avec une caractérisation MET (2 publications sur la période concernée). Des actions de recherche en lien avec l'équipe MMT sont en cours de démarrage.

Services communs : La création de l'UMET en 2010 a conduit au regroupement de plusieurs laboratoires. Durant la présente période nous avons travaillé pour la mise en place de plusieurs services communs. C'est maintenant une réalité pour le pôle de **secrétariat-gestion** (Corinne Henry : AI CNRS; Isabelle Samain : ATP CNRS ; Marie-José Clermont : Adjenes ; et Brigitte Versmessen 50%, CDI). D'importants efforts de mutualisation ont été réalisés également dans le domaine **informatique** (scientifique avec l'arrivée par NOEMI de Michel Sénéchal, IR CNRS en 2012 et bureautique, Benoit Hue à 40 %), de la **conception électronique et mécanique** (Benoit Hue à 60% : AI Lille 1; Claude Vanmansart : AI Lille 1) ou concernant les aspects d'entretien du bâtiment et la rénovation de salles (Michel Deraedt, AT Lille 1, Monique Baudon ADT Lille 1).

UMET étant fortement impliqué dans la plateforme de microscopie électronique de la fédération Chevreul, il met à disposition ses locaux et des personnels pour faire tourner cette plateforme. Côté personnel il s'agit de Anne-marie Blanchenet (AI Lille 1) qui s'occupe des préparations d'échantillons (polissage, amincissement ionique, ultramicrotomie, ...), de Jean-François Dhenin (IE CNRS) qui a en charge la maintenance des instruments et la formation, et de Ahmed Addad (IR CNRS à 50 % plateforme, 50 % UMET ; 25 publications sur la période considérée) qui collabore aux travaux de recherche et développement impliquant la microscopie.

Nom/fonction	Service Commun de rattachement
Corinne Henry (AI CNRS)	Administration/gestion, administratrice principale
Marie-José Clermont (Adjenes)	Secrétariat administratif
Isabelle Samain (ATP CNRS)	Service financier/gestion
Brigitte Versmessen (CDI)	Service financier/gestion
Monique Baudon (ADT Lille1)	Entretien
Deraedt Michel (AT Lille 1)	Entretien du bâtiment, rénovation salles
Benoit Hue (AI Lille 1)	Service informatique et conception mécanique
Claude Vanmansart (AI Lille 1)	Conception électronique et mécanique
Michel Sénéchal (IR CNRS)	Informatique scientifique
Anne-marie Blanchenet (AI Lille 1)	Plateforme Microscopie - Préparation échantillons
Jean-François Dhenin (IE CNRS)	Plateforme microscopie - Maintenance et formation
Ahmed Addad (IR CNRS)	Plateforme microscopie - Recherche et développement

Tableau: liste des personnels affectés aux services communs. D'autres personnels ITA et BIATSS sont affectés en support des équipes

Profil d'activités

Unité/Équipe	Recherche académique	Interactions avec l'environnement	Appui à la recherche	Formation par la recherche
Ensemble	50%	20%	10%	20%
<i>dont équipe MMT</i>	63%	12%	5%	20%
<i>dont équipe PM</i>	50%	0%	0%	50%
<i>dont équipe MPGM</i>	65%	10%	5%	20%
<i>dont équipe ISP</i>	30%	30%	15%	25%
<i>dont équipe PIHM</i>	60%	30%	0%	10%

Organisation et vie de l'unité

Gouvernance

La taille de l'unité et les origines diverses de ses équipes imposent une gouvernance collégiale. Le comité scientifique (constitué par la direction, les chefs d'équipe secondés par des membres de leur équipe) se réunit autour de six fois par an pour discuter des questions d'intérêt général et de la politique scientifique de l'unité: budget prévisionnel et suivi des dépenses, recrutements, attribution des moyens (bourses de thèse de l'établissement, professeurs invités, demandes de BQR). Les réunions du comité scientifique permettent de préparer les réunions du conseil de laboratoire qui a été réuni à peu près trois fois par an et auquel sont soumis pour discussion et validation les éléments clés de la politique scientifique du laboratoire discutés en conseil scientifique. Un compte rendu est élaboré après chaque conseil de laboratoire et après validation il est diffusé à l'ensemble du laboratoire.

Mutualisation et action transversales

La création de l'UMET (janvier 2010) a permis de regrouper des équipes d'anciennes unités dont certaines remontaient pratiquement à la fondation de l'université. Ce regroupement a nécessité et nécessite encore de réformes de structure et une évolution progressive des mentalités qui permettent au sentiment d'appartenance de se répandre et d'être conforté. La mise en place d'une **gouvernance interactive**, de **services communs**, la tenue de la **journée annuelle des doctorants**, et l'organisation du **repas annuel de l'unité** constituent des liants qu'il s'agit de préserver et de développer. Des actions concrètes ont été mises en place pour favoriser et accélérer l'intégration des équipes au sein de la nouvelle unité.

Concernant la structure de l'unité, la mutualisation des services d'administration et de gestion est aujourd'hui une réalité. Il en va de même des services techniques lorsque cela conduit à des gains de productivité et à une rationalisation des tâches. Cette mise en commun des services s'est jusqu'à ce jour réalisée par un redéploiement et une redéfinition des missions et/ou périmètres d'action des agents. Elle devrait se poursuivre dans les années à venir à travers les recrutements escomptés suite à des départs à la retraite. Les secteurs d'activité et les missions concernés par la mutualisation des services techniques sont l'informatique de bureau et scientifique, l'entretien des bâtiments, la conception électromécanique de montages expérimentaux originaux, la préparation d'échantillons pour la microscopie, ainsi que la préparation chimique et le support technique à l'activité fiabilité/comportement mécanique. Cette mise en commun concerne aussi le support et l'accompagnement technique autour de la microscopie électronique pour les équipes de l'UMET, et qui ont été étendus en 2011 aux membres de la fédération Chevreul.

Hygiène et sécurité

Dès la création de l'unité, la mise en place d'un collectif hygiène et sécurité regroupant les Assistants de Prévention (4 dans l'unité) et les Personnels Compétents en Radioprotection (PCR, 3 dans l'unité) a permis de mener une véritable politique concertée dans le domaine de l'hygiène et la sécurité. Le collectif hygiène et sécurité élabore un budget prévisionnel en début d'année (entre 10 et 20 k€) et celui-ci est en général assez bien réalisé en cours d'année. Pendant la présente contractualisation l'accent a été porté sur la mise en conformité du stockage des produits chimiques avec notamment la constitution de salles tampon munies d'armoires de stockage adaptées. Un autre volet sur lequel un effort a également été entrepris concerne la mise en sécurité des salles d'expériences notamment vis-à-vis des risques de fuite de fluides (détecteurs de présence de gaz, systèmes d'extraction d'air). Une contribution exceptionnelle de l'INC pendant la période (23 k€ en crédits fléchés) a été d'un grand secours pour pouvoir mener à bien ces opérations.

Plan de Formation

A l'initiative de la délégation régionale du CNRS, UMET a mis en place en 2011 un plan de formation de l'Unité et en a confié l'animation à Anne-Marie Blanchenet (AI Lille1) et à Marie-José Clermont (ADJENES). Les statistiques pour 2012-2013 montrent que plus de la moitié de personnels techniques et entre 8 et 10 % des chercheurs, enseignants chercheurs et doctorants ont suivi des formations dont les domaines sont assez diversifiés comme l'atteste le schéma ci-après.

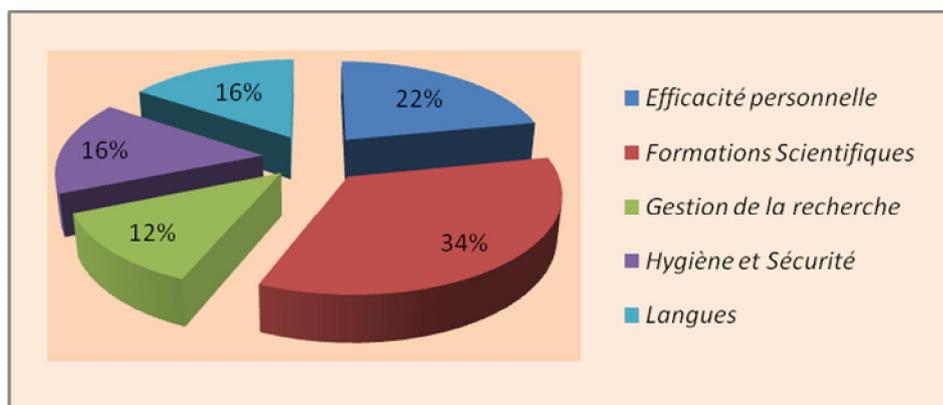


Schéma: répartition du type de formation effectuée par les personnels de UMET en 2012-1013

Évolution de la technicité et des effectifs des personnels techniques et administratifs

Au cours de la période 2009-juin 2013 un départ de personnel technique a été constaté (N. Egels, AT UL1) et deux nouveaux entrants ont été accueillis : J.N. Staelens (Tech, UL1) en BAP B (équipe ISP) et M. Sénéchal (IR, CNRS) en BAP E (service commun informatique). Par ailleurs un poste IR microscopie BAP B a été accordé par le CNRS à la Fédération Chevreul en 2013. Le recrutement est en cours, et bien qu'affecté à la Fédération Chevreul il aura une forte implication dans les recherches menées à UMET.

Deux départs à la retraite sont attendus pendant la période à venir comme indiqué dans le tableau ci-dessous. Par ailleurs, un certain nombre de promotions ont été obtenues comme le résume le tableau ci-après.

Nom	Date de départ ou arrivée
Michel Sénéchal (IR Info)	Arrivée Noemi janvier 2012
Nadine Egels (AT UL1)	Départ janvier 2012
Jean-Noël Staelens (T UL1)	Arrivée septembre 2012
Claude Van Mansart	Départ en retraite pendant le prochain contrat
Marie José Clermont	Départ en retraite pendant le prochain contrat

Tableau de l'évolution passée et à venir des personnels techniques et administratifs.

Nom	Promotion
Marie José Clermont	Grade, ADJENES 1ere classe en 2013
Benoit Hue	Corps, AI en 2013
Claude Van Mansart	Corps, AI en 2011
Jean-François Dhenin	Corps, IE en 2010
Jean-Noël Staelens	Grade, Tech Classe Exceptionnelle 2013
Jean-Noël Staelens	Grade, Tech Classe Supérieure 2012

Tableau consignant les principales promotions obtenues par les personnels techniques et administratifs de UMET pendant la période de référence.

Évolution des effectifs chercheurs et enseignants chercheurs

Des actions concrètes ont été menées pour favoriser les actions scientifiques transverses lorsque celles-ci ont été identifiées comme à fort potentiel ou ayant un caractère structurant. Ainsi, à la création de l'unité un poste MCF 33ème section originaire de l'équipe MPGM a été redéployé sur les équipes ISP et MMT pour développer des actions communes sur les polymères à application thérapeutique (recrutements N. Tabary). Deux postes créés par l'université (MCF et PR, section 28) ont été affectés à l'équipe MMT répondant en partie aux requêtes formulées par le comité d'évaluation AERES de 2009. Un poste PR 28 (redéploiement interne) a été affecté à l'équipe PM pour développer les activités hautes pressions. Un nouveau chercheur CNRS (CR2 18 section) a été recruté en 2010 dans l'équipe PM. Deux chargés de recherche de UMET ont démissionné du CNRS suite à la réussite de concours de recrutement PR au Laboratoire (1 CR 18 en 2010, 1CR 5 en 2011), un DR CNRS section 11 a demandé sa mutation en 2011 à Lyon et un DR section 18 est venu rejoindre l'équipe PM (mutation en provenance de Toulouse). Trois recrutements ont eu lieu à l'ENSCL pendant la période, 1MCF section 33 a été affecté à l'équipe MPGM en 2010, 1 MCF et un PR section 62 ont été recrutés par l'équipe ISP en 2011. Enfin, un collègue a été recruté comme PR 28 en 2012 affecté à l'équipe PM alors qu'en 2012 le départ à la retraite d'un collègue PR section 33 a été remplacé par le recrutement d'un PR 33 dans l'équipe MPGM en 2013.

Deux départs à la retraite sont prévus pendant le prochain contrat quinquennal, celui de Marc Descamps (PR 28 UL1) en janvier 2014 et celui de Jean-Marc Lefebvre (DR CNRS).

Parmi les éléments qui ont guidé la politique de recrutement, la direction a tenu compte du rapport de l'AERES suite à sa visite de janvier 2009, de la qualité des projets scientifiques, de la réalité du terrain en ce qui concerne l'équilibre des équipes et des besoins pédagogiques exprimés par les composantes et ou les tutelles.

Composante de Recrutement	Année	Origine du support	Equipe d'accueil	Recrutement Endo/Exo
CR CNRS section 18 INSU	2010		PM	Exo (thèse à l'ENS Lyon)
MCF 33 UFR Chimie Lille 1	2010	MPGM	50% ISP 50% MMT	Endo
MCF 28 IUT A Mesures Physiques	2010	-	MMT	Exo (thèse au Portugal)
PR 28 UFR Physique Lille 1	2010	LSPEs-Semicon	PM	Endo (CR CNRS)
MCF 33 ENSCL	2010	MPGM	MPGM	Exo (thèse à Gand)
MCF 28 UFR Physique	2010	PM	PM	Exo (thèse à Poitiers)
PR 28 IUT A Mesures Physiques	2011	-	MMT	Endo (CR CNRS)
MCF 28 Polytech' Lille-Matériaux	2011	ISP	ISP	Endo
PR 62 ENSCL*	2011	-	ISP	Endo
MCF 62 ENSCL	2011	ISP	ISP	Endo
PR 28 UFR Physique	2012		PM	Endo
PR 33 Polytech'Lille	2013	MPGM	MPGM	Exo (MCF au LML-Lille)

Tableau récapitulatif des recrutements effectués pendant la période. Il est à noter que 3 chercheurs CNRS ont démissionné ou demandé leur mutation pendant le quinquennal.

Ressources

Depuis sa création (janvier 2010) et jusqu'en juin 2013, l'unité a été impliquée dans quinze programmes ANR dont neuf ont été portés par nos équipes (2 (1) pour MMT, 2 (1) pour MPGM, 7 (3) pour PM; 4 (4) pour ISP, liste détaillée par équipe en annexe 6), neuf programmes européens du 7 et 6 PCRD (2 MPGM, 5 ISP; 2 PIHM), trois programmes européens de type INTERREG dont un en tant que coordinateur principal (1 (1) MMT, 2 ISP), et un ERC Advanced Grant (Rheoman, PM). Elle est aussi fortement impliquée dans les différents programmes régionaux et possède une importante activité contractuelle. Cette diversité de financements témoigne d'une activité scientifique portée à la fois sur des thématiques à fort caractère fondamental et d'autres plus axées sur des actions à fort impact socio-économique.

Les ressources propres de l'UMET s'élèvent à approximativement 1,85 M€ en 2011 et 2,86 M€ en 2012 année un peu exceptionnelle à cause de la mise en place des crédits correspondant au projet ERC Rheoman. Les ressources institutionnelles (hors salaires) s'élèvent à environ 400 k€/an. Approximativement un tiers des ressources institutionnelles sont utilisées pour financer les services communs incluant une participation à l'utilisation par les équipes des plateformes de caractérisation de la fédération Chevreul. Le restant des dotations est attribué aux équipes au prorata de leur poids. Une contribution de 5% des contrats de recherche hors salaires est également demandée aux équipes lorsque le contrat le permet pour financer le fonctionnement du laboratoire et la mise en place pour 2014 d'appels à projets internes (budget prévu de 20 k€). Le budget annuel dédié aux équipements oscille entre 70 et 100 k€. Des opérations de moyenne envergure sont privilégiées quitte à alterner les achats entre les

équipes. Pour l'équipe PIHM, le rapport ressources propres/ressources institutionnelles est de l'ordre de 3 plutôt que 5 ou 6 pour UMET.

Concernant PIHM, au cours du quinquennal, le budget annuel de l'unité était compris entre 200 k€ et 400 k€. Le financement repose essentiellement sur des soutiens financiers provenant de l'INRA (31%), des industriels (27%) et de l'ANR (21%). D'autres financements publics, région NPdC (FEDER, 13%) et Europe (PCRD, 8%) ont aussi, dans une moindre mesure, contribué à l'avancement des recherches menées à PIHM. L'analyse du budget par année met en évidence une relative stabilité (en %) de la part de la tutelle et des industriels, même si cette stabilité apparente masque la réduction par exemple des aides de l'INRA calculées à partir des effectifs de catégorie A. En revanche, nous pouvons noter la variabilité en pourcentage des fonds provenant de l'ANR, de l'EUROPE et de la région.

Crédits établissement	2011			2012		
	Fonctionnement	Investissement	Salaires	Fonctionnement	Investissement	Salaires
U LILLE 1 - dotation	145 395	36 199	4 583 741	149 319	10 000	4 666 170
ENS CH.LILLE	9 702	50 763	1 164 645	10 000	50 465	1 188 237
U LILLE 1 : BQR	7 500	0	0	5 000	50 000	0
CNRS-dotation FEI	99 000	13 500	1 519 667	89 000	5 500	1 560 550
CNRS-Prog. Nationaux	52 000	0	0	43 000	0	0
Total	313 597	100 462	7 268 053	296 319	115 965	7 414 957

Tableau: ressources financières institutionnelles de UMET

Crédits établissements	2011			2012		
	Fonctionnement	Investissement	Salaires	Fonctionnement	Investissement	Salaires
INRA	58 500		945 000	45 500		945 000
Total	58 500		945 000	45 500		945 000

Tableau: ressources financières institutionnelles de PIHM

Crédits sur programmes, sur contrats ou opérations particulières	Fonctionn.	2011			2012		
		Invest.	Salaires	Fonctionn.	Invest.	Salaires	
II.1 Appels à projets internationaux							
Programmes internationaux				3 000			
Programmes Européens hors ERC	198 040	10 000	113 820	161 047	26 530	149 537	
Grants ERC				129 400	409 480	118 510	
sous-total appels à projets internationaux	198 040	10 000	113 820	293 447	436 010	268 047	
II.2 Appels à projets nationaux							
Appels à projet ANR	149 360	13 000	137 400	249 781	4 400	259 680	
Appels à projets des ministères hors MESR	12 490						
Programmes Investissements d'Avenir							
sous-total appels à projet nationaux	161 850	13 000	137 400	249 781	4 400	259 680	
II.3 Autres sources de financement							
Financement public hors tutelles	84 491	15 375	109 087	23 941		18 023	
Fondations, associations caritatives, Institut Carnot, RTRA, RTRS							
Collectivités territoriales	198 422	182 656	203 321	320 679	116 806	217 180	
Contrats de recherche industriels	209 716	92 706	97 676	330 829	112 017	207 031	
Licences d'exploitation des brevets, certificat d'obtention végétale							
Prestations d'expertise							
Autres	22 000			4 200			
sous-total autres sources de financement	514 629	290 737	410 084	679 649	228 823	442 233	
Total	874 519	313 737	661 304	1 222 877	669 233	969 960	

Tableau: ressources propres de UMET

Crédits sur programmes, sur contrats ou opérations particulières	Fonctionn.	2011			2012		
		Invest.	Salaires	Fonctionn.	Invest.	Salaires	
II.1 Appels à projets internationaux							
Programmes Européens hors ERC				30 200		17 810	
sous-total appels à projets internationaux	0	0	0	30 200	0	17 810	
II.2 Appels à projets nationaux							
Appels à projet ANR	29 384						
sous-total appels à projet nationaux	29 384	0	0	0	0	0	
II.3 Autres sources de financement							
Collectivités territoriales	28 068	15 000	14 983	12 750		18 043	
Contrats de recherche industriels	60000			36 000		5 350	
Prestations d'expertise	19 321			26 066			
sous-total autres sources de financement	107 389	15 000	14 983	74 816	0	23 393	
Total	136 773	15 000	14 983	105 016	0	41 203	

Tableau : ressources propres de PIHM

La répartition de l'origine des ressources de UMET est schématisée dans le camembert ci-après.

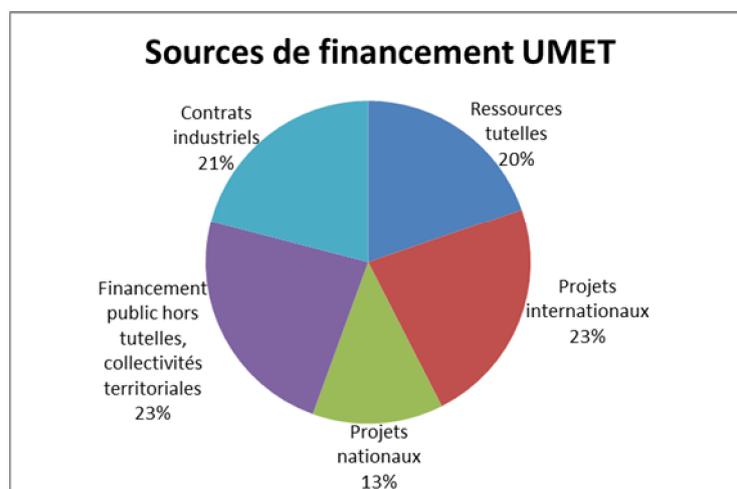


Figure: schéma résumant l'origine des ressources de UMET.

Faits marquants

Investissements d'avenir

UMET s'est fortement impliquée dans le montage de dossiers suite aux appels à projets des opérations PIA lancées en 2010 puis en 2011. L'unité et ses équipes ont porté l'**equipex** META (porteur P. Raterron) relatif à la microscopie électronique qui a été redéposé lors du deuxième appel à projets et n'a malheureusement pas été retenu. Le projet de **labex** SYMMECOM, porté par H. Leroux, a été classé B lors du premier appel à projets. Une nouvelle mouture remodelée (ICTINOS) portée par R. N. Vannier (UCCS-ENSCL) lors du deuxième appel dans laquelle l'UMET occupe une place importante n'a pas non plus été retenue. Nous avons également participé au projet de cluster « molécules et matériaux » qui constitue l'un des cinq piliers sur lesquels reposait le projet **IDEX2** porté par les trois universités lilloises qui n'a pas été sélectionné.

Les équipes ISP et MMT sont fortement impliquées dans l'**IEED IFMAS** (Institut français des matériaux agrosourcés) qui a été retenu par l'appel à projet dans le cadre du PIA. Le projet IFMAS, en cours de lancement, est progressivement mis en place et prévoit l'occupation d'un nouveau bâtiment IFMAS "central" par des équipes détachées complètement ou partiellement de l'unité. Dans cet IEED, nos équipes sont impliquées dans les programmes liés à la détermination des diagrammes d'état (expérimentalement et par modélisation numérique) des matériaux biosourcés, les synthèses et modifications par chimie supramoléculaire, les analyses structurales et morphologiques, les mobilités moléculaires, les comportements viscoélastiques et plastiques et la modélisation des systèmes polymères biosourcés et nanocomposites.

Projets Européens

L'un de nos collègues, P. Cordier (PM), a présenté le projet RheoMan (modélisation multi-échelles de la rhéologie du manteau terrestre) un Advanced Grant auprès de l'**ERC** qui a été retenu dès sa première version en 2011. Le projet qui a actuellement atteint sa vitesse de croisière devrait avoir une capacité d'entraînement en ce qui concerne les méthodes de la simulation numérique qui va au-delà du strict champ d'application du projet. Un deuxième collègue de l'équipe PM S. Merkel a également déposé un projet 'Consolidator Grant' auprès de l'**ERC**. Ce projet, qui concerne l'étude expérimentale de la déformation sous haute pression des matériaux du manteau a été sélectionné pour un examen approfondi qui s'est déroulé au mois d'avril 2013, suivi d'une audition en septembre 2013. Enfin un troisième projet Fire-Bar qui traite des matériaux ignifugés a été déposé par S. Bourbigot ISP en 2012 (retenu pour la deuxième phase, classé A) puis redéposé en 2013 mais il n'a malheureusement pas été retenu.

Par ailleurs l'équipe MMT coordonne l'**INTERREG IVa IDEA** entre la GB la Belgique et la France. Ce réseau est appelé à devenir une force de proposition dans le domaine des matériaux pour la pharmacie.



UMET est également partenaire de deux autres projets interreg et de sept projets européens du 6 et 7èmes PCRD.

En ce qui concerne PIHM, Thierry Bénézech est coordinateur du projet européen Susclean, KBBE 2011.2.3-01 (2012-2015): 21 partenaires (11 entreprises [10 PME]). PIHM a été aussi impliqué dans le projet européen Pathogencombat FP6-FOOD FOOD-2003-T5.2, (2005-2010), projet intégré « Control and prevention of emerging and future pathogens at cellular and molecular level throughout the food chain »

Laboratoire Commun

L'équipe MPGM a développé depuis plus d'une décennie un partenariat de recherche privilégié avec EDF. Ce partenariat a abouti à la création d'un laboratoire de recherche associé avec EDF qui est devenu depuis 4 ans tripartite avec la participation du GPM de Rouen. Le Laboratoire EM2VM (Étude et Modélisation des Microstructures pour le Vieillessement des Matériaux) concerne côté MPGM essentiellement les activités de modélisation des dommages d'irradiation mais d'autres activités (notamment l'étude expérimentale de la fiabilité des matériaux) y ont été intégrées par le passé et pourraient y être incluses à l'avenir. Le contrat de renouvellement de EM2VM est actuellement en cours d'étude.

2. Réalisations

Sur la période janvier 2009-juin 2013 (4,5 années) le nombre total d'articles dans des revues internationales à comité de lecture est de 574. Le taux de publication par équipe est comparable à celui de la période précédente. La répartition entre équipes est assez homogène hormis pour l'équipe ISP qui possède un taux de publication supérieur à celui des autres équipes. Une analyse plus détaillée de la bibliométrie est proposée dans les sections dédiées aux équipes.

Équipe	Nb de publications ACL (2009-2013)	ETP recherche	Publications/ETP
Ensemble	574	40,1	14,3
MMT	61	5,8	10,5
PM	102	8	12,6
MPGM	113	9 (hors PREM et EDF)	12,6
ISP	264	13,5	19,5
PIHM	43	4,3	10,0

Tableau du nombre moyen de publications par équipe et par ETP recherche pour la période janvier 2009-juin 2013.

Toutes catégories confondues, le nombre de contributions répertoriées de UMET dans des conférences est de 976. Le graphique ci-dessous illustre la répartition géographique du rayonnement du laboratoire.

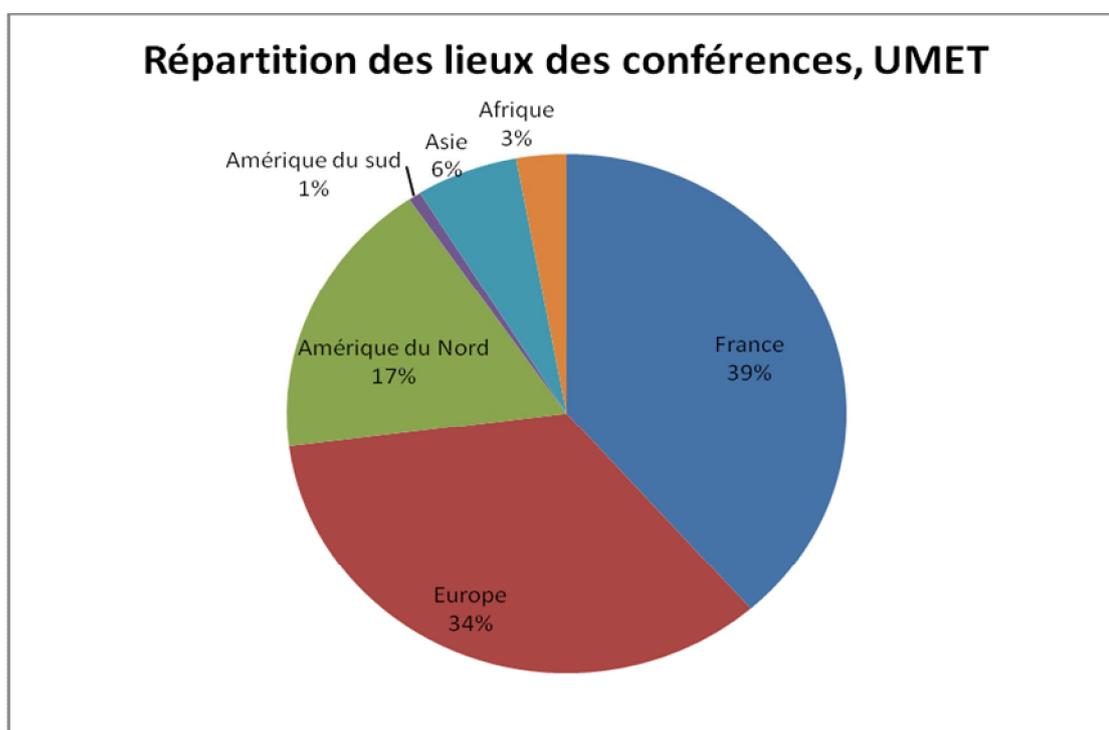


Figure: camembert illustrant le rayonnement géographique des équipes de l'UMET

3. Implication de l'unité dans la formation par la recherche

Formation initiale

L'UMET est impliquée dans la formation liée à deux écoles d'ingénieurs (Polytech'Lille et l'École Nationale Supérieure de Chimie de Lille), dans les UFR de physique et de chimie de l'Université Lille 1 et dans l'IUT A (département de mesures physiques et département chimie). Au niveau master, l'implication est plus particulièrement centrée sur deux masters : spécialité « matériaux » en physique et spécialité « ingénierie des systèmes polymères » en chimie. Le laboratoire est rattaché à l'école doctorale « **Science de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement** » du PRES Lille Nord de France. PIHM est impliqué dans les enseignements de niveau Master 2 et école d'ingénieur dans différents établissements d'enseignements supérieurs : AgroParisTech, AgrosupDijon, ENS Chimie, Ecole centrale, HEI (Lille).

Master de Physique, spécialité Matériaux : dans le master de physique, nous pilotons la spécialité Matériaux du M2 (Direction des Études: P. Cordier jusqu'en 2012, D. Jacob depuis 2012). La formation vise à transmettre les connaissances propres à la physique des matériaux. Plusieurs enseignants y assurent la coordination de modules (« Transformations de phase » par M. Descamps, « Méthodes modernes d'analyses structurales » par A. Hédoux, « Mobilité dans les cristaux et les amorphes » par L. Carpentier ; « Physique de la déformation et de la rupture » par P. Cordier). Un parcours "Nucléaire" commun aux M2 des masters physique et chimie a été mis en place (mise en place et responsabilité : A. Legris). Ce master attire un nombre croissant d'étudiants (proche de la dizaine). Un parcours « Matériaux Pharmaceutiques » (responsables M. Descamps/E. Dudognon) est également mis en place au M2 de physique spécialité Matériaux en conjonction avec l'activité formation du réseau INTERREG IDEA (cf ci-dessous).

Master de Chimie, spécialité « ingénierie des systèmes polymères ». Le Master de Spécialité « Ingénierie des Systèmes Polymères » (ISP), créé en 2010 sous la Mention Chimie de l'Université Lille 1, a pour objectif de former des scientifiques de niveau expert ayant des compétences allant de la conception jusqu'à la mise en œuvre des polymères, en passant par les techniques de caractérisation et l'étude des propriétés des polymères à applications ciblées. Une importance particulière est accordée à l'innovation : nouvelles voies de synthèse pour contrôle de l'architecture macromoléculaire, concept de chimie verte, polymères bioactifs et biomatériaux, nanostructuration pour de nouvelles applications (nanovecteurs, nanoélectronique, nanocomposites, polymères nanoporeux...). Ce Master est adossé à l'équipe ISP de l'UMET. Il est également co-habilité ENSCL et engage des partenariats étroits avec d'autres laboratoires de la Fédération Chevreul ainsi que la Fédération des Biomatériaux et Dispositifs Fonctionnalisés de la Région Nord, Pas-de-Calais. Le pilotage de la formation est assurée par le professeur Maryse Bacquet de l'UMET. L'équipe pédagogique est en majorité constituée d'enseignants chercheurs de notre laboratoire.

A côté des masters portés par le laboratoire, des collègues sont fortement impliqués dans le Master 1 et 2 **Biologie-Santé- parcours biomatériaux** : Master co-habilité avec Lille 2 ayant pour objectif de former un public de cliniciens de différentes spécialités à la fonctionnalisation des biomatériaux et dispositifs médicaux et à leur utilisation thérapeutique. On y aborde la biologie cellulaire, la morphologie et la physiologie, à la fonctionnalisation de surface de dispositifs implantables, les méthodes d'étude en cytopathologie, et l'interaction matériau-vivant. Les Pr B. Martel et M. Bacquet interviennent en tant que spécialistes des matériaux polymères et du traitement de surface par modification chimique via différentes technologies adaptées aux biomatériaux.

Formation ingénieur à Polytech'Lille, département « matériaux ». Le laboratoire est fortement impliqué dans le département « science des matériaux » de l'école d'ingénieurs Polytech'Lille (environ 30 diplômés/an). 8 Enseignants-chercheurs y participent (A. Legris, H. Leroux, G. Stoclet, S. Degoutin, J.M. Gloaguen, G. Reumont, M. N. Avettant Fenoel et le récemment embauché D. Balloy) et y exercent des responsabilités (responsabilités d'année de formation, stages, ...). Alexandre Legris a été directeur du département de 2008 à 2010. A noter que G. Reumont (équipe MPGM), après avoir été directeur adjoint de l'école durant toute la période, en est maintenant le directeur depuis le début de l'année 2013.

Formation ingénieur ENSCL, axe science des matériaux. L'objectif de cette formation est de fournir à des élèves ingénieurs chimistes un niveau de connaissances permettant de traiter des problèmes de métallurgie, d'élaboration et de dégradation des matériaux. Cet enseignement est réparti essentiellement sur deux semestres dont l'un constitue une option en dernière année. J.-B Vogt est le responsable de l'option « fiabilité des matériaux » C. Becquart est responsable des stages.

Formation doctorale

La formation doctorale occupe une place importante dans notre unité. Notre laboratoire dépend de l'école doctorale SMRE (Science de la matière, du rayonnement et de l'environnement). Patrick Cordier (équipe PM) en est l'un des directeurs des études. Durant la période janvier 2009 - juin 2013, 49 thèses ont été soutenues et 53 sont en cours (hors équipe PIHM). L'annexe 7 rassemble toutes les données concernant ces doctorants (incluant la nature du financement, durée des thèses, devenir des doctorants). La durée moyenne des thèses est de 3 ans et 4 mois, dans nombre de cas l'excédent est financé sur ressources propres. La durée des thèses est encore trop importante en regard de la durée des contrats doctoraux. Le laboratoire doit encore faire des efforts pour réduire les débordements.

La répartition des doctorants par équipe est donnée dans le tableau ci-après. Si on rapporte le nombre de thèses encadrées au potentiel d'encadrement des équipes (au sens large, en prenant en compte tous les ETP-R), on note un taux de doctorants plus important pour l'équipe ISP (deux fois plus que pour les autres équipes). Cela s'explique par une implication contractuelle plus grande et des relations internationales privilégiées (LIA-Mansoura, groupe PSI).

Equipe	Thèses, Janv 09-juin13	En cours	Total	ETP-R	Thèse/ETPR
MMT	3	6	9	5,8	1,6
PM	7	10	17	8	2,1
MPGM	13	6	19	9	2,1
ISP	26	31	57	13,5	4,2
Ensemble	49	53	102	35.8	2,8

Tableau: thèses soutenues et en cours par équipe

La répartition des financements des thèses est donnée par le camembert ci-après (gauche). Cette répartition est en phase avec les sources de financement des équipes. L'origine des doctorants s'équilibre entre un recrutement local (40 % de masters locaux), français (20 % master d'une autre université française) et étranger (40 % master ou équivalent hors France).

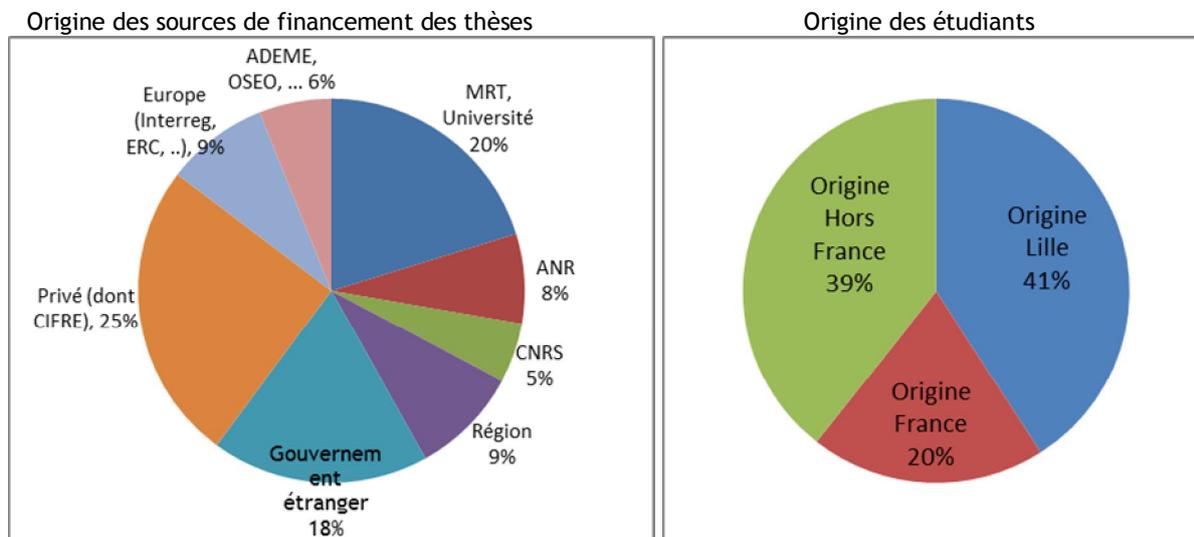


Schéma concernant la répartition des financements et l'origine des doctorants

Formations ponctuelles (formation continue, écoles,)

Dans le domaine des **matériaux pharmaceutiques**, l'équipe MMT a organisé des **sessions de formation continue** et des séminaires généraux pour industriels de la pharmacie (M. Descamps) : ORIL, SERVIER, CPE Lyon, Zentiva (Rep. Tchèque), Astra Zeneca (Suède), Université de Pharmacie (Copenhague).

Dans le cadre du projet INTERREG IDEA, un **centre international de formation** dédié à l'optimisation de la conception des médicaments à l'état solide a été créé depuis 2010 et est coordonné par l'équipe MMT. Il a pour but de palier un grave manque de ressources humaines en terme de jeunes scientifiques possédant à la fois une bonne compréhension des approches pharmaceutiques et de bonnes connaissances en physique/chimie des matériaux. Les enseignements de niveau MASTER - Formations Doctorales par nature transdisciplinaire (physique, chimie, pharmacie) sont assurés conjointement par les membres du consortium (Université Lille1 & Lille2, Cambridge, East-Anglia et Gand). Plusieurs journées de formations spécifiques portant sur la synthèse, la caractérisation et la formulation des matériaux pharmaceutiques ont aussi été organisées sur les différents sites partenaires. 16 doctorants, 12 étudiants de Master dont 2 Erasmus Mundus ont pu bénéficier des formations offertes dans le cadre de ce programme. (MMT : 3 doctorants dont 2 financés à 100% dans le cadre du projet, 6 étudiants de Master, 1 Erasmus).

La forte implication du laboratoire dans le pilotage de la plateforme de **microscopie électronique de la Fédération Chevreul** se traduit aussi par des actions de formation. Durant la période récente, nous avons organisé plusieurs formations/écoles liées à la diffraction électronique et aux développements des outils quantitatifs. Nous avons également organisé deux écoles européennes à destination de jeunes chercheurs dans le domaine de la minéralogie (MINTEM 2011 et 2012). La liste des formations dans lesquelles nous avons activement participé dans le domaine de la microscopie électronique est la suivante:

MinTEM 2012 et MinTEM 2011. Microscopie Électronique en Transmission pour la Minéralogie, organisée par D. Jacob. En partenariat avec la Société Française de Minéralogie et de Cristallographie (SFMC). Université de Lille 1, France. (<http://umet.univ-lille1.fr/Animation/MinTem/>). Lecturers : D. Jacob, P. Cordier, A. Mussi, H. Leroux

École Européenne du CNRS/SFmu (Soc. Française des Microscopies) « School on Electron Precession » en juillet 2009, Bouvines, France : co-organisation D. Jacob (<http://umet.univ-lille1.fr/Animation/precession2009.php>)

École Européenne du CNRS « Quantitative Electron Microscopy » en 2009 et 2013, Saint-Aygulf, France (<http://www.qem2013.fr/>): co-organisation et intervention (D. Jacob)

EMU School "minerals at the nanoscale", Granada, june 2013. Lectures and book chapters, P. Cordier and H. Leroux.

