

Infranalytics : une plateforme nationale pour accéder aux spectromètres les plus puissants

Essentiels à l'étude des matériaux et des systèmes dans des domaines aussi variés que la santé, l'environnement ou l'énergie, les techniques analytiques se déclinent en une vaste gamme de méthodes et d'appareils. Comme aucun laboratoire ne peut tous les proposer, il est parfois difficile de savoir à qui s'adresser pour trouver des réponses à des problématiques scientifiques ou industrielles. D'autant que ces techniques intéressent aussi de nombreuses équipes qui ne sont pas forcément spécialisées dans la chimie. Des obstacles qu'Infranalytics veut lever en proposant l'accès à des appareils d'exception dans le domaine des très hauts champs magnétiques.

Cette infrastructure nationale représente un effort académique de mutualisation de spectromètres de pointe, destinés à l'analyse chimique [1]. Elle est pilotée par le CNRS via l'Institut de chimie (INC), en collaboration avec le CEA et différentes universités et écoles d'ingénieurs. L'infrastructure est dirigée par Carine Van Heijenoort, directrice de recherche à l'Institut de chimie des substances naturelles (ICSN, CNRS INC), entourée de directeurs adjoints et d'un conseil scientifique international.

Infranalytics rassemble treize sites en France métropolitaine, impliquant dix-neuf équipes de recherche et autant de tutelles [2]. L'infrastructure se concentre plus particulièrement sur la résonance magnétique nucléaire (RMN), la résonance paramagnétique électronique (RPE) et la spectrométrie de masse à résonance cyclotronique ionique (FT-ICR). Alors que la RMN et la RPE dévoilent la dynamique et la structure des molécules, la FT-ICR est capable de déterminer la formule brute de constituants au sein de mélanges complexes. Son haut pouvoir résolutif lui permet ainsi d'analyser des échantillons sans obligatoirement passer par une étape préalable de chromatographie. La RPE bénéficie quant à elle d'une extrême sensibilité, elle s'illustre notamment dans le suivi des

liaisons lors d'une synthèse ou d'une dégradation. Sondant les matériaux du côté des électrons non appareillés, elle apporte des informations complémentaires à la RMN qui, elle, regarde les noyaux. Ces trois techniques, à la résolution atomique, peuvent même être combinées en fonction des problématiques. C'est justement ce qui a motivé leur rapprochement au sein d'Infranalytics.

Le réseau d'Infranalytics comprend vingt-trois spectromètres à très hauts champs : neuf spectromètres RMN, huit spectromètres RPE et six spectromètres FT-ICR (figure 1). Ils sont largement ouverts à la communauté nationale sur un tiers de leur temps de fonctionnement, ce qui représente plus de deux mille jours d'accueil par an. Le reste du temps, les appareils sont dédiés à l'accueil de projets venant d'autres pays, aux développements méthodologiques et aux travaux et collaborations de recherche des laboratoires qui les hébergent. En 2021, plus de deux cents projets ont ainsi été menés et cent trente-sept publications scientifiques ont vu le jour. Les personnes impliquées dans Infranalytics sont surtout des ingénieurs en charge de l'accompagnement scientifique, mais il y a aussi des personnels administratifs en appui de la recherche. Des juristes sont même intégrés à la structure afin de l'ouvrir aux industriels par le biais de contrats.

Mais comment bénéficier de cette plateforme nationale ? Le dépôt des projets se déroule grâce à un site de dépôt unique pour les trois techniques proposées par Infranalytics [3]. Avec un accès sur dossiers simplifié, les postulants ont la possibilité de contacter en amont les ingénieurs des plateformes pour toutes demandes de renseignements, et ainsi viser au mieux la solution à leurs problématiques.

