

Nermag, une aventure industrielle française en spectrométrie de masse

Résumé Pendant presque vingt-cinq ans, de 1975 à 2002, une société française d'instrumentation scientifique mit à la disposition des universitaires et des industriels des spectromètres de masse performants utilisant des analyseurs de masse à filtre quadripolaire. Nermag fut la dernière entreprise nationale à concevoir et fabriquer des spectromètres de masse d'usage général couplés à des chromatographes, destinés à la chimie analytique.

Mots-clés Histoire, société d'instrumentation française, chimie analytique, spectrométrie de masse, Ribermag, Nermag, Delsi, Automass.

Abstract Nermag, a French industrial adventure in mass spectrometry

For almost twenty five years, from 1975 to 2002, a French scientific instrumentation company made available to academics and industrialists high-performance mass spectrometers using mass analyzers with quadrupole mass filters. Nermag was the last national company to design and manufacture general-purpose mass spectrometers coupled to chromatographs, primarily for analytical chemistry.

Keywords History, French instrumentation company, analytical chemistry, mass spectrometry, Ribermag, Nermag, Delsi, Automass.

En raison de ses multiples applications dans des domaines divers, les spectromètres de masse (MS) représentent actuellement environ 50 % des ventes dans le monde des instruments scientifiques pour la chimie analytique, dont un tiers raccordés à la chromatographie en phase gazeuse (GC/MS) et deux tiers à la chromatographie en phase liquide (LC/MS). Une poignée d'importantes firmes transnationales couvre cet énorme marché, la part de la France étant réduite à des points de vente, des centres de formation pour utilisateurs et des activités de maintenance des instruments vendus ; elles n'ont aucun site de recherche, usine de fabrication ou sous-traitant pour la production de pièces essentielles.

En juillet 2000, dans son rapport « La chimie analytique : mesure et société » [1], l'Académie des sciences écrivait : « Le tissu industriel français de l'instrumentation scientifique et d'analyse, pourtant assez florissant dans le passé, s'est peu à peu délité pour n'avoir pas su résister aux pressions économiques et financières de la concurrence et des regroupements mondiaux et a disparu aujourd'hui ». Dans le domaine de la spectrométrie de masse, deux entreprises nationales tentèrent de s'implanter : d'abord Thomson-Houston (aujourd'hui, Thalès), qui fabriqua jusqu'au début des années 1970 sur son site de Chatou des spectromètres de masse utilisant des analyseurs à secteurs magnétiques, puis Nermag, qui produisit entre 1975 et 2002 des spectromètres de masse quadripolaires. Son histoire illustre les propos du rapport de l'Académie.

Les prémices de l'aventure industrielle

En 1964, Alain Varon, Michel Desforges et François Jalencques créent les bases de la société Riber (figure 1). Ils l'établissent concrètement en 1968 dans plusieurs bâtiments éparpillés au centre historique de Rueil-Malmaison, autour de la rue Jean Edeline, notamment dans une ancienne blanchisserie. Le but initial est de revendre les pompes ioniques de l'américain Ultek destinées principalement aux physiciens et à des applications de simulation spatiale. À partir de 1967, Riber fabrique des enceintes pour l'ultravide, des détecteurs de fuite,

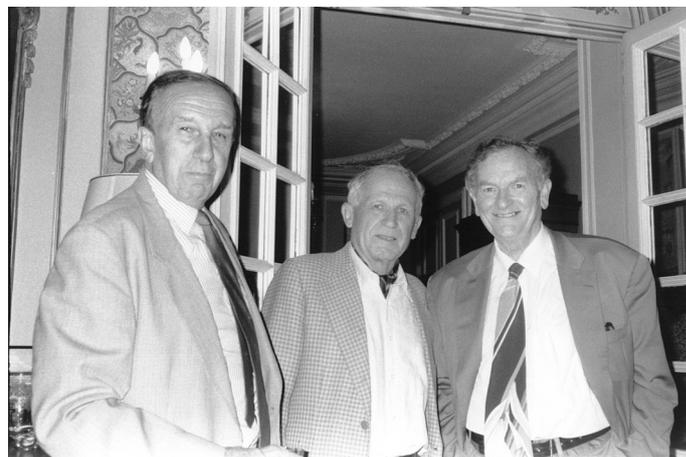


Figure 1 - Les trois fondateurs de Riber (de gauche à droite) : Alain Varon, Michel Desforges et François Jalencques.

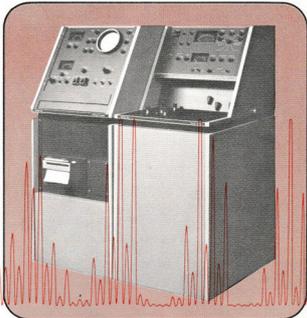
des analyseurs de gaz résiduels, munis de petits analyseurs de masses à filtre quadripolaire, de gammes inférieures à m/z 50. Riber collabore avec le Commissariat à l'énergie atomique (CEA) pour des petits quadripôles permettant de localiser des ruptures de gaines de combustible de surgénérateur.

Parallèlement, en 1966, la société Finnigan débute aux États-Unis pour revendre aussi du matériel Ultek et adopte une progression commerciale identique à Riber, notamment des analyseurs de gaz résiduels munis d'analyseurs quadripolaires, puis des quadripôles destinés à des appareils de plus en plus gros [2]. Finnigan et Riber s'accordent pour revendre en France les appareils produits par la firme américaine. C'est le début entre Finnigan d'une part, Riber et ses successeurs Ribermag puis Nermag d'autre part, d'activités entremêlées, d'abord comme partenaires, puis concurrents des années plus tard, jusqu'à la liquidation de Nermag par Finnigan en 2002.