École de tomographie en MET: en 2009 avec la société GATAN puis en 2010 cette même formation organisée conjointement avec l'Institut de Chimie et des Matériaux de l'université Paris Est (ICMPE à THIAIS)

Découpe de Matériaux Extrêmes par Ultra Microtomie - Applications aux Microscopies en octobre 2010 à Lille avec les sociétés LEICA et DIATOME

École d'été GN-MEBA, juillet 2012, Campus universitaire, Lille 1 (100 stagiaires, 30 intervenants), Participation à l'organisation, P. Raterron, F. Béclin.

PIHM est impliqué dans différentes formations destinées à des professionnels dans des centres techniques ou organismes assurant de la formation continue. Citons à titre récent i) pour Welience, Dijon-ex CRITT sur « Manipuler les produits pompables dans les IAA : transfert, traitement thermique, désinfection... (3 février 2011) » ii) pour ARCHIMEX, Vanne sur « Mélange, homogénéisation : technologies et mise en œuvre (18 Novembre 2009) » ou sur « Transposition industrielle (12 oct 2010).

4. Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat

Notre laboratoire restera organisé sous la forme d'équipes, au nombre de 5 du fait de l'intégration de la nouvelle équipe PIHM. Lors du prochain contrat les équipes continueront à développer leurs thèmes de recherche propres à la frontière des sciences des matériaux et d'autres disciplines. Nous veillerons toutefois à préserver un socle commun de savoirs faire et compétences, à cet égard nous serons particulièrement attentifs aux points suivants :

- Veiller à conforter les compétences qui sont notre corps de métier et qui sont largement transversales dans notre laboratoire. Il s'agit plus particulièrement de développer l'étude des mécanismes élémentaires de plasticité, des états thermodynamiques de la matière condensée, des matériaux forcés (broyage, irradiation, pression) ou de la fonctionnalisation des surfaces et interfaces. Pour chacun de ces grands chapitres de compétences, il nous paraît crucial d'être bien représentés dans le paysage national et international afin de favoriser la veille scientifique, l'émergence de nouvelles idées et enclencher de nouvelles opportunités de collaborations.
- Réaffirmer notre positionnement sur les sujets frontières avec d'autres champs scientifiques, comme cela est le cas actuellement de plusieurs axes thématiques importants du laboratoire (matériaux pharmaceutiques, interface avec les sciences de la terre et de l'univers, matériaux biocompatibles ou biosourcés).
- Encourager la participation des équipes à de grands programmes de recherche ou de réseaux de laboratoires. Cela concerne bien entendu des actions transversales avec les laboratoires membres de la fédération Chevreul mais aussi, autant que possible, l'insertion dans des projets ambitieux et largement internationalisés.
- Profiter de l'effet d'entraînement d'actions à forte visibilité (IEED IFMAS, mais aussi ERC). Développer les approches numériques, de *l'ab initio* et la dynamique moléculaire à l'échelle atomique à la simulation macroscopique en passant par la modélisation à l'échelle mésoscopique (dynamique des dislocations, modélisation de type Monte Carlo d'objets, modélisation champs de phases), en favorisant les approches multi échelles.
- Consolider le parc de caractérisation avancée des matériaux. Ces moyens analytiques sont mutualisés au sein de la fédération Chevreul. L'UMET étant plus particulièrement impliqué dans le centre de microscopie électronique, ses acteurs participent à l'achat du prochain microscope électronique en transmission (installation prévue en 2015). Nous visons également une insertion dans le réseau national METSA. Plus généralement, les équipements de haut niveau disponibles dans les plateformes de la Fédération Chevreul devront pour la plupart être renouvelés progressivement d'ici à 2020. Il s'agit là d'un enjeu majeur pour toute notre communauté et un schéma directeur pour le périmètre molécules et matériaux est nécessaire pour parvenir à un renouvellement régulier de ces instruments haut de gamme.

Concrètement, nous serons amenés à développer trois axes d'action:

I - Nous porterons ou soutiendrons des actions d'envergure telles que

1-IFMAS (Institut Français des Matériaux Agro-Sourcés)

Comme indiqué précédemment, deux équipes de l'UMET (ISP et MMT) sont impliquées dans ce projet d'Institut d'Excellence en Énergies Décarbonées (IEED) dans les programmes liés à la détermination des diagrammes d'état (expérimentalement et par modélisation numérique) des matériaux biosourcés, les synthèses et modifications par chimie supramoléculaire, les analyses structurales et morphologiques, les mobilités moléculaires, les comportements viscoélastiques et plastiques et la modélisation des systèmes polymères biosourcés et nanocomposites.

Dans le cadre du Programme Opérationnel FEDER- 2014-2020, et de la Stratégie de Recherche et d'Innovation - Spécialisation Intelligente (SRI-SI) associée, UMET est un acteur majeur du projet porté par l'Institut Chevreul de développement de deux démonstrateurs technologiques (UPCAT et FIRE_RESIST) et d'une plateforme de caractérisation avancée (ELCAMAT)

2- Plateforme FIRE-RESIST

Le laboratoire UMET propose une plateforme technologique en relation avec la réaction et la résistance au feu des matériaux polymères et textiles. Cette plateforme a vocation à s'inscrire dans le programme opérationnel 1 du FEDER. Son but est de constituer un centre de référence européen de design et de conception de solutions 'retard au feu' industrielles pour de multiples secteurs d'applications. Elle ne fera pas du transfert de technologie 'simple' ni du test certifié (dans ces derniers cas, le CREPIM assure déjà ce rôle en région NPdC) mais elle alimentera des projets à court et moyen terme des entreprises avec un accompagnement veillant à maximiser la probabilité de réussite. Cette

plateforme s'appuiera sur les pôles de compétitivité régionaux (MauD, UpTex, i-Trans et Team²) pour lesquels elle constituera un outil technologique d'excellence à l'appui de projets et de développements. Fire-Resist permettrait de combler le maillon manquant entre la recherche fondamentale et la conception à l'échelle du laboratoire d'un côté et la certification suivie d'une production industrielle de l'autre. C'est un concept unique qui n'existe pas à l'échelle européenne : plusieurs industries européennes ont montré leur intérêt dans ce projet (BASF, Akzo Nobel, Huntsman, Safran ...) ainsi que des PME (Eurostar Engineering Plastiques, Nanocyl, SAMP ...). Fire-Resist permettra de concevoir de nouvelles molécules et solutions retardatrices de flamme (bio-sourcées ou non et à faible impact environnemental) dont la production est transposable à l'échelle industrielle.

3- Plateforme ELCAMAT

La plateforme ELCAMAT ambitionne d'amplifier la démarche actuelle de développement d'une plateforme mutualisée d'élaboration, transformation et caractérisation avancée des matériaux. Il s'agit ici de renforcer la pertinence de nos thématiques et moyens de recherche et leur caractère pluridisciplinaire dans le périmètre des laboratoires de la Fédération Chevreul (UCCS, UMET, LASIR, MSAP) et selon trois axes transversaux (i) Comportements des matériaux et assemblages moléculaires sous conditions extrêmes (ii) Microstructures et architectures contrôlées pour la maîtrise de propriétés fonctionnelles (iii) Réactivité-sélectivité à l'échelle moléculaire. La mise en place de cette plateforme bénéficiera de la construction programmée du bâtiment de l'Institut Chevreul (livraison prévue en 2016).

II - Nous favoriserons les actions transversales telles que

1- La constitution d'une plateforme numérique - modélisation multi échelles

Le Projet ERC Rhéoman qui concerne la modélisation multi-échelles de la plasticité du manteau terrestre peut constituer un bras de levier intéressant pour mettre en place au sein de l'unité une plateforme de modélisation numérique multi-échelles. L'objectif sera ici de partager savoirs-faires et concepts afin de faire émerger un pôle de modélisation (actuellement une dizaine de permanents et une quinzaine de post docs et doctorants répartis sur les équipes PM, MMT et MPGM) multi-échelles. Ce pôle bénéficiera du soutien d'un IR CNRS recruté par NOEMI en 2012 et des moyens des calculs locaux, nationaux et de ceux du CRI de l'université Lille 1.

2-La réalisation d'une plateforme d'expérimentation sous hautes pressions

Pendant longtemps, les expériences sous haute pression des membres du laboratoire ont été réalisées de manière déportée, sur des grands instruments et dans différents laboratoires d'accueil européens. Lors du dernier quadriennal, nous avons engagé l'installation d'un laboratoire pour l'expérimentation en cellule diamant qui sera complété prochainement par l'achat d'un appareil de type piston-cylindre. Au cours des prochaines années, cette plateforme sera étendue avec l'installation de systèmes de déformation aux conditions de pression et de température du manteau inférieur, avec des techniques de chauffage résistif, chauffage laser, et déformation en cisaillement. Ces appareils supporteront une partie de l'activité expérimentale de l'équipe de physique des minéraux et pourront servir aux autres équipes du laboratoire pour la synthèse de nouveaux matériaux dans des conditions extrêmes.

3- La constitution de clusters à l'échelle européenne

Un Projet euro-régional INTERREG 4A 2mers de cluster « Matériaux avancés et technologies pharmaceutiques » a été récemment déposé (Sept. 2013). Il regroupe deux équipes de l'UMET : MMT & ISP de l'Université Lille1 (coordinateur) ainsi que des groupes de recherche des Universités de Lille2, Cambridge, Gand, Greenwich, East Anglia, le pôle Nutrition Santé Longévité et une PME flamande SEPS PHARMA. Les partenaires s'associent pour répondre à des nouveaux défis dans le développement pharmaceutique et médical à l'aide de technologies optimisées: nanoparticules, co-cristaux dans dispersions solides et dispositifs implantables.

4- Le développement de matériaux supramoléculaires multi-stimulables

Notre ambition au sein de l'équipe ISP est de repousser les limites actuelles dans le domaine de la nanostructuration d'assemblages macromoléculaires en solution et aux interfaces sous stimuli. L'établissement de relations nanostructure-propriétés sur ces systèmes auto-assemblés, étape indispensable dans la stratégie de recherche adoptée par l'équipe, requiert une expertise pointue dans les domaines de la physico-chimie des polymères. L'UMET souhaite renforcer cette thématique en développant une activité physicochimie de la matière molle sous stimuli. Les assemblages macromoléculaires étant multi-stimulables, de nouvelles techniques couplées (multi-détection) d'investigation seront mises en place. Un autre enjeu majeur fondamental sera d'appréhender l'impact des propriétés physicochimiques intrinsèques (entropie, transition de phase, cristallinité, etc...) des briques

polymères employées sur les interactions supramoléculaires mises en jeu et sur les processus d'auto-assemblages sous stimuli.

5- Le renforcement des applications agro-alimentaires

L'intégration de PIHM dans UMET apportera des compétences en agro-alimentaire ainsi qu'un partenariat riche avec les industries de cette filière (IAA, équipementiers, producteurs de matériaux). Grâce à la pluridisciplinarité apportée par cette fusion, et à l'approche multi-échelle qui sera développée pour la compréhension des phénomènes aux interfaces (outils disponibles à PIHM pour des recherches aux échelles microscopique à pilote, outils analytiques disponibles à l'UMET pour appréhender les phénomènes à l'échelle nanoscopique), il deviendra possible de rechercher les mécanismes aux interfaces aliments/bactéries et matériaux jusqu'à l'échelle moléculaire dans le cadre d'une recherche finalisée (IAA). Cette intégration permettra aussi de développer / prolonger des thèmes en lien avec les matériaux moléculaires et les procédés mais aussi ceux qui ont trait aux relations entre les traitements de surface et leurs propriétés antibactériennes et/ou antiadhésives.

III- Nous consoliderons l'excellence de UMET en lien avec la microscopie électronique

La plateforme analytique de microscopie électronique de la fédération Chevreul va recevoir prochainement (début 2015) un nouveau microscope électronique en transmission analytique. Il s'agit d'un investissement à hauteur de 3 M€, dans le cadre du CPER PO 2007-2013. Ce microscope nous permettra de poursuivre nos développements d'analyses quantitatives, à une échelle beaucoup plus locale que celle permise par nos équipements actuels. Il s'agira de l'acquisition d'un microscope STEM à source brillante (canon à effet de champ, FEG) corrigé des aberrations (pour la sonde), d'une microanalyse EDS à haut taux de comptage, d'EELS avec une bonne résolution spectrale et de la précession en diffraction électronique. L'UMET est particulièrement impliquée dans le fonctionnement de cette plateforme, puisqu'il en assure la direction, héberge l'ensemble des équipements dans ses locaux et met à disposition plusieurs personnels pour le fonctionnement de la plateforme.

Ce nouveau microscope viendra nourrir les besoins de caractérisation des thématiques des équipes de l'UMET. Plusieurs développements couvrent largement des périmètres inter équipes. On peut citer la cartographie élémentaire quantitative par EDS, la tomographie appliquée aux défauts (dislocations, joints de grains). Il permettra également le développement de la cryo-microscopie pour l'observation de matériaux fragiles, comme par exemple les polymères biosourcés, les systèmes auto-assemblés de polymères stimulables ou les macromolécules à intérêt thérapeutique. En outre, nous poursuivrons les développements méthodologiques sur la diffraction en précession électronique. Cette technique permet une mesure beaucoup plus directe des intensités de faisceaux diffractés et donc permet un accès au développement d'une cristallographie électronique à l'échelle submicrométrique. Enfin nous voulons développer la « microscopie de fluctuation », et plus particulièrement les fonctions de distributions radiales des électrons diffusés afin d'aller sonder l'ordre à moyenne distance qui peut se développer dans les matériaux amorphes. Ce développement pourrait être couplé à de la simulation numérique pour mieux comprendre les toutes premières étapes de germination lors des transformations de phase.



Section des unités de recherche

PRESENTATION DES EQUIPES

- **Matériaux Moléculaires et Thérapeutiques (MMT)**
- **Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (MPGM)**
- **Physique des Minéraux (PM)**
- **Ingénierie des Systèmes Polymères (ISP)**
- **Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux (PIHM)**



Section des unités de recherche



Matériaux Moléculaires et Thérapeutiques (MMT)



Section des unités de recherche

Nom de l'équipe Matériaux Moléculaires et Thérapeutiques:
Acronyme : MMT
Nom du responsable pour le contrat en cours : Marc Descamps
Nom du responsable pour le contrat à venir : Alain Hédoux

Type de demande :

Renouvellement à l'identique

Restructuration

Création ex nihilo

1. Présentation de l'équipe MMT

Historique

L'équipe Matériaux Moléculaires et Thérapeutiques est une des quatre équipes ayant contribué à la formation de l'UMET. Elle est issue d'une des équipes de l'ex UMR 8024 (Laboratoire de Dynamique et Structure des Matériaux Moléculaires) et de l'équipe de recherche technologique interne ERT 1066 "Matériaux Thérapeutiques, Maitrise des états amorphes". Cette ERT avait donné l'occasion d'initier et conforter des interactions avec l'industrie pharmaceutique (Sanofi) et agro-alimentaire (Roquette) en besoin d'approches fondamentales et rationnelles sur l'état solide des composés moléculaires. Les activités de l'équipe se situent dans la lignée lointaine de celles initiées sur la "Dynamique des cristaux moléculaires", il y a plus de quarante ans, à Lille, par le Prof. René Fouret. L'équipe est rattachée dans sa totalité à la section 5 du comité national du CNRS et les enseignants chercheurs à la section 28 du CNU, hormis un Enseignant-Chercheur de la section 62 en poste à l'ENSIAME de l'Université de Valenciennes.

Localisation

L'équipe se situe dans son intégralité au sein de l'UFR de Physique, Bâtiment P5 du Campus Scientifique. Les laboratoires sont localisés au deuxième étage.

Champ scientifique de l'équipe, spécificités

Le domaine de recherche de l'équipe porte sur l'état physique des composés moléculaires soumis à des perturbations de natures diverses: variations de température, de pression, mais aussi perturbations dynamiques (matériaux forcés) tels que celles subies lors du broyage ou de la déshydratation. Les matériaux moléculaires sont caractérisés par leur extrême variété et par un contraste important entre forces intra et inter moléculaires. Ce sont de plus des composés de faible symétrie moléculaire et cristalline. Cela leur confère des propriétés spécifiques qui en font des systèmes modèles pour de nombreuses investigations: température de fusion et température de transition vitreuse basses, influence des degrés de liberté orientationnels, polymorphisme riche, difficulté de cristallisation et de cocrystallisation, grande aptitude à la vitrification, comportement extrêmement non arrhénien des dynamiques (liquides « fragiles »), sensibilité aux perturbations extérieures... Contrairement aux métaux et aux polymères peu d'investigations systématiques ont été menées sur les transformations de phases et les propriétés hors équilibre de ces matériaux malgré leur intérêt potentiel pour tester de nouvelles approches théoriques ou pour rationaliser les formulations pharmaceutiques et agrochimiques. De même, par exemple, les analyses PDF de la structure de ces matériaux, nano structurés ou amorphes, n'avaient pas encore été développées (Objet de l'ANR MI PHA SOL). Nos travaux ont donc des implications directes dans la maîtrise de la formulation et de la stabilité de ces matériaux, ce qui a des incidences directes sur leur biodisponibilité. Les formulations industrielles soumettent ce type de composés à des contraintes spécifiques ouvrant sur de nouveaux champs de physique fondamentale qui inspirent et orientent aussi une partie de notre activité. L'équipe développe donc des relations étroites avec le domaine pharmaceutique, académique et industriel. C'est une des seules équipes de physiciens des matériaux, au niveau international, à développer une activité d'investigation large à l'interface avec la pharmacie et l'agro chimie.

Politique scientifique, Missions, Objectifs scientifiques

L'objectif général est d'analyser les situations de métastabilités, l'état vitreux et les transformations de phases et évolutions hors équilibre induites par des perturbations de nature diverse, tout particulièrement les forçages dynamiques. Les matériaux étudiés sont souvent ceux du domaine pharmaceutique et de l'agro-alimentaire.

Les moyens d'investigation sont expérimentaux et numériques. Les thématiques imposent des investigations croisées de la structure (ordonnée ou désordonnée), de la micro (nano) structure et de la dynamique (relaxations et vibrations). Les analyses cinétiques en temps réel sous, ou après, perturbations constituent un mode d'investigation fréquent propre aux recherches menées. Les études conduites sur l'état vitreux des petites molécules, et en particulier des sucres ayant une activité de protection des molécules biologiques labiles a conduit à aborder le problème du mécanisme physique de la dénaturation elle-même et de l'origine physique des mécanismes de bio protection. L'activité de l'équipe a été profondément renforcée par son lien avec les problématiques actuelles en sciences pharmaceutiques qui découlent du fait que 80% des médicaments sont formulés à l'état solide et que la majorité des nouvelles molécules thérapeutiques sont peu ou pas solubles. C'est dans la manipulation de l'état physique des solides moléculaires (état amorphe, solutions solides, phases cristallines métastables, broyages, atomisations...) que l'industrie pharmaceutique cherche à résoudre ce dilemme: augmenter la solubilité sans perdre en stabilité physique et chimique. C'est là que l'appliqué et le fondamental se rencontrent et où l'équipe développe ses savoir faire.

On peut distinguer trois axes de recherche principaux avec des interactions fortes entre eux: 1) Cristal, Polymorphe & Amorphe, 2) Matériaux moléculaires forcés et 3) Bioprotection. Cette mission de recherche est étroitement associée à une volonté d'inspirer et construire une activité transdisciplinaire (physique, chimie, pharmacie, industrie) internationale pour contribuer à répondre aux challenges actuels en pharmacie de l'état solide. L'équipe s'efforce en parallèle de mettre en œuvre une action de formation au nouveau "métier" de physicien des matériaux pharmaceutiques dont l'industrie est demandeuse.

Stratégie de l'équipe de recherche pour le contrat en cours

Les stratégies adoptées dans chacun des trois axes de recherche ont été les suivantes:

T1) Cristal, Polymorphe, Amorphe.

Les dualités d'état jouent un rôle majeur en science pharmaceutique puisqu'elles sont à la base du développement de formulations plus solubles. La difficulté est de maîtriser à la fois les processus de transformation et de nucléation tout en accroissant la stabilité physique (et chimique). Nous avons sélectionné des composés représentatifs des spécificités pharmaceutiques pour identifier les mécanismes de contrôle de ces paramètres. Il s'est agi de systèmes présentant des désordres particuliers (énantiomérisme) ou de couples de systèmes voisins présentant certains comportements physiques très différents. Nous avons mis en application la longue expérience de l'équipe en physique des verres pour apporter une contribution dans le débat sur le polymorphisme qui, très curieusement anime à la fois les physiciens fondamentaux et les pharmaciens de l'état solide. Une activité très novatrice a consisté à développer une méthodologie numérique de prédiction de l'ensemble du diagramme d'état des matériaux moléculaires (prédiction des Tg et prédiction des degrés de stabilité relatifs des phases cristallines polymorphes).

T2) Matériaux moléculaires forcés.

Les formulations des solides pharmaceutiques mettent en jeu des perturbations dynamiques qui peuvent induire des transformations hors équilibre (états stationnaires plutôt qu'à l'équilibre thermodynamique). Le broyage - très utilisé en pratique - est le prototype de ce genre de perturbation. Nous avons tiré parti de la riche variété des composés pharmaceutiques et de la possibilité de choisir "à la carte" des températures caractéristiques (Tg, Tm) pour explorer les possibilités de générer de nouveaux états (polymorphes ou amorphes) et d'obtenir directement à l'état solide des "solutions vitreuses". Nous avons recherché les moyens de développer de cette façon de nouveaux outils d'exploration expérimentale des diagrammes d'état pour optimiser *in fine* les conditions de formulation d'actifs pharmaceutiques peu solubles. Ces investigations sont couplées aux démarches numériques parallèles de prédiction. La question de la compréhension des mécanismes microscopiques de l'amorphisation motive la création de l'ANR MI PHA SOL.

T3) Bioprotection.

L'objectif est de décrypter les mécanismes physiques responsables de la stabilisation des biomolécules. A l'occasion de l'ANR BIOSTAB, la recherche s'est focalisée sur la dénaturation froide, les conséquences de la génération d'états secs (lyophilisation) et l'identification des dynamiques impliquées dans la stabilisation. La stratégie a consisté, en première intention, à combiner les investigations Raman, en particulier à basse fréquence, et les modélisations numériques pour analyser les couplages protéines-sucres et identifier le rôle de l'eau. Ces approches ont été complétées par des investigations neutroniques et de la microcalorimétrie.

A tout niveau, des collaborations actives ont été recherchées et contractualisées dans des programmes régionaux (Ex: PRIM), nationaux (Ex: ANRs), et internationaux (Ex: INTERREG IDEA) académiques ou en relation avec des entreprises (Ex: Astra Zeneca, SANOFI). Le développement d'un volet formation original et la recherche de possibilités d'accueil de doctorants et post doctorants ont été une préoccupation constante.

Nom/fonction	HDR	PES	Thème
F. Affouard (PR)	Oui	Oui	T1, T3
L. Carpentier (MCF)	oui	Non	T1
N.T. Correia (MCF)	Non	Non	T1
F. Danède (IGE, UL1)	Non	so	T1,T2
P. Derollez (MCF)	Oui	Non	T1, T2
M. Descamps (PR)	Oui	Oui	T1, T2
E. Dudognon (MCF)	Non	Non	T1, T2
Y. Guinet (PR)	Oui	Non	T1, T3
A. Hédoux (PR)	Oui	Non	T1, T3
L Paccou (IE,CNRS)	Oui	so	T1,T2,T3
N. Tabary (MCF)	Non	Non	T2
L-C. Valdès (MCF)	Non	Non	T1
J-F Willart (DR CNRS)	Oui	Non	T1, T2

Tableau : informations sur les membres permanents de l'équipe MMT. Deux collègues S. Hémon et E. Cochin EC Lille 1 inscrits administrativement en début de contrat n'ont pas participé aux thèmes de recherche.

Evolution des effectifs

L'équipe a recruté N.T. Correia sur un poste de Maître de Conférences (Sept. 2010), F. Affouard (anciennement CR CNRS dans l'équipe MMT) a été recruté Professeur d'Université à l'IUT A (2011); J-F. Willart a été promu Directeur de Recherche (2013). N. Tabary a été recruté sur un poste de Maître de Conférences (sept. 2010) à l'UFR de Chimie et partage ses activités de recherche entre le groupe de B. Martel (équipe ISP) et notre équipe. L'équipe a connu le départ de S. Hémon pour reconversion thématique (2011). Par ailleurs E. Cochin (EC Lille 1) rattaché administrativement à l'équipe n'a pas développé d'activité de recherche en lien avec l'équipe pendant le contrat quadriennal qui arrive à son terme.

Organisation de la vie de l'équipe

Des réunions d'équipe ont lieu entre 2 et 4 fois par an pour échanger sur les principaux points qui concernant la vie quotidienne: présentation des nouveaux entrants, discussion du budget, discussion des sujets de thèse prioritaires. Le budget de l'équipe comporte les crédits récurrents (UL1, ENSCL, CNRS) qui sont banalisés et les crédits provenant de conventions de recherche (Privées, Europe, ANR) qui sont justifiables et à ce titre dédiés aux dépenses prévues dans le programme de recherche. Les crédits banalisés sont consacrés en priorité au financement des missions et congrès qui se font en dehors du cadre prévu par les conventions, pour financer les dépenses de fonctionnement associées à l'utilisation des équipements propres à l'équipe ou pour payer la contribution de l'équipe à l'utilisation d'un plateau technique (en particulier rayons X) ou la redevance pour utilisation des services communs de l'UFR de physique. Un budget prévisionnel sommaire est établi en début d'année. Les crédits d'équipement permettent de faire des opérations de taille moyenne (entre 20 et 40 k€) en moyenne en alternance avec les autres équipes du laboratoire.

2. Réalisations

Présentation des activités et des résultats de la recherche

1) Cristal, Polymorphe & Amorphe

Ce thème de recherche inspiré par la nécessité pour la pharmacie de maîtriser l'état physique des solides moléculaires met en œuvre l'ensemble des techniques expérimentales et numériques de l'équipe pour mener une investigation fondamentale des mécanismes de nucléation, transformations de phases et amorphisation des composés moléculaires à petites molécules. La stabilité physique et la mobilité moléculaire font l'objet d'une attention particulière. Se rattachent à ce thème la caractérisation des états amorphes générés par forçage ainsi que

l'investigation des diagrammes d'état petites molécules/polymères nécessaires à la maîtrise de la stabilisation des amorphes de bas T_g .

a) *Cristallisation et stabilité des polymorphes*

La mise au point d'un protocole associant calorimétrie et diffraction des rayons X en temps réel a permis de mettre en évidence le rôle de la séparation plus ou moins grande des maxima de nucléation et croissance sur la stabilité des liquides sous-refroidis et l'aptitude à former un verre. Étendues au domaine des trempes profondes sous T_g , ces investigations ont clairement montré que des mécanismes précurseurs de cristallisation peuvent être déclenchés dans ces domaines de température. Des investigations systématiques des mobilités moléculaires permettent de discuter leur implication potentielle. Dans tous les cas, le rôle de l'apparition transitoire de formes polymorphiques et le caractère cinétique de leurs apparitions et des interconversions associées a pu être identifié. L'ensemble de ces résultats réalisés sur un grand nombre de composés moléculaires choisis pour leur richesse polymorphique et / ou leur aptitude à former des amorphes a permis, en particulier, de mettre en évidence :

des domaines bien distincts de nucléation et de croissance dans le cas du L-Arabitol et de la phase stable de l'Ibuprofène racémique, ce qui fait de ces matériaux de bons formateurs de verre,

un polymorphisme riche de la griséofulvine avec deux formes supplémentaires : II et III en situation d'énantiotropisme, toutes deux métastables par rapport à la forme connue I,

une nouvelle phase cristalline métastable (phase II) pour l'ibuprofène racémique (coll. Requirme, Portugal) dont la structure a été résolue et les conditions d'apparition et de conversion vers la forme stable (I) ont été clarifiées. Cette phase II apparaît comme un état transitoire dans le processus de dévitrification vers la phase la plus stable I en accord avec la règle des phases d'Ostwald.

Ces recherches essentiellement expérimentales, s'accompagnent également de travaux sur la prédiction numérique de la stabilité de polymorphes. Les matériaux de la pharmacie possèdent souvent un polymorphisme très riche avec des situations complexes de monotropismes et d'énantiotropismes. Le développement d'un outil numérique de prédiction rapide du diagramme de phase - l'enthalpie libre $G(P,T)$ - présente un intérêt important vis-à-vis des problèmes de solubilité, de stabilité et de transformations de ces matériaux. Une détermination simple de l'entropie d'un système moléculaire demeure cependant un vrai défi du point de vue numérique. Dans le cadre du projet INTERREG «IDEA », nous avons pu développer au laboratoire une méthode numérique originale basée sur un calcul de la densité d'états par simulations de dynamique moléculaire. Cette approche a été validée avec succès par la détermination de la stabilité relative de plusieurs polymorphes cristallins de matériaux pharmaceutiques (indométacine, paracétamol, carbamazépine, sulfathiazole).

b) *Dynamique et stabilité des amorphes*

L'étude de l'état amorphe de l'Ibuprofène racémique s'est avérée être également très intéressante puisqu'elle a permis de mettre en évidence une organisation structurale particulière induite par formation de dimères cycliques entre les deux énantiomères R et S. Son influence sur la mobilité moléculaire a été analysée par des investigations croisées menées par relaxation diélectrique et simulation DM qui ont permis de comprendre l'origine d'une relaxation particulière de type Debye détectée dans ce système.

Mobilité en lien avec la cristallisation - La mobilité moléculaire est souvent citée comme un facteur clef de la cristallisation particulièrement important pour la maîtrise de la stabilité des formulations à l'état amorphe. En collaboration avec AstraZeneca, nous avons réalisé une étude complète de la mobilité moléculaire de deux principes actifs caractérisés par la même température de transition vitreuse : la Felodipine qui recristallise difficilement et la Nifedipine qui recristallise très facilement, même à l'état vitreux. L'étude par spectroscopie diélectrique a montré que ces deux composés présentent les mêmes relaxations sous et au-dessus de T_g . L'étude de la conductivité à plus hautes températures a montré qu'il existe cependant un découplage des dynamiques translationnelles/ rotationnelles (Stokes-Einstein) plus important pour la Nifedipine, ce qui peut favoriser la nucléation, d'autant plus que pour ce composé, l'écart entre T_g et T_m (et donc la zone où la nucléation est possible) est plus grand.

L'amorphisation des actifs pharmaceutiques permet d'augmenter leur solubilité, cependant cet état amorphe est intrinsèquement instable (risque de recristallisation). Pour tenter de stabiliser cet état, une voie que nous avons explorée est l'utilisation d'excipients polymériques qui, eux, sont plus difficilement cristallisables, mais la stabilité de ces mélanges implique une miscibilité des composés purs. Des travaux de recherche en cours amorcés par une collaboration avec l'EA 4478 Chimie Moléculaire et Formulation (Directeur : Pr. J.M. Aubry) au travers d'un projet CPER émergent CPER-PO 2007-2013 (« Mobilité moléculaire et plastification de films thermoplastiques biocompatibles » 01 Janvier 2011 - 31 Décembre 2012) et d'un projet bénéficiant d'un BQR émergent (« Optimisation

de systèmes mixtes petites molécules/polymères : application aux composés agro-sourcés et à usage pharmaceutique » 01 Janvier 2011 - 31 Décembre 2012), portent plus particulièrement sur l'étude de la mobilité moléculaire de tels systèmes (utilisation de la spectroscopie diélectrique dynamique) afin de mieux comprendre les interactions entre petites molécules et macromolécules.

Prédiction numérique de la température Tg - Le développement d'une méthode de prédiction rapide de Tg *in silico* et de son évolution en fonction de l'humidité fournit une aide précieuse pour estimer la stabilité des formulations pharmaceutiques amorphes, pour les protocoles de broyage ou d'extrusion ainsi que pour l'élaboration de nouveaux excipients bioprotecteurs (voir section bioprotection). A l'aide de simulations de dynamique moléculaire, nous avons pu montrer que l'on pouvait estimer la température de transition vitreuse par dynamique moléculaire de plus de 60 composés utilisés en pharmacie et discuter la correction à apporter à la valeur numérique brute de Tg compte-tenu de la vitesse de trempe très élevée de la simulation.

c) Polyamorphisme

Le vif débat sur la situation polyamorphique du triphenylphosphite (TPP), développé à partir des études Raman réalisées au laboratoire, a montré l'intérêt de l'exploration du domaine basse-fréquence pour distinguer un état cristallin nano/micro structuré d'un état amorphe ainsi que pour identifier la nano/micro structure. L'étude des situations de polyamorphisme vise d'une part, la compréhension des transformations et du développement de nano-structures au voisinage de Tg dans l'état liquide profondément sous-refroidi, et d'autre part, la recherche d'états amorphes où les propriétés physiques (biodisponibilité et stabilité) d'un principe actif soient améliorées (voir section 2 - comparaison broyage/pression). Des investigations Raman et RX du n-butanol ont notamment permis d'expliquer la transformation cinétique de l'état liquide sous-refroidi vers un état micro-structuré et non vers un second état amorphe, de manière similaire au TPP. L'origine de l'état micro-cristallisé observé au voisinage de Tg dans l'état liquide sous-refroidi trouverait son origine dans le développement d'un réseau de liaisons H incompatible avec celui correspondant à l'ordre à longue portée de l'état cristallin. La résolution structurale de la phase cristalline du butanol a en outre permis de décrire précisément le réseau de liaisons H, et la présence dans la phase cristalline de liaisons faibles particulières C-H...O qui jouent un rôle stabilisateur sur les associations moléculaires indispensable pour assurer une cristallisation complète.

2) Matériaux Pharmaceutiques Forcés

Ce thème de recherche concerne l'étude des transformations à l'état solide (amorphisations et transformations polymorphiques) induites par des sollicitations dynamiques et plus particulièrement par broyage mécanique. Les spécificités des matériaux moléculaires devraient permettre d'apporter un éclairage nouveau à ces transformations hors équilibre essentiellement étudiées jusqu'à présent dans le cadre des matériaux métalliques. Les principaux objectifs sont: (i) de comprendre les mécanismes physiques qui gouvernent ces transformations et en particulier de tester les concepts de température effective sous forçage, (ii) de déterminer la nature et les spécificités des états physiques obtenus, (iii) et de tirer parti de ces spécificités pour étudier certains états originaux de la matière moléculaire impossibles à générer par les voies classiques. Ces objectifs étant en prise directe avec les problématiques actuelles de la recherche pharmaceutique, les composés étudiés ici sont principalement des excipients et des principes actifs.

Amorphisation à l'état solide par broyage mécanique

Un de nos objectifs était de déterminer le rôle des évolutions microstructurales dans le processus d'amorphisation des poudres cristallines par broyage mécanique. Des investigations structurales fines menées par diffraction des rayons X sur des échantillons de glucose en cours de broyage nous ont permis de mieux comprendre les mécanismes microscopiques qui accompagnent le passage du cristal au verre. Nos résultats suggèrent qu'il existe en fait deux mécanismes d'amorphisation distincts: une amorphisation en surface des cristallites induite par les chocs mécaniques violents; et une amorphisation spontanée des cristallites lorsque leur taille devient inférieure à une taille critique (de l'ordre de 200 Å).

États amorphes ne présentant pas de transition vitreuse apparente

La discrimination des états amorphes ou nanocristallins engendrés pas les opérations de broyage mécanique est généralement compliquée par la similitude des signatures structurales associées à ces deux états et parfois par l'absence de transition vitreuse apparente. Par des protocoles expérimentaux originaux nous avons pu démontrer la réalité de l'amorphisation par broyage dans plusieurs cas très controversés: griseofulvine et β -cyclodextrine par exemple.

Comparaison des transformations induites sous pression et sous broyage

L'investigation systématique du broyage des deux formes cristallines polymorphiques de la caféine (thèse A. Decroix) a permis de montrer que dans ce cas on peut, en maîtrisant les conditions de broyage, induire une conversion vers une forme ou l'autre. Cette situation diffère des situations de monotropisme (Sorbitol, manitol etc..) où une forme amorphe intermédiaire semble être à l'origine des transformations cristal-cristal observées. Par contre l'application d'une pression hydrostatique aux formes I et II de ce composé conduit à une amorphisation. Ce dernier point a été mené en collaboration avec le LAGEP (Université de Lyon). Il a permis de mieux comprendre les transformations structurales de la caféine observées lors de la fabrication de comprimés pharmaceutiques. Les mécanismes de mise en désordre sous l'effet du broyage et de l'application d'une très forte pression hydrostatique ont aussi permis de mettre en évidence l'influence du mode de perturbation du réseau de liaisons H sur le mécanisme d'amorphisation de l'indométacine. L'existence de deux voies conduisant à deux états amorphes différents suivant deux processus de transformation du réseau de liaisons H, est un critère typique d'une situation polyamorphe.

Effet de surface et recristallisation des matériaux vitreux

Nous avons montré que les amorphes obtenus par trempe du liquide et ceux obtenus par broyage mécanique présentent souvent des stabilités physiques et des modes de recristallisation différents. Les premiers présentent au réchauffage une recristallisation unimodale (ie: en une seule étape). Les deuxièmes présentent au contraire souvent une recristallisation bimodale (ie: en deux étapes) qui intervient à plus basse température et débute même, de manière inhabituelle, en dessous de T_g. Une étude originale, fondée sur le broyage du verre lui-même, a permis de confirmer que ces caractères trouvent leur origine dans une recristallisation de surface dont l'effet est décuplé par la très forte augmentation de la surface spécifique du matériau au cours du broyage. Cela montre qu'il est possible de contrôler le mode de recristallisation d'un amorphe par manipulation de sa surface spécifique.

Mutarotation à l'état solide

Nous avons exploité la possibilité d'amorphiser les matériaux par broyage mécanique sans mutarotation pour étudier pour la première fois les mécanismes qui gouvernent les cinétiques de mutarotation dans les solides amorphes. Ces cinétiques ont été suivies et quantifiées *in situ*, c'est-à-dire directement à l'état solide, par spectrométrie Raman résolue en temps. Les résultats montrent qu'il existe un couplage fort entre le processus chimique de mutarotation et les relaxations structurales lentes impliquées dans la transition vitreuse. De plus, nous avons montré la possibilité d'explorer, de manière unique, les diagrammes de phases de mélanges anomériques (par ex: glucose α / glucose β) par broyage mécanique.

Amorphisation et complexation des cyclodextrines à l'état solide

Les cyclodextrines sont des molécules cage utilisées dans l'industrie pharmaceutique pour former des complexes d'inclusion dans le but d'augmenter la solubilité des principes actifs peu solubles. La complexation se fait généralement en solution et le solide complexé est ensuite obtenu par évaporation du solvant. Nous avons montré la possibilité de réaliser cette complexation, directement à l'état solide, par co-broyage dans le cas particulier d'un mélange physique β -cyclodextrine / paracétamol. Par ailleurs, nous avons pu prouver que le chauffage du mélange physique donne naissance à un complexe cristallin dont la structure apparaît totalement différente de celle du complexe formé en solution. Cela révèle pour la première fois, une situation de polymorphisme cristallin dans un complexe.