Le réseau est bien réparti sur le territoire, mais le spectromètre le plus proche géographiquement parlant n'est pas forcément le plus adapté aux besoins. Il ne faut pas hésiter à se déplacer

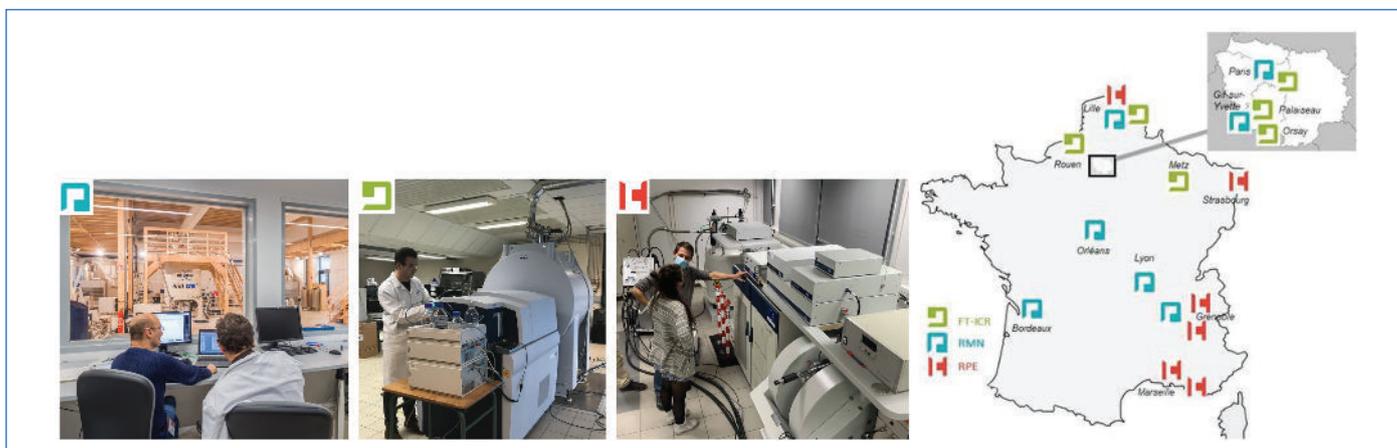


Figure 1 - L'infrastructure de recherche nationale Infranalytics rassemble sur treize sites vingt-trois spectromètres à très hauts champs : neuf spectromètres RMN, huit spectromètres RPE et six spectromètres FT-ICR. De gauche à droite : spectromètre RMN 950 MHz à Grenoble (© CEA/D. Morel), spectromètre FT-ICR 12T à Rouen (photo Stéphanie Lecocq), spectromètres RPE à Marseille (photo Emilien Etienne), carte de France montrant la localisation des spectromètres sur le territoire.

Un spectromètre dernière génération de 28 Tesla unique en France



Le nouveau spectromètre RMN 1 200 MHz installé à Lille. © Alexandre CAFFIAUX – Université de Lille.

géologues pourront également analyser des échantillons magmatiques, tandis que les chercheurs en sciences du patrimoine auront la possibilité de « faire parler les œuvres d'art ».

Le spectromètre d'exception fonctionne 24h sur 24h tous les jours de l'année. Pour l'utiliser, les scientifiques doivent soumettre leur projet sur la plateforme en ligne.

Cet équipement d'exception conçu par Bruker a vu le jour grâce à la mobilisation des acteurs nationaux, régionaux et européens. Son financement à 14,5 M€ a été opéré par l'État, la Région Hauts-de-France, le Département du Nord, l'Europe, la Métropole Européenne de Lille, l'Université de Lille et le CNRS, qui a aussi assuré la maîtrise de l'ouvrage.

• Vidéo pour en savoir plus : https://youtu.be/bliSrPk_I2E

Dépassant les limites technologiques actuelles, le spectromètre RMN 1,2 GHz a été inauguré à Lille en février dernier. Accessible à toutes les communautés scientifiques grâce à son intégration au sein d'Infranalytics, cet instrument d'une sensibilité extraordinaire permet d'ores et déjà d'analyser la structure et la composition des composés chimiques.

Au-delà de la chimie, les domaines de la biologie et de la santé bénéficieront de ses performances, notamment pour la caractérisation de la structure des protéines dans des conditions proches du vivant. La maladie d'Alzheimer ou la Covid-19 sont parmi les premiers sujets d'étude de ce spectromètre.

Autre domaine d'application : les énergies propres. L'instrument caractérisera les matériaux qui constituent les électrodes des batteries. Avoir la capacité de suivre la dynamique de charge et de décharge, ainsi que celle du vieillissement des matériaux aidera à la conception de batteries plus puissantes et durables.