À partir de 1967, les appareils commerciaux pour le couplage GC/MS destinés aux chimistes et aux biochimistes commencent à apparaître sur le marché mondial, notamment ceux à secteur magnétique, tel le modèle 9000 du suédois LKB. Finnigan réplique et introduit en 1969 le premier GC/MS,

SOCIÉTÉ FRANÇAISE D'ULTRA-VIDE **RIBER** SPECTROMÈTRE 1015
BROCHURE TECHNIQUE N° 208

SPECTROMÈTRE – CHROMATOGRAPHE QUADRIPOLAIRE FINNIGAN 1015



En quelques années seulement le spectromètre de masse est devenu un outil essentiel de recherche en Chimie-Organique et en Biochimie, parallèlement aux Techniques très couramment utilisées de chromatographie en phase gazeuse et de spectrométrie infrarouge. C'est pour répondre aux exigences croissantes du chimiste-organicien quant à la sensibilité de l'analyse et à la rapidité de l'identification que la Société FINNIGAN INSTRUMENTS CORP. a étudié et fabriqué un spectromètre à filtrage quadripolaire, le FINNIGAN 1015, très économique, très sensible, très rapide et d'un emploi très simple.

TRES ECONOMIQUE	Le prix du 1015, variant selon les systèmes d'introduction et d'enregistrement choisis, est deux à trois fois moindre que celui des spectromètres conventionnels.
TRES SENSIBLE	Mesurée en gramme par seconde avec un rapport signal/bruit égal à 3, la sensibilité du 1015 est 100 à 1000 fois plus élevée que celle des spectromètres à déflexion magnétique et varie, selon les corps analysés, entre 10^{-9} g/s pour les stéroïdes et 10^{-11} g/s pour le toluène par exemple.
TRES RAPIDE	Le 1015 se charge de tous les travaux de routine. La zone affichée du spectre apparaît en permanence sur un oscilloscope dont la vitesse de balayage est réglable. Ce spectre peut être enregistré, au moment choisi par l'opérateur, en 1/10e s., 10 secondes ou plus, sur un enregistreur galvanométrique. Le spectre est linéaire et peut être balayé jusqu'à la masse 750.
MOBILE ET TRES SIMPLE	Présentation fonctionnelle en deux baies distinctes : le 1015 est léger, compact et transportable. Le 1015 peut être associé à n'importe quel chromatographe : grâce à un système de pompage puissant il permet de travailler à une pression de quelques 10^{-4} Torr dans la source d'ionisation et accepte, sans diviseur, un débit de 5 ml/min en sortie de colonne.

RIBER SA 22 Bis, BD DE L'HOPITAL STELL - 92 RUEIL-MALMAISON, FRANCE - TEL. 967 74-40

Figure 2 - GC/MS Finnigan, Modèle 1015, revendu en France par Riber, en 1970.

le modèle 1015, basé sur un analyseur quadripolaire, offrant une alternative aux appareils à secteur magnétique. Riber le distribue en France dans le cadre de son partenariat (figure 2). Pour s'affranchir de Finnigan, un projet vise dès 1967 à concevoir un appareil français pour le couplage GC/MS. Cependant, pour des raisons de financement, priorité est donnée à la conception et à la vente de spectromètres SIMS (« secondary ion mass spectrometry »), destinés à la physique et utilisant un analyseur quadripolaire, pour concurrencer ceux utilisant des secteurs magnétiques. Pour obtenir les performances escomptées et être concurrentiel, Riber conçoit des analyseurs quadripolaires de plus en plus gros afin de couvrir la gamme de masse m/z 2-300. Il atteint cet objectif en 1974 avec la sonde quadripolaire SQ156, aux barres circulaires de diamètre 15,6 mm. Ce modèle permet de concevoir plusieurs types d'équipements de physique et ouvre la voie à la mise au point d'appareils GC/MS.

Le projet GC/MS prend de l'ampleur

En 1976, Riber rejoint un regroupement de sociétés d'instrumentation françaises, nommé ISA (Instruments Société Anonyme), dont Jobin Yvon (aujourd'hui Horiba-Jobin Yvon). L'actionnaire majoritaire est l'industriel de la sidérurgie Creusot-Loire. Le nom et les activités de Riber subsistent, mais une nouvelle division est créée, dénommée Ribermag, placée sous la direction de Gérard Devant, afin de concevoir des appareils pour le couplage GC/MS.

Un premier GC/MS (figure 3), dérivé du quadripôle Riber SQ156 en y adaptant une source à ionisation électronique, est livré au centre de l'Euratom à Ispra (Italie). D'autres suivent avec une gamme de masse étendue à m/z 4-600, grâce à l'amélioration de l'électronique. Toutefois, un appareil de ce

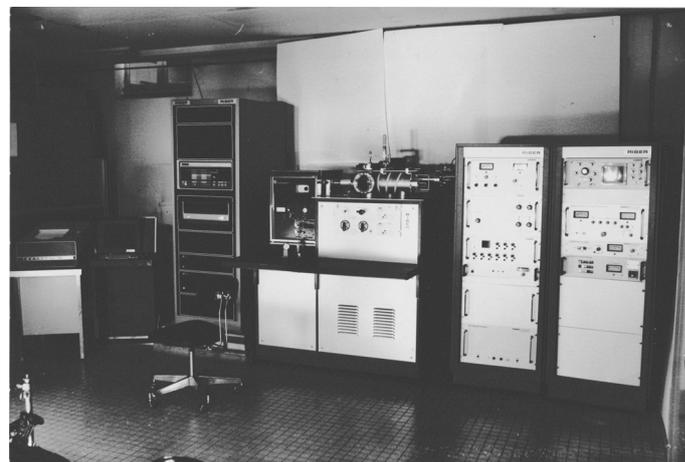


Figure 3 - Prototype Riber d'un GC/MS R 10-10 en 1976. Chromatographe Delsi et traitement de données Modèle 150 de System Industries.

type est inconcevable sans un système d'acquisition de traitement des données piloté par un système informatique. Une collaboration avec le CEA de Grenoble, sur la base d'un ordinateur américain, le modèle Multi8 fabriqué sous licence en France par Intertechnique, est un échec. Une fois encore, Ribermag suit la trace de Finnigan, dont les GC/MS quadripolaires sont associés au traitement informatique des données : modèle 150, développé par une petite entreprise californienne, System Industries, autour d'ordinateurs DEC (Digital Equipment Corporation), modèle PDP 8 d'une architecture de 8 bits.