Exploration des diagrammes d'états polymères/principes actifs par forçage mécanique (Projet INTERREG IDEA)

Une nouvelle thématique, non prévue lors de la période précédente, concerne l'étude des dispersions moléculaires de principes actifs au sein de matrices polymères de haut T_g. Ces systèmes permettent de formuler le principe actif à l'état amorphe qui présente une solubilité nettement supérieure à celle du cristal, tout en augmentant la stabilité physique de cet amorphe. L'optimisation de ces mélanges nécessite une parfaite connaissance des diagrammes de solubilité des principes actifs au sein des polymères. Ces diagrammes sont particulièrement difficiles à établir en raison de la très forte viscosité des polymères qui gêne fortement le mélange des deux espèces chimiques et conduit à des temps de mise en équilibre incroyablement longs. Nous avons eu l'idée de contourner cette limitation cinétique intrinsèque en explorant ce diagramme d'état par forçage mécanique, c'est-à-dire en forçant la miscibilité des deux composants par co-broyage et en étudiant ensuite leur démixtion plutôt que leur mixtion pour atteindre plus rapidement les différents états d'équilibre. Cette méthode nous a déjà permis de déterminer les diagrammes d'état des mélanges PVP/griséofulvine et PVP/indométhacine. De plus, la mise en place de méthodes numériques *ab initio* permettant de prédire les propriétés physico chimiques des systèmes "polymère/petite molécule" est en cours. Ces méthodes nous ont déjà permis de confirmer les diagrammes d'états précédents obtenus expérimentalement et de prédire les diagrammes d'états de quelques systèmes expérimentalement non accessibles.

3) Bioprotection

Ce thème de recherche porte sur l'amélioration de la stabilité de matériaux biologiques soumis à différentes contraintes : température, pression, déshydratation. Il s'agit de comprendre les mécanismes physiques de dénaturation chaude et froide de protéines labiles et l'action à l'échelle microscopique d'agents stabilisateurs comme les sucres, les polyols ou certains polymères. Ces travaux ont été réalisés principalement dans le cadre du contrat ANR PCV BIOSTAB « optimisation de la stabilité de matériaux biologiques pour de nouvelles stratégies thérapeutiques » (coord. : A. Hédoux). Les principaux résultats ont porté sur :

Dénaturation froide

Les études Raman de la dénaturation froide sous pression et en présence de dénaturants chimiques montrent que celle-ci s'opère via un état intermédiaire « molten globule » (structure tertiaire imbibée d'eau plus ou moins flexible avec structure secondaire intacte) comme pour la dénaturation chaude. Le degré de dénaturation sous pression est généralement plus faible qu'à haute température. L'origine de la dénaturation est liée à la déformation de l'ordre local tétraédrique de l'eau. Les études révèlent également que les propriétés structurales et dynamiques de l'eau d'hydratation sont moins sensibles à la pression que celles de l'eau en grand volume.

Lyophilisation

L'analyse de différentes protéines *in-situ* pendant une procédure de lyophilisation par micro-Raman a révélé que la source de dénaturation était la sublimation de la glace résiduelle en fin de séchage primaire qui est donc probablement en interaction forte avec la protéine. Contrairement aux dénaturations chaude et froide, il n'y a pas de dépliement de la structure secondaire, mais des changements d'environnements locaux qui induisent un désordre provoquant des élargissements et des glissements de fréquences des bandes amide I et amide III. L'étude des paramètres de la procédure de lyophilisation a montré qu'une congélation rapide pouvait altérer la structure tertiaire avec des effets sur la surface accessible au solvant. Il a été montré que le tréhalose, avait un premier effet stabilisant sur la protéine durant la sublimation de la glace (séchage primaire) puis un second lors de la désorption de l'eau résiduelle (séchage secondaire). Une analyse précise de bandes Raman a révélé que le tréhalose stabilise préférentiellement les résidus non exposés au solvant. Ce résultat valide l'hypothèse de la vitrification comme mécanisme stabilisant prépondérant par opposition aux modèles dits de « remplacement » ou d'interactions directes protéine-solvant.

Stockage & Rôle de l'eau résiduelle

Des simulations DM et la diffusion inélastique de neutrons ont permis d'aider à décrypter l'effet stabilisateur du tréhalose sur les protéines lyophilisées au cours du stockage. Un fort couplage protéine-sucre est mis en évidence avec une influence mutuelle des protéines et des sucres. Le lysozyme est plus rigide en présence de tréhalose, comme observé dans les études en solution, et il est donc moins susceptible de se déplier, compte tenu de la relation inverse entre flexibilité et stabilité des protéines. Nos résultats soulignent le rôle très particulier joué par l'eau résiduelle dans ces états secs. Celle-ci agit comme : i) un antiplastifiant sur les mouvements rapides de faibles amplitudes du lysozyme et du tréhalose, ii) un plastifiant sur leurs dynamiques lentes. Une analyse des liaisons hydrogènes (LHs) intermoléculaires formées dans ces matrices confirment ces résultats. Nous avons aussi mis en évidence un effet d'intercalation original des sucres entre protéines voisines et leur capacité à former de nombreuses LHs avec ces protéines qui réduisent leur flexibilité. Toutefois, la protéine interagit préférentiellement par LH avec l'eau résiduelle (hydratation préférentielle) compte tenu de la taille et la topologie des sucres. L'effet stabilisateur du tréhalose proviendrait donc probablement de sa capacité à ralentir la dynamique de ce type de LHs formées entre protéines et eau résiduelle.

L'expertise acquise dans le domaine d'étude des mécanismes de dénaturation (à haute température et à l'état sec) sur des protéines modèles (en particulier une protéine laitière : β -lactoglobuline) a été valorisée par des actions contractuelles, au niveau régional (ARCIR) et au niveau industriel (Vimaprol).

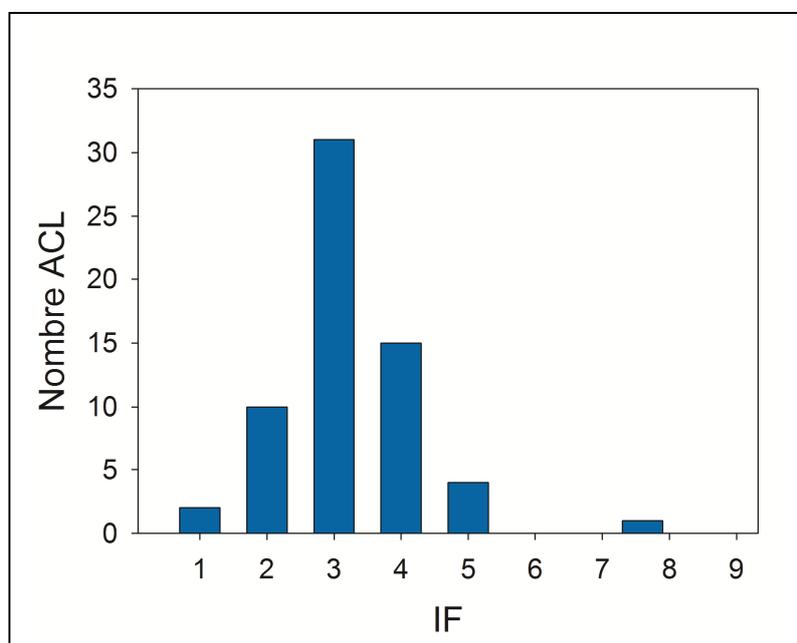
Production scientifique
Bibliométrie

Nom (Fonction, Age)	Observations	h	ETPT Recherche h/m	ACL	IFmoy	Conf. Int. Invité
F. Affouard (PR, 46)		18	37	17	3.1	13
L. Carpentier (MCF, 49)		10	27	5	3.0	1
N.T. Correia (MCF,)		16	17	7	3.4	4
P. Derollez (MCF, 56)		10	27	8	2.6	
M. Descamps (PR, 65)		29	27	30	3.5	31
E. Dudognon (MCF, 38)		9	27	10	3.3	
Y. Guinet (PR, 54)		15	27	20	3.0	
A. Hédoux (PR, 54)		16	27	20	3.1	9
N. Tabary (MCF, 30)		4	17	7	3.5	
L.C. Valdès (MCF, 56)	à ENSIAME (Valenciennes)	2	27	3	2.1	
J-F. Willart (DR, 47)		18	54	17	3.0	2

Bibliométrie des membres de l'équipe, période concernée janvier 2009-juin 2013, l'activité de deux collègues S. Hémon et E. Cochin EC Lille 1 inscrits administrativement en début de contrat mais n'ont pas participé aux thèmes de recherche de l'équipe n'a pas été prise en compte.

Support	Nombre
ACL	61
BRE	0
C-INV	46
C-orale	48
C-AFF	35

Bibliométrie de l'équipe MMT, période concernée janvier 2009, juin 2013



Distribution des facteurs d'impact des ACL de l'équipe. Période janvier 2009-Juin 2013
 ACL/an/ETPT recherche= 2.3, IF moyen = 2,7

Rayonnement et attractivité académiques

Principales Collaborations

J. Siepmann ; équipe INSERM U 1008, université de Lille 2
M-C. Bellissent-Funel ; Laboratoire Léon Brillouin, UMR CNRS 12, CEA Saclay
F. Puel ; LAGEP UMR CNRS 5007, Université Claude Bernard, Lyon 1,
M-L. Saboungi ; CRMD, UMR CNRS 6619, Université d'Orléans
D. Morineau, R. Lefort ; Institut de Physique de Rennes, Université de Rennes 1
William Jones; University of Cambridge UK
Pierre Bordet ; Institut Neel, Université de Grenoble
G. Coquerel, Université de Rouen

Participation à des réseaux scientifiques

Réseau INTERREG IDEA (chef de file) <http://idea.univ-lille1.fr/>
The Pharmaceutical Solid State Research Cluster (PSSRC) <http://www.pssrc.org/>
GDR Verre
Pôle Régional Interdisciplinaire du Médicament (PRIM)

Implication dans des projets nationaux et internationaux

Au cours de la dernière période, l'activité de l'équipe MMT s'est déroulée dans le cadre d'un certain nombre d'actions qu'elle a mises en place et coordonne: équipe technologique ERT (partenariat Sanofi-Roquette, fin en Dec 2010), ANR (Biostab, 2007-2012), et actuellement du réseau INTERREG Iva (IDEA Improved Drug Efficacy and Availability, 07-2010/ 07-2013).

L'équipe MMT est aussi impliquée étroitement dans l'ANR Mi-Pha-Sol (« Microstructure of stressed pharmaceutical solids » Début en 2012), le projet IFMAS (Institut Français des Matériaux Agro-sourcés) (Responsabilité du projet P1B1 "Modélisation de la plastification des polymères biosourcés". début en 2013) , dans plusieurs contrats bilatéraux Egide (avec le Portugal, l'Italie, la Corée), des projets communs avec l'INRA (ARCIR, PERE, VIMAPROL) et des contrats régionaux dans le cadre du PRIM (Pole Régional Interdisciplinaire pour le Médicament). Ces actions permettent de développer une recherche transdisciplinaire ou l'équipe trouve source à de nouveaux sujets originaux de physique des matériaux tout en contribuant à lever un certain nombre de verrous propres au développement des médicaments et composés de l'agro-chimie.

Attractivité nationale et internationale

Pendant la période concernée l'équipe a accueilli 2 professeurs invités et 11 post-doc ATER d'origine variée (cf. Tableau Annexe 7).

Organisation de manifestations scientifiques.

L'équipe MMT a aussi participé à l'organisation de plusieurs manifestations très reconnues de portée internationale sur l'état physique des matériaux pharmaceutiques et biopharmaceutiques :

Symposium IDMRCS à Rome (2009) et Barcelone (2013) ainsi qu'au niveau de l'euro-région dans le cadre du projet INTERREG IDEA impliquant chercheurs académiques et de l'industrie en 2011 et 2013 (Sanofi, Servier, Roquette,..)

Co-organisation Congrès IWPCPS 12 (Lille 2010)

Participation à des expertises

F. Affouard:

Expertise d'un projet de recherche pour Israel Science Foundation (2009) « Water-Mediated Effects of Saccharides on Protein Stability, Studied by Modeling, Physicochemical Techniques and Molecular Simulations.

A. Hédoux :

Expertise pour l'ANR d'un projet du programme Chaires d'excellence (senior courte durée)

M. Descamps :

Expertise AERES d'équipe de recherche (Présidence). Expertise pour l'ANR (SIMI)

Membre du comité d'examen à la PEDR puis PES (28° section) depuis 2005 et membre du comité PES (Physique) de Bordeaux et Marseille.

Membre du comité d'experts de SFI (Science Foundation Ireland) : Expertises de la formation de plusieurs réseaux de recherche Irlandais sur l'état solide des produits pharmaceutiques

Interactions avec l'environnement social, économique et culturel

L'ERT 1066 Matériaux thérapeutiques qui s'est terminée au début de la contractualisation actuelle (fin en Dec 2009) avait donné l'occasion d'établir des contrats de recherche avec SANOFI et ROQUETTE Frères en particulier sur la caractérisation, la stabilité et la manipulation des états amorphes. Au cours de la période de contractualisation actuelle les interactions avec le milieu industriel se sont développées principalement dans une collaboration avec ASTRA ZENECA et avec CEVA (2010-2012). Elles ont toujours un objectif principalement fondamental. Il s'y ajoute un certain nombre de petits contrats de prestations qui présentent en particulier l'avantage d'avoir une ouverture sur les problématiques pratiques de la pharmacie et de l'agro chimie. Cela débouche souvent sur de nouvelles problématiques fondamentales: par exemple l'élaboration et la prédiction de diagrammes d'états polymères/petites molécules.

Partenariats avec des acteurs socio-économiques

2006-2009: ERT 1066 Matériaux Thérapeutiques (Partenariat SANOFI, ROQUETTE. Resp. M. Descamps. 40k€/an) + Contrats de recherche avec ces partenaires (200 k€)

2010 - 2011 Contrat de recherche avec CEVA Santé Animale (50k€)

2010 - 2012 Collaboration de recherche "Amorphous Research" avec AstraZeneca Suède (145 k€)

2012-2013 : Contrats de collaboration en partenariat avec l'INRA (Lille, Rennes) et des acteurs économique tels que le CNIEL (Projets: ARCIR, PERE, VIMAPROL) Responsables locaux : M. Descamps, A. Hédoux (50 k€)

Participation à la diffusion de la culture scientifique

Conférence en Lycée, Émission Radio Campus (M. Descamps)

Sessions de formation continue et séminaires généraux pour industriels de la pharmacie (M.Descamps): ORIL, SERVIER, CPE Lyon, Zentiva (Prague), Solvias (Bale), Astra Zeneca (Goteborg), Amgen (Californie), Borhinger Ilgenhem (Connecticut), Université de Pharmacie (Copenhague)...

Publication (sur invitation) d'un article dans la revue « Techniques de l'Ingénieur » intitulé « Lyophilisation de produits pharmaceutiques et biopharmaceutiques » (A. Hédoux, Sept. 2013)

Productions et réalisations avec des partenaires non-académiques

Thèse A. Aumelas Thèse financée par Sanofi Sujet: "Broyage de composes pharmaceutiques : changements d'états physiques et manipulation de la stabilité"

Expertises pour Sarah Lee, Bouchées, ETC...

Rapports de recherche CEVA.

3. Implication de l'équipe dans la formation par la recherche

L'équipe ainsi que l'ensemble du laboratoire relève de l'École Doctorale 104, Sciences de Matière de l'Environnement et du Rayonnement de l'Université de Lille Nord de France.

L'équipe s'implique dans différents masters :

* dans le **master de « Physique »** au niveau M1, et au niveau M2 dans la spécialité « Matériaux » avec la création et la coordination des modules « Transformations de phase » (M2) (M. Descamps), « Méthodes modernes d'analyses structurales » (M2) (A. Hédoux), « Mobilité dans les cristaux et les amorphes » (M2) (L. Carpentier), « Structures et nanostructures » (M1) (M. Descamps), la création d'un parcours Matériaux Pharmaceutiques au sein du Master Matériaux en Physique (Responsables M. Descamps, E. Dudognon) et la participation à l'élaboration de la maquette pour la prochaine habilitation

* dans le **master « Génie des systèmes industriels »** spécialité « Traitements et revêtements de surface des matériaux » (M2) avec l'accueil dans l'équipe d'étudiants (5 sur la période concernée) (stages de 3 mois)

* dans le **master 2 professionnel de Pharmacie Industrielle** (Lille2) avec la création et la coordination du module « Polymorphisme et structure des solides pharmaceutiques » (M. Descamps).

Concernant la **formation doctorale**, pendant la période en cours 3 thèses ont été soutenues et 6 sont en cours.

4. Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat

FORCES

MMT est une des rares équipes françaises de physiciens travaillant à la frontière de la science des matériaux et de la pharmacie. Cette équipe mène une activité de recherche particulièrement reconnue sur l'état physique de ces matériaux avec des implications directes dans la maîtrise de leur formulation et leur biodisponibilité.

Activités sur « Matériaux Forcés » reconnues, en particulier, celles liées à l'utilisation de nouvelles techniques d'amorphisation utilisées dans le domaine pharmaceutique (broyage mécanique, extrusion, lyophilisation,...) pour obtenir des états amorphes originaux.

Liens étroits avec le monde de la pharmacie et de l'agrochimie : au niveau industriel (Sanofi, Servier, Ceva, Astra Zeneca Roquette) et académique (M. Pikal [Uconn. USA], B. Jones [Cambridge,UK], D. Craig (UCL London, UK),....)

Implications dans des ANR, PRIM, IFMAS, pôle de compétitivité MAUD et NSL.

Communications invitées dans des congrès du domaine des matériaux pharmaceutiques

Cours spécialisés donnés en milieu industriel et dans des universités étrangères.

Programme de recherche/formation euro-régional INTERREG IDEA

FAIBLESSES

Faible participation à la gestion des Masters et des Écoles Doctorales

Peu de tentatives de dépôts de projets européens (Marie Curie, ERC) hors INTERREG

Risque de perte de contact avec les enseignements -et les étudiants - de physique Licence/Master au départ en retraite du seul Professeur de l'équipe qui enseigne dans ce cadre (Les autres cadres A sont soit CNRS soit Professeurs en IUT.)

OPPORTUNITES

Possibilité de formation de haut niveau encore trop rare actuellement sur la manipulation et la caractérisation physique des matériaux à l'interface des activités pharmaceutiques et agroalimentaires. (Organisation École CNRS 2014, MASTER conjoint entre Université Lille-Gand, participation au dépôt Projet Européen TEMPUS).

Stages Étudiants facilités par contacts académiques/industriels.

Structuration de la communauté scientifique française travaillant dans ce domaine. Opportunités de constituer en France autour du thème matériaux/pharmacie une communauté multidisciplinaire de taille suffisante et de lui donner de la visibilité au niveau international. Cette structuration pourrait permettre de stimuler l'émergence de projets interdisciplinaires innovants et cohérents, susceptibles de lever un certain nombre de verrous technologiques liés au développement des médicaments et de leur mode d'administration. Une demande de GDR serait à envisager.

Un rapprochement avec le laboratoire de pharmacie Galénique (dans le cadre d'un rapprochement des universités Lille1-Lille2 par exemple) offrirait une opportunité.

Dans le cadre des nouvelles orientations du pôle NSL (Nutrition Santé Longévité) l'équipe peut jouer un rôle pivot (programmé) dans le développement rationnel des formulations originales envisagées. Son implication dans l'IFMAS doit permettre de faciliter un élargissement thématique vers les excipients agro-sourcés.

Création de nouvelles synergies entre la communauté académique et le monde industriel. Il existe de nombreux problèmes fondamentaux et pratiques que l'état de l'art actuel en pharmacie ne peut pas traiter efficacement. Un objectif important serait de développer un programme de recherche original avec des applications techniques sur la conception de nouveaux produits pharmaceutiques à l'état solide et de nouvelles méthodes d'administration, en vue de faciliter le développement des médicaments dans des formes améliorées vis-à-vis de leur biodisponibilité, leur efficacité, et leur stabilité chimique et physique.

Possibilités de développements logiciels destinés aux entreprises pour les applications pharmaceutiques et agrochimiques. Création de spin-off (valorisation SATT NORD en cours).

Développement réseau transfrontalier (Nord de France, Flandres, Angleterre, Pays-Bas) INTERREG. Dépôt (en Mai 2013) d'un dossier de formation d'un cluster 2013-2015 « Advanced Materials and Pharmaceutical Technologies » (volet Recherche & Formation). Dépôt INTERREG 5 (2015).

MENACES

Implications faibles (participation aux enseignements, responsabilités d'UE) dans les formations futures de Licence et Master (UFR de Physique). Menace d'isolement de l'équipe de ce point de vue.

Dans la future contractualisation, la majorité des enseignants-chercheurs de MMT n'appartiendra pas à l'UFR de Physique (IUT, ENSIAME Valenciennes) du point de vue de l'enseignement. Après le départ en retraite du dernier

collège A (M. Descamps) enseignant dans les formations de l'UFR de physique, les 3 collèges A de l'équipe seront enseignants à l'IUT. Menace de perte de contact très rapide avec les enseignements - et les étudiants - de physique Licence/Master.

Objectifs scientifiques

Continuer et renforcer l'implication originale reconnue de l'équipe à l'interface Matériaux/Pharmacie-Agro. Les principaux objectifs à court terme sont les suivants:

Matériaux forcés

Extension des investigations sur les matériaux moléculaires forcés aux effets de l'extrusion, des procédés de séchage (spray drying, Lyophilisation) et de l'utilisation de fluides supercritiques (collaboration N. Idrissi, LASIR): Spécificités des états amorphes obtenus et lien avec leur propriété de dissolution. Les laboratoires de Science pharmaceutique partenaires de IDEA et du futur Cluster Interreg aideront à sélectionner les systèmes pertinents et pourront tester les modes d'analyse développés.

Affiner la caractérisation des matériaux forcés par broyage dans les directions suivantes: Analyse de la génération de radicaux libres (ESR en collaboration avec H. Vezin, LASIR). Application de la Pair Distribution Function adaptée aux systèmes moléculaires pour comprendre le mécanisme moléculaire du passage du cristallin nanométrique à l'amorphe vrai et caractériser les typicités des amorphes générés ou modifiés par mecanosynthèse. Analyse par tomographie X de l'évolution de la microstructure pour avoir une image globale du processus. Analyse in-situ synchrotron sous broyage pour suivre les cinétiques d'amorphisation.

Cristal Polymorphe Amorphe

Diagrammes d'état 1) Compléter la mise en œuvre de l'ensemble des méthodes numériques permettant de prédire toutes les caractéristiques des diagrammes d'état des systèmes mixtes polymères/ petite molécule. Détermination des lignes de Tg et des limites de solubilité. Investigation des diagrammes métastables sous-jacents. Un projet de développement de logiciel commercialisable soutenu par la Satt est en finalisation. Le projet de l'IFMAS dont nous sommes co-responsables porte sur l'extension de cette recherche aux systèmes complexes Amidons/solvants. 2) Mettre en œuvre et affiner les nouvelles méthodes expérimentales d'élaboration des diagrammes de phase.

Nucléation et stabilité des amorphes. Le problème de la stabilité des amorphes est essentiellement lié à la plus ou moins grande séparation des maxima de nucléation et de croissance. Dans ce domaine nous allons mener de front investigations expérimentales et numériques. A l'aide de simulations de dynamique moléculaire, nous souhaitons estimer les énergies libres d'interface cristal-liquide de matériaux de la pharmacie étudiés au laboratoire (thèse J. Gerges). Ces travaux combinés aux calculs de l'énergie de Gibbs et des mobilités moléculaires (voir bilan) permettront d'obtenir les 3 ingrédients fondamentaux des mécanismes de cristallisation : mobilité, force motrice et énergie libre d'interface. Une aide précieuse sera ainsi apportée à la discussion sur les séparations des maxima de nucléation et croissance de ces matériaux avec des implications sur la stabilité des liquides sous-refroidis et leur aptitude à former un verre.

Bioprotection

Affiner nos méthodes d'analyse de la dynamique des protéines, du solvant et de leur couplage, en combinant des études de spectroscopie Raman (basse et haute fréquence), à des simulations de dynamique moléculaire, afin de décrire de manière fine les interactions protéine-solvant en analysant l'accessibilité de la surface de la protéine au solvant, et à sonder la structure de la couche d'hydratation pour connaître les propriétés du solvant en surface de la protéine.

Analyser de manière détaillée, les transformations structurales de la protéine in-situ pendant la lyophilisation et lors de son stockage, en conditions de vieillissement accéléré. La synthèse de ces analyses devrait permettre de mieux comprendre les propriétés physiques nécessaires à la stabilisation des protéines à l'état sec.

Rechercher de nouveaux agents bioprotecteurs en utilisant un mode de screening sur les valeurs de Tg par simulation de dynamique moléculaire, par alliage moléculaire d'agents stabilisateurs (tréhalose/glycérol), ...

Moyens à mobiliser pour atteindre les objectifs

Assurer des moyens d'accueil de doctorants au moins aussi importants que ceux permis par la formation du réseau INTERREG IDEA.

Développer la structure en réseau. IDEA a démontré sa capacité à créer collaborations et à faciliter l'accès à des moyens techniques et à ouvrir la thématique.

L'originalité de notre recherche nécessite d'associer des moyens d'analyse de structure, de spectroscopie (vibrationnelle et relaxationnelle), d'analyses thermiques et de modélisation numérique. L'équipe a rassemblé un parc instrumental important permettant de mener efficacement toutes ces investigations complémentaires en parallèle. Il sera vital de continuer à trouver les moyens financiers d'assurer la pérennité et la mise à niveau de ce parc (dans cet objectif une partie a déjà été intégrée dans des plateformes de la Fédération Chevreul).

Orientations scientifiques, choix stratégiques, évolutions thématiques, partenariats

L'équipe occupe une position originale à l'interface Physique des Matériaux/Pharma -Agro démontrée par les développements menés depuis quelques années. Le tissu d'interactions construit avec le monde académique et industriel de ce domaine nous met en position de mener une activité originale qui combine à la fois les approches fondamentales - souvent inspirées par des problèmes pratiques (Ex: broyage, extrusion, polymorphisme...) - et apporte des solutions à des questions actuelles de formulation des solides. Nous faisons le choix de développer ces interactions tout en maintenant celles qui nous lient à la physique des solides moléculaires et des systèmes biologiques (verres, polymorphisme, cristallisation, mécanismes de bioprotection...). Des élargissements thématiques légers s'opéreront localement sans bouleverser cette stratégie. Cela se fera par exemple à l'occasion de la montée en puissance de l'IFMAS (polymères biosourcés), d'interactions avec l'INRA (équipe PIHM), et des nouvelles orientations régionales (en particulier autour du pôle NSL). Un renforcement des interactions déjà nombreuses avec le laboratoire de Lille2 "systèmes à libérations contrôlées et biomatériaux" (Prof. J. Siepmann - Unité INSERM 1008) serait souhaitable. Il pourrait participer à une évolution plus globale au niveau des universités Lille1/Lille2, si celles-ci le souhaitent, les problématiques de la pharmacie nécessitant des démarches de plus en plus rigoureuses et innovantes en physique des solides. L'équipe souhaite contribuer à une structuration de la recherche au niveau transdisciplinaire qui est le sien: au niveau national, formation d'un GDR par exemple dans un premier temps (un projet d'école thématique CNRS a déjà été déposé en mai 2013 par l'équipe). Les contacts nombreux que nous avons au niveau européen devraient permettre également de chercher des opportunités plus larges de formation de réseau (le cluster INTERREG sera un début de mise en place)

Des élargissements pourraient être envisagés quant au domaine d'application des approches fondamentales que nous menons. Par exemple dans le domaine du stockage thermique de l'énergie, certains polyols sont susceptibles d'avoir des performances remarquables ce qui nécessite de maîtriser les cinétiques de transformation de phase, polymorphismes etc...



Section des unités de recherche



Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (MPGM)



Section des unités de recherche

Nom de l'équipe Métallurgie Physique et Génie des Matériaux:

Acronyme : MPMG

Nom du responsable pour le contrat en cours : Alexandre Legris

Nom du responsable pour le contrat à venir : Alexandre Legris

1. Présentation de l'équipe MPMG

Historique

L'équipe Métallurgie Physique et Génie des Matériaux s'est constituée dans sa conformation actuelle lors de la précédente contractualisation à l'occasion de la formation de l'unité UMET. L'équipe est issue de la fusion entre le Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (LMPGM, UMR CNRS 8517) et une équipe de céramistes, aujourd'hui constituée de deux MCF de l'Université Lille 1 qui faisaient partie du Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (LSPES UMR 8008). On peut noter que ces deux laboratoires ont été associés dans le passé et partagent depuis de nombreuses années des moyens expérimentaux et des intérêts scientifiques communs. Par leur expérience de céramistes, les collègues intégrés en 2010 apportent connaissances et savoir-faire dans le domaine de l'élaboration de nouveaux matériaux tels que des composites à matrice métallique par voie sol-gel et métallurgie des poudres.

Localisation

L'équipe se situe dans son intégralité au Bâtiment C6 du Campus Scientifique. Les laboratoires sont répartis sur les quatre étages du bâtiment.

Champ scientifique, spécificités

Traditionnellement l'équipe traite des thèmes propres à la métallurgie physique et la métallurgie mécanique avec un savoir faire expérimental reconnu et une forte activité autour de la modélisation multi échelles. De par son expertise et sa taille, l'équipe a été identifiée en tant que centre d'excellence par l'initiative nationale qui vise à structurer la discipline à l'échelle française.

Politique scientifique

Missions

L'équipe s'attache à réaliser de la recherche dans un domaine dans lequel il existe une forte attente socio économique en termes de transfert de technologie. Elle veille à maintenir un équilibre entre sources de financements sur programme (ANR, Europe, Région) et privées (contrat de recherche). Elle est fortement impliquée dans la formation surtout en École d'ingénieurs (ENSCL, Polytech Lille : département Matériaux) et en Master (parcours 'nucléaire' commun au master Chimie, Énergie , Environnement et au master Physique : Matériaux).

Objectifs scientifiques

Dans le domaine de la modélisation multi-échelle

Développement d'outils permettant la comparaison directe entre résultats de simulations et résultats expérimentaux. De tels outils permettront ainsi de pouvoir simuler par exemple la résistivité, le signal SANS, l'image de sonde ou de microscopie des boîtes de simulation

Modélisation plus fine de la chimie des aciers de cuve, par l'introduction du phosphore et du carbone, qui sont deux éléments dont l'importance est primordiale dans l'étude de la fragilisation sous irradiation.

Développement de la paramétrisation d'un Monte Carlo Cinétique d'Objets (MCCO) à partir de données de DFT et utilisation de ce modèle pour expliquer l'évolution avec la fluence de la densité et de la taille des cavités formées par implantation d'hélium de 800 keV dans du tungstène.

Modélisation par MCC Atomique de la ségrégation induite par irradiation (SII) dans les aciers austénitiques constituant les structures internes des cuves et mise en évidence de l'importance de la composition chimique du

voisinage local (i.e. les proches voisins) des défauts sur l'énergie de formation de ceux-ci dans les alliages FeNiCr concentrés.

Développement de méthodes statistiques (Independent Point Defects Approximation, Développements En Amas) permettant de modéliser la thermodynamique d'alliages à l'échelle atomique.

Développement de méthodes Champs de Phases pour modéliser l'évolution de microstructures hors et sous irradiation.

Dans le domaine de la caractérisation structurale et mécanique

Développement d'indicateurs d'endommagement par fatigue à partir de l'Electron Back Scatter Diffraction (EBSD) et de l'Atomic Force Microscopy (AFM) à l'échelle mésoscopique.

Compréhension des mécanismes d'endommagement en présence de métaux liquides (fragilisation par le sodium et le plomb-bismuth liquides).

Compréhension des mécanismes de plasticité cyclique (ODS cuivre, alliage d'aluminium claddé, aciers)

Dans le domaine de l'élaboration et la caractérisation de nouveaux matériaux

Développement de nouveaux matériaux composites à matrice métallique.

Développement de techniques de diffraction électronique permettant de remonter aux structures cristallines.

Développement de la spectrométrie Mössbauer permettant l'étude de traitements de surface, de poudres ou de composites nanocristallisés, relative à des aciers, des météorites, des composites, des minéraux, des semi-conducteurs ou des catalyseurs contenant au moins 10 % de fer.

Stratégie de l'équipe pour le contrat en cours

La stratégie de la période en cours a consisté à intégrer les compétences des collègues céramistes au sein de l'équipe, à développer les méthodes d'élaboration notamment à travers l'utilisation de la métallurgie des poudres, à encourager des collaborations internes à l'équipe en attribuant deux thèses financées par l'établissement à des thèmes qui regroupent des compétences (Thèse J. Kwon 2010-2013, F.Housaer 2011-2014). D'autre part, l'arrivée d'un collègue MCF à l'ENSCL a permis de mettre en place une thématique de recherche s'appuyant sur l'utilisation de l'EBSD pour caractériser les microstructures (structures de dislocations, transformation induite par plasticité).

Structuration

L'équipe est structurée en trois groupes G1: Microstructures, G2: Modélisation, G3 : Propriétés Mécaniques et Effets d'environnement, qui développent trois thèmes de recherche, T1 : Matériaux métalliques à intérêt nucléaire, T2: Détermination de critères d'endommagement, T3: Élaboration et caractérisation de matériaux innovants.

Dans le tableau ci-après sont reportées des informations concernant les membres permanents de l'équipe.

Nom/fonction	HDR	PES	Thème	Groupe
M.N. Avettand-Fénoël (MCF)	Oui	Non	T3	G1
F. Beclin (MCF)	Non	Non	T3	G1
C. Becquart (PR)	Oui	Oui	T1	G2
R. Besson (CR)	Oui	Non	T1,T3	G2
J. Bouquerel (MCF)	Non	Non	T2	G3
C. Cordier (MCF)	Oui	Non	T3	G1
D. Créton (Tech, UL1)	Non	so	T2,T3	G1,G3
C. Domain (EDF R&D)	Non	so	T1	G2(50%)
J. Foct (PREM)	Oui	so	T3	G1
J. Gang (CR)	Oui	Non	T3	G1
J. Golek (IE, CNRS)	Non	so	T1,T2	G3
A. Legris (PR)	Oui	Non	T1, T3	G2
I. Proriol-Serre (CR)	Oui	Non	T1,T2	G3
P. Perrot (PREM)	Oui	so	T3	G1
G. Reumont (PR)	Oui	Non	T3	G1
R. Shabadi (MCF)	Non	Non	T3	G1
R. Taillard (PREM)	Oui	Non	T3	G1
L. Thuinet (MCF)	Non	Non	T1, T3	G2
M. Touzin (MCF)	Non	Non	T3	G1
J.-B. Vogt (PR)	Non	Oui	T1,T2	G3

Tableau: informations concernant les membres permanents de l'équipe MPGM

Évolution des effectifs

L'équipe a connu le départ en mutation d'un MCF Lille1 à Bordeaux et le départ à la retraite d'un PR à l'ENSCL en 2009. Seul un collègue MCF (J. Bouquerel) a été recruté en septembre 2010 à l'ENSCL à l'occasion de ces départs. Plus récemment, le départ de notre collègue R. Taillard (PR Lille1) à la retraite en août 2012 a conduit au recrutement d'un PR, D. Balloy (44) qui prendra ses fonctions au laboratoire et à Polytech'Lille Département Matériaux en septembre 2013.

Évolution des moyens (cf. tableau 2010-2013)

Les moyens de l'équipe se décomposent en dotation d'état pour le fonctionnement (en moyenne 40 k€/an), en ressources sur projet d'origine institutionnelle (200 k€/an en moyenne, salaires compris) et en ressources sur projet d'origine privé (130 k€/an en moyenne, salaires compris). Il n'y a pas eu d'évolution significative des grandes masses budgétaires au cours du contrat quinquennal.

Organisation de la vie de l'équipe

Des réunions d'équipe ont lieu entre 2 et 4 fois par an et concernent: la vie quotidienne, la présentation des nouveaux entrants, la discussion du budget, la discussion de sujets de thèse prioritaires. Des séminaires scientifiques sont régulièrement organisés. Le budget de l'équipe comporte les crédits récurrents (UL1, ENSCL, CNRS) qui sont banalisés et les crédits provenant de conventions de recherche (Privées, Europe, ANR) qui sont justifiables et à ce titre dédiés aux dépenses prévues dans chaque programme de recherche spécifique. Les crédits banalisés sont consacrés en priorité pour financer les missions et congrès qui se font en dehors du cadre prévu par les conventions de recherche (projets non financés), pour financer des dépenses transversales à l'équipe (matériel de polissage par exemple, traitement des déchets chimiques, utilisation des fluides et produits chimiques, entretien des équipements communs) ou des dépenses de type petit fonctionnement. Un budget prévisionnel sommaire est établi en début d'année. Les crédits d'équipement de UMET permettent de réaliser entre deux et trois opérations de taille moyenne (30k€) par contrat quinquennal.

2. Réalisations

Présentation des activités et des résultats de la recherche par thèmes de recherche

T1: Matériaux Métalliques à Intérêt Nucléaire

Ce thème est développé au laboratoire depuis bientôt une vingtaine d'années. S'il a pu perdurer aussi longtemps dans un site universitaire dans lequel les activités liées à l'énergie nucléaire n'ont pas une forte assise historique c'est sans doute grâce aux fortes relations tissées avec EDF R&D dès le milieu des années 90. Ces échanges scientifiques ont conduit à la création d'un laboratoire commun EDF R&D-LMPGM dans un premier temps (1998-2001 puis 2002-2005) puis au EM2VM: Étude et Modélisation des Mécanismes de Vieillessement de Matériaux 2008-2011 en cours de reconduction), laboratoire commun réparti sur trois 'sites' EDF R&D les Renardières, le Groupe de Physique de Rouen (GPM) et UMET. Dans le cadre de cette thématique, nous utilisons et développons des moyens de simulation pour l'étude à l'échelle atomique et mésoscopique de phénomènes de déformation, de changements de phases et d'endommagement par irradiation. Par ailleurs des études expérimentales sont menées sur des alliages métalliques susceptibles d'être utilisés dans les réacteurs de 4ème génération dans l'objectif de comprendre l'endommagement généré par l'action combinée d'une contrainte mécanique et du mouillage par des métaux liquides (Na, mais aussi Pb, Pb-Bi).

Concernant la simulation,

les techniques que nous mettons en application sont la Dynamique Moléculaire (DM), les méthodes Monte Carlo (MC, objet et atomique) et des méthodes de calcul de structure électronique utilisant les premiers principes (méthodes *ab initio*). Nous développons également des codes Champ De Phases (CDP) pour reproduire les conditions d'irradiation ainsi que celles de vieillissement thermique. Ces méthodes sont complémentaires car les méthodes aux échelles inférieures apportent des données dites d'entrée aux méthodes d'échelle supérieure. Elles permettent également d'effectuer des validations partielles. Ces aspects de validation, de confrontation des modèles et de comparaison aux résultats expérimentaux de la littérature constituent une part non négligeable des recherches.

Nous développons une modélisation multi-échelle de la modification de la microstructure sous irradiation adaptée aux matériaux de la cuve (aciers ferrito-bainitiques) aux internes (aciers austénitiques), aux matériaux de gainage (alliages de zirconium) des réacteurs à eau pressurisée ainsi qu'au tungstène. Ainsi nous avons mis au point des méthodes de MC Cinétique (MCC) pour simuler l'évolution à moyen et long terme de la microstructure des aciers ferritiques (thèse E. Vincent (2006), R. Ngayam Happy (2010)) en développant une paramétrisation énergétique basée sur des calculs *ab initio* et des données expérimentales pour des alliages complexes (binaires, ternaires, Fe-CuNiMnSi dilués). Outre un certain nombre de résultats intéressants concernant le comportement des différents solutés et entre autres la mise en évidence de la possibilité de diffusion du manganèse et du phosphore par un mécanisme interstitiel, nous avons montré que les amas de défauts ponctuels servaient de germes à la formation d'amas de soluté. Une des conclusions importantes obtenues suite à ce travail a été de montrer que dans les alliages irradiés à 300°C de compositions proches de celles des aciers de cuves, les amas de solutés se forment par ségrégation induite par irradiation (SII). Dans le cadre de la thèse de J-B. Piochaud (2013), financée par le **projet européen Perform-60**, nous avons étudié en utilisant cette même approche, la SII dans les aciers austénitiques constituant les structures internes des cuves. La difficulté supplémentaire dans ce projet est due d'une part au passage alliages dilués - alliages concentrés avec une structure paramagnétique qui rend par exemple les calculs *ab initio* plus difficiles à effectuer et d'autre part aux doses atteintes qui sont beaucoup plus importantes (de l'ordre de 3 ordres de grandeur) que celles étudiées pour les aciers de cuve. Au cours de ce travail, nous avons mis en évidence le lien fort entre énergie de formation des défauts ponctuels et environnement local chimique des défauts, ainsi que le rôle non négligeable des dumbbells mixtes sur la SII. La prise en compte de la présence d'atomes de gaz comme l'hélium se fait dans le cadre de l'**ANR blanc ColrrHeSim** qui a débuté en octobre 2011.