Mais les chercheurs en sciences des matériaux auront aussi le choix d'étudier des ciments, des verres ou des zéolithes, par exemple. Les

pour profiter des spécialités d'une équipe ou les spécificités d'un équipement et des approches complémentaires seront proposées en fonction des nombreuses expertises d'Infranalytics.

Les projets sont étudiés au fil de l'eau, tout au long de l'année. Après dépôt, le projet est expertisé par des scientifiques indépendants de l'infrastructure afin de déterminer la pertinence de l'utilisation d'un très haut champ pour la résolution de la problématique. Une fois le projet accepté, et s'il est issu d'un laboratoire public, le transport, l'hébergement et l'accès aux spectromètres sont entièrement pris en charge par Infranalytics.

Le suivi par Infranalytics englobe une aide pendant les analyses, mais concerne également au besoin le traitement des données obtenues. La plateforme n'est ainsi pas réservée qu'aux chercheurs qui connaissent déjà bien ces techniques. Infranalytics permet par exemple d'accéder, y compris avec un accompagnement technique et scientifique, au spectromètre RMN 1,2 gigahertz, inauguré en début d'année à l'Unité de catalyse et de chimie du solide (UCCS, CNRS/Centrale Lille Institut/Université d'Artois/Université de Lille) (voir encadré). Seules sept machines équivalentes existent dans le monde et certaines sondes de mesure, en particulier en RMN du solide, sont même uniques.

Les appareils d'Infranalytics utilisent des champs magnétiques plus intenses que la normale, notamment grâce à leurs puissants aimants. Couplée à l'accompagnement par ses équipes aux compétences reconnues, la plateforme offre des conditions exceptionnelles et des performances de pointe en matière de résolution et de sensibilité.

Dans le cas de la FT-ICR, ces gains permettent d'étudier des mélanges encore plus complexes, tels que les carburants ou même des météorites, de caractériser ce qui les constitue même à l'état de trace. La RMN et la RPE fournissent de leur côté davantage d'informations sur l'organisation et l'environnement spatial des atomes, des molécules et des ions, nous renseignant mieux sur leurs propriétés biophysiques ou mécaniques, ainsi que sur leur comportement cinétique lors d'une synthèse ou d'une catalyse (figure 2).

D'autres grands équipements sont en cours d'installation, avec par exemple un nouvel appareil FT-ICR à Rouen et un RPE à Lille, dont l'inauguration est prévue pour l'an prochain. Infranalytics s'efforce ainsi de coller à l'état de l'art et de répondre aux besoins de la communauté.

Les trois méthodes d'Infranalytics peuvent également produire de l'imagerie, notamment dans les cas techniquement complexes des études *in situ* et *in operando*. La RPE a ainsi servi au suivi des états d'oxydoréduction des ions dans une batterie lithium-ion en fonctionnement, au fil des cycles de charge et de décharge (figure 3). Il s'agissait de localiser les ions, de constater leur transformation et de surveiller la formation d'agrégats de lithium qui diminuent les performances des batteries. La RMN, elle aussi efficace dans la corrélation structure/fonction, apporte des informations structurales cruciales pour accroître la stabilité des matériaux et le transport des charges.

La finesse de ces analyses, couplée à des techniques d'imagerie, permet de cartographier, pixel par pixel, la composition d'un matériau. Les applications sont nombreuses dans le domaine biomédical, avec des travaux en spectrométrie de