La mise au point d'un appareil innovant, en rupture avec la concurrence

Le GC/MS Ribermag R 10-10 de 1976, associé à des chromatographes français de marques Delsi ou Intersmat, introduit de multiples innovations pour l'époque. Il comporte un analyseur à larges barreaux cylindriques, plus facile à produire, qui diffère de celui des GC/MS concurrents aux barres strictement hyperboliques et de petite taille, tout en offrant des performances identiques. Contrairement aux appareils nécessitant deux sources distinctes qu'il faut changer selon les besoins, la source du R 10-10 est unique, plus refermée pour obtenir une pression élevée, et autorise aussi bien le mode d'ionisation classique sous ionisation électronique à 70 eV (« electron ionization », EI), utile pour des recherches de spectres dans des bibliothèques, dont celle de 25 000 spectres provenant du NIST (National Institute of Science and Technology), que le mode complémentaire de l'ionisation chimique (« chemical ionization », CI) [3].

Le R 10-10 possède un pompage du vide puissant grâce à deux pompes à diffusion de vapeur d'huile. Une retombée indirecte de cette puissance est l'abandon du séparateur de gaz vecteur chromatographique, sujet d'innombrables études et solutions technologiques au cours des années 1960. Le séparateur se réduit à un simple tube de verre de faible diamètre, permettant de contourner les multiples brevets qui protégeaient auparavant les séparateurs moléculaires et d'accroître la sensibilité du couplage. Une sonde d'introduction d'échantillon au cœur de la source d'ions, spécifique au mode CI, est développée en collaboration avec Jean-Claude Promé à Toulouse [4].

Le système informatique reprend dans un premier temps le Système 150 de System Industries. Pour devenir autonome,

Alain Pérot, responsable informatique, conçoit un système propriétaire de Nermag, le SIDAR, basé sur un ordinateur DEC plus puissant, modèle PDP 11. Les années suivantes, grâce aux progrès rapides des équipements informatiques et des systèmes d'exploitation, de nouvelles plateformes matérielles et logicielles seront régulièrement développées.

Les collaborations avec le monde académique se développent. Le professeur de médecine Prudent Padiou à Dijon, associé à Bernard Maume, possesseur d'un des premiers R 10-10, suggère de réunir les utilisateurs afin de partager leur expérience. Renouvelées pendant plusieurs années dès 1977, ces réunions soudent une communauté d'utilisateurs de la spectrométrie de masse, chimistes et biochimistes, tant du secteur public que privé, qui se fédèrent en 1983 en créant la Société Française de Spectrométrie de Masse (SFSM) [5], parrainée par Nermag et qui perdure de nos jours.

Un premier écueil à franchir

En raison du décollage rapide des ventes, Ribermag déménage en 1978 vers des locaux au bord de la Seine appartenant à Creusot-Loire, sur le quai du Halage à Rueil-Malmaison, aussi appelé quai des impressionnistes, occupant en partie une ancienne guinguette. Les locaux sont à peine plus confortables que les précédents et soumis aux aléas des crues récurrentes du fleuve, obligeant de rehausser les spectromètres sur des cales durant ces épisodes.

Cependant, les difficultés de Creusot-Loire sur le marché de la sidérurgie à partir de 1978 l'incitent à vendre Ribermag. Alain Varon, Jean-Pierre Lefaucheur, Gérard Devant et de nouveaux actionnaires reprennent l'entreprise en 1979. Aux termes de l'accord de vente, Ribermag continue de commercialiser les appareils quadripolaires pour l'analyse des gaz et le SIMS, et Ribermag, qui prend le nom de Nermag, devient une société indépendante développant et commercialisant uniquement des GC/MS.

De 1979 à 1980, les ventes progressent vite, en France comme à l'étranger, notamment en Suisse, URSS, États-Unis. La gamme de masse du R 10-10 est étendue à m/z 4-1500 grâce à l'allongement des barres du quadripôle de 250 à 350 mm. L'ionisation CI produisant des ions négatifs, un système de détection est introduit grâce à un procédé très simple, une dynode de conversion ajoutée au détecteur standard, malgré un brevet de Finnigan [6], mais la quasi-totalité des constructeurs de spectromètres de masse font de même, tant le procédé est simple. Quelques années plus tard, Nermag concevra un détecteur basé sur un scintillateur [7], libre de droits, qui lui permettra de contourner le brevet Finnigan en toute légitimité.