L'équipe a également participé au projet européen **Perform-60** en développant des modélisations champs de phase adaptées aux matériaux sous irradiation (thèse H. Rouchette 2014). Ces recherches ont notamment permis de préciser l'influence de l'élasticité sur la force de puits des dislocations.

Les travaux de thèse de P. Gasca (2010) ont permis d'étudier grâce aux calculs *ab initio* la structure et la mobilité des défauts interstitiels et de la lacune dans le zirconium. Ce travail a montré entre autres l'existence d'une large gamme de défauts interstitiels dont l'énergie de formation est très proche. Par ailleurs des calculs de Monte Carlo Cinétique ont permis de montrer que la diffusion des interstitiels est légèrement anisotrope, plus rapide dans les plans de base que parallèlement à l'axe c.

Depuis 2006, nous appliquons les méthodes décrites précédemment à la modélisation de la microstructure du tungstène, un des matériaux envisagés pour recouvrir le "divertor" du projet ITER, qui fera face au plasma, et sera porté à des températures élevées. Nous étudions donc les interactions entre l'hélium et/ou l'hydrogène et les défauts

ponctuels par calculs *ab initio*. La base de données ainsi obtenue nous a permis de paramétrer un MCC d'Objets (MCCO) à l'aide duquel nous avons pu par exemple expliquer l'évolution avec la fluence de la densité et de la taille des cavités formées par implantation d'hélium de 800 keV.

Parallèlement à ces travaux directement liés au dommage d'irradiation, nous nous intéressons à des aspects plus fondamentaux tels que le vieillissement des alliages métalliques. Ainsi, au cours de la thèse de R. Veiga (2011), nous avons développé une approche couplant la DM et le MCCA avec prise en compte des contraintes pour étudier la formation des atmosphères de Cottrell. Les résultats obtenus indiquent que dislocations coin et vis tendent à attirer les atomes de C en accord avec le champ de contrainte local. De plus, nous avons montré que la diffusion des atomes de C dans le cœur des dislocations est environ deux ordres de grandeur plus rapide que la diffusion dans la matrice. Enfin, une première estimation de la répartition des atomes de C autour de la dislocation et donc d'une atmosphère de Cottrell a été faite en bon accord avec les résultats expérimentaux existants.

Des modélisations Champ de Phases de la précipitation des hydrures de zirconium ont permis de préciser le rôle central joué par l'hétérogénéité élastique dans la morphologie de la précipitation. Nous avons entre autres montré que l'existence de variants d'orientation dans le cas d'une précipitation cohérente est directement associée au changement de symétrie cristalline induite par la précipitation (passage d'une symétrie hexagonale à une symétrie trigonale) et à la prise en compte de l'hétérogénéité des constantes élastiques. Cette problématique est abordée dans le cadre de l'ANR blanc SIZHYP (2013-2017) portée par l'équipe.

La thématique Fragilisation par les Métaux Liquides (FML)

a été lancée il y a une quinzaine d'années environ notamment dans le cadre du GDR GEPEON. Ce GDR a évolué en un GNR GEDEPEON (Gestion des Déchets Et Production d'Énergie par des Options Nouvelles) qui a été intégré récemment dans le défi NEEDS. A l'origine nous nous étions focalisés sur la fragilisation des aciers martensitiques par l'alliage eutectique Pb-Bi. Ces activités se sont également insérées dans des programmes de recherche européens du 6^{ème} et 7^{ème} PCRD (DEMETRA, GETMAT). De plus, nous avons élargi le champ d'études en considérant différents alliages métalliques utilisés comme matériau de structure et en considérant le sodium liquide comme métal fragilisant.

Les études liées à la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi ont pris en compte la chimie du bain, en particulier la teneur en oxygène. Nous avons dimensionné puis construit une unité de purification par injection d'un mélange Ar/H₂ dans le métal liquide. La teneur en oxygène peut être portée en dessous de 6.10^{-8} % masse. De même, nous avons dimensionné puis construit une cellule d'essais mécaniques dans laquelle l'atmosphère est contrôlée afin d'effectuer des essais mécaniques en métal liquide appauvri en oxygène. Le second paramètre étudié est la vitesse de déformation. Jusqu'à présent, les essais étaient réalisés à vitesse de déformation plutôt élevée. Nous avons privilégié ces derniers temps les faibles vitesses afin de favoriser les interactions plasticité - environnement.

Les essais de Small Punch Test réalisés à une vitesse de déplacement de la traverse de 0.5 mm/min à différentes températures comprises entre 200°C et 400°C sur des aciers martensitiques (T91) montrent que la chimie du bain a peu d'influence. En revanche, une modification profonde de la réponse mécanique est observée pour les faibles vitesses. Des analyses SIMS sont en cours afin d'expliquer cette situation.

Les études liées à la fragilisation par le sodium liquide sont beaucoup plus récentes. Il a été nécessaire de concevoir une cellule d'essai afin de ne pas polluer le sodium par l'air et l'humidité. Ces études ont été menées en collaboration avec le CEA Saclay pour ce qui est de l'effet de la préimmersion. Nos travaux ont permis de montrer l'importance du traitement thermique, du mouillage et de l'effet d'une préimmersion sur le comportement en sodium liquide. L'état métallurgique le plus sensible est celui d'un revenu à 550°C pour lequel une fragilité par le sodium est observée. L'existence d'un puits de ductilité est démontrée par l'intermédiaire du facteur de ductilité (Facteur de ductilité = $100 \times E_r \text{Na} / E_r \text{Air}$, Er : énergie de rupture) et l'observation d'une rupture fragile. L'interprétation de la transition ductile → fragile dans l'acier revenu à 550°C repose sur des analyses SIMS. Nous montrons l'importance de la ségrégation de P et de S aux joints de lattes combinée à la ségrégation de Na sur l'énergie de cohésion des joints de latte et de grains.

T2 : Détermination de critères d'endommagement

L'étude des mécanismes de fatigue est un thème ancien au laboratoire. Initialement, les travaux sur la fatigue étaient associés à des recherches sur de nouveaux alliages et consistaient principalement à interpréter le rôle d'un paramètre métallurgique sur le comportement et la résistance à la fatigue d'un alliage particulier. Tout d'abord orientées vers les mécanismes de plasticité cyclique, notamment à partir de l'identification des structures de dislocations par MET (microscopie électronique à transmission), les recherches s'étendent maintenant à déterminer

des critères d'endommagement par fatigue et de localisation de la plasticité cyclique à partir d'analyses EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) et d'analyses AFM (Microscope à Force Atomique). En effet, la déformation cyclique imposée à un matériau métallique conduit à produire des dislocations en densité croissante pour un matériau métallique recuit ou à restaurer les structures préexistantes dans les matériaux prédéformés. Par ailleurs, un lien entre l'évolution des structures de dislocations et la nucléation de microfissures est admis. Ce lien est dans certains cas bien établi mais obscur dans d'autres situations. Par exemple, la formation d'intrusions-extrusions dans les métaux CFC à énergie de faute d'empilement élevée est très bien décrite et associée aux bandes persistantes de glissement. En revanche, la caractérisation des structures cellulaires et la rugosité qu'elle induit n'est pas documentée.

L'une des facettes de nos recherches consiste à analyser en profondeur la structure cellulaire résultant de la déformation cyclique à partir de la technique EBSD. La motivation de travailler sur la structure cellulaire est que celle-ci peut être aussi bien formée dans certains alliages métalliques en sollicitation monotone (traction, fluage) qu'en sollicitation cyclique. De même, en fatigue, celle-ci peut se former dans un intervalle de déformation très large et pour différentes fractions de durée de vie. Ainsi, contrairement au cuivre par exemple qui développe des structures de dislocations discernables selon l'amplitude de déformation imposée (veines, PSB, murs, labyrinthes, cellules), certains aciers ne présentent qu'une structure en cellules. L'idée générale est donc d'analyser les structures en cellules par MET et par EBSD afin de proposer un paramètre d'endommagement discriminant. Les dislocations (qu'elles soient statically stored SSD ou geometrically necessary GND) induisent une distorsion ou une rotation du réseau cristallographique entraînant une désorientation du cristal par rapport à un réseau parfait. Alors, les conditions de Bragg ne sont plus parfaitement satisfaites et le contraste lié aux électrons rétrodiffusés diminue. On considère qu'un angle entre deux réseaux supérieur à 15° est un joint de forte désorientation HAGB (High Angle Grain Boundary), tel le joint de grains. Les dislocations générées lors de la déformation plastique et entraînant une rotation locale du réseau de 5° à 15° sont qualifiées de sous joints de grain ou joint de faible désorientation LAGB (Low Angle Grain Boundary). Une zone de forte concentration en LAGB indique une forte concentration en GND. Ces désorientations peuvent être analysées plus ou moins facilement par EBSD et nous utilisons la méthode de désorientation de pixel à pixel encore appelée KAM (Kernel Average Misorientation).

Au point i , le KAM est donné par : $KAM_i = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \omega_{ij} \cdot \omega_{ij} \ll \omega_{lim}$. En pratique, le KAM représente la moyenne des désorientations entre un pixel et ses pixels voisins défini par : $KAM = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N KAM_i$.

Pour un acier ferritique, la mise en structure des dislocations après rupture par fatigue varie suivant la variation de déformation imposée mais une nette tendance à la formation de cellules est observée. Il est cependant difficile en mode imagerie de les discerner. L'analyse EBSD en termes de mesures de LAGB et de KAM montre la possibilité de discerner chacun de ces états. Nous pouvons par ce biais reconstruire à l'échelle mésoscopique les zones de forte concentration en dislocations. De plus, l'analyse KAM montre qu'il est possible d'y associer une valeur numérique. La corrélation $\Delta KAM - \Delta \epsilon_f$ montre bien la dépendance de cette valeur avec la déformation imposée, y compris même lorsqu'une même structure de dislocations s'instaure. Cette grandeur apparaît donc comme un indicateur pertinent d'endommagement.

Cette approche se poursuit maintenant pour tenter de déduire non seulement la valeur de la déformation que subit un matériau mais également la fraction de durée de vie. Elle sera ensuite appliquée pour comprendre les mécanismes de plasticité des aciers martensitiques dont le traitement thermique (trempe + revenu) conduit à la formation de cellules de restauration.

T3: Élaboration et caractérisation de matériaux innovants

Cette thématique ancienne au sein du laboratoire a pour objectif de réaliser et d'étudier des matériaux innovants. Si elle s'appuie sur des compétences reconnues en métallurgie physique, les modifications récentes du groupe microstructure ont été l'occasion de marquer une inflexion vers des matériaux à architecture complexe. En effet le recrutement lors du précédent quadriennal de collègues dans cet groupe et l'arrivée des céramistes ont permis de voir émerger de nouveaux sujets de recherche tout en conservant certains des sujets traditionnels.

L'expertise de l'équipe sur les mécanismes des transformations de phase sous sollicitations thermiques ou thermomécaniques a permis de poursuivre les efforts de recherche sur l'étude des alliages forcés par une sollicitation mécanique (mécano synthèse de poudre par attrition thèse de J. Kwon 2013) et l'étude des intermétalliques engendrés par les procédés thermomécaniques d'assemblage entre métaux (thèse de A. Anghelus 2012).

La thèse de J. Kwon s'est intéressée à l'étude des mécanismes qui conduisent à la formation d'une phase structurellement complexe Al_4Cu_9 loin de l'équilibre (en composition et en température) lors du broyage à température ambiante de poudres Al-Cu. La caractérisation expérimentale (structurale -MEB, MET, RX et thermodynamique DSC) a

été complétée par une modélisation à l'échelle atomique qui combine calculs *ab-initio* et potentiels empiriques à des méthodes statistiques (Monte Carlo MC, Approximation des défauts ponctuels indépendants ADPI, Développements en amas DEA) et à la statique moléculaire pour déterminer les courbes d'énergie libre, la stabilité mécanique et les taux de germination de différents composés du système Al-Cu. La modélisation conduit naturellement à penser que l'apparition de la phase complexe Al_4Cu_9 peut être due à la capacité de cette phase à accommoder de larges écarts à la stœchiométrie et à l'existence d'une instabilité mécanique de la solution solide cfc Al-Cu au voisinage de la composition chimique de Al_4Cu_9 .

L'élaboration de nouveaux matériaux et leur caractérisation a été entreprise soit par colaminage cumulé contrôlé, soit par traitement de surface par friction-malaxage. La thèse de A. Angelhus (2012) a porté sur la faisabilité de l'élaboration de matériaux multicouches à grains ultrafins par un procédé original de métallurgie douce : le laminage cumulé contrôlé. Les multicouches à base d'aluminium sont renforcés par des alliages de compositions Al-Ni-Sm pris dans des états amorphe ou cristallisé. Plusieurs types de traitements thermiques et mécaniques, ainsi que différents nombres de couches ont été testés afin d'optimiser la microstructure et par là l'aptitude à la mise en forme. Les transformations de phases (recristallisation dynamique ou non de l'aluminium, changements de phases au sein des alliages Al-Ni-Sm...) ont été analysées par diffractométrie X, microscopies et calorimétrie différentielle. Parmi les principaux résultats, la cristallisation du verre métallique induite par déformation est démontrée. En relation avec la modification de propriétés mécaniques induite par le changement de microstructure des renforts, les multicouches élaborées à partir de renforts à l'état cristallin sont plus malléables que celles obtenues au moyen d'alliages à l'état amorphe. La différence est reliée à la fois à la morphologie des débris et à l'accommodation des déformations au niveau des interfaces matrice/renfort. Au stade actuel du travail, un multi matériau a été synthétisé à partir de 216 couches d'aluminium et de 180 feuilles de renfort à l'état cristallin.

Parallèlement des travaux sur l'étude de structures élaborées par friction-malaxage (FSW) se poursuivent. Ils sont concernés par le problème important en pratique du soudage à l'état solide entre matériaux à forte affinité chimique (a), par la caractérisation du flux de matière dans des matériaux à forte épaisseur (b) et par la synthèse de composites à matrice métallique (c).

a) L'étude de l'effet des paramètres de procédé (et en particulier l'effet de la localisation de l'outil soit dans l'alliage d'aluminium, dans le cuivre ou à l'interface des deux matériaux) sur la microstructure et les propriétés mécaniques de soudures FSW Cu - alliage d'aluminium 6082 a été réalisée. La combinaison d'essais de traction, d'analyses des cartes de déformation obtenues par la technique de corrélation d'images et des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage a permis d'identifier et de localiser les défauts les plus critiques, à savoir le manque de collage dans les cas présents, à l'origine de la rupture des soudures. La caractérisation par diffraction des neutrons de soudures Cu - alliage d'aluminium 6082 a permis d'identifier la nature des composés intermétalliques Al_xCu_y formés pendant le procédé et de quantifier leurs fractions volumiques qui varient suivant la localisation de l'outil. Des analyses plus locales par microscopie électronique en transmission au niveau de l'interface du joint ont mis en évidence la présence des composés intermétalliques Al_4Cu_9 et Al_2Cu ainsi que d'une nouvelle phase inédite à ce jour. Les conditions de formation de ces composés intermétalliques ont été plus particulièrement explorées. Les composés intermétalliques pouvant être des défauts critiques dans les soudures (suivant l'épaisseur et la continuité des couches...), des voies d'amélioration du procédé, qui devraient permettre de mieux maîtriser leur distribution, ont été proposés. La texture des diverses zones des soudures a finalement été obtenue.

b) L'étude microstructurale tridimensionnelle du flux de matière dans des soudures FSW hétérogènes de 40 mm d'épaisseur (et soudées sur mi-épaisseur) à base d'alliages d'aluminium 2050 fournies par le CRV (Constellium - Voreppe) a été analysée en détail, de manière à comprendre le processus de formation du joint. Ce travail a permis de proposer un modèle d'écoulement de la matière qui se différencie de ceux proposés dans la littérature.

2c) Des matériaux composites base cuivre renforcés par des dispersions d'oxydes ont été développés par traitement de surface par friction-malaxage en collaboration avec A. Simar de l'Université de Louvain La Neuve, Belgique. L'effet des paramètres de procédé (nombre de passes, présence ou non de secondes phases) sur l'étendue des noyaux, sur la distribution à diverses échelles des secondes phases, sur les transformations de phases (recristallisation et restauration dynamiques), sur l'écoulement de la matière et sur les propriétés en traction et en dureté a été plus particulièrement étudié. La conductivité et l'expansion thermiques des nouveaux matériaux ont également été caractérisées en collaboration avec P.K. Jain et R. Johnson de International Advanced Research Centre for Powder Metallurgy and New Materials, Inde.

A leur arrivée, les collègues céramistes ont partiellement poursuivi leurs travaux antérieurs dans le cadre notamment du projet CERALEF. Celui-ci visait à recouvrir une céramique poreuse par un revêtement de type céramique afin de lui conférer toutes les caractéristiques de surface que requiert un usage alimentaire. A cet effet un revêtement de type sol-gel composite a été développé. La dispersion d'une poudre d'alumine dans un sol de silice, son dépôt sur la porcelaine suivi d'un recuit, permet de boucher les pores émergeant à la surface sans combler la porosité interne. La surface est alors parfaitement lisse et est ainsi rendue résistante, dure, blanche et esthétique. Ce

travail a permis d'initier une collaboration avec le LMCPA de Maubeuge dans le cadre d'une codirection de thèse sur le développement de revêtements sol-gel composite d'alumine/Nitride de Bore sur des substrats métalliques. Le but est ici d'en améliorer la tenue à la corrosion et à l'usure en rendant la surface autolubrifiante.

Par ailleurs, les compétences en matière de métallurgie des poudres ont permis de s'intéresser à l'amélioration des propriétés de matériaux métalliques en y dispersant des céramiques. C'est le cas du travail de thèse de F. Housaer (2014) qui cherche par métallurgie des poudres à réaliser des composites Aluminium/Nanotube de Carbone, et Aluminium/Diamant pour améliorer respectivement les propriétés mécaniques et thermiques de la matrice d'aluminium. C'est un sujet de recherche nouveau au sein du laboratoire mais qui est un vecteur fort de l'intégration des céramistes au sein de l'équipe MPMG puisqu'il est mené avec différents membres de cette équipe. En ce qui concerne les aluminium/Nanotube de carbone, une des difficultés est de réussir à bien disperser les nanotubes au sein de la matrice métallique et d'obtenir un matériau dense sans détériorer les nanotubes. Dans un premier temps, un travail important a été mené pour désenchevêtrer les nanotubes grâce à différents traitements chimiques. La dispersion dans la poudre d'aluminium se fait par broyage à sec ou par voie humide. La consolidation de la poudre composite ainsi obtenue se fait par pressage à chaud ou par frittage SPS en collaboration avec le LSPM de l'Université Paris 13. Les premiers résultats sont très encourageants et les travaux sur la dispersion des nanotubes et sur l'analyse des joints de grains ont déjà donné lieu à deux communications orales lors de congrès internationaux. L'influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés mécaniques de ce composite est actuellement en cours d'étude.

Ces travaux rejoignent les études développées récemment par l'équipe sur la modification de surfaces de matériaux métalliques et qui sont menées en collaboration avec la Danmarks Tekniske Universitet (DTU). Cette recherche vise à rendre les surfaces de métaux très résistantes à l'usure tout en leur conférant des propriétés spécifiques. Deux thèses sont menées en collaboration avec la DTU, une sur la modification des propriétés optiques pour améliorer l'esthétique du matériau (thèse de Vishweshwara Chakravarthy), et l'autre sur le développement de surfaces hydrophobes et autonettoyantes (thèse de Svava Davidsdottir). Deux voies sont explorées, d'une part par traitement chimique afin de faire apparaître une nouvelle phase en surface, soit par le dépôt d'un revêtement de TiO_2 . Différents procédés ont été testés et les microstructures sont étudiées aussi bien à l'échelle nanométrique qu'à l'échelle millimétrique.

Le développement de nouveaux composites à matrice métallique qui seront sollicités dans des conditions de service extrêmes (température, flux de chaleur, contrainte, irradiation, corrosion/oxydation,...) présente des défis particuliers en science des matériaux. L'amélioration des performances de ces matériaux requiert la connaissance de la microstructure aux échelles nanométrique et atomique. La caractérisation à l'aide de la microscopie électronique à haute résolution (analytique) (HR(A)EM) avancée devient donc cruciale, non seulement pour des raisons fondamentales, mais aussi du point de vue des applications. En plus d'une expertise actuelle dans les domaines du développement de matériaux et de la microscopie électronique en transmission conventionnelle, des compétences fondées sur la HR(A)EM avancée seront acquises à l'avenir par des membres de l'équipe et les applications de cette technique seront également développées.

Toujours dans le domaine de la microscopie en transmission se poursuit au sein de l'équipe, et en collaboration avec des collègues microscopistes du laboratoire, l'axe de recherche qui consiste à développer les applications associées à la diffraction électronique et en particulier à la diffraction électronique en précession comme un nouvel outil de caractérisation en métallurgie. En effet, la précession électronique présente des nombreux avantages par rapport aux techniques de diffraction conventionnelles. Elle permet d'exploiter les intensités diffractées, de déterminer les symétries et d'identifier les réflexions cinématiquement interdites. Dans le domaine une nouvelle méthode systématique de détermination du groupe spatial d'un cristal combinant la précession électronique et la diffraction électronique en faisceau convergent a été développée. Cette méthode a été appliquée avec succès à l'identification du groupe spatial de plusieurs phases (LaGaO_3 , Al_2Cu , Al_4Cu_9 , ...) et à la caractérisation des défauts cristallins (macles dans LaGaO_3). Par ailleurs, l'étude de l'état d'ordre à longue distance (LRO) dans l'alliage FeAl montre que la précession électronique permet de déterminer le LRO à l'échelle nanométrique.

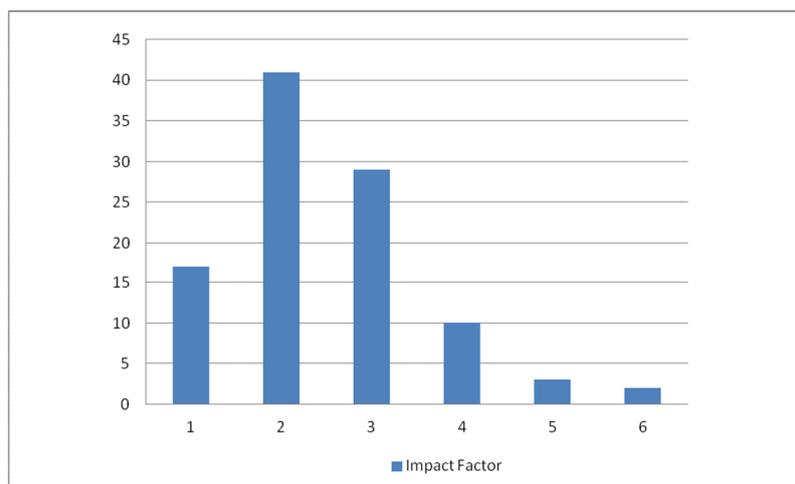
**Production scientifique
Bibliométrie**

Nom (Fonction, Age)	Observations	h	ETPT Recherche h/m	ACL	IFmoy	Conf. Int. Invité
Avettand-Fènoël M(MCF, 36)		4	27	7	1,1	3
Beclin F. (MCF,47)		6	27	6	2,9	
Becquart C. (PR, 48)		22	27	23	1,7	3
Besson R. (CR, 44)		7	54	9	3,4	
Bouquerel J. (MCF,33)		4	17	2	2,0	
Cordier C. (MCF,51)		7	27	5	2,3	1
Domain C. (EDF R&D)	50%	27	27	43		
Foct J. (PREM, 74)		24		3		
Gang J. (CR, 39)		12	54	16	2,0	
Legris A. (PR, 48)	Directeur UMET	15	27	7	2,6	
Proriol Serre I(CR,38)		9	54	6	2,0	
Perrot P. (PREM, 74)		13		3		
Reumont G (PR, 49)	Dir- Adjoint (2008-2013) puis Dir Polytech Lille	9	27	4	0,75	
Shabadi R. (MCF, 40)		4	27	6	1,8	
Taillard R. (PREM;66)		8	22	10	0,6	6
Thuinet L. (MCF,35)		5	27	8	2,4	
Touzin M. (MCF,37)		5	27	6	2,0	
Vogt J.-B. (PR, 55)		12	27	12	1,8	

Bibliométrie des membres de l'équipe, période concernée janvier 2009-juin 2013

Support	Nombre
ACL	113
BRE	0
C-INV	13
C-Orale	105
C-AFF	26

Bibliométrie de l'équipe métallurgie, période concernée janvier 2009, juin 2013



Distribution des facteurs d'impact des ACL de l'équipe. Période janvier 2009-Juin 2013

ACL/an/ETPT recherche= 2.8, IF moyen = 1,9

Rayonnement et attractivité académiques

Principales collaborations

Groupe Microstructures

Prof. Vincent JL, ICMO/LEMHE, UMR CNRS 8182, Université Paris-Sud 11, 91405 Orsay Cedex, France

Prof. Thierry GROSIDIER, Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), CNRS UMR 7239, Université de Lorraine, Ile du Saulcy, 57045 Metz, France

Prof. Qian MA, The University of Queensland, School of Mechanical and Mining Engineering, ARC Centre of Excellence for Design in Light Metals, Brisbane, QLD 4072, Australia

Dr Xiaopeng LI, School of Mechanical and Chemical Engineering, M050, The University of Western Australia, 35 Stirling Highway, Crawley, Perth, WA 6009, Australia

Dr Chen ZHE, Prof. Zhiqiang LI, Prof. Haowei WANG, State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China

Prof. Guanghong LU, Department of Physics, Beihang University, Beijing 100191, China

Dr George SERGHIOU, University of Edinburgh, School of Engineering and Electronics King's Buildings, Edinburgh EH9, 3JL Scotland, UK-

Prof. Rajan Ambat, Materials and Surface Engineering, Department of Mechanical Engineering Technical University of Denmark

Dr. Aude Simar, UCL-iMMC Louvain-la-Neuve, Belgium

Dr. rer. nat. Ravi Kumar, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Indian Institute of Technology-Madras (IIT Madras), INDIA

Groupe Modélisation

Guang-Hong Lu : School of Physics & Nuclear Energy Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China

Lorenzo Malerba : Structural Materials Modelling and Microstructure Unit, SMA/NMS, SCK_CEN, Boeretang 200, B-2400 Mol, Belgium

Christophe Domain, Gilles Adjanor : EDF-R&D, Département MMC, Les renardières, F-77818 Moret sur Loing, France.

Roger Stoller : Materials Science and Technology Division, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN, USA

Serguei Dudarev, Duc Nguyen-Manh : Culham Centre for Fusion Energy, United Kingdom Atomic Energy Authority, Abingdon, Oxfordshire, UK

Marie France Barthe : CNRS, UPR 3079, CEMHTI, 1D avenue de la Ferrollerie, 45071 Orléans Cedex 2, France

Aurélie Gentils : CSNSM, UMR 8609, Orsay, France.

Kalle Heinola : Association EURATOM-TEKES, Department of Physics, University of Helsinki, P.O. Box 64, 00560 Helsinki, Finland

Christophe Ortiz : Laboratorio Nacional de Fusión por Confinamiento Magnético - CIEMAT, Avenida Complutense 40, E-28040 Madrid, Spain

Michel Perez : Université de Lyon, INSA Lyon, MATEIS, UMR CNRS 5510, 25 Avenue Capelle, F69621, Villeurbanne, France

Helio Goldenstein : Departamento de Engenharia Metalurgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Av. Professor Mello de Moraes, 2463, Butantã, São Paulo/SP, Brazil

Marc Hou : Physique des Solides Irradiés et des Nanostructures CP234, Université Libre de Bruxelles, Bd du Triomphe, B-1050 Bruxelles, Belgium

Abdelkader Souidi : Université Dr. Tahar Moulay de Saida, BP138 En-nasr, Saida 20000, Algeria

David Tingaud - Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux - Université de Paris XIII

Loïc Favereon - Laboratoire Georges Friedel - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne

M. Nastar, F. Soisson, E. Clouet, CEA/SRMP Saclay

Groupe Propriétés mécaniques

Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, Laboratoire TEMPO EA 4542, Prof. Mirentxu DUBAR Institut Jean Lamour, UMR 7198, Département Chimie et Physique du solides et surfaces, Équipe 206, Prof. Michel VILASI

CEA Saclay / DEN / DANS / DPC / SCCME, Laboratoire d'Étude de la Corrosion Non Aqueuse Dr. Laure MARTINELLI

Université Lille1 Laboratoire de Mécanique de Lille UMR 8107 D.R. CNRS Eric CHARKALUK

Université Nationale d'Aviation, Kiev, Ukraine, Prof. Michail KARUSKEVICH

Institut Italien de Technologies (IIT) Center for Nano Science and Technology Milano, Italia, Dr. Fabio Di Fonzo.

Participation à des réseaux scientifiques

A. Legris et L. Thuinet participent activement au GDR champs de phases depuis sa création en 2003

C. Becquart participe au GDR PAMIR

I. Proriot Serre et J-B Vogt ont participé au GDR GEFEPEON (2009-2012)

J.-B. Vogt et I. Proriot Serre participent au groupe de travail "Expert Group on Heavy Liquid Metal (HLM) Technology" OECD-NE

Implication dans des projets nationaux et internationaux

A. Legris, L. Thuinet et R. Besson participent à l'ANR SIHZYP (blanc SIMI 9 2012). A. Legris en est le porteur

C. Becquart, C. Domain, A. Legris, L. Thuinet participent au projet européen PERFORM 60. C. Becquart y joue un rôle très actif en tant que WP leader du WP 2.4.

C. Becquart participe à l'ANR blanche : Co-influence de l'Irradiation et de l'Hélium sur le gonflement de matériaux composants des réacteurs nucléaires à eau pressurisée : Simulations expérimentale et numérique (ColrrHeSim). Porteur du projet : Centre de Spectrométrie Nucléaire et Spectrométrie de Masse (CSNSM) Orsay. Début du projet : octobre 2011

C. Becquart, A. Legris et L. Thuinet participent à un projet COFECUB avec l'INSA de Lyon et l'Université de Sao Paulo (Brésil) portant sur l'étude par modélisations et expériences de la transformation martensitique dans les alliages Fe-Ni-C. Projet accepté en janvier 2013 pour une durée de 4 ans. C. Becquart en est la coordinatrice française.

J.-B. Vogt et I. Proriot Serre ont participé aux projets européens Demetra (6^{ème} PCRD) et Getmat (7^{ème} PCRD).

Ouvrages

" La Dynamique Moléculaire appliquée aux Matériaux ". Charlotte Becquart et Michel Pérez, Techniques de L'ingénieur, Doc Recherche et Innovation RE. 136, 2010.

<http://www.techniques-ingenieur.fr/book/re136/dynamique-moleculaire-appliquee-aux-materiaux.html>

Chapitre de livre : "Kinetic Monte Carlo Simulations of Irradiation Effects" C.S. Becquart and B.D. Wirth, de l'ouvrage : Comprehensive Nuclear Materials, Rudy Konings, Todd R. Allen, Roger E. Stoller, Shinsuke Yamanaka, Editors, Elsevier Ltd., Amsterdam, 2012

<http://www.nxtbook.com/nxtbooks/elsevier/MatScience2011/index.php?startid=15#/15>

Chapitre de livre: " Apport de la simulation à la compréhension des mécanismes de rupture" A. Legris dans Endommagement et rupture des matériaux Généralités, matériaux métalliques. Auteur(s) : Michel Clavel , Philippe Bompard, Editeur(s) : Hermès - Lavoisier , 01/11/2009 EAN13 : 9782746224476

Chapitre de livre : « Etude du partage de la plasticité cyclique dans l'acier inoxydable duplex 25Cr-7Ni-0.25N par microscopie à force atomique » ,Vogt J-B., Salazar D., Proriot Serre I., Les aciers inoxydables duplex, chapitre 8, pp313-343, édité sous la direction d'I. Alvarez-Armas et de S. Degallaix-Moreuil, Mécanique et Ingénierie des Matériaux, Hermes Science, Lavoisier, 2012, ISBN 978-2-7462-2457-5

Chapitre de livre : "Partition of cyclic plasticity in the 25Cr-7Ni-0.25N duplex stainless steel investigated by atomic force microscopy", Vogt J-B., Salazar D., Serre I., Duplex Stainless Steels, chapter 8, pp275-302, edited by I. Alvarez-Armas and S. Degallaix-Moreuil, Ltd and John Wiley & Sons, 2009, ISBN 978-1-84821-137-7

Prix et distinctions

A. Legris et L. Thuinet ont été lauréats du prix John Schemel de l'ASTM en 2010 (John Schemel best paper award, 15th ASTM symposium on zirconium in the nuclear industry).

Attractivité nationale et internationale

Pendant la période 2010 2013 l'équipe a accueilli une dizaine de professeurs invités (cf tableau en annexe). Ses invitations ont permis de renforcer les collaborations internationales. Les deux recrutements de collègues enseignant chercheur pendant la période (J. Bouquerel ENCSL 09/2010; D. Balloy Lille1 09/2013) ont été des recrutements externes.

Organisation de manifestations scientifiques.

M.N. Avettand Fénoel et R. Taillard (General Chairman) ont été coorganisateur de la Conférence Internationale FSWP 2010 à Lille en 2010. Ils sont également membres du Comité Scientifique des Conférences FSWP 2012 (à Saint-Etienne) et FSWP 2014 (à Nantes).

R. Taillard a été coordinateur du thème 4 « Innovation in Welding and Brazing » aux Journées Annuelles 2011

de la SF2M (Société Française de Métallurgie et de Matériaux) à Nancy. M.-N. Avettand-Fènoël assurera cette même responsabilité aux JA 2013 de la SF2M à Lille.

R. Taillard: General Vice Chairman de la Conférence Internationale "International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials THERMEC 2011" à Québec. *Membre du Comité Scientifique International des Conférences THERMEC 2009 (Berlin) et THERMEC 2013 (Las Vegas).*

M.-N. Avettand-Fènoël : *Membre du Comité Scientifique International de la Conférence THERMEC 2013 (Las Vegas).*

R. Taillard : Co-responsable de la thématique « Composites » aux congrès THERMEC 2009 (Berlin), THERMEC 2011 (Québec) et THERMEC 2013 (Las Vegas).

En leur qualité de membres du bureau de la Section Nord de la SF2M, R. Taillard et M.-N. Avettand Fènoël sont coorganisateur d'un Colloque Scientifique annuel.

I. Proriot Serre a été co-organisatrice du colloque sondes locales à Hardelot en 2009.

J. Bouquerel a été co-organisateur du colloque Plasticité à Lille en 2011.

A. Legris et L. Thuinet ont organisé la tenue du GDR champs de phases à Lille en 2010.

Participation à des expertises

A. Legris est expert pour l'ANR (SIMI 5, 8 et 9) et pour des projets CIFRE.

A. Legris est membre du conseil scientifique de NEEDS (Mission pour l'interdisciplinarité CNRS, Nucléaire, énergie, environnement, déchets, société -).

A. Legris est expert européen pour les projets européens M-ERA.NET

A. Legris a participé à deux comités d'évaluation AERES

C. Becquart a effectué une expertise dans le cadre de l'appel d'offre " cible " de la région Rhône-Alpes, concernant des projets de type " blanc " : " Comportement d'espèces implantées dans le carbure de titane nanostructuré lors de traitements thermiques et radiatives ". date de remise de l'expertise : février 2012.

R. Taillard : a expertisé 2 projets ANR en 2013 (MATETPRO, MICONIAL,...) /Trois projets « infrastructure et recherche » Quebec Evaluation FCI (juin 2012) / un projet Conseil Régional d'Aquitaine (n° 20101101 008, Année 2010) / dossiers CIFRE (2011/2013).

I. Proriot Serre est expert scientifique depuis 2008 auprès de la DGRI/MEI.

J.-B. Vogt a effectué une expertise d'un projet CIFRE

J.-B. Vogt est membre du conseil scientifique consultatif du projet européen MATTER (MATERials TESting and Rules) du 7^{ème} Programme Cadre de Recherche et Développement.

J.-B. Vogt a participé à un comité d'évaluation AERES

Participation à la diffusion de la culture scientifique

R. Shabadi, Editor-in-Chief, Universal Journal of Materials Science, HR Publications.

C. Becquart a présenté, dans le cadre de l'année internationale de la chimie, en 2011, à des élèves de 1^{ère} S un exposé intitulé " les matériaux et le nucléaire ".

C. Becquart est intervenue (décembre 2012 et janvier 2013), dans le cadre de Lille3000, au pavillon Energy Lab pour faire des démonstrations d'expériences de chimie à l'attention du grand public.

R. Taillard, Editor, Journal of Nanoscience, Hindawi Publishing Corporation.

R. Taillard: Membre du comité de rédaction de "Composites Science and Technology" (1 article :, 2009), "European Journal of Applied Physics" (AP09441, 2009), "Science and Technology of Welding and Joining" (FSWP 2010 : 22 articles), Scripta Materiala (SMM 11-148, 2011), Revue de Métallurgie (2 articles, 2013), Canadian Metallurgical Quarterly (2 articles, 2013).

3. Implication de l'équipe dans la formation par la recherche

L'équipe ainsi que l'ensemble du laboratoire relève de l'Ecole Doctorale 104, Sciences de Matière de l'Environnement et du Rayonnement de l'Université de Lille Nord de France. Au niveau Master nos collègues interviennent dans le Parcours Nucléaire du M2 commun aux masters CEE (énergie, environnement) de Chimie et Matériaux de Physique. A. Legris est le responsable du parcours côté physique. F. Béclin est responsable d'UE en Master2 Procédés de traitements et de revêtements de surface de matériaux. M. Touzin est responsable d'UE en M1 de Physique.

L'implication de l'équipe est forte dans les écoles d'ingénieur situées sur le campus. Quatre des nos collègues sont en poste à l'ENSCL, et J.-B. Vogt y est le responsable de l'option Matériaux de dernière année. Quatre de nos collègues sont rattachés à Polytech-Lille département Matériaux dont Guy Reumont l'actuel Directeur et ancien Directeur Adjoint (2008-2013). A. Legris a dirigé le département entre 2008 et 2010.

Accompagnement et encadrement des étudiants

Pendant la période de référence, 13 thèses ont été soutenues (durée moyenne 3 ans et 6 mois). Parmi les docteurs diplômés, 10 sont en emploi, 2 en recherche d'emploi (soutenance il y a moins de 9 mois) et pour un la situation est inconnue. Il y a actuellement 6 thèses en cours.

4. Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat

Analyse SWOT

Forces

L'équipe Métallurgie Physique et Génie des Matériaux développe des thèmes de recherche dont le financement est assuré de façon équilibrée par les ressources institutionnelles et l'activité contractuelle. Cette double assise permet de diversifier les sources de financement pour assurer la pérennité des études.

L'équipe possède une visibilité nationale, voir internationale dans le domaine de recherche de matériaux métalliques à usage nucléaire. En particulier le partenariat privilégié avec EDF qui a conduit à la création d'un laboratoire commun en cours de renouvellement a permis de pérenniser cette activité. Par ailleurs l'équipe a été identifiée comme centre d'excellence par l'initiative nationale en cours qui vise à structurer la métallurgie.

La discipline est enseignée dans deux des écoles d'ingénieur du campus (ENSCL, PolytechLille) et les collègues constituent une part importante des équipes pédagogiques.

Faiblesses

L'équipe possède une disparité dans le taux de publication. Cette disparité tend néanmoins à diminuer au cours du temps.

Le départ à la retraite de collègues reconnus par la communauté lors de ce contrat quadriennal a conduit à un manque de leadership au sein du groupe microstructures.