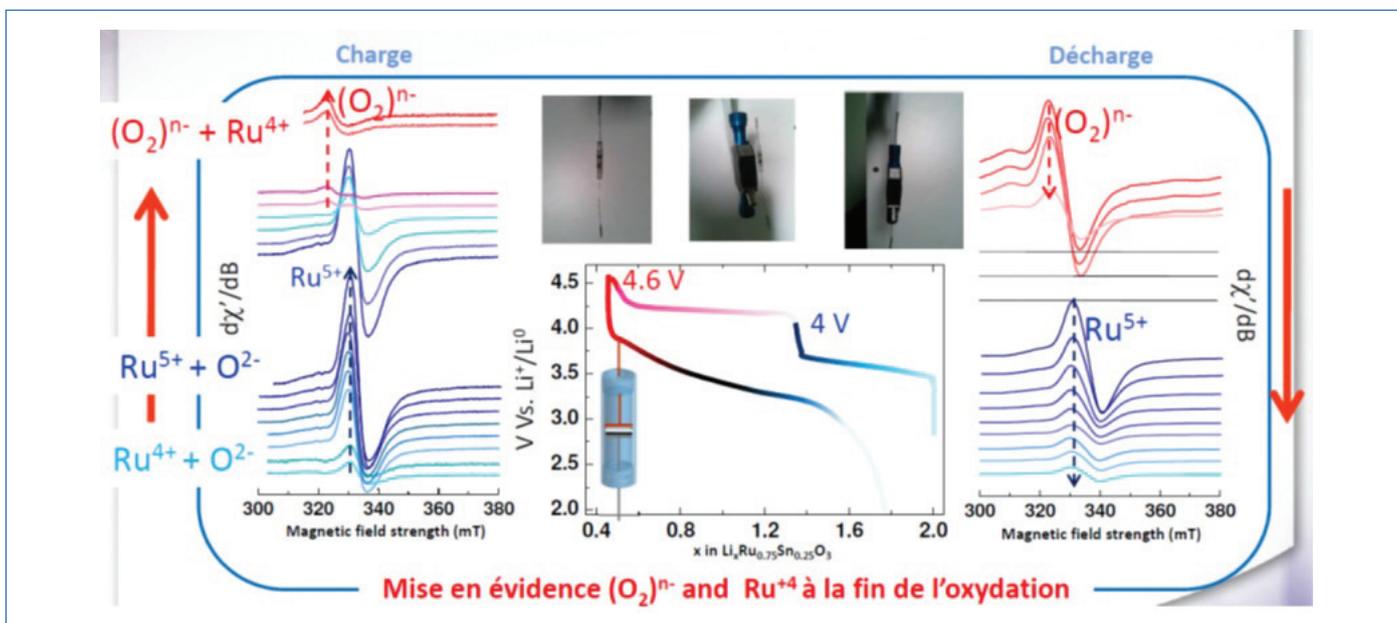


Figure 2 - La RPE permet le suivi des états d'oxydoréduction des ions dans une batterie lithium-ion en fonctionnement, au fil des cycles de charge et de décharge. Il s'agissait ici de mesurer les changements redox tant au niveau du métal actif que de l'anion oxygène. (Photo M. Sathiya, J.-B. Leriche, E. Salager, D. Gourier, J.-M. Tarascon, H. Vezin).

