Laboratoire Léon Brillouin
UMR 12 CEA CNRS

Dossier d'autoévaluation

CAMPAGNE D'EVALUATION -2019
VAGUE E

INFORMATIONS GENERALES

Nom de l'unité : UMR12 Laboratoire Léon Brillouin
Acronyme : LLB
Domaine et sous-domaine dans la nomenclature du Hcéres : ST2 Physique, ST4 Chimie

Directeur pour le contrat en cours : Eric Eliot
Directeur (ou du porteur de projet) pour le contrat à venir : Eric Eliot

Type de demande :

Renouvellement à l'identique ☐ Restructuration ■ Création *ex nihilo* ☐

Établissements et organismes de rattachement :

Liste des établissements et organismes tutelles de l'unité de recherche **pour le contrat en cours** et **pour le prochain contrat** (tutelles).

Contrat en cours :	Prochain contrat :
- CEA - CNRS	- CEA - CNRS

Choix de l'évaluation interdisciplinaire de l'unité de recherche (ou d'une ou plusieurs équipes internes) :

Oui ☐ Non ■

DOSSIER D'AUTOÉVALUATION

Contenu du dossier

Partie I : Présentation générale de l'unité 5

1 – Préambule 6

2 - Présentation de l'unité 7

Introduction 7

Données générales sur l'unité 7

Organisation de l'unité 7

Tableau des effectifs et moyens de l'unité 9

Evolution du nombre de permanents 10

Moyens budgétaires du LLB 10

Subventions 10

Ressources propres 11

3 - Infrastructure nationale d'accueil pour la diffusion neutronique 13

Politique d'accès aux faisceaux 13

4 - Politique scientifique 16

5 - Programme et implication du LLB dans ESS 18

6 - SONATE : les sources compactes, une nouvelle manière de produire des neutrons pour la diffusion neutronique 20

7 - Organisation et vie de l'unité 23

Parité 23

Intégrité scientifique 23

Protection et sécurité 24

8 - Présentation de l'écosystème recherche de l'unité 24

Implantation 24

Formation et éducation 27

9 - Produits et activités de recherche pour le LLB 30
Bilan scientifique 30
Production scientifique 32

Partie II : Présentation des domaines scientifiques et techniques 34
1 - Produits et activités de recherche de l'axe 1 35
2 - Produits et activités de recherche de l'axe 2 37
3 - Produits et activités de recherche de l'axe 3 38
4 – Produits et activités instrumentation 40

Partie III : Choix de faits marquants 45
1 -Faits marquants AXE 1 46
2 - Faits marquants AXE 2 51
3 - Faits marquants AXE 3 59
4 - Faits marquants INFRASTRUCTURES 69

Partie IV : Analyses 78
Analyse SWOT 79
Préambule 79
Forces 81
Faiblesses 81
Opportunités 81
Menaces 82

Partie V : Projet scientifique 83
1 – Organigramme 84
2 - Pôle Recherche 85
3 - Pôle Infrastructures LLB 90

Partie I

Présentation générale de l'unité

1- Préambule

Depuis la dernière évaluation faite par l'AERES, le paysage neutron français a été bouleversé. Deux évènements majeurs ont eu lieu : la décision prise en 2015 d'arrêter le réacteur Orphée fin 2019 et la montée en puissance de la source à spallation européenne ESS (European Spallation Source, Lund, Suède). Dans les deux cas l'impact sur le LLB est majeur.

Arrêt d'Orphée

En tant que centre français de diffusion neutronique et des missions associées, l'arrêt d'Orphée aura plusieurs conséquences :

- Plus aucun accès français aux neutrons hors temps français à l'ILL.

- Arrêt de l'accueil des utilisateurs et fin de l'accès aux instruments pour les équipes de recherche, soit une perte de plus de 2000 instruments-jours par an.

- Arrêt de l'ensemble des actions pratiques de formations aux neutrons délivrées par le LLB,

- Gros risques de perte des compétences françaises en diffusion neutronique.

- Instruments neutroniques rénovés ou nouveaux instruments financés non utilisés, perte des investissements associés (plusieurs millions d'euros).

- Equipes instrumentales sans travail.

ESS

Le programme français de participation à la construction des instruments neutroniques d'ESS est entièrement géré par le LLB à qui le CEA et le CNRS ont donné cette responsabilité et qui a en charge en collaboration avec d'autres centres européens de diffusion neutronique le développement et l'implantation de cinq instruments. Les cinq instruments ont passé les premières phases d'acceptation par ESS et sont maintenant entrés dans la phase liée à la construction proprement dite (appels d'offres, marchés, etc.). L'ensemble de cette participation s'élève à 35 M€.

Dans les cinq années à venir, ces instruments devront être implantés sur site en Suède et réceptionnés par ESS (cold commissioning) avant les tests sous neutrons (hot commissioning). C'est un travail énorme à la fois au niveau technique et scientifique mais aussi au niveau administratif et financier car les sommes engagées seront très importantes et les actes financiers nombreux.

Ces deux points ont structuré depuis 2015 la réflexion menée au LLB sur la stratégie à engager pour que la France reste parmi les tous premiers pays portant l'utilisation des neutrons comme sonde de la matière et que l'investissement français dans ESS ne soit pas en partie perdu par manque d'utilisateurs français compétents pour obtenir du temps de faisceau à ESS.

2- Présentation de l'unité

Introduction

Le Laboratoire Léon Brillouin (LLB) est une unité mixte de recherche CEA – CNRS (UMR12) implantée dans le centre CEA de Saclay. Pour le CEA elle dépend de la Direction de la Recherche Fondamentale et de l'institut rayonnement matière de Saclay (DRF/IRAMIS). Pour le CNRS elle dépend de l'Institut de Physique (INP). Depuis, la dernière évaluation le LLB a été dirigé par Christiane Alba-Simionesco jusqu'à fin 2017 puis depuis le 1er janvier 2018 par Eric Eliot.

Le LLB construit et gère des spectromètres neutrons et utilise les neutrons fournis par le réacteur Orphée (Direction de l'Energie Nucléaire du CEA). Le réacteur Orphée a une puissance de 14MW et est en fonctionnement depuis 1980. Son arrêt est programmé pour la fin 2019.

La particularité du LLB est qu'il est à la fois une structure de recherche et une infrastructure nationale d'accueil.

A ce titre, ces missions sont liées à ces deux aspects :

- Conduire une recherche sur ses propres programmes
- Développer et mettre des instruments performants à disposition de la communauté française, et européenne
- Soutenir la formation à la diffusion neutronique
- Promouvoir l'utilisation de la diffusion et de la spectroscopie neutronique pour la recherche fondamentale et l'industrie
- Mener une prospective pour une stratégie à long terme de l'activité neutronique nationale

Depuis, une nouvelle importante mission a été confiée au LLB puisque le laboratoire a été choisi par la France pour assurer la coordination de la contribution française pour l'instrumentation sur ESS et préparer une nouvelle génération d'utilisateurs aux futures méthodes développées à ESS. C'est un succès important pour les équipes du LLB et démontre une fois de plus leurs compétences techniques portées par des thèmes scientifiques innovants et prometteurs.

Depuis l'annonce en 2015 de la fermeture du réacteur Orphée fin 2019, la partie prospective sur la neutronique en France est devenue un point dur qui a nécessité une remise en question stratégique du LLB présentée plus bas dans ce document.

Données générales sur l'unité

La présentation de la structure de l'unité est faite outre la partie managériale par grands domaines scientifiques et techniques pour présenter la recherche propre développée au LLB. La partie infrastructure nationale d'accueil pour la diffusion neuronique sera traitée en propre.

Organisation de l'unité

La gouvernance du LLB est du ressort du Conseil d'Administration composé de trois représentants par organisme CEA et CNRS. Le statut, les objectifs, l'organisation et les finances du LLB font l'objet d'une convention entre le CEA et le CNRS qui est renouvelée tous les cinq ans. La convention en cours va jusqu'à fin 2020. Le Directeur et le Directeur adjoint de l'unité sont nommés par un accord commun entre le CEA et le CNRS.

Le Conseil Scientifique et Instrumental du LLB a la charge de donner des avis d'expert sur les missions de recherche, d'accueil et de formation du laboratoire. Le CSI exprime des recommandations sur la meilleure façon pour le LLB d'arriver à atteindre ses objectifs sur le moyen long terme dans le contexte national et international. Le CSI donne ses conclusions formellement lors du Conseil d'Administration annuel.

La direction de l'unité est responsable de la gestion scientifique et financière, de la gestion des personnels, de l'organisation de la sécurité dans l'unité et des liens avec les équipes du réacteur Orphée, de la gestion de l'accueil des utilisateurs et notamment des comités de sélections des propositions d'expériences. Elle est composé de l'échelon direction, d'une cellule formation et éducation, d'un «user

office », d'une équipe sécurité et du Conseil de laboratoire chargé de faire le lien avec le personnel. Le projet ESS est lié au niveau direction.

2017 : Directrice Christiane Alba-Simionesco (CNRS), directeur adjoint Eric Eliot (CEA)

Depuis 2018 : Directeur Eric Eliot, Directeur adjoint Grégory Chaboussant (CNRS)

L'axe scientifique 1, Magnétisme, Supraconductivité et Matériaux Fonctionnels développe la physique associée aux systèmes magnétiques complexes et aux systèmes à électrons fortement corrélés via l'utilisation de la diffusion de neutrons magnétique.

L'axe scientifique 2, Matériaux et nanosciences couvre les activités liées à la science des matériaux et plus généralement aux hétéro-systèmes comme les alliages, les interfaces, les composites ou encore les systèmes confinés.