Le tournant de l'élection présidentielle en mai 1981

Au début 1981, la baisse conjointe des commandes et du cours du dollar fragilise Nermag, qui se tourne vers l'américain Biorad, en vue d'une reprise, sous l'égide du Comité interministériel pour l'aménagement des structures industrielles (CIASI). Depuis 1979, cet organisme appuie le développement des petites et moyennes entreprises confrontées à des difficultés particulières ou pour accroître leurs efforts à l'exportation. La période électorale décourage de prendre des décisions et, ne pouvant faire face à ses engagements financiers, Nermag dépose son bilan. Après l'élection de François Mitterrand le 10 mai 1981, Jean-Pierre Chevènement, nouveau ministre de

la Recherche, privilégie les entreprises nationales et écarte le projet de reprise par Biorad. Le choix se porte sur une entreprise française de simulateurs de vol pour l'aéronautique, Giravions Dorand, administrée par Georges Colin, dont une division, Girdel, fabrique déjà les chromatographes en phase gazeuse Delsi des GC/MS Nermag. Une nouvelle société est créée, Delsi-Nermag, manière de réaliser administrativement le couplage de la chromatographie en phase gazeuse à la spectrométrie de masse. Des antennes régionales de services après-vente sont implantées à Lyon, Metz, Toulouse. Delsi possédait déjà une filiale américaine à Houston. Delsi-Nermag en profite pour accroître les ventes des GC/MS et installer un laboratoire d'application sur le territoire américain. En 1983, Delsi absorbe son concurrent français dans le domaine de la chromatographie, Intersmat, et bénéficie de son réseau commercial, notamment en Belgique. Cette vaste et ambitieuse fusion d'entreprises françaises du secteur de l'instrumentation pour la chimie analytique est *a priori* prometteuse.

Entre 1981 et 1984, les ventes reprennent, favorisées par la hausse du dollar et la bonne réputation des GC/MS de Delsi-Nermag, reconnue par les grandes firmes pharmaceutiques pour des études de pharmacocinétique. Des laboratoires universitaires prestigieux, tel celui de Carl Djerassi à Stanford ou de John Fenn (prix Nobel de chimie 2002) à l'Université de Virginie, s'équipent et publient leurs résultats dans les grands médias universitaires (voir *encadré*). La progression aux États-Unis est cependant entravée par des problèmes internes de gestion commerciale, et les dirigeants de la filiale américaine se succèdent. Comme pour l'industrie automobile française à cette époque, la perspective de nombreuses ventes sur le marché américain devient un coûteux miroir aux alouettes.

Jusqu'en 1992, le GC/MS à simple quadripôle modèle R 10-10, principal produit de fabrication, se décline en trois séries, différenciées par les suffixes -C, -H, -T selon les performances et les budgets d'acquisition. Le pompage du vide par des pompes turbo moléculaires remplace celles à diffusion de vapeur d'huile, réduisant ainsi le bruit de fond des signaux enregistrés.

Éviter de mourir sur le haut de gamme

La montée en gamme industrielle est fréquemment tentée pour assurer la bonne réputation d'un constructeur, même si les retombées financières ne sont pas toujours au rendez-vous, une stratégie du « toujours mieux », au risque de « mourir sur le haut de gamme » selon Frédéric Fréry [8]. Afin de se maintenir au niveau de la concurrence, Nermag introduit en 1982 le modèle R 30-10 qui combine trois quadripôles en tandem (appareils MS/MS), dont deux quadripôles analytiques et une chambre de collision intermédiaire (*figure 4*).

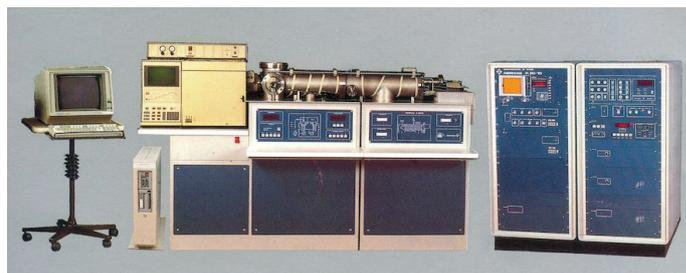


Figure 4 - Triple quadripôle GC/MS/MS Delsi-Nermag R 30-10 en 1982. Chromatographe Delsi.

Encadré

Un impact académique important

La réunion annuelle de l'American Society for Mass Spectrometry (ASMS) regroupe des milliers de participants, principalement nord-américains mais également européens, où sont présentés oralement ou par affiches les récentes innovations instrumentales et travaux de recherche fondamentale en spectrométrie de masse obtenus au cours de l'année écoulée. Le nombre de publications (figure a) concerne l'usage de spectromètres de masse R 10-10 et R 30-10, mais aucun Automass n'y figure entre 1989 et 2020 car utilisés pour des travaux d'application et présentés dans d'autres manifestations thématiques. Les présentations par des employés de Delsi-Nermag ou d'universitaires des milieux académiques ou industriels français sont regroupées en bleu, celles de l'étranger (Europe, États-Unis) en orange, certaines équipes pouvant présenter chaque année plusieurs communications. La période 1981-1989 est concomitante à celle de l'activité de Delsi-Nermag à Rueil-Malmaison, considérée comme la plus faste. Le nombre relativement faible d'appareils vendus, comparé à la concurrence – environ deux cents R 10-10 et une vingtaine de R 30-10 – n'a pas empêché Delsi-Nermag d'être bien visible au sein de la communauté internationale des chercheurs en spectrométrie de masse.

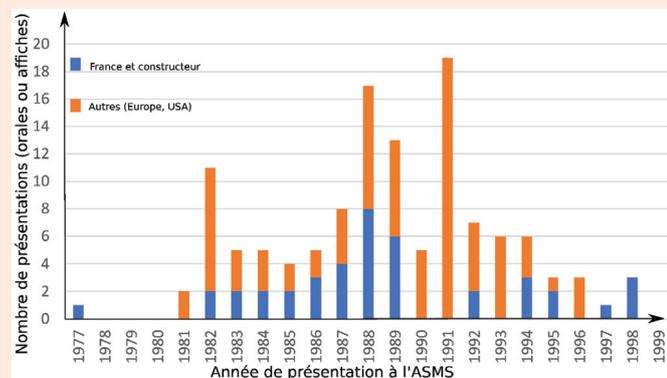


Figure a - Nombre de présentations orales ou par affiches à la réunion annuelle de l'ASMS.