L'équipe développe des thèmes de recherche assez vastes ce qui l'empêche d'atteindre une masse critique dans l'un des domaines.

Opportunités

L'équipe vient de recruter un jeune professeur qui aura pour mission de conduire et structurer les recherches menées au sein du groupe microstructures. Ce collègue possède des compétences en élaboration par voie liquide et en fonderie complémentaires de celles existant dans l'équipe ce qui peut entraîner des synergies intéressantes.

UMET est fortement impliqué dans le Centre Commun de Microscopie ce qui permet à l'équipe de bénéficier d'un environnement de pointe en matière de caractérisation par microscopie électronique en transmission et à balayage.

En plus de sa relation privilégiée avec EDF l'équipe à su développer des collaborations fortes avec des acteurs du nucléaire au niveau national (notamment le CEA) et international (MOL en Belgique) ce qui lui assure une participation privilégiée au programmes européens dans le cadre de EURATOM.

Le fait qu'un collègue (G. Reumont) sensibilisé au potentiel de la discipline soit actuellement le directeur de PolytechLille permet de maintenir l'effort au niveau pédagogique.

Menaces

La discipline traverse une période difficile au niveau national en termes d'attractivité vis-à-vis des jeunes. Par ailleurs les incertitudes liées à l'activité industrielle en France génère un manque de visibilité en termes de partenariats industriels ce qui pour une discipline comme la métallurgie est un facteur d'incertitude.

Malgré un tissu régional important de PME en lien avec la discipline, les efforts locaux en termes de R&D privés sont très insuffisants.

La pyramide des âges très évasée risque d'entraîner un frein important aux évolutions de carrière.

PROJET

Objectifs scientifiques

Modélisation multiéchelles

Nous allons poursuivre le travail entamé dans le W et aborder la problématique du devenir du tritium en collaboration avec le CEA (Saclay), le CEMHTI (Orléans), le PIIM (Marseille). Lors de l'opération d'un réacteur de fusion, un flux important d'ions interagit avec les parois. La majorité d'entre eux est implanté dans le matériau. La quantité d'hydrogène présente dans les parois contrôle son dégazage et donc la densité du plasma de bord et celle du plasma central. Une bonne description du comportement de l'hydrogène dans le solide est nécessaire à la modélisation globale du réacteur. Notre équipe sera en charge de la modélisation par OKMC et de calculs de DFT.

En ce qui concerne l'amélioration des techniques de modélisation et d'interprétation des expériences, nous allons poursuivre la collaboration avec l'Université de Helsinki et plus particulièrement Kalle Heinola et le CEMHTI pour la modélisation du signal d'annihilation de positron. Un aspect particulièrement important dans ce travail est la compréhension et la modélisation du signal reçu lorsque plusieurs pièges à positrons sont présents dans le matériau.

Nous allons également poursuivre l'optimisation de notre code de Monte Carlo cinétique atomique afin de pouvoir modéliser des doses et des flux représentatifs de la cuve en fin de vie.

La continuation de la thématique « champ de phases » s'articulera autour de 2 grands axes :

Le premier est la poursuite de l'étude de la précipitation des hydrures dans le zirconium. Alors que l'essentiel des travaux a concerné la précipitation des petits hydrures cohérents, la suite logique du projet consiste à incorporer dans la modélisation une description du phénomène de perte de cohérence à l'interface hydrure/matrice, ainsi que celle de l'activité plastique qui peut intervenir dans chacune des phases. Ces ingrédients supplémentaires devraient permettre d'étudier de manière plus précise la précipitation d'hydrures semi-cohérents ou incohérents, et donc de mieux comprendre leur comportement sous contrainte appliquée, ce qui est justement le sujet de l'ANR SIZHYP, dans le cadre duquel un post-doc d'un an est financé pour travailler sur ces thématiques. Un autre objectif est de tirer des simulations atomiques planifiées dans ce projet les données d'entrée nécessaires à la simulation champ de phases. Une bonne description de la plasticité trouverait également une application dans l'étude de la transformation martensitique dans les alliages Fe-Ni-C au centre du projet COFECUB (collaboration avec la USP au Brésil).

Le deuxième axe de poursuite concerne l'application du modèle champ de phases aux dommages d'irradiation. La thèse d'Hadrien Rouchette a permis de mieux comprendre l'interaction entre défauts ponctuels et dislocations dans des configurations microstructurales très variées. Le projet NEEDS intitulé « Modélisation multi-échelle de la ségrégation induite par irradiation » a pour objectif d'incorporer dans le Champs de phases les équations issues de la thermodynamique des processus irréversibles pour rendre compte de manière plus précise des flux de défauts ponctuels dans les alliages à proximité des puits de différentes natures. Il est attendu qu'une description spatiale plus fine prise en compte dans le champ de phases devrait donner des résultats intéressants. Ce projet sera mené en collaboration avec M. Nastar et F. Soisson du CEA-SRMP.

Dans le domaine de la modélisation thermodynamique à l'échelle atomique, nous continuerons à développer les modèles ADPI et DEA afin d'exploiter les diagrammes de phase d'alliages complexes à partir des premiers principes. Dans ce domaine l'équipe participera à une ANR MATETPRO MeMnAl -Steels dans laquelle elle développera ce type de modélisation.

Les collaborations fructueuses avec EDF R&D se poursuivront entre autres dans le cadre du MAI-SN (Materials Ageing Institute créé par EDF) et du EM2VM.

Élaboration/Caractérisation de nouveaux matériaux

L'étude des transformations de phases induites par des procédés thermomécaniques tels que le soudage par friction-malaxage à l'aide de simulations expérimentales thermomécaniques se poursuivra dans le but de progresser dans la compréhension du flux de matière dans des joints obtenus par soudage par friction-malaxage ou des matériaux élaborés par traitement de surface par friction-malaxage. Les résultats attendus vont permettre d'optimiser la microstructure et les propriétés mécaniques et fonctionnelles des produits grâce à la maîtrise des transformations de phases. Il s'agira en particulier du cas des matériaux composites base cuivre élaborés par FSP et de celui de nouveaux matériaux fonctionnels. La poursuite de l'élaboration et de l'étude de matériaux multicouches stables et innovants par laminage cumulé contrôlé est également du plus grand intérêt scientifique et pratique.

Le développement de composites à matrice métallique renforcés par des nanotubes de carbone (réalisation par métallurgie des poudres, orientation des renforts) en vue d'applications mécaniques ou fonctionnelles se poursuivra.

Le recrutement d'un professeur ayant des compétences en élaboration par voie liquide en septembre 2013 répond au double objectif d'enrichir et coordonner les actions de recherche du thème.

Fiabilité des alliages mécaniques

Nous allons poursuivre nos travaux de recherche sur l'endommagement accéléré par les métaux liquides et sur les indicateurs d'endommagement.

En ce qui concerne l'étude de la fragilisation par le sodium liquide, celle-ci se déroulera dans le cadre de NEEDS. Ce projet sera mené en collaboration avec le CEA de Saclay et l'Institut Jean Lamour de Nancy. Le projet vise globalement à proposer des solutions de revêtements permettant d'améliorer les propriétés tribologiques en corrosion des matériaux dans le sodium liquide. Les revêtements seront élaborés par le procédé de pack-cémentation à l'IJL. Leur nature est fonction du matériau à revêtir et de la fonction que doit assurer le dépôt. Nous utiliserons l'essai de Small Punch Test pour évaluer les propriétés mécaniques à l'air et en milieu sodium, des substrats revêtus afin d'étudier les phénomènes de fissuration notamment si les revêtements sont durs, les phénomènes de décollement à l'interface.

Les travaux relatifs à la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi seront menés dans le cadre du projet européen MATISSE. Les résultats obtenus récemment montrent qu'il est important de prendre la durée de contact de l'alliage Pb-Bi liquide sur le substrat métallique soumis à une contrainte. Dès lors, nous orienterons nos travaux en prenant en compte la forme du signal de sollicitation. Le comportement en fatigue-relaxation sera ainsi étudié en intégrant un temps de maintien.

Concernant les indicateurs d'endommagement, et en particulier l'utilisation de l'EBSD, l'approche sera employée pour tenter de déduire non seulement la valeur de la déformation que subit un matériau mais également la fraction de durée de vie. Nous appliquerons cette méthode pour évaluer les dégradations lors de la mise en forme des matériaux métalliques comme les alliages d'aluminium, matériaux d'intérêt pour l'allègement des structures dans le transport. Un rapprochement avec le laboratoire TEMPO de l'Université de Valenciennes et le CISIT (International Campus on safety and Intermodality in transportation, <http://www.cisit.org>) a déjà eu lieu et donné naissance à des premiers échanges. Nous réactiverons également les méthodes basées sur l'analyse de la rugosité par AFM qui s'avèrent être complémentaires.



Section des unités de recherche



Physique des Minéraux (PM)



Section des unités de recherche

Nom de l'Équipe : Physique des Minéraux
Acronyme : PM
Nom du responsable pour le contrat en cours : Patrick Cordier
Nom du responsable pour le contrat à venir : Patrick Cordier

1. Présentation de l'Équipe « Physique des Minéraux »

Historique, localisation, champ scientifique

Historiquement ancrée en Physique, l'équipe « Physique des Minéraux » applique les concepts, outils et méthodes de Science des Matériaux et de Métallurgie Physique à des problématiques concernant l'origine et l'évolution des planètes. Le socle traditionnel de l'équipe porte sur les microstructures (défauts cristallins, ...) des minéraux et leur caractérisation fine en Microscopie Électronique en Transmission (MET). C'est au sein de l'équipe et sous son impulsion que s'est développée la compétence lilloise en MET. Cette activité concerne aujourd'hui un champ beaucoup plus large que la minéralogie et est organisée au sein d'un plateau technique de la Fédération Chevreul (le Centre Commun de Microscopie, CCM). Les chercheurs de l'équipe « Physique des Minéraux » constituent encore aujourd'hui une composante forte de l'expertise et du portage de la MET à Lille qui a mis son savoir-faire au service de la communauté des sciences de la Terre dans le cadre de l'instrument national MET-INSU. L'expérimentation représente un autre volet important de l'activité de l'équipe qui s'est récemment équipé de deux laboratoires :

un laboratoire de "synthèses et traitements thermiques" permettant de synthétiser et d'étudier le comportement de silicates à pression ambiante.

un laboratoire de hautes pressions équipé de cellules à enclumes de diamants permettant d'atteindre les pressions du manteau inférieur et du noyau terrestre qui est actuellement en train de se développer au travers de l'acquisition d'un piston-cylindre.

La part importante des recherches menées dans l'équipe sur le comportement des matériaux en conditions extrêmes de pressions et de température a conduit au développement d'une activité forte en modélisation numérique basée sur des techniques multi-échelles. Elle repose sur l'utilisation d'un cluster de calcul local en complément de l'utilisation des ressources régionales (Centre de Ressources Informatiques de l'Université Lille 1) et nationales (IDRIS).

Les recherches conduites dans l'équipe portent sur l'évolution des matériaux impliqués dans la formation du système solaire ainsi que sur la dynamique des intérieurs planétaires.

Structuration

En termes de personnel, l'équipe s'est étoffée de deux nouveaux titulaires, K. Gouriet (2010) sur un poste de MCF à l'UFR de Physique et N. Hilairet (2011) en tant que CR CNRS. Deux membres de l'équipe ont été nommés professeur des universités (à l'UFR de Physique également) : S. Merkel (anciennement CR CNRS) en 2010 et D. Jacob (anciennement MCF) en 2012. D. Ferré (MCF) a pris sa retraite en 2008. Nous avons également bénéficié au cours de ce contrat de la mutation de J. Ingrin (DR CNRS) en provenance de Toulouse.

Sept thèses ont été soutenues dans l'équipe au cours de la période envisagée : E. Amiguet en 2009, J. Gillot, A. Metsue et J. Stodolna en 2010, C. Nisr et J. Amodeo en 2011 et C. Bollinger en 2013.

Le projet ERC Advanced Grant RheoMan qui implique un volant de personnel important (cinq thèses et quatre post-docs de deux ans sur l'ensemble du projet) a permis de faire émerger un petit groupe visible de modélisation au sein de l'équipe constitué actuellement de trois doctorants A. Goryaeva (Fédération de Russie), A. Kraych (Lille1) et S. Ritterbex (Pays Bas) et deux post-docs F. Boioli (Italie) et P. Hirel (thèse Poitiers suivie d'un post-doc en Allemagne).

Nom/fonction	HDR	PES	Thème
Ph. Carrez (MCF)	Oui	Oui	Dyn. Int. Planet.
P. Cordier (PR)	Oui	Oui	Dyn. Int. Planet.
C. Depecker (CR)	Oui	Non	Min. Syst. Sol. Form.
K. Gouriet (MCF)	Non	Non	Dyn. Int. Planet.
N. Hilairt (CR)	Non	Non	Dyn. Int. Planet.
J. Ingrin (DR)	Oui	Non	Dyn. Int. Planet.
D. Jacob (PR)	Oui	Oui	Min. Syst. Sol. Form.
H. Leroux (PR)	Oui	Oui	Min. Syst. Sol. Form.
A. Marin (AI, CNRS)	So	So	50% Min. Syst. Sol. Form.
S. Merkel (PR)	Oui	Oui	Dyn. Int. Planet.
A. Mussi (MCF)	Non	Non	Dyn. Int. Planet.
P. Raterron (DR)	Oui	Non	Dyn. Int. Planet.
M. Roskosz (MCF)	Non	Oui	Min. Syst. Sol. Form.

Tableau: informations concernant les chercheurs et enseignants chercheurs permanents de l'équipe Physique des Minéraux

2. Réalisations de l'Equipe « Physique des Minéraux »

Production scientifique

Thème « Dynamique des intérieurs planétaires »

Une planète comme la Terre dissipe d'importantes quantités de chaleur grâce à de vastes mouvements de convection qui brassent un manteau constitué de roches solides. Il est donc primordial de comprendre les processus physiques qui permettent à ces roches (constituées de phases de hautes pressions qui sont pour la plupart instables en laboratoire à pression ambiante) de subir de grandes déformations sur des échelles de temps très longues (la centaine de millions d'années). Notre approche de cette question est double : expérimentale et numérique. Nous participons activement au développement d'expériences de déformation sous pression de confinement grâce à l'utilisation des technologies des presses multienclumes et des cellules à enclumes de diamant. Ces expériences permettent de déterminer les mécanismes de déformation des phases de hautes pressions du manteau terrestre et, pour les minéraux du manteau supérieur, de mesurer les paramètres entrant en jeu dans les lois rhéologiques. Des études sont également conduites sur la plasticité du fer dans les conditions du noyau terrestre. Le développement récent des techniques de modélisation multiéchelles permet aujourd'hui de relier le comportement macroscopique d'un matériau aux mécanismes élémentaires (échelle microscopique). Nous utilisons cette approche pour modéliser la plasticité des phases de hautes pressions du manteau à partir de leur structure électronique dans des conditions inaccessibles en laboratoire, en particulier sous des vitesses de déformation extrêmement faibles. Enfin nous incluons également dans cette thématique le rôle des volatiles qui jouent un rôle important dans la différenciation et la dynamique des planètes telluriques. Dans cet objectif, nous cherchons à identifier l'origine des volatiles et à quantifier leur teneur dans les différents réservoirs des manteaux planétaires.

Plasticité sous hautes pressions : volet expérimental

Le développement d'expériences de déformation plastique dans les conditions de pression et de température des intérieurs planétaires reste un enjeu majeur de notre domaine. L'enjeu étant de contraindre les propriétés rhéologiques des enveloppes convectives des planètes. D'un point de vue technique, les dispositifs expérimentaux se répartissent en deux catégories : les presses multienclumes qui permettent de couvrir essentiellement les conditions du manteau supérieur de la Terre (même si des percées sont en cours qui atteignent la zone de transition voire le haut du manteau inférieur) et les cellules à enclumes de diamant. Notre laboratoire n'est pas équipé de presses multienclumes, mais nous utilisons beaucoup les machines installées sur synchrotron. Le couplage avec des lignes de lumière permet en effet de réaliser des mesures rhéologiques *in situ*. Notre équipe s'est distinguée à l'origine dans

l'étude des propriétés rhéologiques de monocristaux orientés (voir par exemple Raterron et al. 2009). Les données obtenues sont ensuite incorporées dans des modèles multiéchelle de plasticité (Raterron et al. 2012). Ce travail d'intégration a été réalisé dans le cadre de l'**ANR Mantle Rheology** portée par P. Raterron. Plusieurs études portent cependant sur de polycristaux, voire des agrégats polycristallins. Le travail de thèse de C. Bollinger a ainsi permis de mettre en évidence et de quantifier le rôle de mécanismes aux joints de grains dans la plasticité de l'olivine. Ce projet a également été l'occasion de réaliser des mesures in situ de textures en presse D-DIA avec faisceau blanc (Bollinger et al, 2012). La déformation à haute pression et haute température en presse D-DIA d'agrégats polyphasés modèles du manteau inférieur, $\text{CaGeO}_3+\text{MgO}$ (Wang et al. 2013) a permis de montrer que la rhéologie de ces agrégats est dominée par les propriétés mécaniques de la perovskite pour des déformations modérées (10%). Cette étude est une première pierre vers des études plus systématiques aux petites et grandes déformations d'assemblages pertinents pour les zones de subduction et le manteau. Concernant ces zones en subduction, des études ont été menées pour étudier la rhéologie des serpentines et les mécanismes de déformation de phases hydratées, principalement en relation avec l'**ANR Subdef** portée par B. Reynard à Lyon à laquelle nous avons contribué.

La déformation plastique sous très hautes pressions en cellule à enclumes de diamants (CED) est un des fers de lance de l'équipe. L'**ANR jeunes chercheurs « Dislocations under pressure »** couplant modélisation et expérimentation haute pression a permis des avancées significatives dans le cadre de la thèse de C. Nisr. L'application des techniques de diffraction 3D a permis d'extraire des informations relatives à des grains individuels provenant d'échantillons déformés in situ en CED. L'analyse de l'élargissement des pics de diffraction issus de ces grains a conduit à l'identification des dislocations et des systèmes de glissement de la postperovskite MgGeO_3 en train d'être déformée à 90 GPa (Nisr et al. 2012).

Nos travaux ont également porté sur la plasticité comme source d'anisotropie sismique dans la graine. La déformation plastique de polycristaux induit une orientation préférentielle des minéraux qui, à l'échelle macroscopique, donne naissance à l'anisotropie sismique. En revanche le passage de l'échelle du mécanisme plastique, au polycristal, puis à l'objet dynamique (la graine, le manteau), et enfin à la mesure sismique nécessite une analyse multi-échelles complexe. Pour modéliser ces effets dans la graine du noyau, nous avons engagé une collaboration avec le laboratoire ISTERRE à Grenoble incluant un co-encadrement de thèse (Ainhoa Lincot, soutenance prévue le 4 octobre 2013). Le travail d'A. Lincot a permis de mettre en place une procédure numérique permettant de coupler des modèles géodynamiques de formation de la graine avec des modèles de plasticité et d'élasticité du fer, et de simuler une mesure sismique dans cette graine modèle. Il ressort que, quelles que soient ses propriétés élastiques, une phase cubique pour le fer ne permet pas de reproduire l'anisotropie observée. Avec une structure hexagonale compacte, nous sommes en mesure de créer des modèles de graine reproduisant l'anisotropie sismique observée, mais l'anisotropie à l'échelle du cristal doit être largement supérieure à celle présente dans les modèles de la littérature. Pour résoudre ce conflit, ces modèles devront donc être étendus à d'autres hypothèses géodynamiques et améliorés par une meilleure compréhension de l'élasticité du fer et de ses alliages dans des conditions extrêmes de pression et de température. Cette activité est financée par le PNP (programme national de planétologie).

Plasticité sous hautes pressions : volet de modélisation numérique

En parallèle de l'approche expérimentale décrite ci-dessus, notre équipe développe depuis quelques années une démarche originale basée sur la modélisation numérique multiéchelles. Cette thématique a commencé par un effort de modélisation des défauts responsables de la plasticité, les dislocations, dans divers minéraux du manteau. Les publications 2008-2009 reflètent principalement les retombées de ce chantier qui a fait le choix stratégique (qui s'est avéré profitable) de favoriser une approche de type Peierls-Nabarro, plutôt que des modélisations directes à l'échelle atomique. Ce thème a dépassé récemment un seuil critique permettant de trouver un soutien très fort pour son développement dans le cadre d'un financement **ERC advanced Grant** attribué en 2011. La thèse de J. Amodeo (soutenue en 2011) portant sur la plasticité de MgO a marqué une rupture. Dans le cadre de ce travail, J. Amodeo a réussi à modéliser le seuil de plasticité de MgO en fonction de la température à partir des premiers principes et sans paramètres ajustables. La démarche proposée enchaîne la modélisation du cœur des dislocations à l'aide du modèle de Peierls Nabarro et de leur mobilité à l'aide d'un modèle de doubles décrochements. La simulation à l'échelle mésoscopique permet d'accéder au comportement plastique intrinsèque du cristal. Validé à partir des données expérimentales accessibles pour cet oxyde, le modèle est ensuite appliqué aux conditions de pression et de température du manteau. Ce travail est le premier à proposer une démarche permettant de prendre en compte l'effet des très faibles vitesses de déformation du manteau sur les mécanismes de déformation (Cordier et al. 2012). Il apparaît que cet effet contrecarre celui de la pression. Pour MgO , nous avons montré que de vastes régions du manteau correspondent à des conditions pour lesquelles les mécanismes de déformation sont dans le régime athermique. La plasticité y étant insensible à la vitesse de déformation, il n'est pas possible d'y définir une viscosité.

Rôle des volatiles : vers une identification complète des défauts hydrogène dans l'olivine

Au cours du dernier quadriennal, avec l'arrivée de J. Ingrin une nouvelle branche de notre activité concernant la dynamique planétaire s'est développée autour de l'étude du rôle des volatiles. Elle porte principalement sur l'étude de la spéciation et de la mobilité de l'hydrogène dans les phases minérales du manteau et de la croûte continentale profonde (zircon, olivine, wadsleyite, ringwoodite). Un des résultats marquants de cette approche concerne la spéciation de l'hydrogène dans l'olivine. Depuis près de deux décennies les modèles de solubilité d'hydrogène dans l'olivine et du manteau supérieur, principalement développés par l'école américaine, sont fondés sur l'existence d'un seul défaut hydrogène constitué par la substitution de 2H pour un atome de Mg en site octaédrique dans l'olivine (défaut (2H, V_{Mg})). Sous notre impulsion, ce « dogme » vient d'être sérieusement remis en cause en montrant que plusieurs défauts sont impliqués dans la solubilité de l'hydrogène dans la forstérite et que le défaut (2H, V_{Mg}) y est largement minoritaire (Balan et al., 2011 ; Ingrin et al., 2013). Ceci remet en cause non seulement les modèles de solubilité extrapolés aux conditions du manteau supérieur jusqu'à 410 km de profondeur mais également l'interprétation des propriétés de transport impliquant l'hydrogène (conductivité électrique et diffusion atomique). Un autre résultat important de cette approche a porté sur la quantification de la mobilité de l'hydrogène dans la zone de transition avec la première mesure de la cinétique de diffusion du deutérium dans la wadsleyite (Vigouroux et al. 2013).

Thème « minéralogie du système solaire en formation »

Étude des échantillons cométaires de la mission Stardust

Dans le projet quadriennal de 2008, nous avons programmé la poursuite de l'étude des échantillons cométaires rapportés sur Terre par la mission Stardust. Ces échantillons sont en effet bien adaptés pour le décryptage de l'évolution chimique et minéralogique qui a marqué le passage de la matière interstellaire à la nébuleuse solaire. Ces échantillons cométaires se sont révélés être constitués par deux entités de nature différente. La première composante correspond à des silicates cristallins d'origine ignée (composante « chaude »), suggérant une formation proche du proto-soleil suivie par une redistribution des grains dans les régions froides de formation des comètes. La deuxième composante est constituée de matière cométaire qui a été fortement détériorée par les effets thermiques associés à la collecte. Nous avons toutefois pu montrer que cette matière correspond à des agrégats à grains très fins, submicrométriques, de composition proche de celle des météorites les plus primitives. Ces agrégats représenteraient donc la composante « froide » de Wild 2. La comète Wild 2 a donc échantillonné des poussières provenant d'une large plage du disque protoplanétaire, prouvant ainsi une dynamique efficace de mélange de matière des régions externes et internes. Cette action a été soutenue par le CNES jusqu'en 2011. Neuf articles ont été publiés sur ce thème. Une thèse a été soutenue en septembre 2010 par Julien Stodolna.

Étude de la matière inter-chondres d'objets primitifs du système solaire

Plusieurs travaux ont été réalisés sur des matériaux inter-chondres dans les chondrites primitives, en mettant à profit les méthodologies mises en place lors des études sur les échantillons Stardust, essentiellement basées sur des cartographies chimiques. Ces études ont parfois été réalisées en couplage avec des données isotopiques acquises au Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris. L'étude se poursuit actuellement avec des investigations plus détaillées et plus systématiques de quelques chondrites primitives. Nous voulons ici amplifier la dimension quantitative de la microscopie électronique, à la fois en diffraction et en micro-analyse, afin d'extraire des informations sur le paramétrage des conditions physico-chimiques associées à la formation ou à l'évolution des phases contenues dans les matrices inter-chondres. Cette action de recherche est soutenue par le PNP (programme national de planétologie). Une thèse a débuté en octobre 2011 (Priscille Cu villier) et une autre en octobre 2012 (Guillaume Bellino).

Volet expérimental : mécanismes et cinétiques de transformation

En parallèle à l'étude des échantillons naturels, nous développons une approche expérimentale qui vise à mieux contraindre les conditions physico-chimiques de formation des matériaux dans un environnement proto-solaire. Durant la période 2008-2011, il s'agissait surtout d'un travail sur les silicates amorphes afin de simuler le devenir des précurseurs interstellaires (amorphes) qui nourrissent les disques des étoiles en formation. Ces silicates sont sous la

forme de poussières finement divisées et se révèlent être des traceurs pertinents de l'évolution des disques protoplanétaires. Nous avons montré que la cristallisation dans le système CaO-MgO-SiO₂ était séquencée, avec l'apparition systématique de phases riches en CaO dans les premiers temps, puis de phases riches en MgO, avec toujours un décalage important avec la stœchiométrie des amorphes de départ (Gillot et al. 2011). Un autre résultat remarquable a été obtenu avec le binaire MgO-SiO₂. Nous montrons que ces matériaux amorphes cristallisent dans un premier temps sous forme de forstérite, en dessous ou autour de la transition vitreuse. L'enstatite se forme à plus haute température (Roskosz et al., 2009 ; 2011). Cette séquence permet de donner une interprétation aux gradients minéralogiques observés par les télescopes. Nous avons également mis à profit nos synthèses sol-gel pour étudier la signature spectrale dans l'infrarouge lointain (sur la ligne synchrotron AILES de SOLEIL) afin de mieux contraindre la signature spectrale des silicates interstellaires dans cette gamme de fréquence (Coupeaud et al. 2011).

En 2011, ce volet expérimental a été fortement réorienté vers des études de fractionnement isotopique D/H. Le contexte de cette étude trouve son origine dans les grandes variations isotopiques observées dans les différents objets du système solaire (Soleil, Terre, Mars, météorites, comètes), alors qu'a priori le réservoir d'origine est commun. Il est probable que ce fractionnement se soit produit avant la phase d'accrétion, alors que le disque n'était constitué que de gaz et de poussières. Toutefois les mécanismes et cinétiques de fractionnement ne sont pas encore connus. Expérimentalement, nous explorons deux pistes : le fractionnement diffusif et celui induit par irradiation, avec pour objet d'étude des silicates et de la matière carbonée. Ce projet est financé par l'ANR sur le programme blanc JCJC (porteur M. Roskosz).

Une thèse a été soutenue sur ce thème début octobre 2010 (Jessy Gillot). Une thèse a débuté en octobre 2011 (Boris Laurent).

Volet expérimental : Fractionnements isotopiques du fer : une nouvelle sonde redox, nouveau chronomètre relatif ?

Un second volet de l'approche expérimentale concerne le développement expérimental de l'isotopie du fer comme sonde redox et comme chronomètre relatif. Il a pour cadre une large collaboration (Universités de Chicago et de Clermont-Ferrand, DTM, RPI, APS). Ces travaux ont permis de démontrer que ce n'était sans doute pas la différenciation planétaire (métal-silicate à HP-HT) qui était la cause principale de ces signatures (Poitrasson et al., 2009). Les travaux par spectroscopie de diffusion inélastique nucléaire résonnante (les premiers du genre sur le fer) montrent que le contrôle redox exercé sur la distribution des isotopes entre fer (II) et fer (III) est déterminant (Dauphas et al., 2012) et qu'à lui seul il peut expliquer la signature des MORBs et des granitoïdes terrestres (Dauphas et al., 2013, en révision). L'apport des isotopes du fer ne se limite sans doute pas à cette nouvelle sonde redox. Nos travaux récents montrent également que les isotopes du fer permettent de discerner l'origine de zonations chimique (primaire ou diffusive lors d'un processus secondaire) (Sio et al., 2013).

Microscopie quantitative

Ces dernières années, nous avons développé une approche quantitative en diffraction électronique en précession. Cette technique de diffraction donne accès à une bonne quantification des intensités diffractées et permet donc de déterminer et affiner la cristallographie des objets étudiés à une échelle nanométrique. Récemment, cette technique a été testée avec succès sur l'étude des phénomènes d'ordre-désordre des cations Fe-Mg dans un pyroxène. S'il s'agit à ce stade de développements méthodologiques, les applications visées portent sur l'étude des objets primitifs du système solaire. Par ailleurs, l'acquisition prochaine d'un nouveau microscope à hautes résolutions spatiale et énergétique nous permettra des progrès significatifs dans le domaine de la microscopie quantitative à une échelle nanométrique, en diffraction, mais aussi en EDS ou EELS. Un champ d'application privilégié sera celui des objets primitifs du système solaire dont nous tenterons d'en extraire des informations sur les cinétiques de formation ou d'évolution (gradients de composition chimique, réactions aux interfaces, ordre-désordre).

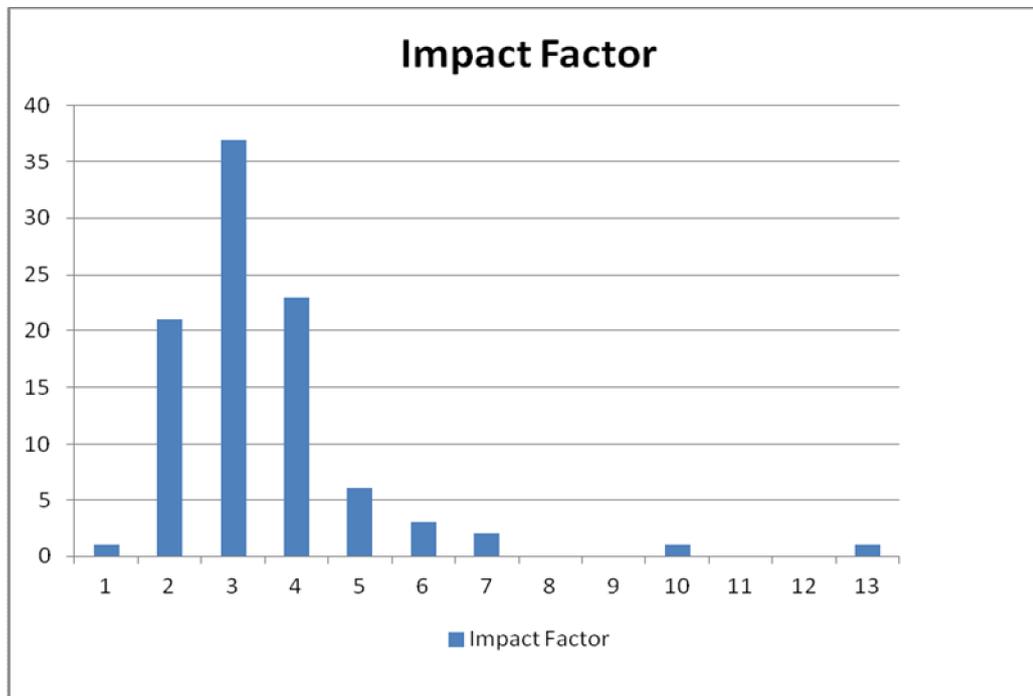
Production scientifique
 Bibliométrie

Nom (Fonction, Age)	Observations	h	ETPT Recherche h/m	ACL	IFmoy	Conf. Int. Invitée(s)
Ph. Carrez (MCF, 37)		12	27	14	5,2	1
P. Cordier (PR, 52)		26	27	31	3,6	12
C. Depecker (CR, 58)		11	54	4	2,66	0
K. Gouriet (MCF, 33)		2	17	1	1,59	0
N. Hilairet (CR, 32)		7	36	6	7,4	1
J. Ingrin (DR, 55)		20	54	4	1,5	2
D. Jacob (PR, 42)		9	27	18	2,9	4
H. Leroux (PR, 46)	Dir. Adjoint UMET	22	27	24	4,7	1
S. Merkel (PR, 39)		19	27	17	3,4	9
A. Mussi (MCF, 36)		5	27	9	1,8	0
P. Raterron (DR, 49)		15	54	13	2,2	5
M. Roskosz (MCF, 36)		12	27	12	3,2	6

Bibliométrie des membres de l'équipe Physique des Minéraux, période concernée janvier 2009-juin 2013

Support	Nombre
ACL	102
BRE	0
C-INV	49
C-Orale	111
C-AFF	91

Bibliométrie des membres de l'équipe Physique des Minéraux, période concernée janvier 2009, juin 2013



Distribution des facteurs d'impact des ACL de l'équipe Physique des Minéraux. Période janvier 2009-Juin 2013. Pour des raisons de représentation ont été homis de cet histogramme deux articles dans Science (IF=31) et un article dans Nature (IF=38,1)

ACL/an/ETPT recherche= 2,8, IF moyen = 3,9 (3,0 hors Science et Nature)

Rayonnement et attractivité académiques**Liste de collaborations**

Etienne Balan, Marc Blanchard (IMPMC Paris 6)
Fabrice Brunet (ISTerre, Grenoble)
Philippe Cardin (ISTerre, Grenoble)
Olivier Castelnau (PIMM, Paris)
Jiuhua Chen (Florida International University, États-Unis)
Nicolas Dauphas (Geophysical Sciences and Enrico Fermi Institute, University of Chicago, USA).
Etienne Deloule (CRPG, Nancy)
Sylvie Demouchy (Géosciences Montpellier)
Karine Demyk (Institut de Recherche en Astrophysique et Planétologie, Toulouse)
Benoit Devincere (ONERA)
Carla Domeneghetti (Dipartimento di Scienze della Terra, Università di Pavia, Italie) et (Fernando Camara (Dipartimento di Scienze della Terra, Università di Torino, Italie)
Cécile Engrand, Jean Duprat (Centre de Sciences Nucléaires et de Sciences de la Matière, Orsay)
Claude Fressengeas, Vincent Taupin (Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux, Metz)
Caleb Holyoke (Texas A&M University, États-Unis)
Simon Kohn (Department of Earth Sciences, University of Bristol)
Itsvan Kovács (Eötvös Loránd Geophysical Institute of Hungary)
Lukas Palatinus (Institute of Physics, Prague)
Jacques Rabier (Institut PPrime, Poitiers)
Bruno Reynard (ENS Lyon)
Carmen Sanchez-Valle (ETH Zürich)
Alexandre Schubnel (ENS Paris)
Synchrotrons : Peter Liermann, PETRA, Mohamed Mezour, ESRF, Yanbin Wang, APS
Carlos Tomé (Los Alamos National Laboratories, États-Unis)
Rudy Wenk (Université de Californie, Berkeley, États-Unis)
Qunke Xia (CRPG, Nancy)
Brigitte Zanda, Roger Hewins, François Robert, Laurent Remusat (Laboratoire de Minéralogie et Cosmochimie du Muséum, Muséum d'Histoire Naturelle de Paris)
Mike Zolensky (NASA Johnson Space Center, Houston, USA)

Distinctions:

P. Cordier - Lauréat de l'European Research Council 2011 (ERC Advanced Grants)
S. Merkel, Médaille 2011 de Research Excellence, European Mineralogical Union

Participation à des programmes de recherche:

Contrats CNES, pour le financement des travaux sur Stardust: 2008-2011.
Programme national de planétologie, 2010-2012 : étude de la matrice fine de météorites primitives.
ANR JCJC M. Roskosz (253 k€ sur 2011-2015) : Fractionnement isotopique de l'hydrogène par irradiation et diffusion dans le disque d'accrétion.
ANR Blanc J. Ingrin (188 k€ sur 2009-2013) : Self-diffusion of hydrogen in mantle minerals: A key parameter for the estimation of water concentration in the mantle.
Partenaire ANR CIMMES (porteur K. Demyk, IRAP, Toulouse) : La poussière interstellaire froide: études expérimentales et modélisation. Environ 10 k€/an sur période 2012-2014.
Partenaire ANR THEODULE (porteur B. Zanda, MNHN) : Histoire thermique des chondres réduits dans le système solaire primitif. Environ 10 k€/an sur période 2013-2015.
Financement d'une bourse 'Chateaubriand Fellowship' de l'ambassade française à Washington pour une étudiante en co-encadrement de doctorat avec The University of Chicago (en collaboration avec N. Dauphas).
Financement d'un projet NSF porté par N. Dauphas: EAR-Petrology and Geochemistry. Redox and Structural Controls on Iron Isotopic Variations in Igneous Rocks (\$249,664).
2009-2013 : ANR « Mantle Rheology » BLAN08-2_343541, 368 k€ portée par P. Raterron: Collaboration Lille - Paris (O. Castelnau). Développement d'une approche multi-échelle couplant expériences de haute pression sur polycristaux et simulations numériques en champ moyen pour quantifier la rhéologie du manteau supérieur. 1 thèse soutenue, 2 post-doctorants (dont l'un est aujourd'hui maître de conférences, Fabrice Detrez), 13 articles parus, 2 articles en revue, 1 chapitre de livre, 5 conférences invitées.

2008-2011 : ANR jeunes chercheurs « Dislocations under Pressure », ANR-07-5CJC-0136-01, 200 k€ portée par S. Merkel et Ph. Carrez. Développement d'une approche couplée expérimentale et numérique pour l'étude des dislocations dans les minéraux du manteau. 2 thèses soutenues, 20 publications, 8 conférences invitées.

2013-2016 : participation à l'ANR jeunes chercheurs « DELF », 200 k€, portée par A. Schubnel à l'ENS Paris. Participation à l'ANR Subdef, portée par B. Reynard, ENS Lyon.

Financement PNP en 2013 pour S. Merkel, 30 à 45 jours de faisceau / an sur différents synchrotron : NSLS, Soleil, APS, ESRF, PETRA

Formations:

- MinTEM 2012 et MinTEM 2011. Microscopie Electronique en Transmission pour la Minéralogie, organisée par D. Jacob. En partenariat avec la Société Française de Minéralogie et de Cristallographie (SFMC). Université de Lille 1, France. (<http://umet.univ-lille1.fr/Animation/MinTem/>). Lecturers : D. Jacob, P. Cordier, A. Mussi, H. Leroux
- Ecole Européenne du CNRS/SFmu (Soc. Française des Microscopies) « School on Electron Precession » en juillet 2009, Bouvines, France : co-organisation D. Jacob (<http://umet.univ-lille1.fr/Animation/precession2009.php>)
- Ecole Européenne du CNRS « Quantitative Electron Microscopy » en 2009 et 2013, Saint-Aygulf, France (<http://www.qem2013.fr/>): co-organisation et intervention (D. Jacob)
- EMU School “minerals at the nanoscale”, Granada, june 2013. Lectures and book chapters, P. Cordier and H. Leroux
- Ecole d'été GN-MEBA, juillet 2012, Campus universitaire, Lille 1 (100 stagiaires, 30 intervenants), Participation à l'organisation, P. Raterron
- Keynote: Crystallization - Theoretical and experimental approaches. SumGlass-International Summer School on Nuclear Glass Wasteform. Le Pont du Gard, France, Septembre 2013. M. Roskosz.
- Cours Ecole Doctorale MNHN + cours école Doctorale du CEA (M. Roskosz).