L'axe scientifique 3, Matière molle complexe a orienté ses études vers les systèmes impliquant différents composés, échelles de temps et de longueur et qui sont primordiaux dans la matière molle et la biologie.

Les instruments neutrons sont répartis dans trois groupes instrumentaux spectroscopie (Trois-axes, temps de vol, Spin-Echo), diffraction (poudres et liquides, monocristaux) et structures à grande échelle (SANS ou VSANS, réflectivité, contraintes, imagerie). Ces groupes sont en charge de l'exploitation des instruments et de l'accueil des utilisateurs. Actuellement, 16 instruments sont ouverts pour les appels à proposition d'expérience et 5 sont en utilisation pour les tests, la formation ou de l'accès industriel. Depuis 2017 un instrument LLB est implanté à l'ILL à Grenoble en tant que CRG dans le cadre de la stratégie mise en place par le LLB qui sera décrite plus loin.

Les groupes techniques (électronique, informatique, développement instrumental, environnement échantillon) ont la tâche de fournir l'ensemble de l'assistance aux chercheurs du LLB pour la recherche propre et aux utilisateurs lors des périodes d'accueil.

En soutien aux activités de recherche des plateformes communes ont été mise en place (chimie, biologie et modélisation).

Organigramme fonctionnel

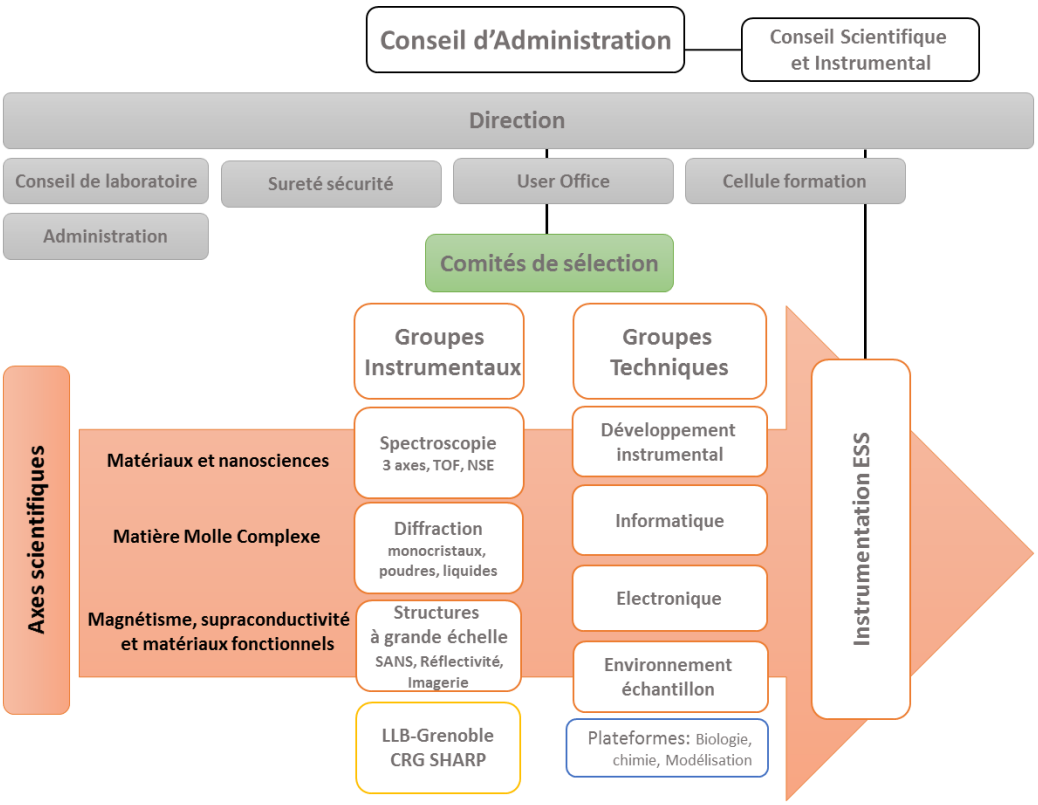


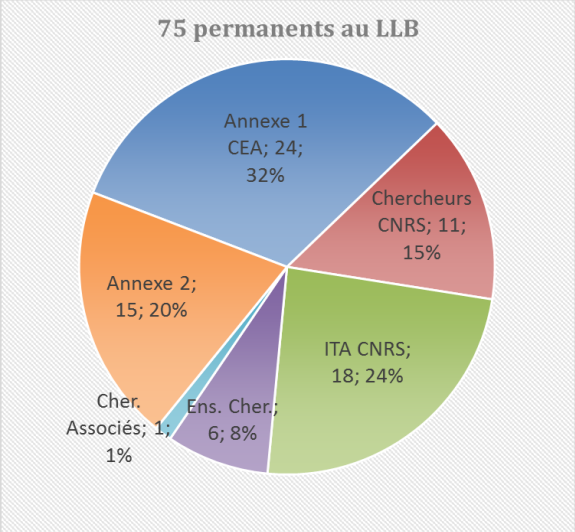
Tableau des effectifs et moyens de l'unité

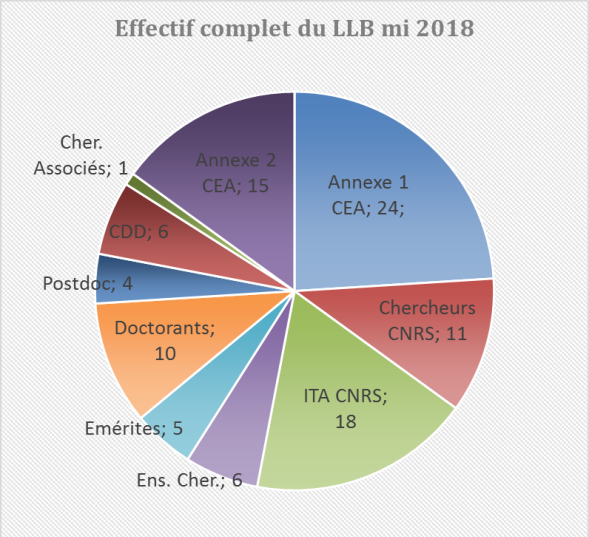
Le personnel permanent du LLB est composé principalement de salariés CEA/DRF et d'agents CNRS/INP ou INC.

Pour le CEA, deux catégories sont considérées : chercheurs-ingénieurs annexes 1 (A1) et techniciens et personnels administratifs annexes 2 (A2). Dans le cadre de la nomenclature HCERES, les chercheurs seront classés parmi les cadres scientifiques EPIC, les cadres ingénieurs parmi les cadres EPIC. Pour le CNRS, on retrouve les chercheurs d'une part, associés aux publications, et les ingénieurs, administratifs et techniciens (ITA) d'autre part; les ingénieurs étant souvent considérés en partie comme des chercheurs.

Certains techniciens sont affectés à un ou des instruments spécifiques ou à un groupe technique (ou administratif). Les chercheurs et les ingénieurs appartiennent de même à des groupes instrumentaux ou techniques, et sont membres des axes scientifiques, animent les plateformes ou la cellule formation/éducation du LLB. De manière notable, la plupart des membres du personnel ont des rôles multiples dans les différentes composantes de l'organisation.

A la date du 1er juillet 2018, l'effectif compte 75 « permanents », dont 1 chercheur du Karlsruhe Institute of Technology (KIT) en charge de l'instrument allemand implanté au LLB et 6 enseignants à temps partiel venant de différentes universités autour de Paris,

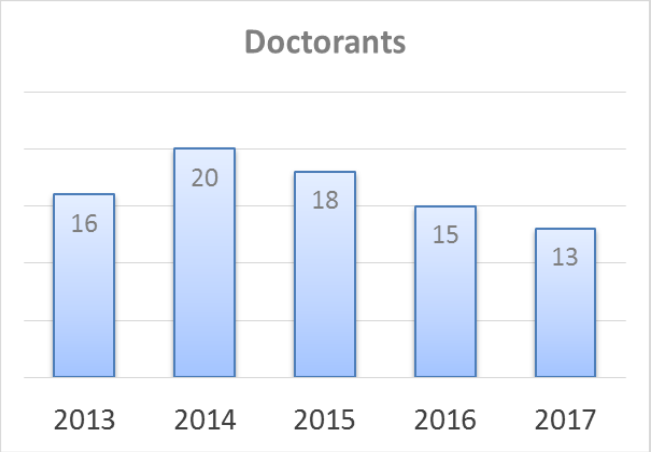




Le personnel « non permanent » est composé de 5 directeurs de recherche émérites de doctorants (10), de post-doctorants (4) et de 6 CDD.

La totalité des personnes présentes est 100. La liste du personnel sur la période est donnée dans le document « données du contrat en cours ».

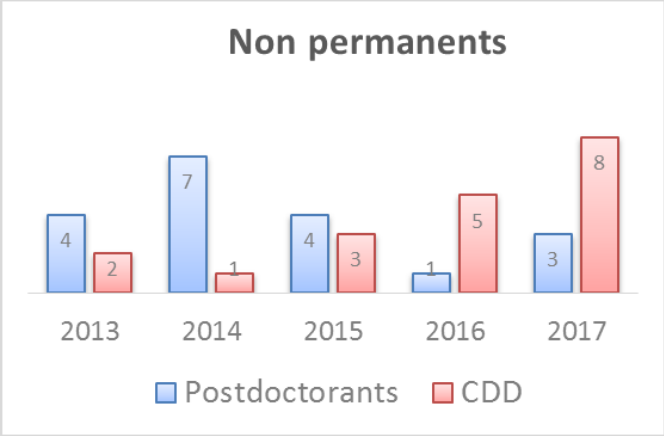
Le suivi du nombre de doctorants montre qu'après une remontée forte entre et 2015 notamment grâce au programme de thèses LLB-SOLEIL mis en place en 2012, la courbe s'inverse dès 2016 du fait de l'annonce de l'arrêt du réacteur Orphée qui a rendu plus difficile l'attraction des doctorants.