Un autre indicateur est le nombre de publications scientifiques dont les résultats ont été en partie obtenus par spectrométrie de masse. Ils sont ici recensés au moyen de Google Scholar et regroupés par intervalles de cinq années, sauf le dernier intervalle jusqu'en 2020 (figure b). Il y eut près de dix fois plus de R 10-10 vendus que de R 30-10, et la différence entre le nombre de travaux publiés au moyen de l'un ou de l'autre en est le reflet. Le décalage des périodes maximales des figures a et b s'explique par le décalage entre le temps d'installation au laboratoire et celui de la parution de travaux obtenus grâce à son usage, ainsi que par l'accroissement constant du nombre de travaux publiés dans la communauté internationale. Bien que la fabrication de ces machines ait été interrompue en 1992, certaines d'entre elles continuent de

fonctionner en 2020 et de produire des résultats, preuve des qualités de fabrication.

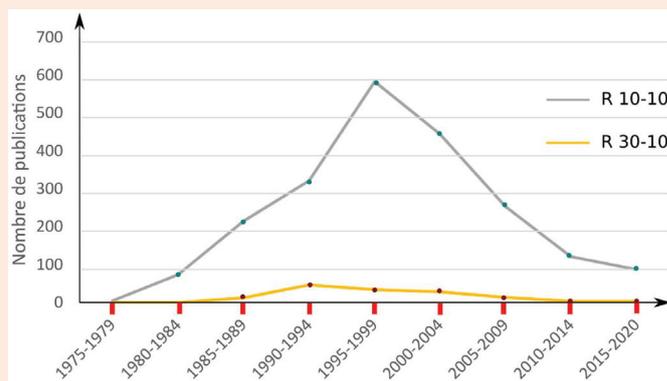


Figure b - Nombre de publications recensées par Google Scholar citant l'usage d'un Nermag R 10-10 ou R 30-10, regroupées par période de cinq ou six ans.

Toute la production des Automass eut lieu à Argenteuil entre 1990 et 2002 pour 1 347 appareils (296 System1, 665 System2, 386 System3), revendus par les propriétaires successifs de l'entreprise. Autour de 900 Automass ont été revendus sur le marché asiatique par le japonais Jeol, et le nombre de travaux publiés en est le reflet (figure c). Ces appareils utilisés principalement à des travaux d'application ne conduisent pas toujours à des travaux publiés ; les Automass sont ainsi cités dans 1 500 publications, alors que les R 10-10 et R 30-10, presque sept fois moins nombreux, le sont dans 2 242 publications.

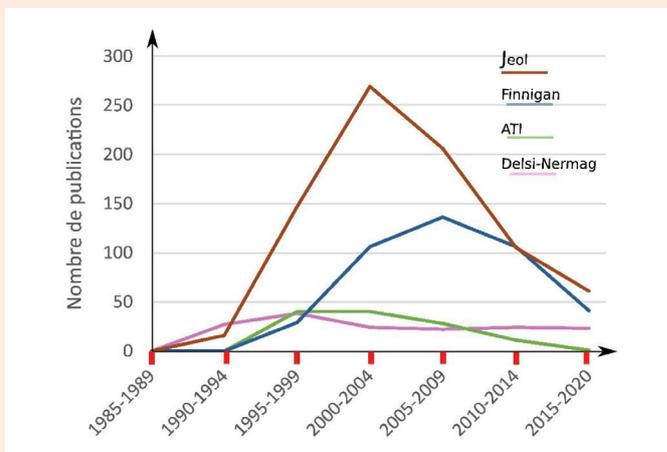


Figure c - Nombre de publications recensées par Google Scholar citant l'usage d'un Automass, regroupées par période de cinq ou six ans et rassemblées par société d'instrumentation les ayant revendus.

Ce dispositif est particulièrement puissant pour la recherche fondamentale et pour des analyses quantitatives à des seuils de détections très bas. De plus, Nermag apporte son concours à des équipes universitaires françaises pour des projets de recherche ambitieux. Des R 30-10 sont modifiés en ajoutant des quadripôles supplémentaires, certains assumant le rôle de chambres de collision. L'un à Jussieu au laboratoire de Richard Cole et Jean-Claude Tabet est transformé en tétraquadripôles [9], un autre transformé par Christian Rolando à l'École Normale Supérieure en pentaquadripôles [10], mais ces prototypes n'évolueront pas vers des instruments commerciaux. Malgré d'indéniables performances technologiques, il n'y aura au final qu'une vingtaine de R 30-10 vendus dans le monde, principalement aux États-Unis (figure 5).

Comme l'écrit Marc Giget : « Si la performance pure naît des besoins du haut de gamme, elle n'est souvent acceptable économiquement, et donc mises en œuvre industriellement, que dans la mesure où elle est susceptible d'être généralisée et amortie sur une large production » [11].

Tentatives pour un couplage LC/MS

Au cours des années 1985-1988, Nermag suit au plus près les innovations fondamentales en spectrométrie de masse et s'intéresse ainsi au couplage avec la chromatographie en phase liquide (LC/MS). Succédant à l'interface DLI (« direct liquid introduction ») développée par Patrick Arpino [12], une interface « thermospray » plus efficace est conçue en