Expertises, consultant, sociétés savantes, responsabilités réseaux scientifiques

P. Cordier, Président (2008-2009) de la Société Française de Minéralogie et de Cristallographie

P. Cordier, éditeur associé, puis éditeur en chef depuis 2012 de European Journal of Mineralogy

P. Cordier, membre nommé du CNU (35^e section), 2008-2011 et 2012-présent.

P. Cordier, Membre (conseiller) du conseil de l'International Mineralogical Association (IMA) (2010-présent)

P. Cordier, Membre du Comité de Programme « Environnement / Sciences de la terre (géophysique, géochimie) / Archéologie / Patrimoine » du synchrotron SOLEIL (2007-2010)

J. Ingrin, Membre Comité National du CNRS (section 18) 2008-2012

J. Ingrin, Membre du SIMI 6 de l'ANR 2011- 2013

J. Ingrin, Marie Curie Individual fellowships, 2010-2013 Vice chair of the Environment panel.

J. Ingrin, Marie Curie International Training Networks, 2013 Chair of the Environment panel.

J. Ingrin, Éditeur invité pour des volumes spéciaux dans PEPI 2009 et EJM 2011.

D. Jacob, membre du comité de programme du réseau CNRS de microscopie électronique et sonde atomique METSA

D. Jacob, membre du panel de sélection du réseau européen de microscopie ESTEEM 2.

D. Jacob, secrétaire général physicien de la Société Française des Microscopies (SFmu).

H. Leroux expert et consultant auprès de la NASA (Cosmochemistry program), JAXA (Japan Aerospace Exploration agency) and NWO (Netherland Organisation for Scientific Research).

H. Leroux : Membre du « Science Team » du projet « comet odyssey - comet surface sample return » (2009-2010), NASA.

H. Leroux, coordinateur du consortium français d'étude des échantillons Stardust (financement CNES)

H. Leroux, Comité scientifique du programme national de planétologie (2005-2010)

S. Merkel, Comité de programme en Mineral and Rock Physics pour le congrès d'automne de l'American Geophysical Union, 2012-2013

P. Raterron, directeur du Centre Commun de Microscopie (CCM) de Lille (<http://umet.univ-lille1.fr/CCM>)

P. Raterron, responsable de l'Instrument national en MET de l'INSU (MET-INSU)

P. Raterron, porteur du Projet META « Microscope Electronique en Transmission Analytique » : Achat d'un MET corrigé sonde pour le CCM (~3 MEuros). RECA finalisée Sept. 2013. Achat prévu 2013

P. Raterron, membre de la commission « Instruments Nationaux » de l'INSU (géochimie, pétrologie et caractérisation minérale) depuis juillet 2013

P. Raterron, Représentant de l'Université Lille 1 auprès du Consortium COMPRES (<http://compres.us>)

- M. Roskosz, Consultant pour cadrages des activités de recherches au sein du groupe Saint-Gobain, en particulier de la branche Saint-Gobain Recherche (2010-2011)
M. Roskosz, Consultant auprès de l'équipe vitrification des déchets au CEA Marcoule (2012-présent).
M. Roskosz, Comité scientifique du programme national de planétologie (2010-présent).

Organisation de manifestations scientifiques

- P. Cordier, Membre du comité scientifique Physique - co-animateur (avec N. Menguy) de la session « Minéraux, Biominéraux et environnement » du congrès SFmu 2009, Paris
- P. Cordier, Member of the organizing committee - MAPT meeting, Edinburgh (2009)
- P. Cordier, AGU 2011 Fall Meeting, San Francisco : co-responsable de la session MR11B (Rheology of Geological Materials: From the Concepts to the Field) avec G. Hirth et Y. Nishihara.
- P. Cordier, 22nd Goldschmidt conference, Montreal. co-responsable de la session 03A (Flow and deformation in planetary interiors) avec N. Miyajima
- P. Cordier, Member of the scientific committee of EMC2012 European Mineralogical Conference at the Goethe-University in Frankfurt (2012)
- P. Cordier, AGU 2012 Fall Meeting, San Francisco : co-responsable de la session MR14 (Rheology of Deep Earth Materials: Spanning 12 Orders of Magnitude of Length Scales) avec P. Burnley et H.P. Bunge.
- P. Cordier, 23rd Goldschmidt conference (2013), Florence, Italie : co-responsable de la session 21d (Transport Processes in the Earth's Interior from Experiment and Simulation) avec D. Dobson, J. Van Orman et A. Walker
- J. Ingrin, Organisateur du congrès international 13th EMPG, 11-14 April 2010, Toulouse (>200 participants).
- J. Ingrin, Organisateur de sessions spécialisées dans des conférences internationales (IMA 2010, AOGS-AGU 2012, IMA 2014).
- S. Merkel, Organisation d'un workshop pour célébrer les 30 ans de la découverte de l'anisotropie sismique de la graine avec Ph. Cardin, ISTERre, Grenoble, octobre 2013
- S. Merkel, Organisation d'une journée de prospective sur le synchrotron en Sciences de la Terre, Lyon, mars 2011
- S. Merkel, AGU 2010 Fall Meeting, San Francisco : co-responsable de la session DI - Seismic Anisotropy in the Mantle: Progress, Prospects, and Pitfalls
- S. Merkel, AGU 2011 Fall Meeting, San Francisco : co-responsable de la session MR - Earth Materials Under Compression: Advances in Experimental and Numerical Methods
- S. Merkel, AGU 2013 Fall Meeting, San Francisco : co-responsable de la session MR - Advances in experimental geophysics and mineralogy
- M. Roskosz, AGU 2013 Fall Meeting, San Francisco : co-responsable de la session MR - Advances in experimental geophysics and mineralogy
- P. Raterron, AGU 2013 Fall Meeting, San Francisco : co-responsable de la session MR10 (Plastic and Transport Properties of Deep Earth Materials) avec G. Hirth et D. Weidner.
- Ph. Carrez, K. Gouriet, S. Merkel, A. Mussi: organization du congrès "Plasticité 2011" à Villeneuve d'Ascq (70 participants)

Interactions avec l'environnement social, économique et culturel

Contrat industriel :

Contrat CIFRE (2011-2014) avec la société Michelin en support de la thèse de doctorat de Nils Garvik visant à appliquer notre savoir-faire en modélisation multiéchelles à la plasticité de la cémentite.

Actions vers le "grand public" :

- Organisation locale de l'année internationale de l'astronomie (2009) : cycle de conférences et exposition photos.
- Plusieurs conférences « grand public » sur le thème « Stardust » et/ou formation du système solaire (H. Leroux)
- Deux articles de médiation de la recherche. « Les météorites de fer » dans les cahiers du règne minéral (2013, M. Roskosz et H. Leroux). Article dans « l'astronomie », juillet 2013, M. Roskosz.

- Participation (un chapitre : question n°30) à l'ouvrage publié en mai 2013 par Noëlle Bréham et Marjorie Devoucoux à l'occasion des 15 ans des P'tits Bateaux de France Inter (sélection de 100 questions et leurs réponses), P. Cordier
- Participation régulière à l'émission de radio « Les P'tits Bateaux » de Noëlle Bréham sur France Inter les 14 décembre 2008 ; 8 février, 17 mai, 29 mars, 4 octobre 2009 ; 3 janvier 2010 ; 6 février, 20 mars, 15 mai, 19 juin, 30 octobre 2011 ; 8 janvier, 18 novembre 2012 ; 24 février, 19 mai 2013, P. Cordier
- Edition néerlandaise de l'ouvrage de P. Cordier et H. Leroux « ce que disent les minéraux » sous le titre « Mineralen » (Veen Magazines, Diemen 2010).

3. Implication de l'équipe dans la formation par la recherche

L'équipe est fortement impliquée dans l'animation du Master 2 de Physique 'Matériaux' (Patrick Cordier en a été le responsable jusqu'en 2012, D. Jacob a repris cette responsabilité en 2012).

Concernant l'encadrement doctoral, l'équipe a fait soutenir 7 thèses pendant la période (durée moyenne 3 ans et 3 mois) et 9 sont en cours (à noter la place importante prise par l'ERC Rheoman dans le financement).

4. Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat

Thème « Dynamique des intérieurs planétaires »

Les objectifs scientifiques de ce thème restent liés à la compréhension des mécanismes responsables des déformations de la Terre profonde. La plasticité cristalline est une compétence originale de l'équipe qui lui confère un positionnement de premier plan sur le plan international. Cette direction de recherche reste au cœur de notre projet. Le rôle des transitions de phase et leur couplage avec les déformations sera cependant considéré.

La capacité de l'équipe à poursuivre des développements méthodologiques originaux restera la charnière du projet pour lui permettre de garder un rang de leader sur le plan international.

Sur le plan expérimental, l'application de la diffraction X 3D aux expériences de très hautes pressions mise en place dans la thèse de C. Nisr sera approfondie. Un projet ERC « Consolidator » porté par S. Merkel vise à utiliser la capacité de suivi individuel de grains à haute pression et température pour suivre leurs comportements plastiques et transformations de phase. Le but est évidemment de mieux comprendre le rôle des microstructures, de la déformation, et des changements de phases associés aux discontinuités du manteau, sur sa dynamique et son anisotropie. Plusieurs développements expérimentaux sont ici envisagés. Ils ont déjà fait l'objet de travaux exploratoires (avec publication de résultats préliminaires) lors de la période écoulée. La capacité de chauffer un échantillon lors de la déformation à haute pression, tout en maintenant une température stable et uniforme, est un paramètre fondamental. Dans ce but, le chauffage externe en cellule à enclume de diamant est une voie qui sera approfondie, en collaboration avec la ligne ID27 de l'ESRF et de la ligne P02 à PETRA. Des expériences préliminaires ont déjà été conduites sur l'olivine et ses polymorphes. Elles ont permis de démontrer notre capacité à suivre des grains individuels au sein d'un échantillon polycristallin maintenu à une température de l'ordre de 900°C lors d'une compression de 0 à 20 GPa. Dans les années à venir, ces expériences seront améliorées afin de simplifier et de standardiser le protocole expérimental ainsi que d'étendre la gamme de températures obtenue. Nous projetons également de développer les expériences de déformation en cisaillement en CED en bénéficiant d'un nouveau dessin de cellule diamant proposé par la société BETSA et en collaboration avec le laboratoire de l'ENS Lyon.

En parallèle, nous allons mettre en place une plateforme d'expérimentation en presse de type piston-cylindre dans le laboratoire. Cet appareil servira à la préparation d'échantillons pour des expériences de déformation. Il permettra ainsi de déporter systématiquement nos expériences et permettra aussi l'encadrement d'étudiants et la réalisation de stages. Le piston-cylindre servira aussi à de nouveaux développements de techniques de mesures acoustiques pour l'étude de mécanismes collectifs de défauts dans des minéraux, tels que les avalanches de dislocations. Ce phénomène, observé dans la glace et les métaux n'a jamais été mis en évidence dans les minéraux. Cependant, il pourrait être important pour comprendre la localisation des événements plastiques, localisation temporelle, mais aussi spatiale, et l'interprétation des séismes profonds.

Enfin notre équipe continue de s'appuyer sur sa compétence en matière d'analyse des microstructures de dislocations en MET. Là également, des développements sont en cours. Les dernières décennies ont vu émerger de nouvelles possibilités de caractérisation des dislocations, en particulier de leurs vecteurs de Burgers (faisceaux convergents, franges d'Ishida, etc...). En revanche, l'analyse des aspects géométriques reste assez limitée ce qui limite pratiquement la détermination des plans de glissements. Nous avons donc entrepris de développer l'analyse des microstructures de dislocations par tomographie en microscopie électronique en transmission. Le chantier prioritaire associé à ce développement porte sur la caractérisation des microstructures de déformation dans l'olivine.

Sur le plan numérique, le projet s'articule sur celui de l'ERC **Advanced Grant RheoMan**. Il comporte trois volets. Le premier est applicatif. Les résultats de la thèse de Jonathan Amodeo ont permis de faire émerger une procédure multiéchelle qui a été validée sur MgO (dans les conditions expérimentales) et qui permet de déterminer des lois de comportement intrinsèques (monocristal) à partir de la structure électronique. Cette approche sera appliquée à quelques minéraux clés du manteau : la perovskite $MgSiO_3$, la post-perovskite $MgSiO_3$, la wadsleyite et la ringwoodite. Le second volet doit permettre de préparer la génération suivante de modèles. Deux chantiers prioritaires sont identifiés. L'un consiste à prendre en compte l'interaction entre dislocations et défauts ponctuels pour modéliser la montée des dislocations et le fluage. L'autre visera à prendre en compte l'effet du fer sur les propriétés des phases purement magnésiennes modélisées jusqu'à présent. Enfin, un troisième volet, tout juste émergent à l'heure où s'écrivent ces lignes, visera à modéliser la structure et la mobilité des joints de grains dans l'olivine basé sur les disinclinaisons. L'ensemble de ces chantiers est très original et confère à notre équipe un rôle de leader international incontesté. Le projet ERC a d'ailleurs pour but affiché de disséminer son savoir-faire au travers de la formation doctorale dispensée à des étudiants issus de nationalités différentes. A l'issue de ce projet, nous comptons disposer de lois de comportement pour ces phases qui seront transférables vers des codes de convection mantellique faisant ainsi passerelle entre la physique des minéraux et la géodynamique.

Thème « minéralogie du système solaire en formation »

Le projet sera essentiellement axé sur la compréhension de processus de formation ou d'évolution des matériaux qui correspondent aux premières briques du système solaire en formation. De façon plus ponctuelle, le champ d'application pourra être des objets plus évolués, qu'ils soient extraterrestres ou terrestres (par exemple des météorites martiennes ou des MORBs). Nous poursuivrons notre double approche, celle de l'étude d'objets primitifs (chondrites de type 3 ou faiblement modifiées sur leur corps parent) et une approche expérimentale qui vise à mieux contraindre les influences du paramétrage physico-chimique associés aux processus naturels que nous voulons étudier. Dans les deux cas (étude d'objets naturels et expérimentation), nous voulons mettre l'accent sur une approche plus quantitative. Cela a été initié récemment dans le cadre de la thèse de P. Cuvillier dans le cas des météorites primitives. Dans les deux cas, le marqueur privilégié sera le fer car il permet un large champ d'exploration (gradients de composition fréquents proche des interfaces, sonde de fugacité d'oxygène, sonde isotopique). En outre, nous voulons mettre en avant le paramètre « temps », c'est-à-dire qu'en plus des identifications des mécanismes de transformation, nous voulons y associer leur cinétique respective.

Objets primitifs du système solaire

Au cours du quadriennal précédent, ce volet a fortement évolué. Nous avons stoppé les études sur les échantillons de la sonde Stardust (activité 2006-2011) et nous avons progressivement augmenté le volume de nos études consacrées aux objets primitifs du système solaire (en particulier sur les chondrites primitives). Il s'agit plus particulièrement d'étudier la matière à grains fins, mélange de silicates amorphes et de cristaux (silicates, métal et sulfures). Ces assemblages correspondent à des agrégats de grains compactés mais qui sont restés fortement hors équilibre. Ils ont alors la signature des processus physico-chimiques pré-accrétionnels, alors que la matière était encore finement divisée (poussière). Dans de nombreuses météorites primitives, des modifications dues à du métamorphisme thermique et/ou de l'altération aqueuse sont perceptibles. Dans ce cas, l'étude de cette matière à grains fins doit permettre de retracer les premiers stades d'évolution des matériaux sur les astéroïdes de petite taille. L'outil utilisé pour faire cette étude est la microscopie électronique en transmission. En 2014, le centre commun de microscopie s'équipera d'un nouveau MET. Ce nouvel instrument sera très bien adapté pour que nous poursuivions la démarche de microscopie quantitative initiés récemment (diffraction par précession, imagerie EDS quantitative, étude des gradients de composition aux contacts grain-grain). Nous voulons par ailleurs développer les études en diffraction électronique sur les matériaux amorphes afin d'y étudier l'ordre à moyenne portée (étude de la fonction de distribution radiale d'intensité). Ce nouveau développement devrait permettre d'apporter des informations intéressantes sur les mécanismes de formation et/ou d'évolution des amorphes qui sont très fréquents dans les objets primitifs.

Volet expérimental : le volet expérimental de notre projet concerne plus particulièrement le développement expérimental de l'isotopie du fer comme sonde redox et comme chronomètre relatif. En effet, s'il apparaît que météorites, corps planétaires et réservoirs terrestres possèdent des signatures variées du point de vue des isotopes du fer, les processus responsables de cette variabilité sont peu contraints. Une difficulté majeure dans l'analyse de ces résultats réside en ce que les facteurs de fractionnement à l'équilibre sont très mal connus pour cette sonde isotopique. Face à cet état de fait, nous avons mis en place récemment une large collaboration (Universités de Chicago et de Clermont-Ferrand, DTM, RPI, APS) afin d'aborder ce sujet de deux manières différentes: l'expérimentation en laboratoire et l'étude directe des propriétés vibrationnelles du fer dans les minéraux par spectroscopie de diffusion inélastique nucléaire résonnante (NRIXS). Cette approche spectroscopique est récente et son développement devrait permettre des avancées significatives et originales. L'apport des isotopes du fer ne se limite sans doute pas à cette nouvelle sonde redox. Nos récents travaux montrent que les isotopes du fer doivent permettre de discerner les zonations d'origine chimique (évolution continue de la composition du minéral) des zonations d'origine diffusive (et traduisant des rééquilibrages secondaire). Un objectif majeur est de réaliser une calibration expérimentale de ce nouveau chronomètre. Cette approche isotopique sera alors un outil de diagnostic pétrologique de premier ordre et en un chronomètre relatif des processus d'équilibration secondaire. Nous appliquerons alors la méthode à des environnements terrestres et planétaires.

Microscopie quantitative. Nous poursuivons le développement de notre démarche quantitative en diffraction électronique. Outre les méthodes conventionnelles de « faisceau convergent », la précession électronique sera particulièrement exploitée. Cette technique, que l'équipe a utilisée de façon pionnière dans ses développements quantitatifs, donne accès à une bonne quantification des intensités diffractées et permet de déterminer et d'affiner la structure cristallographique des objets étudiés. L'objectif de ces développements est d'accéder à une « cristallographie électronique » à l'échelle nanométrique permettant de caractériser des échantillons complexes et polyphasés à l'échelle submicronique, ce que ne peuvent pas faire les techniques de diffraction des rayons X. Pour développer cette approche, nous travaillerons en premier lieu sur des structures connues et privilégierons les études sur les oxydes simples (de types spinelles et magnésio-wustite) pour étudier les effets de substitutions, d'ordre-désordre et d'écart à la stœchiométrie.

Par ailleurs, et pour un champ d'application plus direct (volet 1), nous développerons la « microscopie de fluctuation » dans le but de caractériser les premiers états de cristallisation sur des matériaux amorphes ou semi-cristallins (étude des distributions radiales des intensités diffractées). Cette démarche expérimentale pourra être couplée à une approche numérique basée sur la modélisation des premiers agrégats.

Relevons enfin que ces développements en microscopie électronique quantitative seront fortement corrélés à l'installation prochaine sur la plateforme de microscopies électroniques de l'Institut Chevreul (CCM Lille1) d'un nouveau microscope en transmission à hautes résolutions spatiale et énergétique optimisé pour les études analytiques (EDS, EELS) et structurales (diffraction) à l'échelle nanométrique. L'exploitation de cet instrument de pointe, installé dans notre environnement proche, nous permettra de conforter notre position de leader dans le domaine de la caractérisation par microscopie électronique des minéraux.

Moyens à disposition

Plateformes mutualisées de l'Institut Chevreul

Plateforme de microscopies électroniques

incluant 2 METs, plus le nouveau microscope corrigé des aberrations sphériques pour la sonde installé fin 2014.

Plateforme RX

Plateforme de spectroscopies vibrationnelles

Plateforme d'analyse de surfaces

Moyens de labo expérimentaux (en particulier synthèse échantillons et fours de recuits en atmosphère contrôlée). -

Synchrotrons

Collaborations envisagées

Sur le volet 1 :

-Laboratoire de Minéralogie et Cosmochimie du Muséum, Muséum d'Histoire Naturelle de Paris (B. Zanda, R. Hewins)

-Centre de Sciences Nucléaires et de Sciences de la Matière, Orsay (C. Engrand, J. Duprat)

-NASA Johnson Space Center, Houston, USA (M. Zolensky; D. Frank)

-University of Washington, Seattle (D. Brownlee, D. Joswiak)



Sur le volet 2:

- Geophysical Sciences and Enrico Fermi Institute, University of Chicago, USA (N. Dauphas).
- Laboratoire Magmas et volcans, Clermont Ferrand
- Carnegie Inst

Sur le volet 3

- Institute of Physics, Prague (Lukas Palatinus)
- UCCS (Pascal Roussel)



Section des unités de recherche



Ingénierie des Systèmes Polymères (ISP)



Section des unités de recherche

Nom de l'équipe Ingénierie des Systèmes Polymères

Acronyme : ISP

Nom du responsable pour le contrat en cours : Jean-Marc Lefebvre

Nom du responsable pour le contrat à venir : Serge Bourbigot

1. Présentation de l'équipe Ingénierie des Systèmes Polymères

Historique, localisation, champ scientifique

L'équipe Ingénierie des Systèmes Polymères (ISP) s'est constituée à la création de l'UMET au 1er janvier 2010 sur la base de groupes de recherche issus à l'origine de deux UMR et d'une EA, si l'on se réfère à la situation de 2005.

Le pari a été fait de parvenir à structurer une équipe multidisciplinaire, aux champs d'intérêt communs en matière d'objets d'étude, les systèmes polymères, et avec une culture commune d'équilibre entre recherche fondamentale et valorisation des résultats. Forte de 25 chercheurs permanents, cette équipe s'est construite sur la base d'antécédents de collaborations et de mutualisations de moyens techniques.

L'ambition exprimée lors de la contractualisation précédente de mieux valoriser ce potentiel d'interdisciplinarité nous a conduits à évoluer vers une articulation en quatre groupes, avec le souci d'afficher et d'animer efficacement les cœurs de métier à la taille pertinente, tout en renforçant la vie scientifique interne à l'ISP et à l'UMET en bénéficiant de toutes les synergies éventuelles. La politique de projets émergents impulsée par l'Institut Chevreul par le biais d'appels d'offres internes en 2009 et 2010 sur financement CPER-PO a constitué l'un des moteurs de la dynamique d'interdisciplinarité amorcée au sein de l'équipe ISP.

L'ensemble des bureaux et laboratoires de recherche se situent aux bâtiments C6 (Lille 1) et C7 (ENSCL) du campus universitaire de la cité scientifique de Villeneuve D'Ascq.

Structuration

Le bilan et les inflexions stratégiques sont déclinés par groupe dans ce qui suit:

- Systèmes polymères fonctionnels (SPF)
- Mécanique des Systèmes Macromoléculaires complexes (MSMC)
- Réaction et résistance au feu (R2Fire)
- Phénomènes aux surfaces et interfaces (PSI)

L'équipe ISP intègre ainsi l'ensemble de la chaîne de compétences, incluant les synthèses macromoléculaires et supramoléculaires, la formulation et l'analyse structurale et morphologique, jusqu'à la compréhension et la maîtrise de fonctionnalités spécifiques.

Nom/Fonction	HDR	PES	GROUPE
M. Bacquet (PR)	Oui	Oui	G1 SPF
F. Cazaux (MCF)	Oui	Non	G1 SPF
S. Degoutin (MCF)	Non	Non	G1 SPF
D. Fournier (MCF)	Non	Non	G1 SPF
L. Janus (MCF)	Oui	Non	G1 SPF
J. Lyskawa (MCF)	Non	Non	G1 SPF
A. Malfait (IGE)	so	so	G1 SPF
B. Martel (PR)	Oui	Oui	G1 SPF
J.-N. Stalens (T)	so	so	G1 SFP
N. Tabary (MCF)(50%)	Non	Non	G1 SPF
P. Woisel (PR)	Oui	Oui	G1 SPF
S. Barrau (MCF)	Non	Non	G2 MSMC
J.-M. Gloaguen (PR)	Oui	Non	G2 MSMC
J.-M. Lefebvre (DR-CNRS)	Oui		G2 MSMC
A. Marin (AI CNRS, 31)	so	so	50% G2 MSMC
V. Miri (MCF)	Oui	Non	G2 MSMC
R. Séguéla (DR-CNRS)	Oui		G2 MSMC
G. Stoclet (MCF)	Non	Non	G2 MSMC
P. Bachelet (IGE)	so	so	G3 R2Fire
S. Bellayer (IGR) (50%)	so	so	G3 R2Fire
S. Bourbigot (PR)	Oui	Oui	G3 R2Fire
M. Cassetta (MCF)	Non	Oui	G3 R2Fire
S. Duquesne (PR)	Oui	Oui	G3 R2Fire
G. Fontaine (MCF)	Oui	Oui	G3 R2Fire
M. Jimenez (MCF) (50%)	Oui	Oui	G3 R2Fire
F. Samyn (MCF)	Non	Non	G3 R2Fire
S. Bellayer (IGR) (50%)	so	so	G4 PSI
C. Jama (PR)	Oui	Oui	G4 PSI
M. Jimenez (MCF) (50%)	Oui	Oui	G4 PSI
U. Maschke (DR-CNRS)	Oui		G4 PSI
M. Traisnel (PR)	Oui	Oui	G4 PSI

Tableau: informations concernant les chercheurs enseignants chercheurs et personnels techniques permanents de l'équipe ISP. Une collègue L. Sarraf (MCF Lille 1) rattachée administrativement à l'équipe et ayant une forte implication pédagogique n'a pas développé d'activité de recherche pendant la période.

2. Réalisations

Groupe « Systèmes Polymères Fonctionnels, SPF » Resp: Bernard Martel (PR), Permanents: Maryse Bacquet (PR), Frédéric Cazaux (MCF, HDR), Ludovic Janus (MCF HDR), Stéphanie Degoutin (MCF), David Fournier (MCF), Joël Lyskawa (MCF), Aurélie Malfait (IGE), Bernard Martel (PR), Nicolas Tabary (50% avec MMT, MCF, Recrutement 2010), Patrice Woisel (PR ENSCL)

Le groupe « Systèmes Polymères Fonctionnels » fédère des compétences diverses mais complémentaires dans les domaines de la synthèse à façon de polymères, de la chimie supramoléculaire, de la physicochimie des matériaux, et de la modification et de la caractérisation de surfaces. L'activité du groupe est orientée principalement vers la conception de systèmes polymères destinés à être mis en interaction avec des milieux complexes (matrices biologiques, aliments, effluents, environnements contaminés) ou à répondre à des stimuli externes variés (matériaux polymères dits « intelligents »). Deux thématiques principales sont développées :

Matériaux polymères hybrides et textiles actifs à usage technique et médical (Resp. B. Martel, M. Bacquet)

Cette thématique a pour but la fonctionnalisation de surface de matériaux polymères divers, d'alliages métalliques, ou de céramiques poreuses (hydroxyapatite) par des groupements chimiques, des molécules, ou des (bio)polymères présentant une activité biologique intrinsèque ou présentant la capacité de piéger ou de libérer des polluants organiques et métalliques, ou des molécules pharmaceutiques grâce aux propriétés des cyclodextrines. Les matériaux obtenus sont appelés à être utilisés dans les environnements complexes décrits plus haut, à des fins de

décontamination de milieux naturels, en tant que biomatériaux présentant une capacité d'absorption améliorée et de libération prolongée de principes actifs (antibiotiques, antiseptiques, antalgiques, anti-prolifération, anti-cancer), et enfin comme emballages alimentaires antibactériens. Nos outils sont le greffage par voie chimique et par plasma (action transversale SPF/PSI), et la technique douce du dip coating permettant de former des films multicouches à base de polyélectrolytes bio-actifs sur les surfaces. Récemment, le traitement de surfaces métalliques a été rendu possible grâce à de nouvelles stratégies de greffage « bioinspirées », basées sur la chimie de la dopamine, permettant d'immobiliser très simplement (dip coating) et efficacement des (macro)molécules. Nous sommes parvenus ainsi à concevoir des brosses de polymères thermosensibles sur des surfaces de titane (stent), à immobiliser sur ces mêmes surfaces des polymères de cyclodextrine. Enfin, cette approche générale a été étendue à la conception de nanoparticules multifonctionnalisables (Fe_2O_3) (Collaboration IRI, Pr S. Szunerits) ainsi qu'à des surfaces de titane modifiables de manière réversible *via* la réaction réversible de Diels-Alder. Des biomatériaux dits « intelligents », s'appuyant sur ces nouveaux outils chimiques, sont en cours de développement. Les substrats de départ sont des surfaces modèles ou des dispositifs médicaux sous la forme de textiles, de films, de monolythes poreux ou de granules d'hydroxyapatite, des implants métalliques recouverts d'hydroxyapatite, ou des stents vasculaires.

Les projets s'inscrivent dans le cadre de programmes régionaux, nationaux et européens ou de collaborations industrielles tels que : des financements Région Nord-Pas-de-Calais-FUI-Oséo via le programme DEPOLTEx (groupes SPF et PSI), pour la décontamination de sédiments marins et fluviaux, et le programme NOTIVIR, pour l'immobilisation d'agents virucides sur des masques respiratoires, l'ARCIR « emballages bioactifs », les collaborations industrielles avec Pérouse Médical et Bone & Joints Research pour les prothèses vasculaires et prothèses de hanche à activité antibactérienne ; Cousin Biotech pour l'élaboration de plaques inguinales à propriétés analgésiques ; et enfin les projets Européens Eurotransbio (Ancabor) et Interreg 2 mers (MultiDes) respectivement pour l'élaboration de substituts osseux pour la libération d'agents de chimiothérapie et la mise au point de stents à libération d'agents antiprolifératifs et d'anti adhésion plaquettaire pour la lutte contre la resténose.

Assemblages macromoléculaires multi-stimulables (Resp. P. Woisel)

Les polymères multi-stimulables sont définis comme des polymères qui subissent des changements physiques ou chimiques importants et rapides en réponse à plusieurs sollicitations faibles appliquées séparément ou simultanément. Ces matériaux stimulables constituent un domaine d'étude en plein bourgeonnement dans de nombreux laboratoires de recherche aux États-Unis, en Asie et sur le continent Européen. Le potentiel commercial lié à ces matériaux dits « intelligents » est considérable, de l'ordre de 30.10^9 \$ en 2013, et devrait connaître une croissance annuelle supérieure à 10% dans les années à venir. Ils représentent, par conséquent, des matériaux clés pour la compétitivité technologique future de nombreux pays.

Dans ce contexte, nous avons développé une démarche novatrice d'ingénierie supramoléculaire permettant de créer à façon, *via* une stratégie de type « légochimie », des assemblages macromoléculaires dont on peut facilement contrôler à l'échelle moléculaire, sur demande, de manière prédictible voire orchestrée, leur(s) propriété(s) et/ou fonction(s) au travers de l'application de stimuli. Ces derniers, selon les cas, pourront être appliqués séparément ou de manière simultanée afin de maîtriser la(les) cinétique(s) de la (des) réponse(s). Notre approche, à la croisée de l'ingénierie macromoléculaire, de la chimie supramoléculaire et des systèmes stimulables, consiste à associer de façon spécifique et réversible des polymères parfaitement définis (préparés par des méthodes de Polymérisation Radicalaire Contrôlée, PRC) et équipés de motifs de reconnaissance moléculaire complémentaires. Dans ce cadre, nous faisons appel à des systèmes de type hôte/invité capables d'être manipulés sur commande par divers stimuli (électrochimie, transitions de phase, ajout de molécules compétitrices, etc...). En adoptant cette stratégie, différents types d'assemblages (multi)stimulables ont pu être mis au point. A partir de briques macromoléculaires fonctionnalisées à l'une des extrémités des chaînes de polymères, des systèmes micellaires multi-stimulables, capables de libérer sur demande une molécule préalablement encapsulée ont été développés (ANR JCJC ELECTROTUNEPOLY, 2009-2012, coordonnateur: P.Woisel). Des matériaux thermochromes et des thermosenseurs supramoléculaires (re)programmables, dotés d'une fonction mémoire, ainsi que des hydrogels multi-répondants (collaboration ESPCI Pr D. Hourdet) ont également été conçus à partir de copolymères parfaitement définis (ANR Blanche STRAPA 2012-2016, coordonnateur: P. Woisel). Ce concept général est désormais transposé i) aux surfaces pour les rendre stimulables et moduler sur commande leurs propriétés physicochimiques et ii) en catalyse (collaboration UCCS, Pr F.Hapiot) pour concevoir des nanoréacteurs et des transporteurs de matière dits « intelligents » pour la catalyse biphase.

Très récemment, en s'appuyant sur les résultats très prometteurs obtenus dans le domaine de la fonctionnalisation de surfaces au moyen de dérivés de dopamine, nous avons mis en place une approche permettant de concevoir de nouveaux types de matériaux multi-stimulables (ANR JCJC DECIMAL, coordonnateur : D. Fournier, en attente, projet classé 1 en liste complémentaire). Leur conception et leur(s) mode(s) de fonctionnement reposent principalement sur des liaisons covalentes réversibles à base de dopamine.

Groupe « Mécanique des Systèmes Macromoléculaires Complexes, MSMC » Resp: Valérie Miri (MCF, HDR), Permanents: Sophie Barrau (MCF), Jean-Michel Gloaguen (PR), Jean-Marc Lefebvre (DR), Roland Séguéla (DR, départ fin 2010), Grégory Stoclet (MCF, Recrutement Sept. 2011)

Les thématiques abordées par le groupe s'articulent autour de trois axes principaux: i) Mécanismes élémentaires de plasticité, ii) Relation entre évolution structurale induite mécaniquement et étirabilité, iii) Systèmes polymères nanocomposites. Les outils d'investigation combinent machines d'essais mécaniques et environnements spécifiques (enceintes thermiques et à hygrométrie contrôlée, vidéo-extensométrie, méthode de corrélation d'images...), incluant en particulier une plateforme d'essais mutualisée mise en place à Polytech'Lille avec une équipe du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML, UMR 8107, Prof. M. Nait-Abdelaziz). Les caractérisations structurales et microstructurales aux échelles pertinentes associent microscopies électroniques et en champ proche, spectroscopies vibrationnelles, diffraction-diffusion par les RX, avec une montée en puissance de l'expérimentation *in-situ* sous rayonnement synchrotron (ESRF, Soleil) dans ce dernier cas.

i) Mécanismes élémentaires de plasticité

Ce thème aborde une préoccupation historique de l'équipe sur la relation entre structure moléculaire et mécanismes élémentaires de plasticité, avec une attention particulière portée dans le cas de polymères amorphes à l'organisation locale et à la densité d'enchevêtrements. Compétition et/ou coexistence des mécanismes de plasticité par crazing et bandes de cisaillement sont au cœur des travaux menés d'une part sur l'Acide Polylactique (PLA) amorphe qui présente un mode mixte très singulier, et d'autre part lorsque l'opportunité de modification de la structure macromoléculaire sur la base de concepts de la chimie « click » nous a conduits à amorcer fin 2009 un travail commun SPF/MSMC sur différents copolymères de méthacrylate d'éthyle et de furfuryle P(EMA-co-FMA) réticulés de façon réversible via la réaction de Diels-Alder (DA) avec des bismaléimides (BM). Les réactions de DA et de rétro DA ont pu être mises en évidence et l'attention s'est portée sur la réponse mécanique à l'état vitreux de ces systèmes. Densité de craquelures, mais aussi diamètre des fibrilles et distance inter-fibrillaire évoluent significativement avec le taux de réticulation ainsi que le révèle l'analyse SAXS *in-situ* en cours.

ii) Relation entre évolution structurale induite mécaniquement et étirabilité

Cette thématique a principalement concerné les transformations de phases cristallines induites par étirage dans les polymères à interactions fortes (Polyamides), ainsi que dans le PLA. Les travaux les plus récents menés sur les systèmes à base PA6 ont permis de conforter l'hypothèse du rôle clé des relaxations cristallines sur les évolutions structurales observées sous étirage et de dégager un schéma général sur les transitions de phases cristallines induites mécaniquement. Ainsi, tant que les mobilités moléculaires dans la phase cristalline ne sont pas activées, une transition "universelle" ordre-désordre opère dans le polymère, attribuée à l'accumulation de défauts conformationnels de plasticité. En revanche, en présence de mobilités intra-cristallines, le matériau va inévitablement évoluer vers sa phase la plus stable, qui dans le cas du PA6 correspond à une structure en feuillet très préjudiciable en particulier pour le biétirage. Cette thématique est actuellement poursuivie sur le PA11 avec l'objectif d'évaluer l'impact de l'existence d'une transition de Brill dans ce cas. Les prolongements se focalisent sur l'aptitude au biétirage, tant du PA11 que pour un nouveau polyamide partiellement biosourcé le PA 4,10 dans le cadre d'une collaboration avec la société DSM.

L'étude du PLA a clairement démontré l'existence et la stabilité thermique d'une mésophase induite par étirement à partir de la phase amorphe. L'apport des expériences d'étirement *in-situ* sur synchrotron a été à cet égard déterminant. Par ailleurs, l'évolution structurale sous étirement en fonction de la teneur en unités D dans des stéréocopolymères statistiques L-D corrèle le comportement sous étirage à l'apparition d'une phase ordonnée induite par déformation. Cette mésophase n'est induite que dans les stéréocopolymères susceptibles de cristalliser, suggérant ainsi le caractère précurseur de cet ordre intermédiaire. Le problème de l'évolution structurale sous étirement de mélanges à base de PLLA et PDLA, susceptibles de former la phase cristalline stéréocomplexe, est envisagé selon une démarche similaire.

Enfin, l'étude en cours de matériaux à base amyliacée (Projet FUI WIBIO) revisite les comportements thermiques et mécaniques des amidons thermoplastiques en relation avec la composition (ratio amylose/amylopectine) et les conditions de sollicitations (température, humidité) avec une attention particulière portée à l'évolution structurale induite mécaniquement. Cette thématique sera poursuivie dans le cadre de l'IED IFMAS.

iii) Systèmes polymères nanocomposites

Les travaux récents sur ce thème concernent des associations polymère thermoplastique/nanocharges (silicates en feuillets ou nanotubes de carbone) et les objectifs poursuivis sont de deux ordres:

- appréhender l'influence des interactions polymère-charge sur la structure et les mobilités moléculaires des polymères. A titre d'exemple, la présence de nanotubes de carbone affecte la cinétique de cristallisation du PLA, et l'effet nucléant est confirmé par le suivi de l'évolution des bandes vibrationnelles des nanotubes. Les développements envisagés mettent l'accent sur l'analyse fine des mobilités moléculaires du polymère.
- évaluer et modéliser les comportements mécaniques élastiques et plastiques sur la base d'investigations morphologiques pertinentes. A ce titre, la collaboration mise en place avec l'équipe du LML (M. Nait-Abdelaziz, F. Zaïri) est désormais très mature et conforte une approche interdisciplinaire intégrée en expérimentation et modélisation des comportements mécaniques. Ainsi, au plan de la réponse mécanique, la combinaison d'analyses microstructurales pertinentes, de données mécaniques en grandeurs locales vraies et d'un modèle micromécanique multi-échelles a permis de préciser les rôles respectifs du facteur de forme, de la taille de particule et de la fraction d'interphase sur la réponse élasto-plastique de systèmes à base Nylon/Montmorillonite.

A la croisée des thèmes ii) et iii), une inflexion significative a été opérée récemment dans le domaine des Polymères/Nanocomposites multifonctionnels avec comme ligne directrice l'investigation des relations entre structure, réponse mécanique et propriétés électroactives. Les premiers travaux portent sur un polymère piézoélectrique, le poly(fluorure de vinylidène) (PVDF) et ses copolymères avec l'objectif d'optimisation de la phase cristalline polaire, soit par traction uni- ou bi-axiale, soit par l'incorporation de charges telles que des nanotubes de carbone. Dans ce cadre, une collaboration a été mise en place avec l'équipe Matériaux et Intégration en Microélectronique et Microsystèmes de l'IEMN (Prof. D. Rémiens).