Pour contrer ce fait les thèses proposées actuellement équilibrent dans la partie instrumentale les techniques hors neutrons et neutrons et la stratégie LLB pour garder le plus d'accès possible aux neutrons commence à être bien comprise.

Les soutiens financiers des doctorants proviennent d'origines diverses (CEA, CNRS, MESR, Industrie, Régions, Europe).

Il faut également considérer que le nombre de doctorants supervisés lors des expériences de neutrons est assez conséquent : Entre 90-140 étudiants et environ 50 post-docs sont accueillis et aidés chaque année. Plus de 70% de nos chercheurs ont obtenu leur HDR.

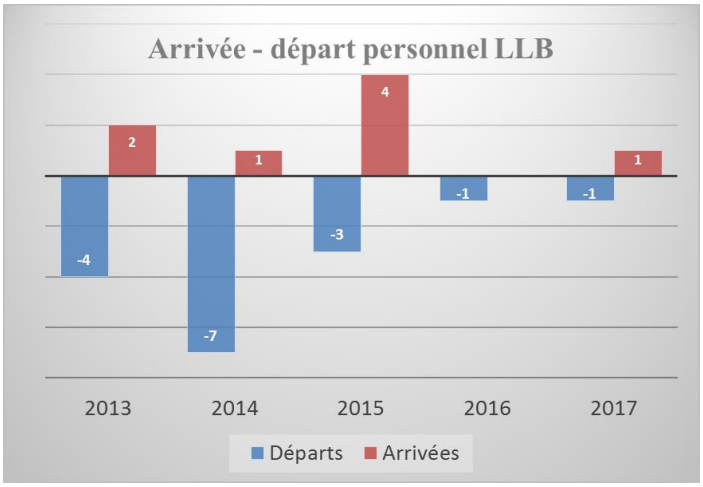


Le nombre de « non permanents » augmente fortement du fait de la montée en puissance du projet instrumental ESS qui a nécessité des recrutements de dessinateurs projeteurs et d'ingénieurs spécialisés en plus des post-doctorants recrutés sur la partie recherche propre du LLB (contrats ANR ou européens).

Cependant, la préoccupation principale demeure le faible nombre de personnes permanentes opérant sur les spectromètres.

Evolution du nombre de permanents

Sur la période – 2017 l'effectif permanent du LLB a diminué de huit postes.



L'année 2014 a vu le départ en retraite de sept personnes et l'année 2015 de trois. Ces départs malgré les recrutements n'ont jamais été compensés.

Dans le détail, il y a eu 9 départs et 5 arrivées côté CEA dont 4 sur 2015 et 2017 et 7 départs et 3 arrivées côté CNRS dont la dernière en 2015. Sur les 16 départs 10 sont des chercheurs et 6 des ITA ou techniciens. Il y a eu deux recrutements de chercheurs et 6 de techniciens ou ITA.

La chute drastique du nombre de chercheurs a eu comme première conséquence une baisse du nombre de chercheurs associés aux instruments neutrons et du nombre de local-contacts. Les chercheurs restant ont privilégié leur recherche propre notamment les agents CNRS car l'accueil n'est pas reconnu en tant que tel pour les carrières. Si la qualité de la production scientifique du LLB est restée à un excellent niveau, le processus d'accueil des utilisateurs a été rendu plus difficile pour les équipes LLB.

Pour pouvoir répondre à toutes les actions dont le LLB a la charge et notamment la réussite de l'implantation des cinq instruments sur ESS et la création d'une source compacte sur Saclay, les organismes devront soutenir le LLB au niveau des effectifs.

Moyens budgétaires du LLB

Subventions

Le budget LLB est fixé par le conseil d'administration chaque année. Il est constitué d'une partie subvention allouée par le CEA et le CNRS selon la convention d'UMR et d'une partie ressources propres. Le coût d'achat des neutrons du réacteur Orphée est partagé entre le CEA et le CNRS et n'est pas donné ici. Le budget en subvention permettant le fonctionnement de l'infrastructure LLB dans son ensemble et la masse salariale associée sont présentés dans les schémas ci-dessous.

puis en 2016 ESS vient s'ajouter aux ressources précédentes. Les recettes industrielles sont faibles. Ceci s'explique par le fait que peu d'industriels font appel aux neutrons car c'est une sonde difficile à maîtriser lorsque l'on n'est pas spécialisé et les industriels préfèrent le plus souvent passer ou s'appuyer sur un laboratoire académique par exemple avec une bourse de thèse type CIFRE.

3- Infrastructure nationale d'accueil pour la diffusion neutronique

La TGIR LLB/Orphée offre un panel d'instruments neutrons et d'environnements échantillon qui permet aux équipes nationales et internationales d'utiliser au mieux les techniques de diffusion neutronique pour leur recherche. De 2013 à 2015, 22 instruments étaient ouverts à la communauté, puis depuis 2016 suite à l'annonce de l'arrêt du réacteur Orphée, 15 instruments ont été ouverts à la communauté (liste des instruments est donné en annexe 2). Les instruments font partie de trois groupes instrumentaux qui sont responsables de leur exploitation et qui procurent aux utilisateurs l'expertise nécessaire pour le traitement des données. Environ 400 à 500 chercheurs viennent faire leur recherche au LLB chaque année. Environ 300 expériences sélectionnées par un comité scientifique ont lieu chaque année. Il y a deux appels à proposition d'expérience par an. Dans cette section, nous présentons un rapide résumé des activités de service et d'accueil, le programme d'accès et l'utilisation du temps de faisceaux.

Politique d'accès aux faisceaux

Les scientifiques qui désirent effectuer une expérience au LLB doivent rédiger une demande d'expérience qui décrit les objectifs et la méthode expérimentale. Les dépôts de demande se font deux fois par an. Les propositions sont ensuite évaluées par les comités de sélection composés d'experts français et étrangers. Il existe cinq comités de sélection :

Thème 1: Chemical Physics, Biological Systems

Thème 2: Crystallographic and Magnetic Structure

Thème 3: Magnetism/ Single-Crystal Systems and Thin Layers

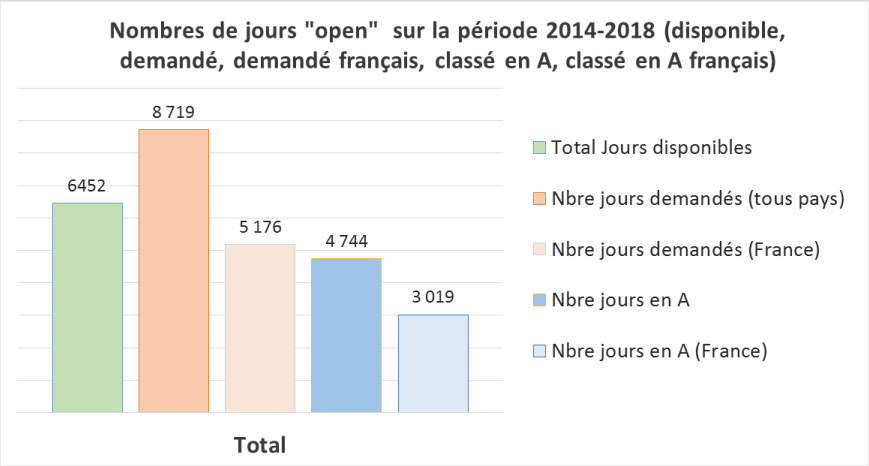
Thème 4: Disordered Systems, Nanostructured Materials and Material Science

Thème 5: Excitations

En général, 80% des jours possibles sont alloués aux expériences considérées comme importantes. Celles-ci sont programmées dès que possible. Il n'y a pas de temps de faisceau « réservé » ou en « interne ». Les chercheurs du LLB doivent, comme les autres, passer par les comités de sélection. Il y a néanmoins deux autres moyens d'accès pour obtenir du temps de faisceau : accès rapide et accès via la direction. Ces deux procédures sont utilisées de manière très exceptionnelle.

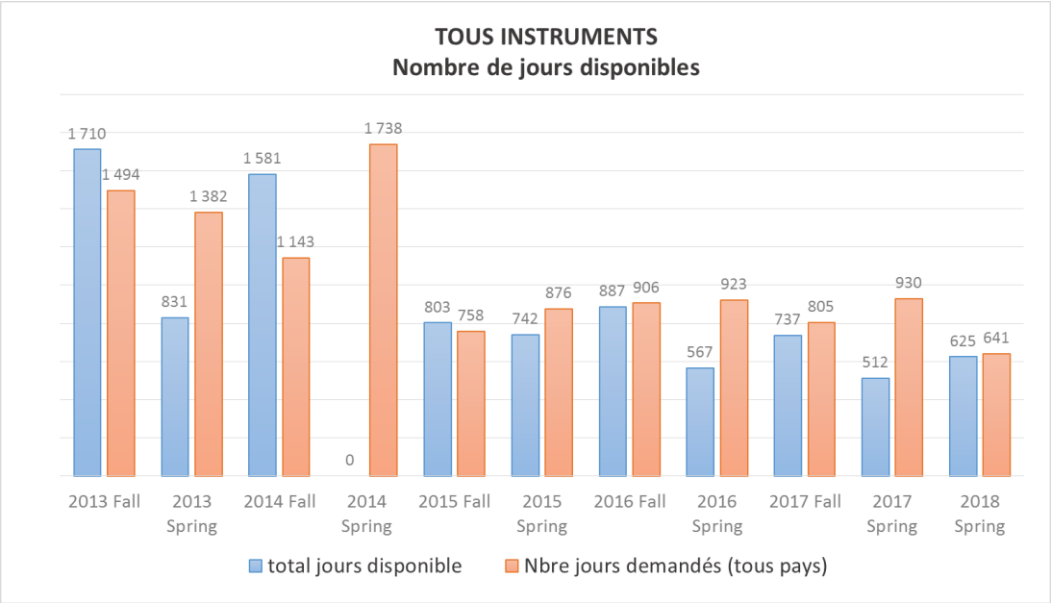
Le nombre d'expériences est de l'ordre de 300 par an en moyenne, soit une durée moyenne des expériences de 3 jours environ sachant que selon les disciplines la durée peut aller de 1 journée à deux semaines dans certains cas.