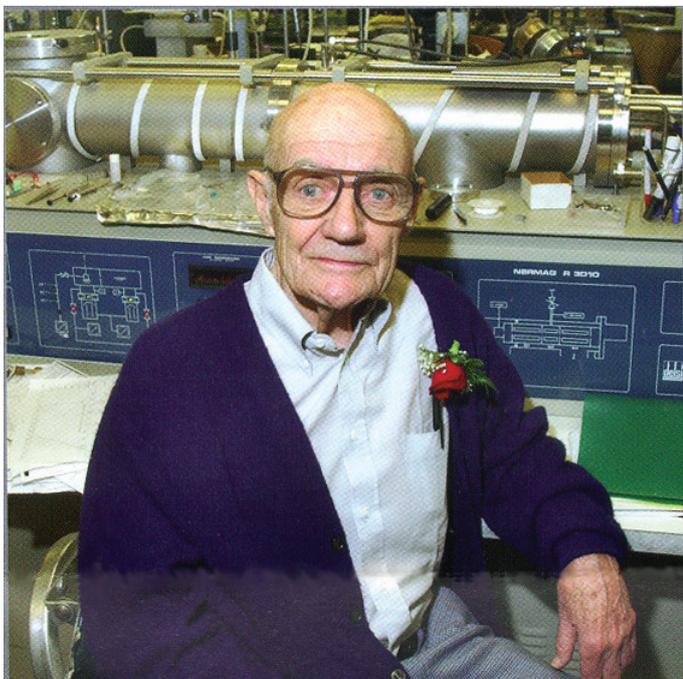


Figure 5 - Le professeur John B. Fenn devant son Nermag R 30-10 à la « Virginia Commonwealth University » (VCU, Richmond, E.-U.).

partenariat avec son concepteur américain, Marvin Vestal [13]. Elle volatilise le solvant de l'effluent chromatographique et ionise certaines substances peu volatiles ayant résisté aux précédentes études par ionisation EI ou CI, mais les applications restent limitées. Tous les constructeurs sont conscients que le mécanisme fondamental de l'électrospray, découvert par John Fenn, est la voie d'avenir pour le couplage LC/MS

[14], mais les mises en œuvre technologiques divergent, souvent protégées par des brevets.

Nermag n'a pas les moyens de développer une interface propriétaire et ne dispose pas suffisamment du soutien de laboratoires universitaires français. La société se tourne vers l'entreprise américaine Analytica of Brandford, fondée par John Fenn et Craig Whitehouse, mais qui traverse des difficultés en raison d'un sérieux différend juridique avec l'Université de Yale, où John Fenn a découvert l'électrospray et pris des brevets dans les années 1970 [15]. La nébulisation ultrasonique des effluents liquides, libre de brevet, au lieu de la nébulisation pneumatique classique, permettrait de contourner l'obstacle mais elle est difficile à mettre en œuvre concrètement. Analytica of Brandford adapte de manière marginale quelques interfaces électrospray à des modèles R 10-10 et R 30-10 de laboratoires aux États-Unis et contribue tardivement en 1990 à un modèle d'usine, le Resolver, bénéficiant d'une gamme de masse étendue m/z 4-4000, mais qui se vend peu. Nermag échoue ainsi à se positionner durablement sur le marché émergent du couplage LC/MS et de ses applications, contrairement aux autres constructeurs.

1988 : le second tournant

Le point culminant de l'aventure industrielle est atteint. Un déménagement est programmé pour l'année suivante, enfin dans des locaux vastes et modernes (bd Héloïse à Argenteuil), devant réunir sur un même site toutes les équipes de Delsi-Nermag, tant celles de chromatographie que de spectrométrie de masse (figure 6). De plus la France est organisatrice, pour la seconde fois de son histoire, de la



Figure 6 - Ensemble du personnel de Delsi-Nermag réuni sur le quai du Halage à Rueil-Malmaison en 1987.

grande manifestation internationale, l'« International mass spectrometry conference » (11^e IMSC) à Bordeaux à l'été 1988, qui accueille des milliers de participants. Delsi-Nermag épaula la toute jeune Société Française de Spectrométrie de Masse qui l'organise et participe brillamment à l'exposition en y présentant l'éventail de tous ses projets. Pourtant, un événement extérieur vient briser cette ascension et amorcer la période de déclin.

Giravions Dorand, la maison mère de Delsi-Nermag, traverse des difficultés financières et devient la proie de son concurrent espagnol, Ceselsa, sur le marché des simulateurs de vols. Ceselsa décroche un important contrat de l'armée de l'air pour la réjuvenation de simulateurs d'avion Mistral et absorbe son concurrent en 1989. La division Delsi-Nermag trouvée dans la corbeille n'intéresse pas Salvador Rubio, PDG de Ceselsa, qui s'efforce de la revendre, dès que les barrières dressées par le ministère de l'Industrie en 1981 sont levées, en accordant des subventions à Giravions Dorand. Dès lors, Delsi-Nermag est tributaire des propriétaires qui se succèdent et perd la maîtrise de son avenir.

L'Automass et la fin de partie

À partir de 1989, les appareils R 10-10 et R 30-10, malgré leurs qualités, commencent de souffrir d'une conception vieille de plus de dix ans. De nouveaux projets sont nécessaires pour assurer la survie de l'entreprise. Une voie possible est de monter à nouveau vers le haut de gamme, de se diversifier vers un autre marché, par exemple celui des spectromètres à plasma induit couplé (ICP), non pas associé classiquement à un photomultiplicateur (ICP-AES), tel que conçu et réalisé par l'entreprise Horiba-Jobin Yvon, mais à un spectromètre de masse (ICP-MS), en résolvant des contraintes techniques, proches de celles pour le couplage LC/MS. Après l'avoir envisagé et collaboré avec l'équipe universitaire de Jean-Michel Mermet à Lyon, Nermag conçoit deux prototypes appelés Plasmass, puis abandonne cette voie pourtant prometteuse.

Délaissant le haut de gamme, les efforts se tournent vers les appareils de paillasse, ou « benchtop instruments », que tous les constructeurs de MS commencent de proposer. Ces appareils simples, essentiellement destinés aux applications d'analyses par GC/MS et non à la recherche en spectrométrie de masse, se posent sur la paillasse du laboratoire. Ils peuvent être mis en libre accès au sein d'un laboratoire au lieu d'être confiés à un responsable dédié à son utilisation et sa maintenance. Nermag conçoit ainsi un spectromètre quadripolaire compact, l'Automass, appuyé par l'ANVAR qui lui accorde une avance remboursable. Le système informatique pour le traitement des données repose sur un ordinateur IBM, DEC ayant manqué à la fin des années 1980 le virage vers les petits ordinateurs personnels. Le premier modèle d'Automass System1, associé à un chromatographe Delsi DI200, est présenté au salon du laboratoire en décembre 1989, et un premier appareil est installé au laboratoire municipal de la ville de Rouen (figure 7).