Groupe « Réaction et Résistance au feu des matériaux, R₂Fire » Resp : S. Bourbigot , Permanents : Serge Bourbigot (PREX ENSCL CNU 62), Sophie Duquesne (PR2 ENSCL CNU 62), Gaëlle Fontaine (MCF-HDR ENSCL CNU 62), Mathilde Casetta (MCF ULille-1 CNU 62), Fabienne Samyn (MCF ENSCL CNU 62), Maude Jimenez (MCF-HDR 50%, ULille-1 CNU 62), Séverine Bellayer (IGR2 50%, ENSCL) et Pierre Bachelet (IGE ENSCL)

Le groupe R₂Fire est composé de 8 permanents dont 6 enseignants-chercheurs et 2 BIATSS. Sur nos fonds propres, nous employons également une gestionnaire (CDI à 50%) et un technicien (CDD). Nous accueillons 2 postdocs, 12 doctorants et 2 Masters (Juin 2013). Il est à noter que les post-doctorants et doctorants sont très majoritairement rémunérés sur contrats industriels ou européens.

Le groupe est structuré autour de 3 thématiques: (i) les procédés d'élaboration et de formulation, (ii) la durabilité des propriétés fonctionnelles des matériaux et (iii) la similitude (transposition petite et grande échelle) et la modélisation du comportement au feu de matériaux. Le problème du comportement au feu est abordé tant par traitement dans la masse du matériau (e.g. incorporation d'additifs dans un thermoplastique) que par traitement de surface sur un substrat (polymère, bois ou acier), voire par la combinaison des deux approches. Cette démarche intègre l'élaboration du matériau pour le rendre résistant au feu et durable, jusqu'à la modélisation de son comportement dans un environnement agressif et complexe, en passant par le développement de méthodes de caractérisation et de mesure originales. Il s'agit d'un domaine de recherche pluridisciplinaire allant du design moléculaire jusqu'à l'évaluation 'rapide' (type méthode spécifique de criblage haut débit) du comportement au feu, et qui représente un spectre de compétences unique à l'échelle internationale.

i) Procédés d'élaboration et de formulation

Une méthode pour apporter des propriétés ignifuges à un polymère est de lui adjoindre des additifs retardateurs de flamme et/ou de déposer un revêtement protecteur sur sa surface. Les thèses sont directement financées par des groupes industriels tels que BASF, LanXess, Rhodia, ou dans le contexte de deux ANR dont nous sommes les coordinateurs, Archiflame (S. Bourbigot) et Hypopotaam (S. Duquesne), et de projets européens FP-6

(Laysa) et FP-7 (Deroca et Phoenix)). L'élaboration de nanocomposites à matrice polymère (incorporation de nanocharges) est un concept pour élaborer des polymères présentant des propriétés ignifuges. Nous en avons étudié les aspects fondamentaux et nous avons en particulier démontré que la nanomorphologie du composite n'influençait pas les propriétés ignifuges. L'évaluation des performances ignifuges montre la limitation de la voie 'nanocomposite' et nous nous sommes intéressés au développement d'effets de synergie qui peuvent être obtenus en combinant des nanoparticules et des retardateurs de flamme conventionnels (en particulier via le projet FP-6 Laysa). Notre groupe a été le premier à poser les concepts fondamentaux pour élaborer des systèmes synergiques et à en comprendre les mécanismes d'action.

Un aspect des procédés d'extrusion est l'extrusion réactive que nous développons pour l'élaboration de nanocomposites et de polymères ignifugés biosourcés. Les projets **Interreg III 'Mabiolac'** et **Interreg IV 'Nanolac'** en collaboration avec l'ENSAIT (Prof. Devaux) et UMons (Prof. Dubois) ont permis de produire de nouveaux matériaux composites polymères biodégradables à base d'acide lactique (polylactide ou PLA) par un procédé propre et innovant par extrusion réactive : ce procédé a été industrialisé et est utilisé depuis 2011 par la société Futerro joint-venture de Galactic et Total. Sur la base de cette expérience, nous avons développé des stéréocomplexes de PLA par extrusion réactive et en continu qui présentent des propriétés significativement améliorées par rapport au PLA (nous avons montré pour la première fois la faisabilité de la méthode). Comme ces matériaux sont envisagés pour des applications durables, nous avons développé un protocole par extrusion réactive pour l'élaboration de PLA stéréocomplexés intumescents qui présentent des propriétés ignifuges très performantes (ceci constitue un développement qui n'a jamais été montré dans la littérature et qui ouvre la voie à de nombreuses applications).

Les activités liées au traitement de surface affichées comme axe du groupe dans le précédent quadriennal (cet axe est devenu le groupe PSI), ont été recentrées sur la problématique d'élaboration de revêtements pour la protection au feu de différents substrats (textile, bois, acier et composite). Les aspects de revêtements sur polymères ont été étudiés et nous en avons démontré la faisabilité et l'efficacité (forte amélioration du comportement au feu sur thermoplastiques et brevet déposé avec Rhodia). Ils concernent l'utilisation de dépôts par plasma, de revêtements intumescents et de la technique dite 'couche par couche' (ou Layer by Layer, LbL) en collaboration avec le centre de recherche Tudor au Luxembourg (thèse de K. Apaydin). Cependant, les procédés restent encore à développer et à optimiser pour obtenir des matériaux finalisés.

ii) Durabilité fonctionnelle

La restructuration thématique du groupe suite à la création du groupe PSI, a conduit à l'émergence du thème de la durabilité fonctionnelle mi-2011. La durabilité des propriétés fonctionnelles des matériaux est peu abordée de manière académique et le couplage 'vieillessement/comportement au feu' n'est jamais traité. C'est l'un de nos objectifs de répondre à une importante question : quel le comportement au feu d'un matériau à $t > 0$? Tous les aspects mécanistiques sont abordés et des premiers travaux sur le vieillissement de revêtements intumescents utilisés dans des milieux marins ont permis de comprendre la perte des propriétés (collaboration avec Akzo Nobel/International Paints). Une thèse MESR a débuté en Septembre 2013 sur le vieillissement de thermoplastiques ignifuges et un partenariat sera mis en place avec l'équipe du Prof. Gardette (université de Clermont-Ferrand) pour traiter des aspects mécanistiques du vieillissement des thermoplastiques.

L'axe sur la durabilité inclut également le recyclage et la valorisation des déchets polymères (ignifugés ou non). Les déchets ménagers ou issus des véhicules hors d'usage constituent potentiellement un gisement de matériaux polymères immense. Ce potentiel est peu (ou mal) exploité à ce jour. Nos travaux consistent à étudier les cycles de transformation par extrusion ainsi que l'influence des polluants sur les caractéristiques physico-chimiques et autres propriétés du matériau (déchet). Dans le cadre du projet ADEME-BOREVE, nous avons développé des techniques de compatibilisation innovantes pour le recyclage de pare-chocs pollués par des peintures d'automobiles conduisant à un matériau utilisable. D'autre part, le groupe a créé et anime un groupe de travail au sein de la SFGP (Société Française de Génie des Procédés) sur le cycle de vie et le recyclage des matériaux. Bien qu'elle n'ait pas été abordée, la valorisation énergétique (combustion des matériaux) est un développement envisagé car le groupe dispose de toutes les compétences et équipements pour optimiser la décomposition énergétique d'un polymère.

iii) Similitude et modélisation

La résistance au feu d'un matériau se définit par le temps pendant lequel il joue le rôle qui lui est dévolu, ceci malgré l'action d'un incendie, en termes de : (i) résistance mécanique, (ii) étanchéité aux flammes, (iii) étanchéité aux gaz et aux fumées, et (iv) isolation thermique. Nous nous sommes intéressés à mesurer, caractériser et modéliser ces quatre items, et en particulier les aspects en lien avec le transfert de chaleur. Les revêtements intumescents (développement d'une barrière carbonée expansée) permettent de protéger des substrats tels que

l'acier, les composites ou le bois afin qu'ils résistent à un incendie tout en conservant l'intégrité de leurs propriétés (en particulier mécaniques pour les aciers et les composites structuraux afin d'éviter l'effondrement des structures). C'est sur l'utilisation de tels revêtements que nous avons principalement orientés nos travaux de recherche.

Les évaluations des performances sont basées sur des courbes 'température en fonction du temps' permettant d'accéder à un 'temps de rupture'. Ils nécessitent des tests 'grande échelle' très coûteux pour qualifier les matériaux. Cependant ils ne sont que difficilement envisageables pour le développement de nouvelles formulations. Nous développons donc des tests à échelle réduite basés sur la similitude des comportements et par l'identification des paramètres 'clés'. Plusieurs tests ont été mis au point par cette méthode (four de résistance au feu et Steiner tunnel utilisés dans le bâtiment, tests ISO 2685 et 'burnthrough' utilisés dans l'aéronautique) et ont montré d'excellentes corrélations avec les tests à grande échelle (partenariats avec les sociétés Akzo Nobel, Saoudi Oger, Huntsman et Safran).

Par ailleurs et suite à ces travaux, nous avons proposé la création d'une plateforme technologique dans le cadre du futur CPER-PO 2014-2020 (Fire-Resist) qui se positionnerait à l'interface des centres de recherche et de la recherche académique, pour le développement de systèmes complets représentatifs (e.g. association de matériaux avec leur concept de protection 'feu') et de prototypes réalistes capables de démontrer la faisabilité et la maturité d'une technologie.

L'estimation des valeurs des paramètres thermophysiques est une première étape pour caractériser l'évolution du matériau (densité, capacité calorifique, conductivité thermique et enthalpie de dégradation). Nous avons développé des méthodes originales pour mesurer ces paramètres en fonction de la température (e.g. mesure de la conductivité thermique par la méthode de la 'spirale chauffante' à l'aide d'un porte-échantillon spécialement dessiné au laboratoire pour permettre la libre expansion du matériau lors de son échauffement). Les transferts thermiques ayant lieu durant la combustion des matériaux sont modélisés sur la base d'hypothèses bi- et tridimensionnelles. Les phénomènes d'expansion du matériau (intumescence) sont également simulés et inclus dans le modèle (utilisation de l'approche ALE - Arbitrary Lagrangian Eulerian - pour simuler la déformation d'une surface). La résolution des systèmes d'équations se fait par une méthode par éléments finis (collaboration avec les sociétés Safran et Airbus).

Groupe 'Phénomènes aux Surfaces et Interfaces, PSI' Responsable: Michel Traisnel (PR), Permanents: Séverine BELLAYER (IGR, 50%), Charafeddine JAMA (PR), Maude JIMENEZ (MCF, 50%), Michel TRAINSEL (PR) et Ulrich Maschke (DR) Invité : Fouad BENTISS (MCF Habilité)

Le groupe PSI accueille 2 postdocs, 11 doctorants et 2 masters (Juin 2013). Il est à noter que les post-doctorants et doctorants sont majoritairement rémunérés sur contrats industriels ou européens.

Les thèmes de recherches abordés concernent la mise en œuvre de procédés de traitement de surface permettant d'améliorer les performances des matériaux notamment polymères, textiles, acier, titane ou verre. La démarche consiste à développer des concepts innovants prenant en compte les aspects environnementaux et de multifonctionnalités que requièrent aujourd'hui la plupart des matériaux. Les principaux objectifs concernent la mise en évidence des mécanismes impliqués et le développement de procédés de traitement de surface en vue de conférer des fonctionnalités spécifiques (anticorrosion, ignifuge, antibactérienne, antifouling, de conductivité, décoration, isolante, biomédicale) à la surface de différents types de matériaux en utilisant trois familles de procédés :

Les procédés de traitement chimique de surfaces et/ou électrochimiques (sol/gel, chimisorption inhibiteurs de corrosion, cataphorèse, anaphorèse). Ces procédés sont appliqués à différents types de matériaux (métaux, biomatériaux, verre) avec pour buts principaux: l'anticorrosion, la biocompatibilisation, et l'amélioration de l'adhésion de revêtements à fonctionnalités. On peut citer une nouvelle génération de pigments inhibiteurs organiques à hétérocycles penta-atomiques, ou un traitement anaphorétique « One shot » anodisation et dépôt de peinture en matière d'anticorrosion (Projets Euraxles et Clean Sky du 7ième PCRDT).

Les procédés de traitement de surface par voie physique mettent en œuvre différentes technologies notamment les procédés de dépôts chimiques en phase vapeur assistés par plasma froid (PECVD) basse pression et atmosphérique de décharge et post décharge, flammage, procédé Electron Beam, ainsi que les procédés de dépôts physiques en phase vapeur assistés par Laser (PLD). Les recherches portent sur les procédés d'apprêtage de surface pour l'optimisation de l'adhérence de revêtements à fonctionnalité sur surface lisse (**Projets FUI Decouverre et Drawspeedglass**) et sur les procédés de dépôt en couches minces par plasma froid de revêtements multifonctionnels à partir de monomères organophosphorés, organofluorés, organosilicés et de biomolécules (Chitosan, tyrosine..) (Projet FUI Depoltex : captage de métaux lourds), la nitruration à basse température de l'acier au carbone pour

l'anticorrosion, nitruration assistée par un plasma radiofréquence d'azote ou N_2-H_2 , ou encore le greffage de groupements fonctionnels spécifiques par plasma froid basse pression, atmosphérique.

Le traitement de surface sur les biomatériaux continue à être développé en collaboration avec l'Université Lille 2, avec le support de la Fédération de Biomateriaux du Nord Pas de Calais avec les mêmes objectifs scientifiques qui sont : la conception, l'élaboration, la caractérisation, l'évaluation et la mise en œuvre de dispositifs médicaux fonctionnalisés implantables avec des activités biomédicales modulables et contrôlables.

Les procédés de polymérisation assistés par convection, et sous rayonnement (Infrarouge, UV et Electron Beam). Dans ce cadre, le groupe développe l'application de systèmes polymérisables sous rayonnement à une problématique de revêtement, ainsi qu'à la synthèse de nouveaux matériaux, associé à l'étude de la relation structure chimique-propriétés physico-chimiques des matériaux obtenus. Les systèmes étudiés concernent tout aussi bien la décoration organique sur verre que la modification de surface de thermoplastiques par bombardement électronique (Projet MatSIESA) pour l'industrie automobile.

Le procédé EB est également au cœur de l'étude des systèmes mixtes polymères-molécules à bas poids moléculaire: Il s'agit ici d'élaborer et caractériser des composants à base de polymères et de cristaux liquides de type Polymer Dispersed Liquid Crystals (PDLC) intéressants pour leurs nombreuses applications, notamment dans les domaines de vitrages électroactifs et des dispositifs d'affichage, qui tirent parti de leurs propriétés électro-optiques. Dans ce projet des collaborations existent avec Potsdam, Mainz, Tlemcen, Oran, Kyiv et Mins). Ce sujet bénéficie de la collaboration établie avec le Laboratoire de Recherche sur les Macromolécules (L.R.M) de l'Université de Tlemcen dans le cadre du LIA Mansoura, centrée sur une double approche expérimentale et théorique du comportement thermophysique de mélanges de réseaux interpénétrés de polymères et de solvants anisotropes (cristaux liquides) de bas poids moléculaire, associant les différentes techniques employées pour la détermination des paramètres régissant les interactions entre ces systèmes, et la modélisation des interactions en recourant aux théories tels que la théorie de diffusion de Fick, la méthode de détermination de Fedors pour déterminer les paramètres de solubilité des constituants et les différentes théories de l'élasticité caoutchoutique.

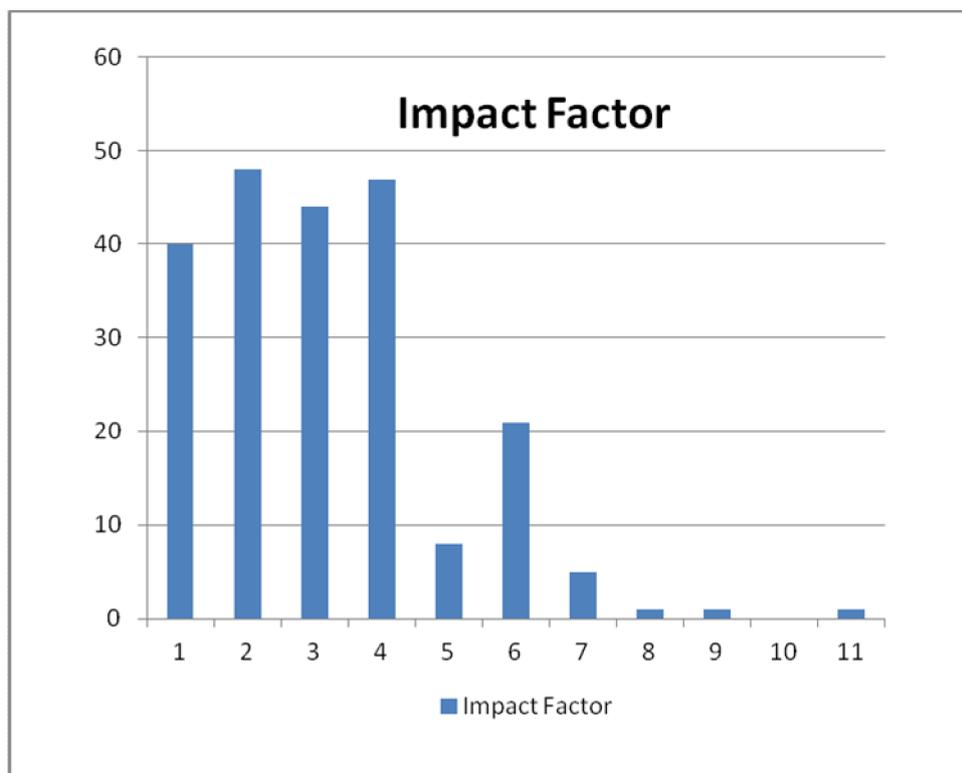
Production scientifique
 Bibliométrie

Nom (Fonction, Age)	Observations	h	ETPT Recherche h/m	ACL	IF moy	Conf.Int. Invité
M. Bacquet (PR 55 ans)		11	27	8	2.0	
F. Cazaux (MCF 52 ans)		6	27	5	4.9	
S. Degoutin (MCF 32 ans)		3	27	4	3.0	
D. Fournier (MCF, 35)		16	27	16	6,6	2
L. Janus (MCF 50 ans)		12	27	1	3.9	
J. Lyskawa (MCF, 37)		14	27	23	6,5	
A. Malfait (IGE, 29)			17	1	6,4	
B. Martel (PR, 48)		18	27	16	3.7	4
N. Tabary (MCF, 30)		4	17	7	3.5	
P. Woisel (PR, 42)		14	27	27	6,1	2
S. Barrau (MCF, 35)		12	27	4	6	
J.-M. Gloaguen (PR, 52)		13	27	21	3.6	
J.M. Lefebvre (DR-CNRS, 63)		22	54	26	3,6	3
A. Marin (AI CNR, 31)		so	so			
V. Miri (MCF, 44)		13	27	8	3,7	
R. Séguéla (DR-CNRS, 61)	Départ 31/12/10	26	24	9	3,4	
G. Stoclet (MCF, 30)		5	14	8	4,9	
P. Bachelet (IGE, 36)			6			
S. Bellayer (IGR, 35)		17	27	16	2,2	
S. Bourbigot (PR, 49)		40	27	67	2,3	31
M. Casetta (MCF, 39)		5	27	7	1,8	
S. Duquesne (PR, 38)		21	27	23	2	3
G. Fontaine (MCF, 42)		10	27	16	2,5	4
M. Jimenez (MCF, 32)		7	27	17	2,7	4
F. Samyn (MCF, 33)		8	14	3	2,2	
C. Jama (PR, 49)		20	27	24	3,4	
U. Maschke (DR-CNRS, 52)		12	54	45	0,9	5
M. Traisnel (PR, 65)		31	27	28	2,74	3

Bibliométrie des membres de l'équipe, période concernée janvier 2009-juin 2013

Support	Nombre
ACL	264
BRE	8
C-INV	36
C-Orale	220
C-AFF	191

Bibliométrie des membres de l'équipe, période concernée janvier 2009-juin 2013



Distribution des facteurs d'impact des ACL de l'équipe ISP. Période janvier 2009-Juin 2013. Pour des raisons de représentation a été omis de cet histogramme un article dans Progress In Polymer Science (IF=26,4).

ACL/an/ETPT recherche= 4.3, IF moyen = 2,3

Rayonnement et attractivité académiques

Collaborations SFP

U1008 INSERM de Lille 2, Nicolas Blanchemain : fonctionnalisation et tests biologiques sur biomatériaux
 IBMM Montpellier, Dr Laurent Leclerc : caractérisation de systèmes multicouches à base de polyélectrolytes
 INP-Pagora Université de Grenoble, Dr Julien Bras, fonctionnalisation de support cellulosique par cyclodextrines
 UCCS- Université d'Artois, Eric Monflier : polymère de cyclodextrine appliqué à la catalyse biphasique
 Institut Ronzoni, Milan, Dr Torri, RMN des polysaccharides
 Université de Greenwich, Dr Denis Douroumis, Stent vasculaire fonctionnalisé par la cyclodextrine
 Pr Graeme Cooke (Université de Glasgow, UK)
 Pr Vince Rotello (Université du Massachussets, USA)
 Pr Richard Hoogenboom (Université de Gand, Belgique)
 Dr Christophe Detrembleur (Université de Liège, Belgique)
 Dr Amitav Sanyal (Bogazici University-Istanbul, Turquie)
 Par ailleurs notre collègue David Fournier a été nommé Prof invité à l'Université de Gand

Collaborations MSMC

Institute of Condensed Matter and Nanoscience, Bio and Soft Matter, Prof C. Bailly, Prof. J. Devaux
 Univ Paris XII Thiais , ICMPE, UMR 7182, Systèmes Polymères complexes, Dr C. Lorthioir
 Univ Rouen, LECAP, Prof E. Dargent
 Laboratoire de Mécanique de Lille, UMR 8107, Prof. M. Nait-Abdelaziz, Prof. F. Zaïri
 Université de Mons (Belgique), Service des matériaux polymères et composites (SMPC), Pr P. Dubois, Dr J.-M. Raquez
 IEMN, Département Opto-Acousto-Electronique, Pr D. Remiens
 INRA Nantes, Biopolymères Interactions Assemblages, Dr D. Lourdin, Dr A. Buleon

Collaborations R₂Fire :

Prof. C. Bailly et Prof. J. Devaux, Univ Catholique de Louvain, Belgique
Dr. P. Ouagne, Polytech'Orléans, Laboratoire PRISME
Prof. Kandare, Composite Materials Group, School of Aerospace, Mechanical and Manufacturing Engineering, RMIT University, Bundoora East Campus, Bundoora, Melbourne, Australie
Prof. B. Kandola, Univ Bolton, UK
Prof. Ph. Dubois, Univ Mons, Belgique
Prof. S. Marais, Université de Rouen, Laboratoire, Polymères, Biopolymères, Surfaces, UMR 6270 CNRS & FR 3038 F-76821 Mont-Saint-Aignan, Cedex, France
Dr. D. Ruch, CRP Tudor, Luxembourg
Prof. S. Zhang, BUCT, Pékin, Chine
Prof. C. Jérôme, Univ Liège, Belgique
Prof. G. Camino, Politecnico di Torino, Turin, Italie
Prof. M. Delichatsios, FireSert, Univ Belfast
Prof. R. Hull, UCLAN, Preston, UK
Prof. J. Grunlan, TAMU, College Station, TX, USA
Dr. T. Kashiwagi, NIST, Gathersburg, MD, USA
Dr. A. Morgan, Univ Ohio, Dayton, OH, USA

Collaborations PSI

B. Hammouti, Laboratory of Applied Chemistry & Environment, Mohammed Premier University -Oujda- Morocco.
E. S. Puchi-cabrera, M. H. Staia, Université centrale de Caracas, Venezuela
C. Roos, M. Lebrini : IESG Cayenne (Antilles-Guyane), Cayenne
A. Benmoussa, Université de Tlemcem, Algérie.
O. Benali Université de Saïda, Algérie
J Levalois-Grützmaier, Department of Chemistry, Swiss Federal Institute of Technology, ETH Hönggerberg, Zürich, Switzerland
Dr Karine Anselme, Directeur de Recherche CNRS, Institut des sciences de Matériaux de Mulhouse, IS2M. Mulhouse
J. San Roman CSIC Madrid
Guy LOUARN, U.R. Biopolymères, Intéractions, Assemblages (BIA), Institut National de la Recherche Agronomique (INRA) - Centre de Nantes
Max-Planck Institute of Polymer Research, Physics department, MPI-P, Mainz, Allemagne Kaolian Koynov, Hans-Jürgen Butt, Hans-Wolfgang Spies
Université de Tlemcen, Faculté des Sciences, Laboratoire de Recherche sur les Macromolécules , Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohammed Boudiaf, Laboratoire de Chimie et d'Electrochimie des complexes métalliques (LCECM) Zoulikha Khoubra, Taleb Benabdallah
Université des Sciences et de la Technologie d'Oran - Mohammed Boudiaf, Laboratoire physico-chimie des matériaux - catalyse et environnement (LPCMCE) Zohra Boubarka, Nadjia Laouedj
Université de Djelfa, Laboratoire des dispositifs des micro-ondes et matériaux pour les énergies renouvelables, Mohammed Bouchakour, Yazid Derouiche, Farid Riah
National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus Valery Loiko, A.V. Konkolovich, A.A. Miscevich, V.Y. Zyranov
National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine Oleg Yaroshchuk
Miscevich, V.Y. Zyranov National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine Oleg Yaroshchuk

Participation à des réseaux scientifiques

B. Martel secrétaire du Réseau de recherche en cyclodextrines (RRCD), société "savante" réunissant des chercheurs francophones dans le domaine des cyclodextrines. Gestion du site web : <http://www.clubcyclodextrines.fr/>

P. Woisel Président de la Section Nord Pas de Calais du GFP, Membre du CA du GFP, Membre suppléant de la CNU 33, Membre du CS de l'ENSCL, Membre comité de sélection pour l'ANR (SIMI8)

S. Duquesne responsable auprès de la Société Française de Génie des Procédés du groupe de travail intitulé "Cycle de Vie et Recyclage des Matériaux"

M. Traisnel Président de l'Union de Génie des Procédés et de l'Énergétique du Nord Pas de Calais (UGéPE),

J.M. Lefebvre coordonnateur du projet phare "Chimie et Matériaux pour le Développement durable" du CPER 2007-2013

Activités éditoriales et Ouvrages

Bourbigot Membre du comité éditorial et scientifique de trois journaux internationaux (nomination en 2005, 2006 et 2007 respectivement) : 'Fire and Materials' et 'Polymer for Advanced Technologies' édités par Wiley Interscience, et 'Journal of Fire Sciences' édité par Sage, Editeur thématique ("Protective Fibers and Fabrics") du journal « Journal of Engineered Fibers and Fabrics (JEFF) » qui a été lancé en 2006

Prix et distinctions

B. Martel Prix GFP-PME-Oséo 2009 : transfert de technologie avec la société Laboratoires Pérouse

Attractivité nationale et internationale

Organisation de manifestations scientifiques

Globalement, l'équipe ISP est fortement impliquée dans l'animation scientifique nationale et internationale de la communauté, comme l'illustre l'organisation de conférences et colloques durant la période de référence (e.g. JEPO 39, SFGP 2011, FRPM 13, GFP-BPG 2013).

Participation à des expertises

S. Bourbigot

Membre de la commission scientifique SEN-1 (sciences exactes et naturelles) Fédération Nationale de la Recherche Scientifique (FNRS) de Belgique 2013-2016, Membre du Comité d'orientation stratégique (COS) de l'institut des matériaux de Mons (UMons, Belgique) 2013-2017

Expert AERES Centre des Matériaux de Grande Diffusion (CMDG) de l'Ecole des Mines d'Alès et LITMAB de l'université de Bretagne Sud

Expert ANRT (dossiers CIFRE)

J.M. Lefebvre

Expert Matériaux PHC Volubilis 2009-2013

Expert Matériaux Région Rhône-Alpes Cluster MACODEV, puis ARC Energie

Expert Défi Mano CNRS 2013

Expert ANRT (dossiers CIFRE)

Expert AERES

Projets Européen et ANR

Contrats INTERREG et 7^{ème} PCRDT (Euraxles, Deroca, Phoenix)

Contrats ANR (Electrotunepoly, Strapa, Archiflamme, Hypopotaam, Archy, Matabio, Maban)

Interactions avec l'environnement social, économique et culturel

Nombreux contrats FUI dans le cadre des pôles de compétitivité MAUD, UPTEx et i-Trans

Nombreux contrats industriels

Équipe ISP Membre fondateur de l'IEDD IFMAS SAS (Institut Français des Matériaux Agrosourcés)

S. Bourbigot Membre du Comité d'orientation stratégique (COS) de l'IEDD IFMAS SAS

JM Lefebvre Membre du COS de l'IEDD IFMAS SAS

3. Implication de l'équipe dans la formation par la recherche

Implication des membres de l'équipe dans les formations de l'Univ. Lille1, Polytech'Lille et ENSCL.

- M. Bacquet créatrice et responsable du Master ISP (Ingénierie des Systèmes Polymères)
- L. Sarraf créatrice et responsable de la licence pro Plasturgie et Matériaux Composites
- B. Martel responsable d'UE dans le Master Biologie-Santé, parcours Biomatériaux, cohabilité avec Univ. Lille2.
- M. Traisnel, Créateur et responsable de la licence pro « Procédés de Traitements de Surface et Formulation de Revêtements Fonctionnels »

Accompagnement et encadrement des étudiants ;

Pendant la période de référence, 25 thèses ont été soutenues (durée moyenne de 3 ans et 5 mois), actuellement il y a 31 thèses en cours.

4. Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat

Ces perspectives s'articulent sur les inflexions thématiques récentes exprimées dans le bilan des groupes. Elles se déclinent globalement selon plusieurs composantes:

- *au plan des objets d'étude, le champ des matériaux biosourcés* présente des opportunités nouvelles, amorcées dans le cas du PLA, d'une part en termes de procédé d'extrusion réactive novateur et de formulation de systèmes intumescents (R₂Fire), d'autre part pour l'intérêt que présentent ces systèmes à base PLA en matière de complexité des mécanismes élémentaires de plasticité (MSMC). De plus, l'équipe ISP s'est significativement investie dans la définition et la mise en place des projets de recherche de l'Institut Français des Matériaux Agrosourcés, IFMAS SAS, dont l'objectif est de développer des matériaux polymères et peintures sur base d'amidon et ses dérivés. L'équipe est présente dans les trois grands programmes i) évaluation et optimisation des polymères naturels, ii) modification chimique et/ou obtention de nouveaux polymères par polymérisation de nouveaux synthons, iii) transformation et optimisation de propriétés fonctionnelles. Plusieurs thèses et projets post-doctoraux sont d'ores et déjà programmés jusqu'à l'horizon 2018 sous encadrement de chercheurs de l'équipe ISP.

- *au plan d'une démarche de développement durable, dans une approche du recyclage des déchets polymères*, incluant l'optimisation de la valorisation énergétique, domaine pour lequel nous disposons des compétences scientifiques et méthodologiques appropriées (R₂Fire), - *dans l'objectif de développer des procédés propres et sûrs de modification de surface* par des techniques de plasma froid atmosphérique et laser, permettant d'opérer sans solvant, en ligne et avec peu d'énergie. De même, nous orientons nos recherches vers le développement de revêtements utilisant les polymérisations assistées (IR, UV, Electron Beam) qui permettent la limitation du solvant, un rendement et une vitesse de ligne optimum (PSI).

- *en matière de conception de systèmes multifonctionnels*, les enjeux s'expriment dans la **démarche amont d'ingénierie macromoléculaire et supramoléculaire** pour la conception de plateformes moléculaires multi-stimulables qui miment les systèmes biologiques. Dans ce cadre, nous focaliserons notre attention sur des assemblages macromoléculaires capables d'être stimulés de manière orchestrée en milieux aqueux. Nous tirerons parti d'architectures à liaisons covalentes réversibles, pour le **design de nouveaux biomatériaux "intelligents"** (SPF), et la **capacité de modulation des propriétés mécaniques (MSMC)**. Par ailleurs, un autre objectif prioritaire est la conception de systèmes polymères électroactifs, incluant des hybrides polymères-céramiques, avec dans ce dernier cas des verrous à lever en matière de maîtrise de la nanostructure (MSMC).

Transversalement à l'équipe, les objectifs de développements méthodologiques en matière de caractérisation *in-situ* ou *operando* sont primordiaux, pour une meilleure appréhension des phénomènes physico-chimiques à l'œuvre (ignifugation, modification de surface), ou dans l'analyse par SAXS, WAXS sous rayonnement synchrotron en étirement (transformations structurales, séquences des mécanismes élémentaires de déformation).

En matière **d'équipements spécifiques**, le potentiel de développements originaux s'appuyant sur les récentes acquisitions dans le cadre du CPER-PO est loin d'avoir atteint son niveau de maturité, s'agissant de l'électron-beam dédié à la photoréticulation et/ou à l'activation de surface, ou de l'équipement de biétirage planaire dédié à l'étude des propriétés multi-fonctionnelles des films polymères thermoplastiques. En outre les développements techniques en interne dans le domaine des biomatériaux sont envisagés sous trois volets: i) La mise en place en cours d'un laboratoire entièrement dédié à la fonctionnalisation de textiles, équipé pour le traitement d'échantillons de petit

format, de format A4, et d'une ligne continue permettant le traitement de rouleaux de textiles de 50 cm de large, et qui permettra la réalisation d'études jusqu'à l'échelle préindustrielle. ii) La conception d'un nouvel équipement pour l'électrospinning dans le cadre du lancement du projet émergent sur l'élaboration de textiles à base de nanofibres destinés à des applications en libération contrôlée de principes actifs pharmaceutiques, à l'ingénierie tissulaire, et à la filtration de l'air et de l'eau. iii) Le développement de la technique *layer-by-layer* pour la fonctionnalisation de supports à usage biomédical (stents, textiles, céramiques) en vue d'améliorer leur intégration dans le milieu vivant, et de leur apporter de nouvelles propriétés thérapeutiques via le contrôle de l'adhésion cellulaire, le contrôle de la prolifération cellulaire, la réduction de l'inflammation, la libération de principes actifs anti prolifération des cellules cancéreuses, d'antimicrobiens, d'antalgiques etc.

Un regard sur l'interdisciplinarité interne à l'équipe révèle des synergies intéressantes dans le design des biomatériaux (SPF, PSI), ou le domaine émergent de l'impact de modifications de l'architecture macromoléculaire sur la réponse mécanique (SPF, MSMC) et laisse augurer de nouveaux développements, en particulier dans les systèmes hybrides.

Enfin, plus globalement, d'un point de vue organisationnel, la réflexion menée au sein du groupe « Phénomènes aux surfaces et interfaces » (PSI), qui a pour mission la fonctionnalisation des matériaux au sein de l'UMET, nous conduit à envisager son évolution en équipe autonome et transversale à l'UMET, distincte de l'équipe ISP, et de nature à contribuer à l'intégration de l'équipe de recherche "Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux" (UR INRA).



Processus aux Interfaces et Hygiènes des Matériaux (PIHM)



Section des unités de recherche

Nom de l'équipe : Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux
Acronyme : PIHM
Nom du responsable pour le contrat en cours : Christine Faille
Nom du responsable pour le contrat à venir : Christine Faille

Type de demande :

Renouvellement à l'identique

Restructuration

Création ex nihilo

1. Présentation de l'équipe PIHM

Historique

L'équipe INRA, UR638, qui s'intitulait « Laboratoire de Génie des Procédés et Technologie Alimentaire » lors du précédent quadriennal a été rebaptisée « Processus aux interfaces et hygiène des matériaux » pour être en cohérence avec l'évolution des thématiques de recherches.

Localisation

L'unité INRA UR638 est située à Villeneuve d'Ascq sur le domaine du CERTIA, à quelques kilomètres du campus de Lille1.

Champ scientifique de l'unité.

L'unité focalise ses travaux sur l'étude des processus aux interfaces dans les environnements agro-industriels essentiellement. Deux axes forts sont développés :

- 1) la caractérisation des entités potentiellement encrassantes (aliments vs micro-organismes) et du rôle joué par les conditions rencontrées dans les Industries Agricoles Alimentaires (IAA) sur leur structure et leur aptitude à contaminer les surfaces
- 2) la compréhension de la dynamique des interfaces dans les IAA et le rôle des propriétés des matériaux récepteurs sur ces interfaces

Nos activités sont en cohérence avec les schémas stratégiques des départements de tutelles : le département « pilote » CEPIA (Caractérisation et élaboration des produits issus de l'agriculture) et le département MICA (Microbiologie et chaîne alimentaire). Elles sont en cohérence avec les champs thématiques proposés par les départements, plus précisément :

- le champ thématique 1 du département CEPIA « Caractériser et modéliser les structures et les dynamiques des matières premières et des produits transformés »
- le champ thématique 3 du département MICA « Caractérisation des écosystèmes caractérisation, analyse fonctionnelle et maîtrise (microbiote, écologie, aliments, digesteurs, modélisation) »

Politique scientifique

Missions

Les missions qui ont été confiées sont les suivantes :

1/ Renforcer l'excellence scientifique dans le domaine du génie de l'hygiène (mécanismes aux interfaces) et recentrer les travaux de l'unité sur cette thématique : améliorer le nombre et qualité des publications, HDR, renforcer le partenariat européen et industriel

2/ Intégrer PIHM dans le dispositif universitaire lillois dans le cadre de la formation d'une UMR avec l'UMET

Objectifs scientifiques

Développer une approche multi-échelle pour la compréhension des phénomènes aux interfaces

Identifier les conditions environnementales (notamment procédés IAA...) favorables à la formation de structures encrassantes et à la formation / l'élimination des dépôts

Identifier les propriétés des matériaux affectant la formation / l'élimination des dépôts

Modéliser les dynamiques de formation et d'élimination des dépôts.

Stratégie de l'équipe de recherche pour le contrat en cours

Une seule équipe pluridisciplinaire

Compréhension des mécanismes (jusqu'à l'échelle moléculaire) dans le cadre d'une recherche finalisée (IAA)

Engager un partenariat pérenne avec l'UMET sur des questions de recherche communes, tout en maintenant le partenariat existant régional (Universités de Lille1 et de Valenciennes, CNRS, INSERM, ANSES)

Être reconnu comme acteur majeur dans l'hygiène des surfaces tant au niveau académique (Europe) qu'au niveau des utilisateurs de ces travaux (industrie)

Structuration

Nom/Fonction	HDR	PES	Groupe	Thème
C. ANDRE	En cours	Non		Aliments
T. BENEZECH (DR)	Oui	Non		Biofilms
P. BLANPAIN-AVET (CR)	Non	Non		Aliments
G. DELAPLACE (CR)	Oui	Non		Aliments
C. FAILLE (DR)	Oui	Non		Biofilms

Tableau: informations concernant les chercheurs et enseignants chercheurs permanents de l'équipe PIHM.

Évolution des effectifs

Entre 2008 et 2013, PIHM a connu le départ de 2 chercheurs et de 8 ingénieurs techniciens et administratifs (mutations, départs en retraite). Aujourd'hui, l'équipe est composée de 1 enseignant-chercheur, 4 chercheurs, 8 techniciens, 3 ingénieurs et autres personnels, 3 post-docs et doctorants. Cette réduction d'effectifs a permis de recentrer l'activité de l'unité autour du projet scientifique sur la dynamique aux interfaces.

Évolution des moyens

Au cours du quinquennal, le budget annuel de l'unité était compris entre 200 k€ et 400 k€. Le financement repose essentiellement sur des aides financières provenant de l'INRA (31%), des industriels (27%) et de l'ANR (21%). D'autres financements publics, région NPdC (FEDER, 13%) et Europe (PCRD, 8%) ont aussi, dans une moindre mesure, contribué à l'avancement des recherches menées à PIHM. L'analyse du budget par année met en évidence une relative stabilité (en %) de la part de la tutelle et des industriels, même si cette stabilité apparente masque la réduction par exemple des aides de l'INRA calculées à partir des effectifs de catégorie A. En revanche, nous pouvons noter la variabilité en pourcentage des fonds provenant de l'ANR, de l'EUROPE et de la région.