Nombre de jours disponibles, demandés et alloués

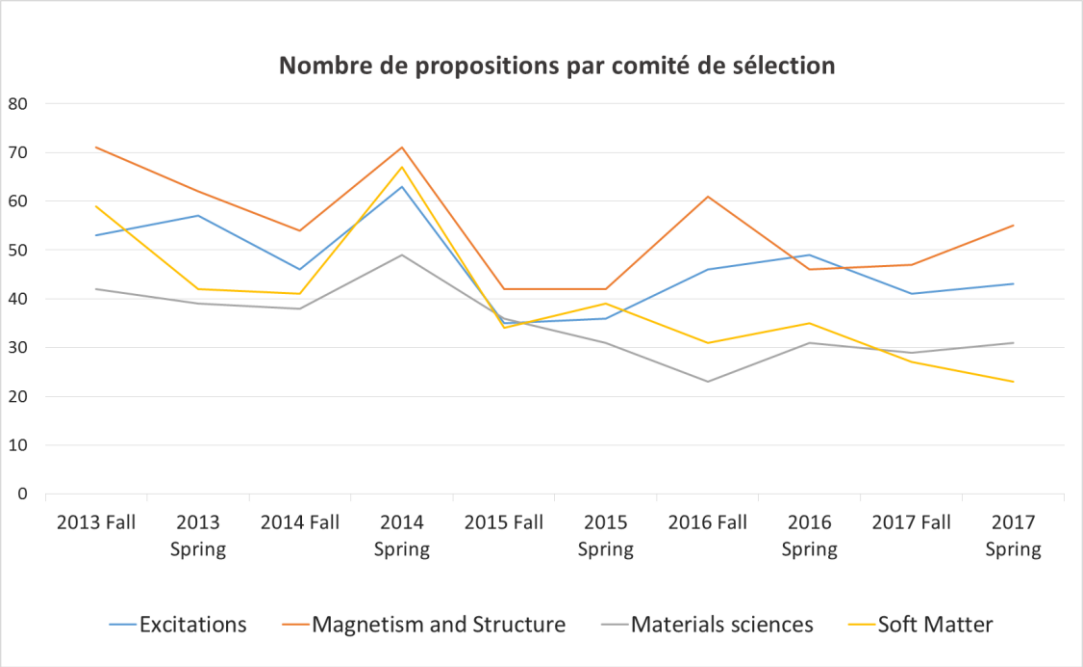


Le nombre de jours de faisceau disponible, et ouvert aux utilisateurs via la procédure de sélection, sur la période 2014-2018 a été de 6450 jours. Le nombre de jours demandés, toutes nationalités confondues a été de 8720 jours, soit un facteur de surcharge moyen de 1.35. Les demandes françaises représentent 59% des demandes (5170 jours). Parmi les expériences classées en A, on compte 4744 jours en A toutes nationalités confondues dont 3019 jours en A pour les équipes françaises soit 63% du total. N'apparaissent pas dans ce graphique les jours octroyés pour les manips internes, de tests ou les demandes spéciales.

Le nombre de jours de faisceau disponibles/demandés est représenté annuellement (découpage semestriel). On constate une baisse notable lors du passage de 180 jours à 120 jours de fonctionnement du réacteur.

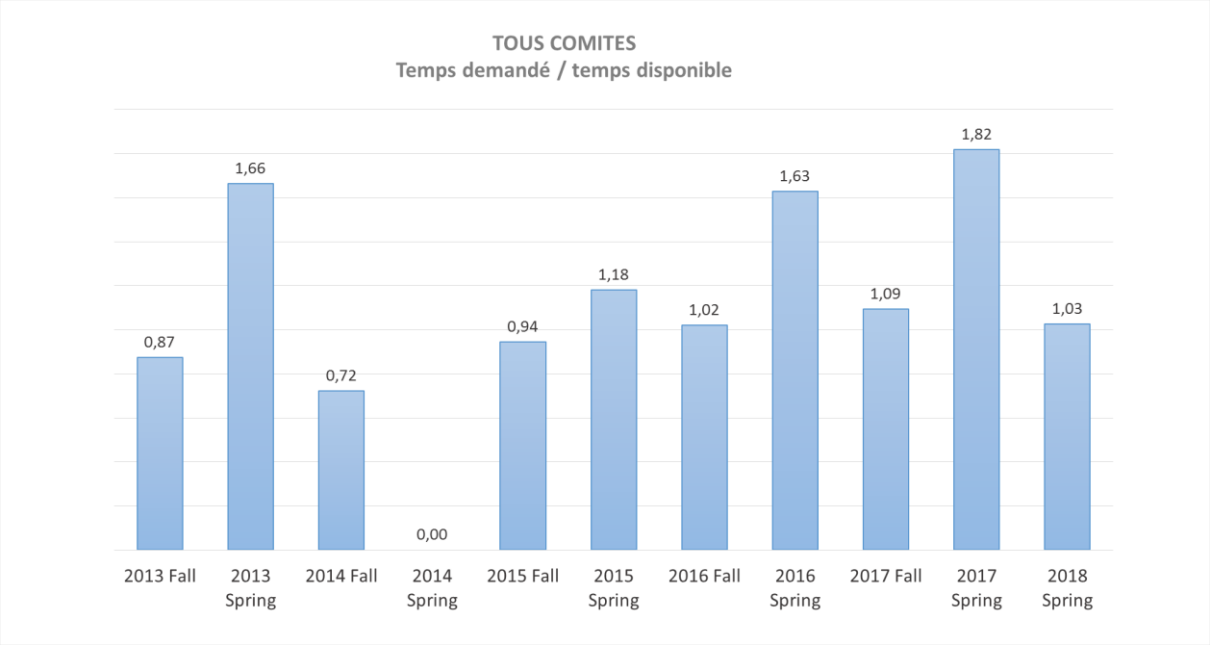


Le nombre de jours de faisceau demandés par thématique scientifique (excitations, structure et magnétisme, sciences des matériaux, matière molle et biologie) est représenté annuellement (découpage semestriel).

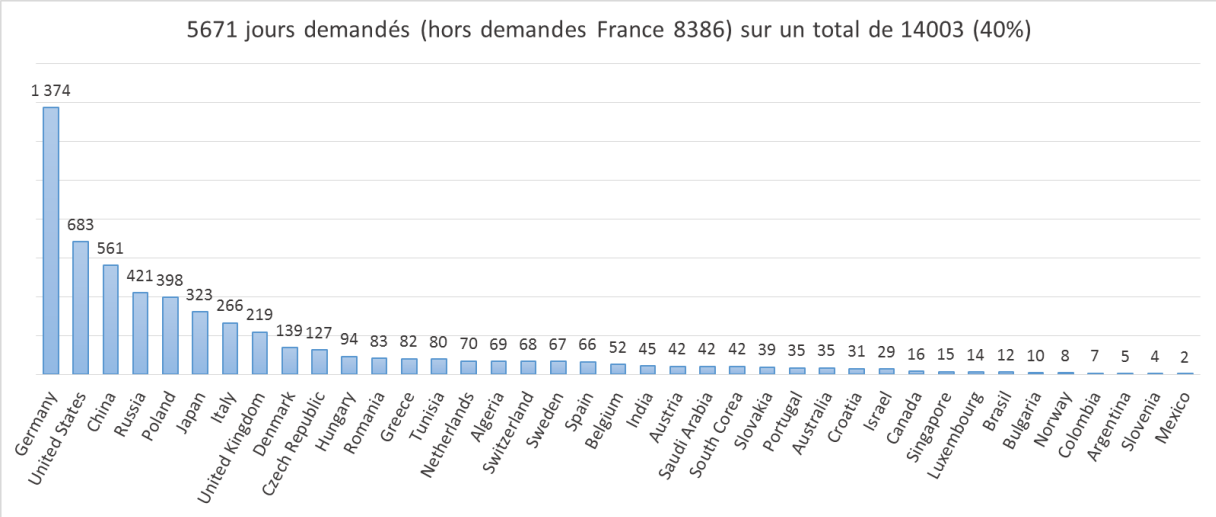


La baisse des propositions est moindre pour les domaines « excitations » et « magnétisme et structure » que pour les deux autres domaines et notamment la matière molle. Ceci pourrait être dû au fait que parmi les utilisateurs qui proposaient des expériences en matière molle, certains se tournent vers des techniques presque équivalentes à la diffusion neutronique (synchrotron par exemple) qui leur permettent d'obtenir des résultats. Ceux dont la demande nécessite l'utilisation des neutrons notamment l'utilisation du contraste dans les échantillons complexes continuent à proposer des expériences. Les utilisateurs s'adaptent très rapidement à la baisse de l'accès !

La pression sur les appareils est représentée par le temps demandé rapporté au temps disponible, tous comités de sélection réunis. En 2017, il était de l'ordre 1.4 – 1.5, chiffre en légère augmentation par rapport à 2015. Les performances accrues des instruments, notamment grâce aux jouvences instrumentales, ont permis de renforcer l'efficacité des expériences et, dans certains cas, de réduire également le temps nécessaire pour effectuer une expérience. Les instruments les plus demandés sont les appareils de SANS, les spectromètres trois-axes et les diffractomètres de poudre.