Le constructeur japonais de MS, Jeol, apprend l'existence du projet Automass et, ne souhaitant pas développer lui-même ce type de matériel, est à la recherche d'un appareil « tout fait ». Un partenariat est établi entre Nermag et Jeol pour commercialiser au Japon, Corée du Sud et Taiwan des Automass fabriqués exclusivement à Argenteuil. Cet accord perdurera jusqu'à la fin de Nermag et constituera la majeure

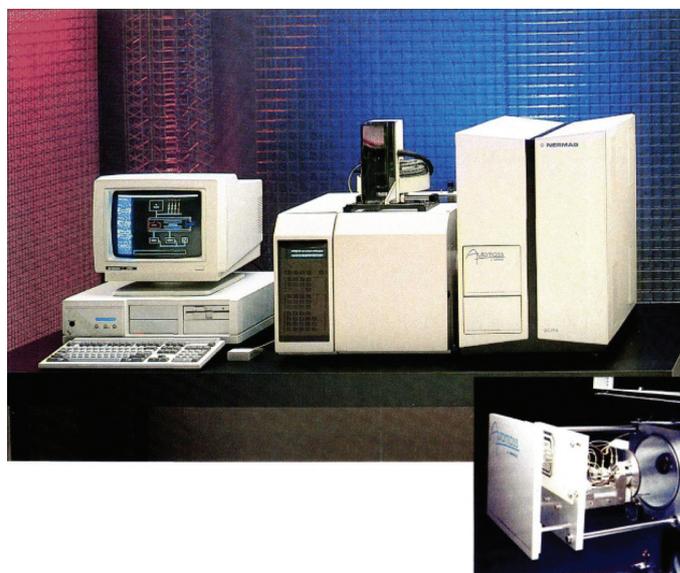


Figure 7 - Automass Delsi-Nermag System1 et sa source d'ions aisément accessible, associé à un chromatographe Delsi, en 1989.

partie des ventes d'Automass, soit près de 900 unités pour Jeol, sur un total de 1 347 appareils produits entre 1990 et 2002, selon trois séries ou « system » de fabrication, soit presque six fois plus d'appareils que les R 10-10 et R 30-10 de génération précédente, mais ce ne sont plus des appareils de recherche.

En 1992, Ceselsa revend Nermag à l'américain Analytical Technology Inc. (ATI, Chicago) qui l'acquiert via sa division anglaise Unicam Ltd basée à Cambridge. ATI crée à Argenteuil une nouvelle division appelée Unicam Mass Spec. ATI possède les GC fabriqués en Angleterre par Pye Unicam. Déjà pour le System1, le choix du GC était laissé à l'acquéreur, et ceux de Delsi souvent écartés au profit d'un autre constructeur. Les nouveaux Automass System2, dont l'électronique a été grandement corrigée et améliorée, ne sont proposés qu'avec des GC Unicam, ou Hewlett-Packard pour les modèles exportés vers Jeol au Japon. La disparition de Delsi du paysage de la chromatographie en phase gazeuse est inéluctable. Les départs de personnels d'Argenteuil s'accélérent et les directeurs se succèdent à rythme rapproché. La chaîne de fabrication des R 10-10 et R 30-10 qui avait suivi sur le site d'Argenteuil est arrêtée en 1992. Autour de deux cents et vingt appareils, respectivement, ont été fabriqués entre 1976 et 1992. Le stock de pièces détachées est acquis par Gérard Le Petit au moment de quitter l'entreprise et lui permet de fonder Quad Service, avec l'objectif de poursuivre la maintenance des appareils en usage dans l'industrie et les milieux académiques. Un court répit jusqu'en 1995. La dette d'ATI Unicam reste élevée, mais le groupe possède une division bénéficiaire distribuant les consommables du laboratoire, Orion Laboratory Products. L'américain Thermo, dont la division ThermoQuest détient Finnigan, lorgne ce marché lucratif mais doit cependant acquérir la totalité d'ATI Unicam afin d'éponger les dettes. Delsi-Nermag passe dès lors sous le giron de Finnigan, qui la même année absorbe la plupart des fabricants de GC/MS benchtop lui faisant encore concurrence, dont l'italien Carlo Erba, fabricant aussi de GC, et les anglais MassLab et Fisons; les nouveaux Automass System3 sont ainsi proposés avec des GC Finnigan. Une nouvelle plateforme est conçue pour accueillir aussi bien des chromatographes en phase gazeuse que liquide, mais ne rencontre pas le

succès. Désormais l'usine d'Argenteuil, renommée Finnigan Automass, poursuit la fabrication et la vente dans le cadre du partenariat avec Jeol, mais en raison de l'embouteillage sur le marché de multiples modèles de GC/MS benchtops, Finnigan ne revend pas les Automass System3 sur le marché américain. C'est bientôt la fin. N'offrant qu'un seul produit, dans un marché très concurrentiel, dépourvue d'activités de recherche vers d'autres horizons, la société Delsi-Nermag est mise en liquidation le 15 mai 1998. L'usine d'Argenteuil ferme définitivement le 30 juin 2002, achevant la désindustrialisation du site et la perte des compétences acquises au cours de presque trois décennies.

Bilan de cette aventure industrielle française

Comme souvent, concevoir des appareils performants et innovants et réunir des équipes compétentes ne suffisent pas à assurer la pérennité d'une entreprise industrielle.