Organisation de la vie de l'équipe

L'animation de l'unité est organisée autour de conseils de service, de réunions scientifiques et de réunions d'information et de discussion sur les sujets nécessaires à la bonne marche de l'unité.

Il s'agit d'abord des conseils de service mensuels (totalité du personnel) où sont abordées et discutées les questions budgétaires, scientifiques et de stratégie, et les actions transversales en cours et à venir. Des réunions spécifiques qualité et hygiène-sécurité (bilans annuels et sur actions spécifiques) sont aussi organisées régulièrement pour l'ensemble du personnel.

L'animation scientifique repose sur l'organisation de réunions d'équipe hebdomadaires où sont présentés et discutés les résultats et les projets, les choix scientifiques et de gestion..., et sur des réunions bimensuelles des

responsables de thématiques. Dès que nécessaire (doctorant, soutenance de thèse et de master...), des réunions plénières sont organisées avec présentation des résultats sur un projet donné.

Enfin, aucune clé de répartition du budget n'a été mise en place car la répartition se fait naturellement selon les besoins et les ressources des différentes thématiques. Par ailleurs, les frais de fonctionnement liés aux infrastructures (chauffage, électricité, eau...) pénalisent de plus en plus l'unité en limitant sa marge de manœuvre financière et les investissements d'opportunité.

2. Réalisations

1) La caractérisation des entités potentiellement encrassantes (aliments vs micro-organismes) et du rôle joué par les conditions rencontrées dans les IAA sur leur structure et leur aptitude à contaminer les surfaces.

1-a : Les protéines laitières (ARCIR, ANR Globule)

L'encrassement laitier a fait l'objet de travaux particulièrement nombreux des années 70 à 90 à l'INRA et en Europe comme au sein des universités de Lünd, Cambridge ou Birmingham et au Nizo. Ainsi, le rôle prépondérant de la β -lactoglobuline (β -Lg) a été bien établi dans l'encrassement des surfaces chauffées dans une plage de température de 75-110°C. Cependant, le rôle de la protéine dénaturée (β -Lg dépliée) et agrégée sur le développement du dépôt encrassant reste à élucider.

1-a-1 : Identification de l'espèce protéique précurseur du dépôt. Modélisation de la distribution des espèces protéiques dans les échangeurs via des approches de génie de la réaction

Nous avons ainsi étudié par micro-spectroscopie Raman le type de structure moléculaire (i.e. β -Lg native, dépliée ou agrégée) qui était présent à l'interface *dépôt - surface acier inoxydable* [33]. Il ressort que l'état de la protéine n'est pas dénaturé dans la totalité de l'épaisseur du dépôt protéique tandis que l'analyse des agrégats de β -Lg dans la région de la bande amide I (1500-1800 cm^{-1}) à température ambiante révèle des changements structuraux irréversibles. Ceci suggère que l'état dit 'molten globule', pour lequel la structure secondaire complète est intacte, est à l'origine de l'encrassement et que les agrégats ne sont pas la cause de la formation du dépôt protéique.

Par ailleurs ce résultat qui suggère que la concentration en espèce dépliée contrôle la distribution des dépôts a été aussi confirmé par les approches de modélisation [50]. En effet, nous avons bâti un modèle 2D pour visualiser l'apparition et disparition des espèces protéiques au sein de notre échangeur à plaques en supposant que le schéma réactionnel de la dénaturation de la β -Lg pouvait se résumer à deux réactions consécutives de dépliement-agrégation [29]. Nous avons ensuite déterminé les constantes réactionnelles (ordre de réaction, énergie d'activation, facteur de fréquence) et appliqué le profil de température subi par le produit lors de son passage dans l'échangeur de chaleur à plaques pour simuler la distribution spatiale des espèces protéiques. Ceci nous a permis d'établir qu'il existait une corrélation étroite entre le profil de distribution des masses de dépôt collectées dans les canaux des échangeurs à plaques et le profil de distribution de l'espèce dépliée [57, communication 17]. Ceci prouve la nécessité d'intégrer dans nos approches de modélisation le couplage entre réaction chimique / transfert de chaleur / transfert de quantité de mouvement. En termes de modélisation, nous travaillons parallèlement sur des simulations 3D moins simplistes de nos dynamiques d'encrassement qui intègrent les hétérogénéités de température au sein des canaux [58].

1-a-2 : Rôle de l'élément calcium dans le développement du dépôt. Influence du calcium dans les cinétiques de dénaturation

Par les études cinétiques, nous avons établi que la teneur en calcium de la solution protéique influençait fortement les valeurs des constantes réactionnelles de dépliement et d'agrégation de la β -Lg [29]. La micro-spectroscopie Raman, a également confirmé que l'ion calcium amplifie le phénomène de passage à l'état 'molten globule', et est donc responsable d'une température de dénaturation plus faible [52].

L'étude XPS a permis de constater que les couches successives de dépôts protéiques se structurent différemment selon la présence ou non de l'élément calcium, expliquant par la même que la cinétique de déposition en présence de cet élément soit radicalement différente dans les échangeurs à plaques [Affiche 6]. Pour les conditions opératoires testées (faibles quantités de phosphate) il a été observé que le calcium qui est détecté sous forme de carbonate de calcium (XPS) se présente dans un état amorphe (absence de signature cristalline en DRX), ce qui nous a permis d'exclure que (dans nos conditions opératoires) la dynamique de formation de dépôt était initiée par un processus de cristallisation et que les carbonates de calcium étaient stabilisées par les protéines [46].

Enfin, nous avons mis en évidence que les conditions de réhydratation usuelles (par exemple 2H à 40°C) modifient les cinétiques de dénaturation (dépendance en température de la fréquence de la bande amide I), avec des échanges isotopiques amplifiés correspondant à la transformation de l'état natif vers l'état 'molten globule' [52]. Ainsi, selon les conditions de réhydratation et la présence de certains minéraux, la conformation « molten globule », précurseur de l'encrassement [52] se trouve modifiée.

1-b : Les micro-organismes

Les spores et les biofilms de *Bacillus* sont des formes bactériennes très adhérentes qui posent des problèmes d'hygiène dans les IAA. Beaucoup d'espèces de *Bacillus* sont de plus responsables d'intoxications alimentaires, ce qui fait que leur maîtrise dans les chaînes de transformation est cruciale. Afin de comprendre les raisons qui font de ces organismes des contaminants des surfaces, nous nous sommes intéressés aux propriétés de surface et d'adhésion des spores produites et conservées en conditions optimales ou dans des conditions proches de celles rencontrées dans les IAA. Nous avons aussi analysé les biofilms mono-espèce et mixtes de ces bactéries.

1-b-1 : Les spores de Bacillus (PNRA « InterSpore » ; collaboration non contractualisée)

Ces travaux ont été réalisés sur des souches appartenant principalement au groupe *B. cereus* mais aussi à des espèces plus éloignées telles que *B. subtilis* ou *B. pumilus*.

i) Caractérisation des propriétés de surface des spores et de leur aptitude à adhérer : Nous avons analysé dans un premier temps les propriétés de surface et d'adhésion de spores appartenant à différentes espèces de *Bacillus*, entourées ou non d'un exosporium [18]. La présence de cet exosporium, mais aussi la présence d'appendices et le caractère hydrophobe sont favorables à l'adhésion des spores aux matériaux. Parmi les résultats les plus originaux, nous avons montré que les spores de la souche *B. subtilis* 98/7 sont entourées d'une couche de polymères, essentiellement composée de protéines et glucides. Cette couche superficielle est responsable des propriétés particulières de cette souche, physico-chimiques et d'interaction avec les matériaux [53].

Dans le cadre de cette étude, une collaboration avec l'équipe de Yann Guerardel de l'UGSF (UMR8576) a permis d'identifier les résidus glycaniques majeurs de surface des spores de nombreuses souches appartenant à l'espèce *Bacillus*, tels que le rhamnose ou le 3-O-méthyl-rhamnose [18]. De nombreux travaux avaient déjà été rapportés sur la glycosylation de BclA, glycoprotéine majeure de l'exosporium de *B. anthracis*, mais très peu de résultats concernaient *B. cereus*. Grâce à différents mutants délétés (voire reconstitués) en *bclA* et/ou *exsH* (gène d'une autre glycoprotéine superficielle) produits au laboratoire PIHM, une glycosylation originale et spécifique de BclA a été mise en évidence avec notamment la présence de 2,4-O-diméthyl-rhamnose and 2-O-méthyl-rhamnose [27]. Un panel de mutants a alors été construit à PIHM sur les différents domaines de BclA à partir des souches délétées en *bclA* et en *bclA+exsH*: le domaine C-terminal (CT) et le domaine « collagen-like » (CLR), domaine connu pour être majoritairement glycosylé chez *B. anthracis*. L'analyse de ce panel a montré que la glycosylation du CLR est proche de celle rapportée chez *B. anthracis* (oligosaccharides de structure voisine) [27, 54]. En revanche, le domaine CT porte des oligosaccharides constitués de résidus plus originaux ainsi qu'un polysaccharide de structure complexe et originale, en cours d'identification par l'équipe de Y. Guerardel [27, 54]. Des mutants devraient être produits pour identifier le rôle de ces fractions saccharidiques sur les propriétés des spores.

ii) Rôle des conditions environnementales sur les propriétés et l'adhésion des spores de *B. cereus* : Les propriétés des spores sont le plus souvent étudiées sur des spores produites en conditions optimales de laboratoire. A PIHM, nous avons déjà mis en évidence que les conditions de sporulation (température...) affectaient les propriétés des spores. Nous avons recherché si les conditions rencontrées dans les IAA affectaient aussi ces propriétés, et les conséquences pour les interactions spores/matériaux. Au cours d'une procédure de Nettoyage En Place (NEP), la présence de soude à température élevée endommage la brosse superficielle de l'exosporium mais aussi l'intégrité des tuniques plus profondes, qui se dissocient. Ces différents endommagements induisent une difficulté des spores traitées à germer et à se multiplier et une aptitude plus faible à contaminer les surfaces [19]. Ce dernier point nous a permis de comprendre pourquoi les procédures de NEP dans les IAA étaient efficaces en dépit d'une probabilité très élevée de re-déposition des spores au cours de ces procédures, estimée dans une boucle d'essai pilote [22].

Une approche similaire est appliquée actuellement à des spores de *B. subtilis* pour étudier le comportement de la couche muqueuse en conditions « réelles ».

1-b-2 : Les biofilms mono-espèce et mixtes de Bacillus (EUREKA « NETZYM » ; ARCir ; Pathogencombat ; SUSCLEAN ; collaborations non contractualisées)

Depuis quelques années, les biofilms sont suspectés jouer un rôle dans la contamination des aliments par *B. cereus*. Dans le cadre du contrat ARCir, nous avons vérifié que de nombreuses souches de *B. cereus* étaient capables de former des biofilms dans différentes conditions. La structure de ces biofilms, observée par différents outils microscopiques, notamment en confocal laser sur les souches GFP produites au laboratoire, ainsi que la production d'exopolymères, diffèrent selon les souches. Des taux de sporulation parfois très élevés (10-90%) ont aussi été relevés au sein de ces biofilms. Les mêmes phénomènes ont été observés dans des biofilms mixtes, formés d'une souche de *Bacillus* et d'une souche d'une espèce souvent isolée des surfaces des IAA (*Pseudomonas sp.*, *E. coli*...) [52], même si la sporulation est affectée positivement ou négativement selon les associations de souches. Ces travaux ont donc permis d'identifier les biofilms comme source probable de contamination des aliments dans les chaînes de transformation par les spores de *Bacillus*. Ces travaux sont poursuivis actuellement pour identifier les sucres présents dans les exopolymères, et caractériser les propriétés des spores produites au sein de ces biofilms.

Nous avons par ailleurs déterminé que l'aptitude à former des biofilms n'était pas liée au caractère hydrophile/hydrophobe des cellules de *B. cereus* [8]. En revanche, les conditions environnementales (milieu, hydrodynamique, associations de souches...) au cours de l'installation de biofilms bactériens (*Bacillus*, *Pseudomonas*, *Kocuria*...) affectent la structure du biofilm mais aussi sa résistance au décrochement lors de procédures de NEP. Nous avons par exemple mis en évidence qu'un biofilm produit en écoulement non établi en conditions laminaires, avec présence de zones de recirculation, était plus résistant aux opérations de NEP [56]. Ces travaux se poursuivent dans le cadre du projet Européen Susclean lors de l'étude de l'installation de biofilms bactériens (*Pseudomonas spp.*, *Escherichia coli*) dans les bacs de lavage de légumes (salade) en morceaux. Les premiers résultats confirment l'importance d'éléments géométriques sur le développement des biofilms.

2) La dynamique des interfaces dans les IAA, rôle des propriétés des matériaux récepteurs.

Si la dynamique de formation des dépôts dépend très largement des conditions de transformation, la dynamique d'élimination de dépôts organiques et/ou microbiens présents à la surface de matériaux dépend des conditions environnementales lors du nettoyage. L'identification et la modélisation des cinétiques dynamiques (approche cinétique par exemple) ont fait l'objet de nombreux travaux dans le domaine de l'encrassement, mais très peu de travaux s'intéressent au rôle du matériau dans ces processus ou au domaine du nettoyage. Pourtant l'étude des cinétiques d'élimination des microorganismes lors des opérations de nettoyage en IAA est incontournable pour ajuster les conditions de nettoyage -sans surconsommation en eau et énergie- et dimensionner les opérations ultérieures de désinfection.

2-a : Le rôle des propriétés de surface du substrat dans le développement du dépôt laitier. Visualisation des mécanismes de formation de dépôt laitier à l'interface

Des travaux menés en collaboration entre PIHM et UMET ont concerné l'étude de la formation des encrassements laitiers sur des aciers inoxydables de différents finis de surface et fonctionnalisés par différentes techniques (PECVD). Ces travaux ont mis en évidence le rôle de la topographie et de l'énergie de surface sur la cinétique de formation des dépôts protéiques. Nous avons mis en évidence qu'accroître l'angle de contact permettait de freiner la cinétique de déposition en termes de quantité massique à condition cependant de maîtriser simultanément la rugosité du revêtement fonctionnalisé déposé [com avec acte 15, 16].

Afin d'identifier les mécanismes physiques et chimiques impliqués dans le mécanisme de déposition et pouvoir élaborer des revêtements anti-encrassants de façon raisonnée, c'est-à-dire en relation avec la composition chimique de la solution encrassante, un ensemble de techniques microscopiques et spectroscopiques (ToF-SIMS, AFM, XPS) permettant une caractérisation multi-échelle des phénomènes à l'interface a été mobilisé. Les essais de spectrométrie de Masse d'Ions Secondaires à Temps de Vol (ToF-SIMS) ont permis de mettre en évidence que le dépôt de protéines précède la déposition d'éléments minéraux. Les essais (AFM et XPS) ont quant à eux permis de visualiser comment le carbonate de calcium se fait piéger par le joint de grains, contribuant ainsi à l'augmentation de la rugosité locale et l'accélération de la cinétique de déposition [46].

2-b : Les mécanismes d'élimination des structures encrassantes. Action chimique vs mécanique sur le décrochement des spores de Bacillus (PNRA « InterSpore » ; collaboration non contractualisée)

Afin d'identifier le rôle de l'action mécanique vs chimique sur le décrochement des spores adhérentes pendant une procédure de NEP, des coupons d'acier inoxydable contaminés par des spores de *B. cereus* ont été soumis

à un flux d'eau et à une gamme de contraintes en paroi. Afin d'observer des résultats interprétables, il a été nécessaire de concevoir des dispositifs permettant d'atteindre des contraintes élevées (>700 Pa) à des débits modérés. Sur de l'acier 316-2R, nous avons mis en évidence que les forces mécaniques seules étaient peu efficaces. En effet, à des contraintes en paroi proches de 100 Pa, moins de 5% des spores étaient décrochées, et 70% des spores adhérentes résistaient à une contrainte de l'ordre de 500 Pa, pour la plupart des souches. Ces résultats indiquent que les forces mécaniques seules sont peu efficaces pour décrocher des spores de *Bacillus*, même à des forces 100 fois supérieures aux conditions courantes en IAA. En revanche, en présence de soude, des contraintes de 4 Pa permettent de décrocher jusqu'à 99% des spores adhérentes [46].

2-c : Les mécanismes d'élimination des structures encrassantes. Modélisation via des approches cinétiques

En collaboration avec le GEPEA de St-Nazaire, nous avons confronté les résultats sur le décrochement de spores de *B. cereus* des surfaces d'équipements intégrés dans une ligne de transformation lors d'une procédure de NEP à différentes mesures physiques que sont les mesures de la contrainte locale de cisaillement en paroi (moyenne et fluctuations) et les champs de vitesse. Dans les zones où l'écoulement est perturbé, notamment dans les géométries couramment rencontrées en IAA (arrangement d'équipements, obstacles, changements de diamètre...), l'analyse des fluctuations de la contrainte pariétale permet de quantifier l'impact de ce phénomène sur l'arrachement/élimination de la contamination microbienne de surface: au-delà de 30% de fluctuation autour de la valeur moyenne, l'efficacité de l'arrachement est significativement améliorée même à faibles contraintes pariétales (<4 Pa) [10, 20]. Des travaux complémentaires en collaboration avec le CETIM ont permis d'identifier quels modèles numériques (logiciels commerciaux / open source) seraient plus pertinents pour prédire l'apparition des formes d'écoulement « efficaces » [13].

A PIHM nous nous attachons depuis ces dernières années à identifier et modéliser les cinétiques de décrochement de souillures microbiennes (spores/biofilms) en intégrant les rôles respectifs de l'action mécanique vs l'action chimique sur des matériaux classiquement rencontrés dans la conception des équipements agro-industriels (acier inoxydable austénitiques en fini 2B ou 2R) ou membranes céramiques (processus de filtration).

Ainsi, nous avons par exemple étudié le nettoyage d'une membrane céramique de microfiltration (MF) encrassée par des spores de *B. cereus* et mis en évidence que propriétés hydraulique et microbiologique étaient liées [9]. Un modèle cinétique de décrochement (réaction d'ordre 1) prédit de façon satisfaisante la variation avec le temps de la population résiduelle de spores adhérentes. En utilisant la même approche, pour une membrane céramique de MF colmatée par des protéines de lactosérum, les corrélations existantes entre la propriété hydraulique et chimique ont été déterminées [10]; il apparaît que la récupération du flux est insuffisante à indiquer précisément la propriété chimique. Un autre aspect abordé concernait l'adhésion des micro-organismes à la surface membranaire qui est une première étape importante et critique dans l'encrassement par les biofilms. Nous avons pu par exemple identifier l'importance de la structure des microorganismes (présence d'exospores de spores de *Bacillus cereus*) sur le colmatage [24].

Pour ce qui concerne les équipements d'acier inoxydable, les cinétiques de décrochement de biofilms mono-espèce de *Pseudomonas fluorescens* ou *B. cereus* (thèse de Yahaya Sylla) se traduisent par la somme de deux cinétiques d'ordre 1 correspondant au décrochement rapide des cellules en amas vs le décrochement très lent (voire nul) des cellules isolées directement en contact avec les surfaces [61]. Il en est de même pour la fraction sporulée des biofilms à *Bacillus*. La contamination résiduelle est potentiellement conséquente et très résistante : l'augmentation de la durée de nettoyage nécessaire à une élimination complète conduirait à des conditions inenvisageables dans l'industrie. Les travaux se poursuivent dans le cadre du projet Européen Susclean avec à la fois des approches préventives (surfaces modifiées, nouvelles géométries) et curatives (nouvelles procédures de nettoyage).

2-d : Procédures de nettoyage innovantes

Dans une démarche de réduction des impacts environnementaux des IAA, notamment des opérations de nettoyage, il est désormais nécessaire de développer des approches originales, en rupture avec les pratiques traditionnelles. Dans ce cadre, deux voies de recherche ont été explorées à PIHM : 1) l'utilisation des activités enzymatiques pour réduire les coûts énergétiques et limiter les rejets chimiques ; 2) l'amplification de l'action mécanique liée à l'écoulement des détergents dont on a démontré la faible efficacité dans les procédures classiques.

i) Le nettoyage enzymatique des biofilms. En collaboration avec la société REALCO qui produit des détergents enzymatiques, nous avons montré aux échelles laboratoire à pilote que certaines activités enzymatiques enlèvent efficacement les biofilms tels que ceux rencontrés dans les IAA mais que l'efficacité du décrochement dépend de la

souche et des conditions de production du biofilm [23]. Ces travaux ont permis de mettre au point un cocktail enzymatique qui a fait depuis ses preuves dans les IAA [brevet européen n°OP/09290293 (société REALCO / INRA)].

ii) 2-d-2 : Le nettoyage des équipements par débits pulsés. La génération artificielle d'instationnarités par des pulsations créées par une électrovanne (échelle pilote) permet une déstabilisation de l'écoulement induisant des « macros » fluctuations des forces exercées par le fluide en paroi. Aux mêmes contraintes pariétales moyennes, un décrochement significativement plus efficace de spores de *Bacillus cereus* adhérentes ainsi qu'une modification de la forme des cinétiques d'élimination est observée dans des conduites droites [11, 12]. Il est ainsi possible de conserver l'efficacité du nettoyage avec des contraintes pariétales moyennes environ 2 fois plus faibles et envisager de réduire les coûts énergétiques par la réduction des puissances de pompage.

2-f : Développement de capteurs destinés à caractériser l'adhésion

La caractérisation ultrasonore des forces d'adhésion des dépôts au regard des barèmes thermiques appliqués a été réalisée. Ceci pour nous permettre de procéder à une réingénierie des barèmes thermiques de stabilisation de façon raisonnée.

La thèse de N. Collier cofinancée CEPIA/REGION (démarrage Nov. 2010) a permis de mettre au point un outil de caractérisation ultrasonore des forces d'adhésion de fluides alimentaires sur des parois. Un dispositif ultrasonore (et ses conditions d'utilisation) pour parvenir à mesurer l'adhésion a déjà été validé sur des échantillons modèles : solide/solide et fluide /solide. Les échantillons solide/solide sont des surfaces en PDMS où la qualité d'adhésion a été modifiée par fonctionnalisation de surface. Les échantillons liquide/solide sont des substrats en verre ou en acier sur lequel des solutions de glucose de différentes viscosités ont été déposées. Le dispositif ultrasonore consiste à suivre l'amplitude de l'onde réfléchi à l'interface et de la normer par l'amplitude de l'onde incidente pour obtenir un coefficient de réflexion entre 0 et 1. D'autres paramètres classiquement utilisés pour rendre compte de l'adhésion ont été utilisés pour valider le dispositif (viscosité newtonienne, force d'arrachement). Lors de la 3^{ème} année, ce dispositif a été utilisé pour évaluer l'adhésion de dépôts laitiers collectés sur des aciers ayant différentes propriétés de surface (angle contact à l'eau entre 60° et 120° et rugosité contrôlée). La classification de l'adhésion obtenue par la méthode ultrasonore est en accord avec les résultats attendus. L'adhésion diminue quand l'angle de contact à l'eau augmente. Des validations supplémentaires sont en cours et la valorisations de ces travaux a démarrée [59 ;60 ; com avec acte 21, 22].

3) Autres actions de recherche; application de l'analyse dimensionnelle à la modélisation des processus de transformation

La conduite d'essais sur maquette à l'échelle pilote ou laboratoire nous amène régulièrement à décrire les transferts via l'analyse dimensionnelle. Cette expertise en modélisation des transferts et en particulier sur les procédés de mélange a permis de collaborer avec un partenariat très varié (Agrosup Montpellier, Agrocampus Rennes, AgroParisTech, École des mines d'Albi, ENSIACET, GEPEA, LRGP, PROBIOGEM...) et conduit à une valorisation sous forme de nombreuses publications [3, 15, 21, 25, 30-31, 34-36, 38-40, 47, 48, 50, 51, 61] au cours de la période. Trois ouvrages de synthèse sur le sujet sont aussi été écrits dont 2 publiés (voir annexes).

Production scientifique

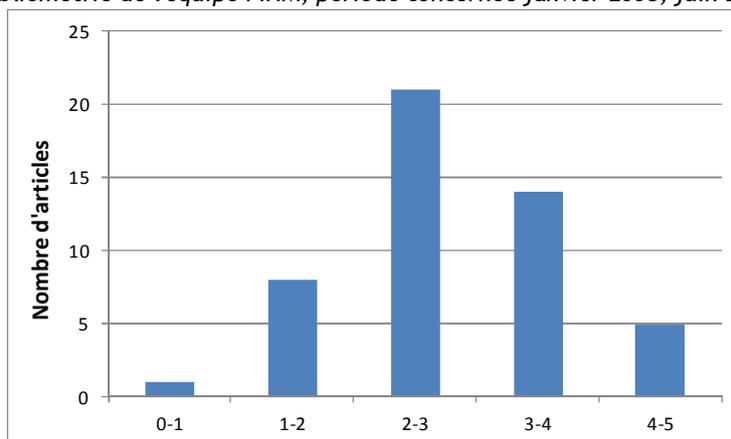
Au cours du quinquennal, l'unité a publié 50 articles dans des revues référencées dans le WOS. De plus, 5 autres sont soumis et 7 en préparation. Comme en témoignent les revues dans lesquelles les résultats de PIHM sont publiés (29 revues), les domaines de publication (WOS) relèvent essentiellement de l'ingénierie chimique, les sciences et technologie alimentaires, la biotechnologie et la microbiologie appliquée, et de la microbiologie. Cette diversité traduit la pluridisciplinarité des travaux, et les nombreuses collaborations ayant donné lieu à la rédaction d'articles. Les domaines « appliqués » mettent en évidence le caractère finalisé d'une partie importante de nos recherches. Le facteur d'impact de ces revues est de 2.4 en moyenne, contre 1.9 dans le précédent quadriennal, et la plupart des revues sont dans le quart supérieur du domaine d'activité concerné.

Nom (Fonction, Age)	Observations	h	ETPT Recherche h/m	ACL	IFmoy	Conf. Int. Invité
André (MC, 48)			0.3	10	2.4	0
Bénézech (DR, 53)		16	1	13	2.9	1
Blanpain-Avet (CR, 48)		9	1	4	2.7	0
Delaplace (CR, 42)		8	1	25	2.5	0
Faille (DR, 54)		17	1	16	3.1	0

Bibliométrie des membres de l'équipe PIHM, période concernée janvier 2008-juin 2013

Support	Nombre
ACL	50
BRE	3
C-INV	1
C-orale	43
C-AFF	38
DO	1
OS	3
PV	8

Bibliométrie de l'équipe PIHM, période concernée janvier 2008, juin 2013



Distribution des facteurs d'impact des ACL de l'équipe PIHM. Période janvier 2008-Juin 2013

ACL/an/ETPT recherche= 2.1

IF moyen = 2.76

IF moyen de la discipline

- Engineering, chemical 1.096
- Food science & Technology 1.207
- Biotechnology & Applied microbiology 2.140

Rayonnement et attractivité académiques

Principales collaborations

LILLE

BOUKHERROUB Rabah : Institut de Recherche Interdisciplinaire (IRI, CNRS-USR 3078), Parc de la Haute Borne, 50 Avenue de Halley, BP 70478, 59658 Villeneuve d'Ascq

GUERARDEL Yann : Université de Lille1, UGSF (Unité de Glycobiologie Structurale et Fonctionnelle), CNRS UMR 8576, F-59650 Villeneuve d'Ascq Cedex, France



NIKOV Lordan : Laboratoire des Procédés Biologiques, Génie Enzymatique et Microbien (ProBioGEM), UPRES-EA 1026, 59000 Lille, France

SLOMIANNY Christian : INSERM, U1003 LPC (Laboratoire de Physiologie Cellulaire), Université de Lille1, F-59655 Villeneuve d'Ascq Cedex, France

INRA

CUQ Bernard, MOREL Marie-Hélène : U.M.R. 1208 IATE, Montpellier SupAgro, INRA, Université Montpellier 2, 34060 Montpellier cedex 1, France

LERECLUS Didier, RAMARAO Nalini, GOHAR Michel : INRA, UMR1319, F-78285 Guyancourt Cedex, France

AUTRES

BOURDIN Graziella : ANSES, Laboratoire de Sécurité Alimentaire, site de Boulogne sur mer, Unité microbiologie, Bassin Napoléon, Boulogne-sur-Mer, France

BERTHIAUX Henri : Université de Toulouse, centre RAPSODEE, école des Mines d'Albi-Carmaux, 81013 Albi, France

DUCEPT Fabrice : AgroParisTech, UMR1145 Ingénierie Procédés Aliments, 91300 Massy, France

JEANTET Romain, Schuck Pierre : Agrocampus Ouest, UMR 1253, STLO, F-35000 Rennes, France

LEGRAND Jack, BLEL Walid : Université de Nantes, CNRS, GEPEA, UMR 6144, CRTT, 37 boulevard de l'Université, BP 406, F-44602 Saint-Nazaire Cedex, France

LOUBIERE Karine : Université de Toulouse, ENSIACET, CNRS Laboratoire de Génie Chimique (LGC)

NONGAILLARD Bertrand, TOUBAL Malika, LEFEBVRE Fabrice, CALLENS Dorothée : UVHC, IEMN DOAE, U.M.R. CNRS 8520 59313 VALENCIENNES Cedex 9, France

PETIT Jeremy : Université de Lorraine, LIBio - Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules, 54518 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex, France

PIERRAT Daniel : Centre Technique des Industries Mécaniques, 74, Route Jonelière, 44000 Nantes, France

Participation à des réseaux scientifiques

Membre fondateur du réseau mixte technologiques (RMT) « Conception hygiénique des lignes et équipements et amélioration de la nettoyabilité » (CHLEAN)

Fondateur et membre de l'Union de Génie des Procédés et de l'Energétique du Nord-Pas-de-Calais (UGéPé)

Membre de sociétés européennes, américaines : European Hygienic Engineering & Design Group (EHEDG), American Society for Microbiology (ASM)

Membre de sociétés françaises : société française de génie de procédés (SFGP), société française de microbiologie (SFM)

Implication dans des projets nationaux et internationaux

Projets européens : animation d'un workpackage dans les programmes européens du FP6 : Pathogencombat (Bénézech) et ERA-NET (G. Delaplace), coordination du projet Susclean, KBBE 2011.2.3-01 (T. Bénézech)

Projets nationaux : participation au PNRA « Simpfri » (T. Bénézech), coordination du PNRA « InterSpore » (C. Faille), animation d'un work package de ALIA « Globule (G. Delaplace), coordination de 4 programmes de recherche collaboratifs avec le CNIEL et d'autres organismes de recherche (G. Delaplace)

Projets région Npdc : coordination de deux ARCir (C. Faille, G. Delaplace), coordination d'un projet DRAF (C. Faille)

Projet INRA : coordination d'un projet de prévalorisation Industrielle (PERE) ((G. Delaplace)

Organisation de manifestations scientifiques.

Congrès de la SFGP en 2012 à Lille

Participation à des expertises

2011 - Membre du comité AERES d'évaluation du Laboratoire Universitaire de Biodiversité et d'Écologie Microbienne (LUBEM, EA3882), Brest (Faille)

2011 - Membre du comité AERES d'évaluation du Laboratoire de Biotechnologie et Chimie Marines (LBCM), Lorient (Bénézech)

Partenariats avec des acteurs socio-économiques

10 contrats de recherche et contrats d'étude avec des partenaires industriels (G. Delaplace [6], T. Bénézech [4], C. Faille [2])

Membre du conseil d'administration de l'ADRIANOR et du groupe miroir EHEDG, membre du comité scientifique et technique du CTCPA (T. Bénézech)

Participation à la diffusion de la culture scientifique

7 articles dans des revues professionnelles ou techniques (C. Faille, G. Delaplace, T. Bénézech),

Participation à des salons (IPA, salon de l'agriculture), organisation de deux séminaires (C. Faille : 80 chercheurs, industriels et institutionnels; C. Faille : 35 industriels), d'un débat (T. Bénézech : Forum Innovation Recherches) et de formation pour les industriels (G. Delaplace)

Productions et réalisations avec des partenaires non-académiques

Membre fondateur du Réseau Mixte Technologique Chlean (T. Bénézech), animation d'un groupe de travail.

3 brevets (G. Delaplace [2], C. Faille [1])

Lauréat du prix spécial « Coup de cœur du jury » du Salon International du Process Alimentaire IPA 2010 de l'innovation pour le Mélangeur granulateur (TRIAXE®)

Lauréat du prix « Recherches et technologies » du Salon International du Process Alimentaire IPA 2010 pour le Détergent enzymatique BioRem (Société REALCO-INRA PIHM)

Lauréat du trophée de l'innovation du Carrefour des Fournisseurs de l'Industrie Agroalimentaire en « Qualité, hygiène et sécurité », CFIA 2009 pour le Détergent enzymatique BioRem (Société REALCO-INRA PIHM)

3. Implication de l'équipe dans la formation par la recherche

PIHM s'implique essentiellement dans la formation par la recherche, via l'accueil d'étudiant de master (9 masters 1 et 8 masters 2) et de doctorants (6 dont 2 codirigés). La participation aux enseignements de master reste ponctuelle. Pendant la période de référence, trois thèses ont été soutenues et deux sont en cours.

4. Stratégie et perspectives scientifiques pour le futur contrat

Analyse SWOT

L'analyse SWOT de l'unité nous permet de dégager une nouvelle stratégie scientifique et de proposer des perspectives au sein d'une nouvelle structure à l'université de Lille1. Les résultats de l'analyse sont présentés ci-dessous.

Points forts

Cette nouvelle structure pourra bénéficier des éléments suivants :

L'approche multi-échelle mise en œuvre pour la compréhension des phénomènes (nano-micro-macro)

La pluridisciplinarité au travers des parcours des chercheurs et ingénieurs impliqués

Une très bonne connaissance de la filière agroalimentaire (existant et verrous scientifiques et techniques concernant les aliments et leur transformation, les contaminants bactériens...), de la législation afférente et des spécificités du partenariat industriel concerné (aliments, équipements, matériaux)

Un partenariat très varié aussi bien scientifique (régional, national, européen) qu'industriel (groupes et PME)

Points faibles

Nos difficultés sont liées pour partie à notre situation géographique, si l'on considère les grands pôles de recherche de l'INRA, et pour partie à l'évolution de nos questions de recherche intégrant de plus en plus la science des matériaux. Nous pouvons résumer ainsi ces points faibles :

La taille et l'isolement de l'unité vis-à-vis de ses tutelles a amené les chercheurs, au cours du dernier quadriennal, à renforcer le partenariat avec l'université de Lille1, en particulier avec l'UMET (=> UMR)

Les questions de recherche proposées requièrent, pour être menées à bien, la conception et la réalisation de matériaux « à façon » : modification de surface; nanostructuration ; nanopattern (=> UMET)

Le manque d'outils et de compétence pour l'analyse des structures moléculaires aux interfaces.

Opportunités

L'intégration de l'équipe dans un pôle chimie du matériau reconnu nous paraît incontournable. Il s'agit d'amplifier le caractère fondamental des activités menées en partenariat avec l'UMET et d'acquérir une meilleure visibilité non seulement au sein de l'INRA mais encore vis-à-vis de nos concurrents/partenaires nationaux ou européens.

Menaces

La principale menace est liée à la stratégie immobilière de l'INRA. La vente du domaine sur lequel est situé le laboratoire PIHM est programmée, amenant l'INRA à envisager à moyen terme au repositionnement de l'équipe sur le campus universitaire. Cette démarche est en cohérence avec le projet scientifique soutenu par les départements INRA de tutelle. Le risque essentiel est de ne pas aboutir à un accord financier (INRA, Université, région....) permettant de retrouver sur le site de l'université des moyens (laboratoires) à la hauteur de nos ambitions.

Objectifs scientifiques

L'objectif scientifique de l'équipe est la compréhension de la dynamique de formation des structures encrassantes dans des environnements tels qu'agro-industriels (sans exclusivité) et de leurs interactions avec les matériaux en prenant en compte les phénomènes aux échelles nano, micro, macro métrique. Ainsi, le projet de l'équipe s'organise autour de plusieurs questions de recherche qui concernent les entités encrassantes et les matériaux récepteurs.

1/ Rôle des conditions rencontrées par les entités encrassantes (échelles nano- et micrométriques) sur leurs propriétés structurales et physico-chimiques et conséquences sur les dynamiques d'encrassement et d'évolution des dépôts

Rôle des conditions de transformation sur la dynamique d'évolution des structures protéiques et de leurs propriétés conduisant à la formation de dépôts (interactions fractions minérales et protéiques...)

Composition / propriétés de composés organiques de la paroi bactérienne ou des exopolymères des biofilms pouvant générer ou pas des interactions fortes avec les matériaux.

2/ Rôle des matériaux et de l'environnement (dont les écoulements) aux différentes étapes de formation du biofilm et de son élimination, pour la conception de matériaux hygiéniques.

Propriétés de surface des matériaux et leurs évolutions (conditionnement, vieillissement, stimulation). Conséquences sur la dynamique de structuration des dépôts, des forces d'interaction matériaux/dépôts et de leur élimination. Modélisation des phénomènes.

Quelles conditions environnementales (écoulements, physicochimie) affectent les étapes d'installation de biofilms bactériens et son élimination ultérieure ? Cette question peut se décliner comme suit : 1/ Quelles propriétés du matériau (établies, stimulables) pourraient pallier ou amplifier ces phénomènes, 2/ Quels sont les mécanismes sous-jacents (échelles pertinentes) ? 3/ Quelles nouvelles technologies/stratégies pourraient permettre l'élimination des dépôts récalcitrants ? 4/ Quelles mises en application sont possibles dans les IAA ou autres secteurs concernés par les biocontaminations?

Les questions sociétales liées à ce projet relèvent 1/ de la sécurité sanitaire, 2/ de la limitation de l'impact environnemental (consommation énergétique, consommation en eau associés à une pollution potentielle) des transformations agroalimentaires (procédés de transformation et procédures d'hygiène). Notre projet intègre donc la notion d'écoconception des systèmes industriels au travers de l'obtention de matériaux et équipement plus hygiéniques, et de nouveaux procédés de transformation et d'hygiène plus respectueux de l'environnement.

Moyens à mobiliser pour atteindre les objectifs

De nouveaux moyens techniques viendront compléter le panel d'outils déjà mobilisés au cours du quinquennal précédent, par exemple l'imagerie des interfaces en microscopie électronique, les moyens d'investigations de l'évolution des propriétés de la matière, d'identification des espèces aux interfaces et de la structure et la dynamique de ces dépôts. La conception et la réalisation par nos partenaires (UMET, Fraunhofer...) de



matériaux « modèles » dont les propriétés physico-chimiques peuvent être parfaitement maîtrisées (du très hydrophobe au très hydrophile), voire stimulées, permettra d'estimer de comprendre et expliquer les phénomènes observés aux interfaces au cours du nettoyage (thèse à démarrer).

Nous aurons aussi besoin de conserver les outils de laboratoire (analyses, systèmes microfluidiques...) et pilotes (boucles d'essai) pour mener à bien ces activités de recherche.

Afin de financer ces projets, des réponses aux appels d'offre nationaux (ANR) et européens, mais aussi régionaux seront déposés.

Orientations scientifiques et choix stratégiques

Il s'agit pour l'équipe dont les contours sont à définir au sein de l'UMET, d'acquérir des connaissances sur la dynamique des processus aux interfaces au travers d'une approche multi-échelles intégrant la complexité des phénomènes rencontrés dans les domaines d'application potentiels (matériau récepteur vs structures encrassantes). La finalité concernera principalement le secteur agro-industriel compte tenu du partenariat traditionnel sur lequel nous nous appuyons mais les questions traitées ont une portée bien plus large (santé, pharmacie, cosmétique).

La stratégie de la nouvelle équipe consiste à associer les expertises matériaux, aliments et micro-organismes pour appréhender les phénomènes aux interfaces dans toute leur complexité. Forts de cette pluridisciplinarité, nous nous proposons de structurer un axe de recherche plus ambitieux sur la dynamique des processus aux interfaces (notamment en environnement agro-alimentaire), en mobilisant nos partenaires historiques et de nouvelles équipes régionales, nationales et européennes.

Renouvellement des partenariats

Nous renforcerons essentiellement notre partenariat européen, déjà approché dans le cadre du projet SUSCLEAN.