Les demandes étrangères (5671 jours) représentent environ 40% du total. L'Allemagne arrive largement en tête (près de 1400 jours demandés) suivie des Etats-Unis et de la Chine. Parmi les pays ne disposant pas de source de neutrons sur leur sol, la Pologne et l'Italie arrivent en tête. La distribution mondiale des utilisateurs du LLB indique que les instruments du LLB sont performants et qu'il existe de multiples collaborations entre les chercheurs du LLB et des chercheurs venant de nombreux pays.



4- Politique scientifique

Le préambule de ce document a présenté les changements majeurs qui sont apparus dans le paysage français et européen de la diffusion neutronique.

Comme décrit ci-dessus, le LLB a depuis, malgré l'annonce de la fermeture d'Orphée, assuré son rôle de centre de diffusion neutronique pour la communauté française tout en continuant sa recherche propre net en la maintenant à un haut niveau d'excellence (voir ci-dessous la présentation des produits des activités de recherche). C'est un des principaux centres de diffusion neutronique au niveau international et il fait partie du réseau européen d'infrastructures qui notamment sont impliquées dans plusieurs projets H2020.

Le LLB a répondu à ces missions d'accueil, de recherche et de formation : accueil sur les instruments avec des performances accrues du fait des programmes de jouvence lancés les années précédentes et le développement de nouveaux appareils et environnements avec un taux de surcharge d'environ 1.6 en moyenne malgré, depuis l'annonce de l'arrêt d'Orphée, les préoccupations des utilisateurs, production d'articles scientifiques, avec un facteur d'impact moyen sur la période de 4.14, formation de doctorants, de jeunes et moins jeunes chercheurs, d'étudiants en master ou école d'ingénieurs.

Ceci a été possible par l'implication des personnels technique et scientifique du LLB qui n'ont pas baissé les bras malgré les difficultés rencontrées car le LLB a réagi à cette nouvelle donne après une année 2015 particulièrement troublée en proposant dès 2016 une vision stratégique constructive et proactive pour son futur et celui de la neutronique française.

Cette stratégie a été proposée après de nombreuses participations à des réunions où le LLB a défendu le besoin de garder une source nationale et de continuer à avoir un accès français à la diffusion neutronique qui permet d'obtenir des fonctions de corrélations non ambiguës essentielles pour comprendre les propriétés de la matière condensée.

Des séminaires communs avec la Société Française de Neutronique ont été organisés pour affiner cette stratégie.

Le conseil scientifique et instrumental du LLB a réuni dans une séance dédiée des scientifiques et des industriels français et étrangers non affiliés à des centres de diffusion neutronique pour faire le point sur la diffusion neutronique et quels étaient les types de besoins en cours et à venir tant du point de vue de la recherche fondamentale que des applications.

Les points principaux présentés en 2016 ressortant de ces concertations et réflexions sont décrits ci-dessous et développés dans les annexes :

- Le LLB est une unité de recherche et à ce titre développera ses programmes propres de recherche dans les domaines scientifiques où les chercheurs excellent. Sur les trois dernières années le LLB a investi dans des instruments de mesure hors neutrons afin de permettre aux chercheurs de poursuivre leur recherche malgré la baisse de l'accès neutron.

- Le LLB continuera d'assurer au meilleur niveau jusqu'à fin 2019 l'accueil des utilisateurs et la formation sur les instruments LLB.

- Le LLB en tant que coordinateur de la contribution instrumentale française à ESS mettra tout en œuvre pour réussir l'implantation des instruments dont il a la charge. Les premières constructions sur site débuteront en 2020 et devraient s'étendre jusqu'en 2023 (le programme LLB dans ESS est présenté plus bas dans le document).

- Le LLB a participé et soutenu la création en 2017 de la Fédération française de diffusion neutronique qui regroupe tous les acteurs nationaux possédant des instruments neutrons afin de fédérer l'ensemble des forces françaises sur ce point. Le regroupement des appels à propositions sur tous les instruments de la fédération (LLB, CEA/INAC, Institut Néel, Liphy) en un seul appel commun a été lancé en 2016 avec le développement par le LLB d'un portail commun de gestion de ces appels (Phoenix). Ceci est fait pour anticiper le fait qu'après l'arrêt d'Orphée, les instruments restants et futurs seront répartis géographiquement et institutionnellement.

- **Maintien du plus grand nombre possible d'instrument-jours pour les utilisateurs (détails en annexe 5).**

Transfert des instruments liés au contrat franco-suédois (Fa#, PA20)

PA20 qui a été inauguré en février 2016 sera transféré vers le Paul Scherrer Institute de Zurich (PSI) avec un accès de 50% du temps de faisceau annuel pour les utilisateurs français et leurs collaborateurs (le contrat est en cours de signature).

Pour le spectromètre à temps de vol Fa# qui devait être construit et implanté en 2018 au LLB, la décision a été prise de le construire directement à l'ILL dans le cadre d'un contrat de CRG de type A (instrument appartenant à terme à l'ILL avec un accès de 50% réservé pour le LLB). Depuis octobre 2017, une équipe du LLB est en charge à l'ILL de l'instrument IN6 qui sera remplacé en 2020 par l'implantation de Fa# qui dans le cadre du programme Endurance 2 de l'ILL deviendra l'instrument SHARP.

Ces temps d'accès permettront notamment de continuer à faire de la formation sur instruments.

Cet ensemble a été validé par nos collègues suédois et a nécessité la mise en place d'un amendement au contrat franco-suédois qui a été prolongé jusqu'en fin 2019.

Proposition d'implantation de nouveaux CRGs à l'ILL

Pour permettre le plus d'accès possible aux utilisateurs français et pour utiliser les instruments LLB récents et ayant reçu une jouvence, le LLB a proposé dans le cadre d'Endurance 2, d'implanter un instrument trois axes, un petits-angles et un diffractomètre en tant que CRG ILL. Ces instruments seraient basés sur les parties instrumentales les plus performantes sur les spectromètres actuellement au LLB qui seraient transférées vers l'ILL.

Cette proposition notamment pour l'appareil trois axes et le petits-angles est en cours de validation par les organismes et le ministère.

Si l'ensemble de ces propositions se mettent en place (**PA20 au PSI, SHARP à l'ILL, deux nouveaux CRGs à l'ILL**), le nombre d'instrument-jours accessibles serait d'environ 400 à 500 par an soit un quart de la situation actuelle.

- **Développement d'une source compacte nationale de neutrons.**

On le voit, deux aspects ne sont pas pris en compte dans les points précédents à savoir l'écart entre le nombre d'instrument-jours disponibles pour les utilisateurs entre la situation actuelle et l'après 2019 et le fait que nombre de personnel technique actuellement en charge des instruments au LLB seront « en l'air » après l'arrêt d'Orphée.

La solution proposée par le LLB est de développer une source compacte de neutrons qui offrira une alternative. Le **projet SONATE** ("*Source cOmpacte de Neutrons s'Appuyant sur la Technologie des accélératEurs*") est rendu possible du fait des progrès technologiques significatifs qui ont eu lieu ces dernières années dans différents domaines comme la technologie des accélérateurs de protons, l'optique neutronique, les codes de simulation et grâce aux premiers retours venant des développements autour d'ESS.

SONATE utilisera un faisceau pulsé de protons accélérés sous 20 MeV sous très haut courant venant frapper une cible d'un élément léger (Be) qui produira par « stripping » des neutrons en quantité environ trois ordre de grandeur en dessous d'ESS. Comme ces neutrons auront une énergie faible il est possible de construire une cible dans un volume très compact avec un fort couplage avec le modérateur et d'obtenir des flux de neutrons sur l'échantillon équivalents à ceux obtenus sur les instruments bas flux du LLB et suffisants pour faire des expériences de diffusion neutronique de routine. De plus, une source de ce type n'est plus proliférante puisqu'il n'y a aucun combustible nucléaire et les protections physiques associées sont bien moindres que celles d'un réacteur type Orphée.

Le développement de SONATE a débuté en 2016 grâce au soutien du CEA et de la région Ile de France (Sésame) (voir paragraphe spécifique SONATE). Le projet à moyen terme (2024 – 2025) permettra l'utilisation de cinq instruments puis à long terme (2030) de dix instruments. Ceci permettra dès la fin de la première phase d'ajouter 1000 instrument-jours à ceux décrits plus haut puis en 2030, 1000 instrument-jours de plus. La France aura alors retrouvé la situation actuelle en termes de capacité de diffusion neutronique.

Le développement d'une telle source nécessite des compétences technique et scientifique que possèdent les équipes actuelles du LLB ce qui répond au deuxième aspect du problème.

Cette stratégie si elle se met en place permettra de minimiser les effets dus à l'arrêt d'Orphée tout en assurant la continuation des recherches faites au laboratoire et des postes de travail techniques.

Cet ensemble sera associé à partir de 2019 d'une nouvelle organisation fonctionnelle présentée dans la partie projet.