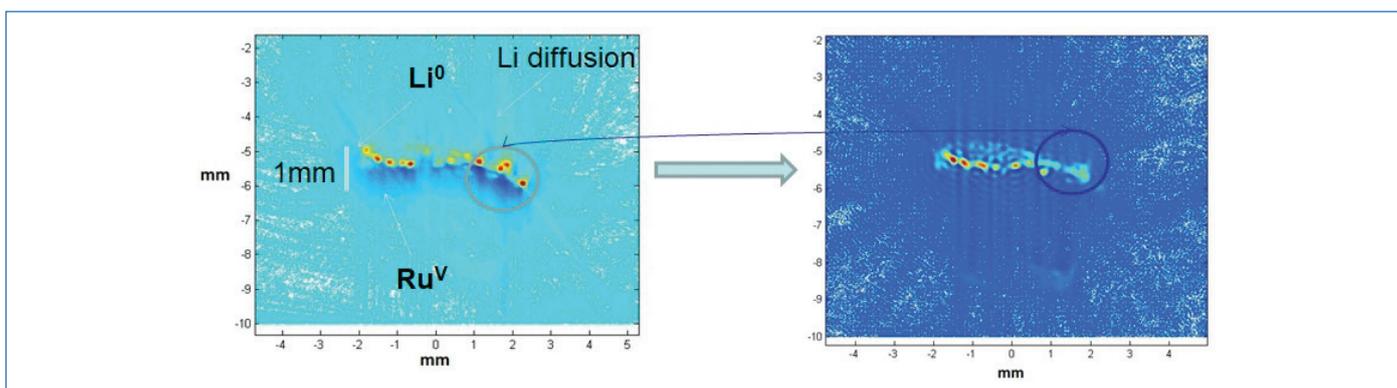


Figure 3 - Les trois méthodes d'Infranalytiques peuvent également produire de l'imagerie, notamment dans les cas techniquement complexes des études *in situ* et *in operando*. La RPE permet ici de localiser les ions RuV en charge sur une électrode de 1 mm, dans une batterie lithium-ion en fonctionnement, de constater leur transformation et de mesurer la formation d'agrégats de lithium diffusant au cours des cycles de charge, induisant une diminution des performances des batteries. (Photo M. Sathiya, J.-B. Leriche, E. Salager, D. Gourier, J.-M. Tarascon, H. Vezin).

masse sur la localisation et la répartition de médicaments anticancéreux et de leurs métabolites au niveau du tissu ovarien, et ce en très faible quantité. Là encore, Infranalytiques oriente les demandes vers les chercheurs et les appareils les plus adaptés.

Sa plateforme d'Orléans, spécialisée dans les protocoles en conditions extrêmes de température, peut par exemple évaluer grâce à la RMN la résistance et le vieillissement des revêtements en composites de carbone sur les freins des avions. Les contraintes de chaleur et de frottement nécessaires impliquent un équipement ad hoc. Pour ces études, la RMN offre des avantages en comparaison avec la diffraction aux rayons X (DRX) : il est possible de caractériser des phases vitreuses, mais aussi de détecter la présence de phases mineures peu visibles en DRX. La RMN à très haut champ permet aussi d'accéder à des éléments invisibles aux champs classiques, comme le zinc ou le manganèse.

Les différents appareillages et techniques analytiques permettent d'étudier des échantillons solides classiques, des matériaux mous, mais aussi des liquides ou des gaz, en conditions normales ou sous contraintes de pression ou température.

Certaines plateformes disposent de lasers afin d'explorer les interactions entre lumière et matière (figure 4).

Des travaux en RMN ont ainsi été menés pour étudier des molécules photosensibles, dont la structure change en fonction de la longueur d'onde reçue. Ces composés sont très recherchés, notamment pour servir de marqueurs et de colorants dans l'imagerie biomédicale. La lumière peut également durcir ou polymériser des matériaux, ce qui change leurs propriétés. Les techniques d'Infranalytiques sont ainsi une aide précieuse sur le développement des cellules photovoltaïques.

La longue liste des possibilités ne s'arrête pas là. Ces excellentes résolutions ne sont pas que spatiales, mais peuvent aussi être temporelles. Cela permet ainsi d'étudier des phénomènes de l'ordre de la milli-, voire de la nanoseconde. La RPE et la RMN peuvent également être couplées en utilisant le phénomène de polarisation dynamique nucléaire (DNP), offrant un formidable moyen d'explorer les surfaces des matériaux.

Si beaucoup de ces exemples concernent des travaux académiques, les industriels ne sont pas en reste. Sur le seul cas