La société Quad Service assure toujours la maintenance d'appareils GC/MS mais s'est orientée vers d'autres constructeurs en raison de l'obsolescence progressive des appareils Nermag. Riber, à l'origine de Nermag, est aujourd'hui le leader mondial d'une niche haut de gamme, l'épitaxie par jets moléculaires. Cette technologie très pointue est une première étape essentielle à la production de nombreux dispositifs électroniques. Riber et Nermag ont traversé des crises similaires, mais Riber fut rachetée par ses employés et a su conserver jusqu'à aujourd'hui le contrôle de son endettement et le choix de ses actionnaires [16].

Ce qu'un rapport de l'Académie ne sut décrire dans son constat sur la chimie analytique en France, c'est le formidable incubateur de talents que fut Nermag tout au long de son histoire et qui est probablement unique. Nombreux ont été les stagiaires, les employés, les collaborateurs universitaires qui, forts de l'expérience acquise au contact du fabricant de spectromètres de masse, ont ensuite occupé des responsabilités importantes en chimie analytique, à l'Université, dans les établissements publics de recherche ou dans l'industrie. Le partenariat entre Nermag et le monde académique, basé sur des échanges réciproques afin de comprendre les besoins des uns et les manières d'y répondre par d'autres, fut une très grande réussite, qui n'a pas été reprise depuis dans le domaine de la spectrométrie de masse sur le territoire national.

Les auteurs remercient plusieurs anciens collaborateurs de Nermag pour leurs témoignages : Dominique Brument, Christian Claude, Jean-Luc Giguet, Gérard Le Petit, Michel Lesieur, Brigitte Pollet, Christian Soulier, David Sparkman.

[1] Académie des sciences, La chimie analytique : mesure et société, *Rapport sur la science et la technologie n° 6*, Lavoisier/Tec & Doc, 2000.

[2] Oral history interview with Robert E. Finnigan, Interview by D.C. Brock in Los Altos (CA) on Dec. 4, 2001, <https://oh.sciencehistory.org/oral-histories/finnigan-robert-e> (consulté le 08/03/2021).

[3] P. Arpino, L'ionisation chimique : une façon de modéliser les réactions de chimie organique dans un spectromètre de masse, *L'Act. Chim.*, 1982, 91, p. 19-28.

[4] B. Monsarrat, J.C. Promé, J.F. Labarre, F. Sournies, J.C. van de Grampel, Mass spectrometry as a technique for testing the purity of drugs for biological use: the case of new antitumor cyclophosphazenes, *Biomed. Mass Spectrom.*, 1980, 7, p. 405-409.

[5] SFSM (Société Française de Spectrométrie de Masse), www.sfsm.fr (consulté le 08/03/2021).

[6] D.F. Hunt, G.C. Stafford Jr, Positive and negative ion recording system for mass spectrometer, US Patent 4136280A, 1979.

[7] N.R. Daly, Scintillation type mass spectrometer ion detector, *Rev. Sci. Instrum.*, 1960, 31, p. 264-267.

[8] F. Fréry, La stratégie du toujours mieux : mourir sur le haut de gamme - Stratégie & Management, *Xerfi Canal*, www.xerficanal.com/strategie-management/emission/Frederic-Frery-La-strategie-du-toujours-mieux-mourir-sur-le-haut-de-gamme_3748072.html (consulté le 08/03/2021).

[9] R.B. Cole, S. Le Meillour, J.C. Tabet, Surface-induced dissociation of protonated peptides: implications of initial kinetic energy spread, *Anal. Chem.*, 1992, 64, p. 365-371.

[10] C. Beaugrand, D. Jaouen, H. Mestdagh, C. Rolando, Ion confinement in the collision cell of a multiquadrupole mass spectrometer: access to chemical equilibrium and determination of kinetic and thermodynamic parameters of an ion-molecule reaction, *Anal. Chem.*, 1989, 61, p. 1447-53.

[11] M. Giget, Le rôle clef de l'innovation dans la dynamique de l'entreprise, *Techniques de l'Ingénieur*, Collection Conception et Production, Réf. AG2020 v1, 2007.

[12] M. Dedieu, C. Juin, P.J. Arpino, J.P. Bounine, G. Guiochon, Application of a combined liquid chromatographic-mass spectrometric instrument using an interface for direct liquid introduction, *J. Chromatogr. A*, 1982, 251, p. 203-213.

[13] M.L. Vestal, Ionization techniques for nonvolatile molecules, *Mass Spectrom. Rev.*, 1983, 2, p. 447-480.

[14] P. Arpino, L'ionisation electrospray ou l'art d'effleurer les molécules : bilan d'une décennie et perspectives, *L'Act. Chim.*, 2002, 254, p. 13-20.

[15] T.M. Hagelin, Fenn vs Yale, in *Technology Innovation Law and Practice: Cases and Materials*, Carolina Academic Press, 2012, www.courtlistener.com/opinion/245526/fenn-v-yale-university (consulté le 08/03/2021).

[16] A. Berthonnet, S. Goussot, Rueil-Malmaison, terre d'entreprises. Une histoire d'hommes et d'initiatives économiques (1800-2005), *InSiglo*, 2005, www.insiglo-histoireentreprise.com/wp-content/uploads/2017/12/rueil-malmaison.pdf (consulté le 08/03/2021).

Gérard DEVANT,

Entré chez Riber en 1969, a initié la totalité des projets de spectromètres de masse et exercé de nombreuses responsabilités, notamment la direction générale de 1982 à 1992.

Dominique BANIEL,

Responsable de la production de 1976 à 1998.

Claude BEAUGRAND,

Directeur des programmes de recherche et développement de 1976 à 1989.

Patrick ARPINO*,

Ancien président de la division Chimie analytique de la Société Française de Chimie (2000-2005), membre du groupe d'Histoire de la chimie de la SCF.

* patrick.arpino@chimieparistech.psl.eu