5- Programme et implication du LLB dans ESS

La nouvelle source Européenne de neutrons (**ESS – European Spallation Source**) est en cours de construction à **Lund** en Suède, juste en face de la ville de Copenhague. Elle est réalisée par un consortium réunissant 15 pays européens. Contrairement à la plupart des sources Européennes actuelles qui utilisent des réacteurs pour la production de neutrons (à l'exception du PSI et de ISIS), elle va utiliser le principe de la spallation. Il consiste à bombarder une cible constituée de métaux lourds avec un faisceau de protons à très hautes énergies. L'ESS possèdera l'accélérateur linéaire de protons le plus puissant au monde, principalement composé de cavités supraconductrices, qui accélèrera des protons jusqu'à une énergie de 2 GeV. La cible sera composée d'une roue en tungstène de 2 m de diamètre. L'interaction des protons avec la cible libère une très grande quantité de neutrons, qui après avoir perdus leurs énergies dans les modérateurs (eau et hydrogène liquide) couvrirons la gamme de longueurs d'ondes nécessaire à l'étude de la matière (chauds, thermiques et froids). La fréquence de la source sera de 14 Hz et la longueur des pulses de 2.86 msec, beaucoup plus important que ceux des autres sources actuelles (environ 100 μsec), c'est pourquoi elle est qualifiée de source à spallation à pulses longs. Du fait de l'allongement du pulse, l'ESS nécessite le développement d'une instrumentation neutronique totalement novatrice, ce qui devrait à terme permettre un gain en brillance des appareils de plusieurs ordres de grandeur par rapport à ceux existants.

Les instruments sont construits par les différents partenaires de l'ESS par le biais de contributions « in-kind ». Les 15 premiers appareils ont été sélectionnés en 2014 et 2015. La France, par le biais du Laboratoire Léon Brillouin, participe à la construction de 5 d'entre eux, pour un montant de 35 M€ :

- 3 diffractomètres ; **SKADI** (diffractomètre aux petits angles), **MAGIC** (diffractomètre pour monocristaux à neutrons polarisés) et **DREAM** (diffractomètre de poudres).
- 2 spectromètres ; **CSPEC** (spectromètre à neutrons froids à géométrie directe) et **BIFROST** (spectromètre à neutrons froids à géométrie indirecte).

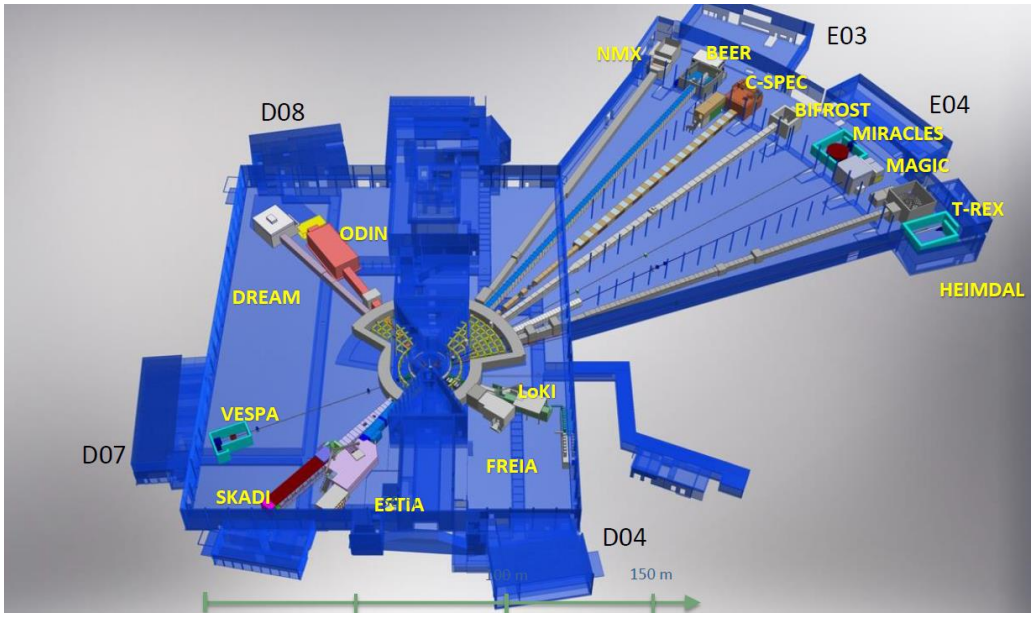


Schéma de la source européenne à spallation (ESS) présentant les 15 appareils prévus lors de la première phase de la construction. La France, par l'intermédiaire du LLB, participe à la construction de 5 appareils : SKADI, MAGIC, DREAM, CSPEC et BIFROST.

Ce montant englobe également une participation au développement et à la construction de différents environnements échantillons qui seront nécessaires à l'ESS.

Ces 5 instruments sont tous construits en collaboration avec d'autres laboratoires européens, allemands, suisses, danois, norvégiens et hongrois. Ils entreront en phase de test lorsque les premiers protons bombarderont la cible et que les premiers neutrons seront produits, date qui est actuellement prévue pour la mi-2022. Après cette phase, ils seront progressivement ouverts aux utilisateurs, probablement à partir de 2024.

Le recours systématique aux techniques de temps de vols, inhérent aux sources pulsées par rapport à celles continues, va obliger les utilisateurs de procéder à un changement de paradigme dans la préparation et la réalisation des expériences ainsi que dans le traitement et l'analyse des données. Aux expériences souvent réalisées sur un mode monochromatique seront substituées des expériences polychromatiques, qui entraineront une accumulation massive de données et nécessitent le développement de nouveaux outils d'analyse. Un spectromètre pourra produire jusqu'à 30 mégabytes de données par seconde soit de l'ordre de plusieurs terabytes par jour. Les programmes d'analyse devront donc pouvoir charger, visualiser, manipuler, traiter et analyser correctement ces immenses quantités de données et surtout savoir en extraire l'information pertinente.

Avec la grande brillance attendue des instruments par rapport à ceux existants des pans entiers de nouveaux domaines scientifiques vont pouvoir se développer qui n'étaient actuellement pas possibles à cause de la limitation du flux de neutrons. Bien sûr, des mesures vont devenir possibles sur des beaucoup plus petites quantités d'échantillons ou de très faibles concentrations telle que c'est par exemple le cas, dans le domaine de la biologie ou de la biophysique, mais également sur des monocristaux de très petites tailles ou dans le domaine des très hautes pressions qui offrent des volumes très restreints. Il va devenir possible de mesurer des phénomènes dépendent du temps ou des systèmes en fonctionnement, d'étudier des systèmes sous excitations comme le cycle d'une protéine sous irradiation laser, ou des électrolytes de batteries soumis à un champ électrique pulsé.

La description détaillée des cinq appareils développés par le LLB est donnée en **annexe 4.**

6- SONATE : LES SOURCES COMPACTES, UNE NOUVELLE MANIERE DE PRODUIRE DES NEUTRONS POUR LA DIFFUSION NEUTRONIQUE

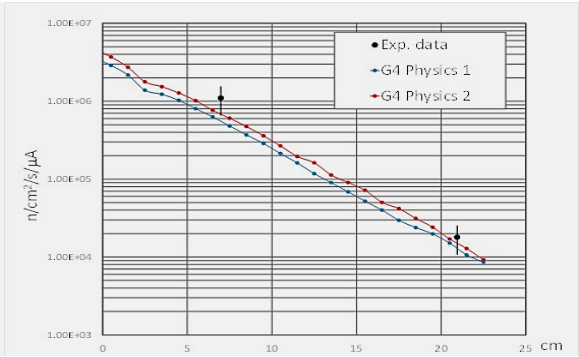
Dans la stratégie décrite plus haut, le projet SONATE représente à terme le renouveau de la diffusion neutronique française. Ce projet est basé sur le développement de sources neutroniques compactes (CNS) basées sur des accélérateurs de protons à basse énergie (10-100 MeV) [1]. Ces sources pourraient servir de sources de neutrons pour la diffusion des neutrons afin de remplacer les réacteurs nucléaires vieillissants [2]. Il y a d'ores et déjà plusieurs projets de CNS en cours dans le monde. Les sources en exploitation ou en construction se sont regroupés dans l'UCANS, l'Union for Compact Accelerator-Neutron Sources [3].

Modérateur en poly-éthylène (cube blanc) contenant une cible en Béryllium sur laquelle sont envoyés des protons de 3MeV. Un détecteur en temps de vol est installé à 8m du modérateur.

À Saclay, nous proposons la construction d'une source CANS à haute brillance. Le développement à débuté en 2016. Notre premier objectif a été de valider expérimentalement la production et la modération de neutrons obtenues par les simulations Monte Carlo (MCNP et GEANT4). Les expériences ont été réalisées sur l'accélérateur de protons IPHI basé au CEA Saclay, France. L'accélérateur est conçu pour fonctionner en continu avec des courants de protons jusqu'à 100 mA, ce qui correspond à une puissance totale de 300 kW. Pour les expériences actuelles dédiées à la validation de la production de neutrons et aux simulations Monte Carlo, nous avons exploité l'accélérateur à très faible puissance (~10 W), à la fois pour éviter les dommages à la cible et pour les problèmes de radioprotection. L'accélérateur a été utilisé en mode pulsé avec des impulsions de protons de 100 µs de durée, un taux de répétition de 1 Hz et un courant de crête de 30 mA. Des impulsions de neutrons thermiques relativement étroites (200µs) sont ainsi obtenues et des mesures de temps de vol précises peuvent être effectuées.

Afin de produire des neutrons, nous avons opté pour une cible en béryllium installée dans une boîte de modérateur en polyéthylène (PE) afin de refroidir les neutrons aux énergies thermiques (autour de 26meV). Un canal d'extraction de 20 mm de diamètre a été percé à travers le modérateur à partir de la position où la densité de neutrons thermiques est la plus élevée.

Afin de valider les simulations de Monte-Carlo à l'intérieur du modérateur, des pastilles d'or ont été positionnées à différentes positions à l'intérieur du modérateur. Ces mesures d'activation de l'or fournissent un moyen simple et quantitatif de mesurer le flux de neutrons thermiques. Les valeurs d'activation mesurées ont ensuite été comparées aux valeurs d'activation calculées (voir ci-contre). Les valeurs expérimentales sont en bon accord avec les valeurs calculées.