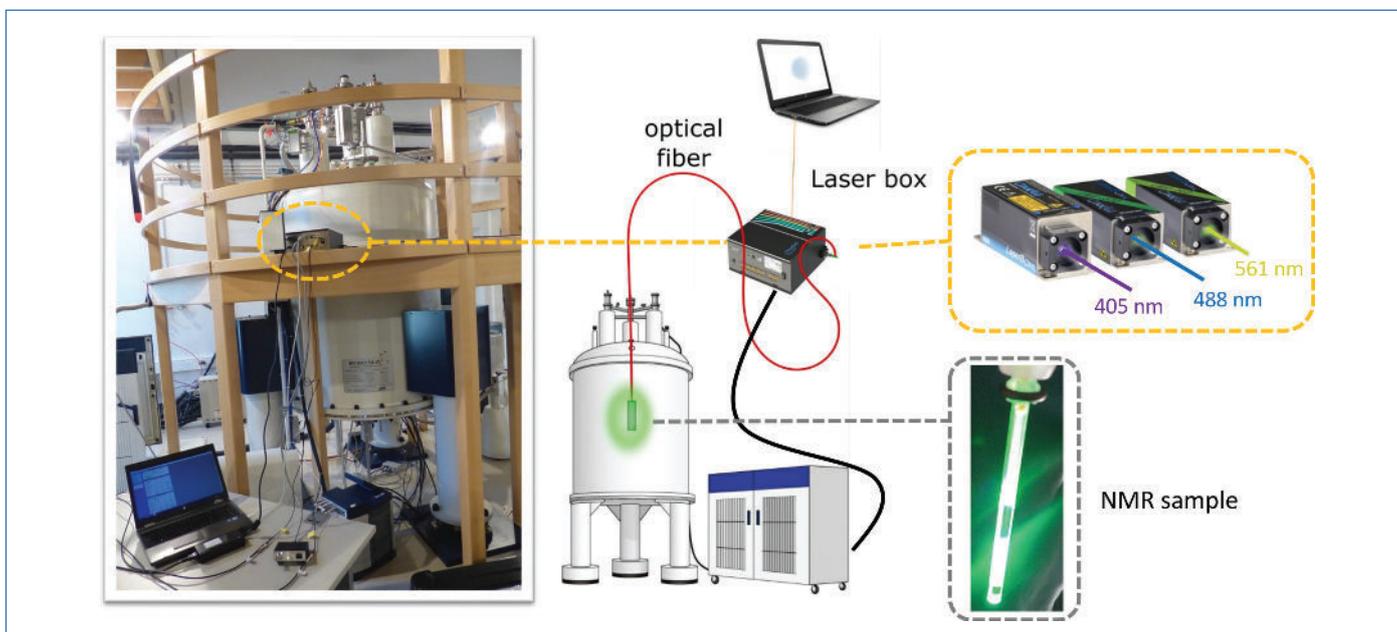


Figure 4 - Dispositif permettant l'illumination de l'échantillon directement au sein d'un aimant de RMN. Ce dispositif contient un boîtier laser permettant d'effectuer des excitations lumineuses à différentes longueurs d'onde. Le boîtier est connecté à la console RMN afin de synchroniser les deux dispositifs. (Image B. Brutscher).

des automobiles, les possibilités sont multiples. Infranalytics permet par exemple d'étudier l'usure d'un lubrifiant, la composition d'un carburant, les performances, comme nous l'avons vu, des batteries pour véhicules électriques, ou encore l'analyse de la résistance des pneumatiques ou le vieillissement des peintures. Même le secteur viticole est concerné, avec l'examen des maladies de la vigne, de son terroir, ou bien la détection des fraudes sur l'année et l'origine d'une bouteille de valeur. L'analyse des antioxydants en présence, permettant même d'évaluer le potentiel de vieillissement d'un vin... et contribuer à son optimisation.

Avec ses équipements d'exception, Infranalytics est présent sur une large gamme d'enjeux sociétaux et industriels. Ces derniers sont conviés à contacter Alicia Vallet, chargée des relations industrielles au sein d'Infranalytics, pour discuter de leurs besoins et les orienter vers les meilleures solutions [4]. Les ingénieurs et chercheurs des sites d'Infranalytics peuvent

ensuite complètement concevoir les expériences, aussi bien pour une TPE que pour une PME ou un grand groupe. Au-delà d'être de simples prestataires, Infranalytics met en place de véritables collaborations.

- [1] <https://infranalytics.fr>
- [2] <https://infranalytics.fr/presentation>
- [3] <https://infranalytics.fr/intranet/deposer-un-projet>
- [4] alicia.vallet@ibs.fr

Jean-Pierre SIMORRE, directeur adjoint scientifique CNRS - Plateformes et Grandes infrastructures de recherche, et **Carine VAN HEIJENOORT**, directrice d'Infranalytics.

* jean-pierre.simorre@cnsr.fr ; carine.van-heijenoort@cnsr.fr

45
Sc
21

Culture
iencesChimie



ENS



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE, DE
L'ENSEIGNEMENT
SUPÉRIEUR ET DE
LA RECHERCHE



Site de ressources en Chimie pour les enseignants

Thèmes en lien avec les

**PROGRAMMES
D'ENSEIGNEMENT**

Contenu validé par des

CHERCHEURS

Articles, Vidéos, Diaporamas

AGENDA, ACTUALITÉS

événements, conférences, parutions
scientifiques...

<http://culturesciences.chimie.ens.fr>