Comparaison des mesures de flux (points noirs) avec des simulations Monte-Carlo (GEANT4) le long du canal d'extraction des neutrons

Afin de mesurer la forme de l'impulsion neutronique et les paramètres de temps de vol, nous avons utilisé un monocristal de graphite. Nous avons effectué la mesure dans une géométrie de diffraction avec le cristal fixé à 45 ° par rapport au faisceau de neutrons incidents. Le cristal a été installé à 8,4 mètres de la

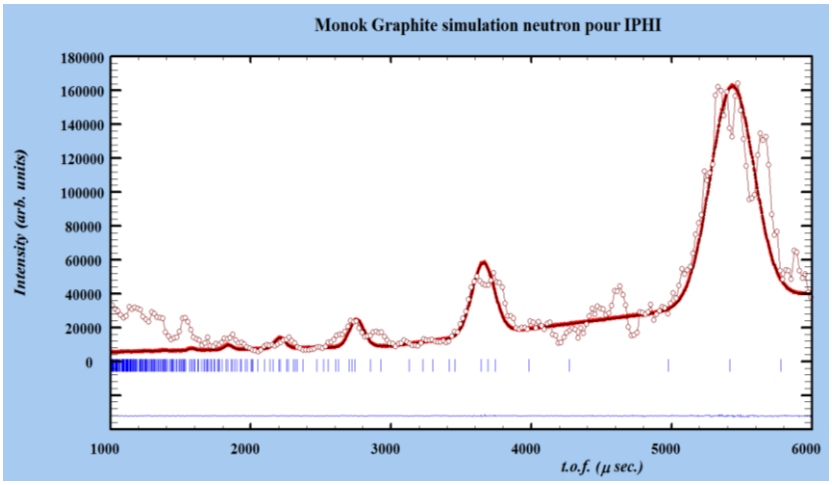
---

[1] *C. Andreani, C-K. Loong and G. Prete, Eur. Phys. J. Plus 131 (2016) 217. DOI: 10.1140/epjp/i2016-16217-1*

[2] *U. Rücker, T. Cronert, J. Voigt, et al, Eur. Phys. J. Plus 131:19 (2016).DOI 10.1140/epjp/i2016-16019-5*

[3] *UCANS, www.ucans.org/facilities.html*

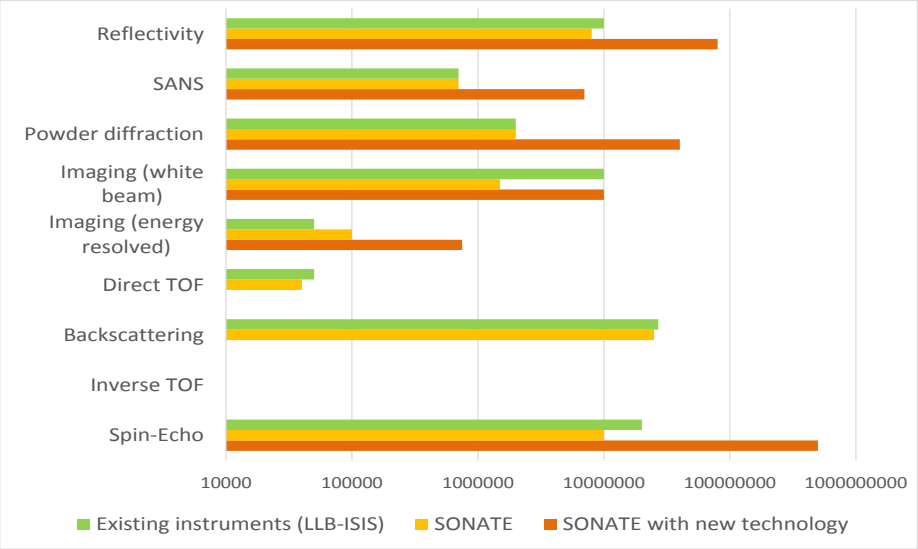
source et le détecteur a été réglé à 90 ° du faisceau de neutrons incidents. Il a donc été possible d'effectuer une expérience de diffraction en temps de vol sur les pics de diffraction du graphite (001). En raison de la position à 90° du détecteur, le bruit de fond a été considérablement réduit par rapport à une géométrie de transmission (voir ci-après).



Diffraction en temps de vol sur un cristal de graphite et ajustement avec le logiciel FullProf. Le diagramme a été mesuré à une puissance de 10W pendant 15 minutes avec un mono-compteur ^{3}He

D'autres expériences réalisées en Janvier 2018 ont permis de mesurer et valider le rendement de production des neutrons rapides ainsi que l'anisotropie d'émission des neutrons rapides. Il est nécessaire de mesurer ces paramètres expérimentalement car les modèles de physique nucléaire sont peu fiables à ces basses énergies. Nous pensons avoir atteint un niveau de confiance suffisant dans les simulations pour réaliser des projections de performances avec une barre d'erreur inférieure à 50%.

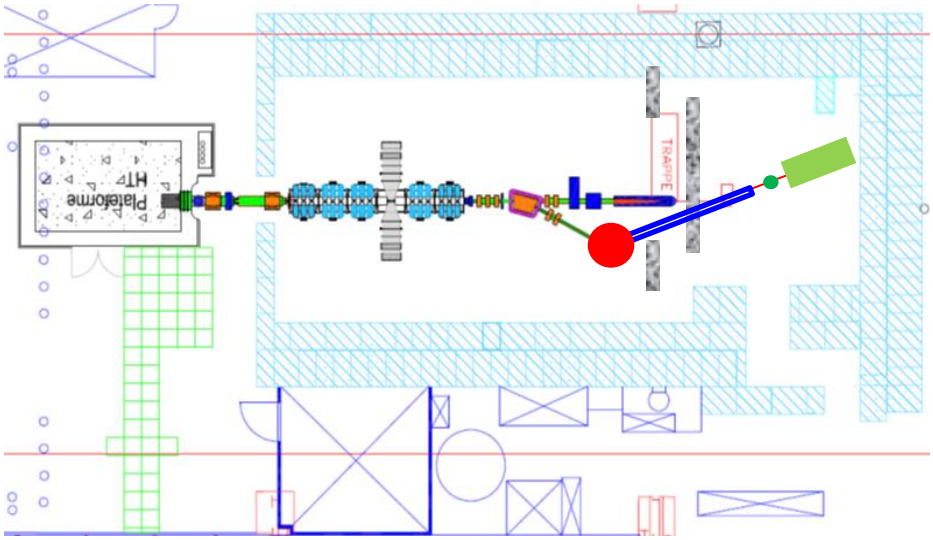
Si on considère le design de référence SONATE d'une source opérant à 20MeV avec un courant crête de 100mA et un cycle utile de 4% (équivalent à ESS) et une puissance sur la cible de 80kW, la brillance de la source est estimée à 1.2 x 10^{11} n/cm²/s/sr. Cette valeur est en accord avec des calculs réalisés par d'autres instituts (JCNS, ESS-Bilbao), et avec les extrapolations à partir des mesures réalisées sur IPHI et des données disponibles dans la littérature. Une telle brillance permet d'obtenir des performances équivalentes à celles des appareils de diffusion d'Orphée (voir tableau ci-dessous).



Performances d'appareils de référence (Orphée ou ISIS) (vert) ; Performances des appareils sur SONATE (orange); Performances après optimisation des appareils (rouge)

Actuellement, après quelques années d'effort de simulation, un consensus émerge entre différents instituts de neutronique Européens que les performances d'une source compacte à haute brillance sont potentiellement équivalentes à un réacteur de recherche de puissance moyenne.

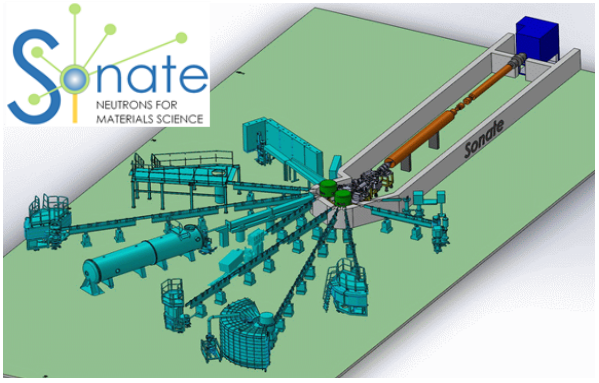
La deuxième étape consiste à valider expérimentalement ces performances. Pour cela, le CEA/IRAMIS et CEA/IRFU ont proposé d'utiliser la plateforme IPHI (Injecteur de Protons à Haute Intensité) pour valider les différents éléments d'une source compacte à haute brillance (accélérateur, cible, modérateur, instrument). Le schéma ci-dessous illustre les modifications apportées à l'installation existante IPHI du CEA-Saclay. Un ensemble cible modérateur est en cours d'installation sur une ligne déviée et servira à alimenter en neutrons un instrument de diffusion « générique » (SANS, diffraction, réflectivité, imagerie). Cette installation a bénéficié du support d'un projet SESAME de l'Ile de France et servira à réaliser des expériences de démonstrations de diffusion neutronique sur des échantillons « physiques ». L'expertise acquise dans ce projet permettra de mieux définir les spécifications et les caractéristiques d'une source à haute brillance dont l'objectif serait de fournir des neutrons à des expérimentateurs extérieurs.



Installation d'un appareil de diffusion générique (SANS – diffraction – imagerie) autour d'IPHI (financement régional SESAME) (2018-2020). Financement CEA et Région Ile de France (Sésame)

L'avantage potentiel de ces sources est un coût réduit en investissement et en opération ainsi que le non classement en installation nucléaire de base (INB). Technologiquement, la partie accélérateur est a priori parfaitement faisable puisqu'elle reproduit les premiers mètres de l'accélérateur d'ESS. L'ensemble modérateur – réflecteur est bien compris et peut-être modélisé avec une grande fiabilité. Le design des instruments est clair puisqu'il repose sur l'expertise développée pour ESS. La cible est l'objet technologiquement encore non maîtrisé mais plusieurs instituts à travers le monde, dont le CEA, travaillent sur différentes voies pour construire une cible fiable et endurante.

Le développement de telles sources peut bénéficier de l'expertise scientifique et technique accumulée au LLB et à l'ILL en France. La base d'utilisateurs Français est pour le moment large et compétente. Il sera par ailleurs possible de réutiliser les efforts mis dans ESS (design d'instruments, développements de détecteurs, réduction et traitement des données). Une plateforme telle que SONATE (10 instruments, voir ci-contre) pourrait permettra de démocratiser la diffusion neutronique.



SONATE, une plateforme de caractérisation pour la science des matériaux proposant 10 instruments

7- Organisation et vie de l'unité

Parité

Il y a dans le personnel du LLB en 2018, 37% de femmes (27 femmes et 73 hommes). Au CEA, le pourcentage de femmes est de 33% (chiffres 2017) et au CNRS autour de 42%. Le LLB est donc entre ces deux chiffres.

Cette répartition moyenne n'est pas respectée en fonction des domaines concernés de l'unité. Pour la direction et les axes scientifiques on reste dans cet ordre de grandeur. Pour les groupes techniques, la proportion est de 5%. Avant 2016, il n'y avait aucune femme dans la partie technique. Parmi les six recrutements techniques de la période, une femme a été embauchée coté CEA dans l'équipe informatique du fait de ses compétences et de sa très bonne adéquation au poste proposé.

Au niveau des chercheurs, l'axe 1 (magnétisme) est au-dessous de la moyenne du LLB alors que les axes 2 et 3 sont bien au-dessus. Un rééquilibrage se fait au niveau des doctorants puisque les pourcentages sont dans ce cas inversés.

Au niveau des postes à responsabilité, dans la désignation des responsables et co-responsables des domaines, le LLB a veillé à équilibrer les choses. La direction était jusqu'en 2017 à parité (une directrice et un directeur adjoint) puis depuis 2018, les nominations du directeur et du directeur adjoint ont fait perdre cette parité.

Concernant les recrutements, les candidats pour des postes scientifiques ou techniques proposés par le LLB reflètent la répartition hommes femmes dans les filières concernées.

L'action principale pour respecter la parité au niveau LLB concerne l'ensemble des processus d'avancements et de prime. Le ou la salarié CEA et les agents masculins ou féminins CNRS sont traités naturellement totalement indépendamment de leur genre et leur carrière est basée uniquement sur leurs compétences et leur travail.

Intégrité scientifique

Le LLB étant une unité mixte CEA CNRS, il suit les recommandations des deux organismes en matière d'intégrité scientifique.

Le CEA et le CNRS ont signé la Charte nationale de déontologie des métiers de la recherche s'engageant ainsi à porter une politique d'intégrité scientifique et à la mettre en œuvre, au sein de l'établissement, comme l'ensemble de nos partenaires académiques et de recherche.

Au CEA, un « référent à l'intégrité scientifique » placé auprès de l'Administrateur général a été nommé en janvier 2018, conformément à la lettre-circulaire du Secrétaire d'Etat à la recherche du 15 mars 2017. Il est chargé de proposer à la direction générale une politique en matière d'intégrité scientifique et de veiller à sa mise en œuvre. Il est membre du Réseau des référents à l'intégrité scientifique et participe à ce titre aux travaux menés en son sein, en liaison avec l'Office français de l'intégrité scientifique.

Le CEA a également signé, en 2007, la Charte européenne du chercheur (à laquelle est associé le Code de conduite pour le recrutement des chercheurs), s'engageant ainsi à promouvoir les bonnes pratiques en termes de recrutement, de conditions d'emploi et de travail des chercheurs.

La direction de la recherche fondamentale a mis en place des interventions de sensibilisation auxquelles participent différents membres de notre unité ont été mises en place lors des séminaires hiérarchiques ou de la formation des nouveaux recrutés par exemple.

Au niveau de l'unité, les étudiants en thèse suivent désormais un module obligatoire sur l'intégrité scientifique au sein de leur école doctorale. L'Université Paris-Saclay organise des journées de sensibilisation/formation à l'intégrité scientifique et à l'éthique de la recherche. Un « référent thèse » a été nommé au sein de l'IRAMIS. Il peut contribuer à traiter des cas de suspicions ou de manquement à l'intégrité en lien avec les écoles doctorales.

En matière de prévention, la gestion des données de la recherche, que ce soit via les cahiers de laboratoires ou de l'accès aux données de la recherche, associées aux projets et aux publications, sont important. L'unité suit les recommandations élaborées par la direction en matière de traçabilité et d'archivage des cahiers de laboratoires et des données de la recherche. Une réflexion sur les cahiers de laboratoires électroniques est en cours au niveau de [notre] direction.

L'animation scientifique au sein de l'unité, la présentation par les chercheurs, les thésards et les post-doctorats de leurs résultats de recherche devant l'unité contribuent aux actions de prévention.

Protection et sécurité

Le LLB est implanté dans le centre d'études CEA de Saclay. Il bénéficie à ce titre de l'ensemble des protections physiques mises en place sur le périmètre du site.
Le LLB de plus fait partie de l'installation nucléaire de base Orphée-LLB. Ceci rajoute des obligations légales en matière de sécurité (visites de sécurité quasi-mensuelles, rencontres avec la direction d'Orphée et ses ingénieurs sécurité, planification des actions sécurité et des exercices), d'habilitations et de formations du personnel aux différents risques.
La sécurité informatique est aussi gérée par les équipes de la direction des services informatiques du CEA. L'ensemble des mesures prises sur ce point comprend entres autres la protection et la sauvegarde des données, la protection anti-intrusions, le cryptage des ordinateurs qui sont sur l'intranet du CEA et plusieurs autres actions.
L'ensemble des personnels (permanents et non-permanents) est formé sur ces points à l'arrivée dans le LLB et au cours de leur vie dans l'unité.

8- Présentation de l'écosystème recherche de l'unité

Implantation

CEA Saclay

Le LLB est implanté dans le centre d'études CEA de Saclay. Cette implantation est imposée par l'utilisation des faisceaux de neutrons fournis par le réacteur Orphée qui est géré par la direction de l'énergie nucléaire (DEN) du CEA. Il y a un lien fort entre les équipes du LLB et les équipes d'Orphée puisqu'ensemble elles doivent assurer la meilleure fourniture et la meilleure qualité des faisceaux de neutrons aux scientifiques qui les utilisent.

De nombreuse réunions ont lieu dans l'année pour coordonner les actions nécessaires pour assurer la fourniture des neutrons dans la plus grande sécurité possible (l'ensemble Orphée + LLB est une installation nucléaire de base INB et est soumise à de fortes réglementations provenant de l'autorité de sûreté nucléaire).

Université Paris Saclay

Le LLB fait partie intégrante de l'Université Paris-Saclay (UPSay). Le CEA et le CNRS sont membres fondateurs de l'UPSay. Le LLB via ses chercheurs est impliqué fortement dans plusieurs instances de l'UPSay :

- Participation aux LABEX PALM et NanoSaclay par le biais de représentants dans différents bureaux ou groupes de réflexion.
- Participation à la création et au développement des départements Chimie et PhOM (Physique, ondes, matière). Plusieurs chercheurs membres des instances des départements.
- Participation Ecoles doctorales.

En raison de la particularité du LLB qui est une unité permettant l'accès aux techniques de diffusion neutronique, les collaborations au sein de l'UPSay avec les laboratoires sont très nombreuses soit par l'accès des utilisateurs de ces laboratoires soit par des recherches communes entre les équipes (LPS, ICMMO, SPEC, NIMBE, SOLEIL, etc.).

Plusieurs doctorants et post-doctorants sont formés dans le cadre de l'UPSay.

Région Ile de France

Participation de chercheurs aux comités de direction ou d'évaluation des DIMs Ile de France (DIM Analytics, DIM Oxymore). Le LLB est bien reconnu par la région par les financements de ses projets qu'ils soient scientifiques ou instrumentaux.

Le projet WAVE d'aimants vectoriel a été par exemple soutenu par un financement inter DIM et le projet SONATE a reçu un financement SESAME. Nombreuses collaborations avec des équipes de la région parisienne (Paris VI, Paris VII, Paris XIII, etc.).

France

Au niveau français, le LLB a des collaborations scientifiques importantes avec plusieurs universités ou laboratoires (Aix-Marseille, Dijon, Strasbourg, Grenoble, Bordeaux, Toulouse, Rennes, Caen, Nancy, etc.). Ici encore, plusieurs doctorants et post-doctorants ont été accueillis au LLB dans ce cadre.

Un lien étroit existe entre le LLB et l'ILL de Grenoble de par leur proximité thématique en diffusion neutronique. Ce lien est d'autant plus fort depuis l'implantation du spectromètre FA# SHARP à l'ILL et les projets de nouveaux CRGs. De nombreux chercheurs du LLB vont faire des expériences à l'ILL ainsi que plusieurs utilisateurs qui souvent utilisent les instruments du LLB comme première approche d'un problème et continuent leurs études à l'ILL après ce passage (flux plus intense à l'ILL).

Le LLB est partie prenante de la fédération française de diffusion neutronique 2FDN (80% des membres de la 2FDN font partie du LLB) et de la société française de neutronique. Dans ces deux sociétés, plusieurs chercheurs ont des responsabilités dans les instances (Direction-adjointe de la 2FDN, comité de direction 2FDN, CA de la SFN).

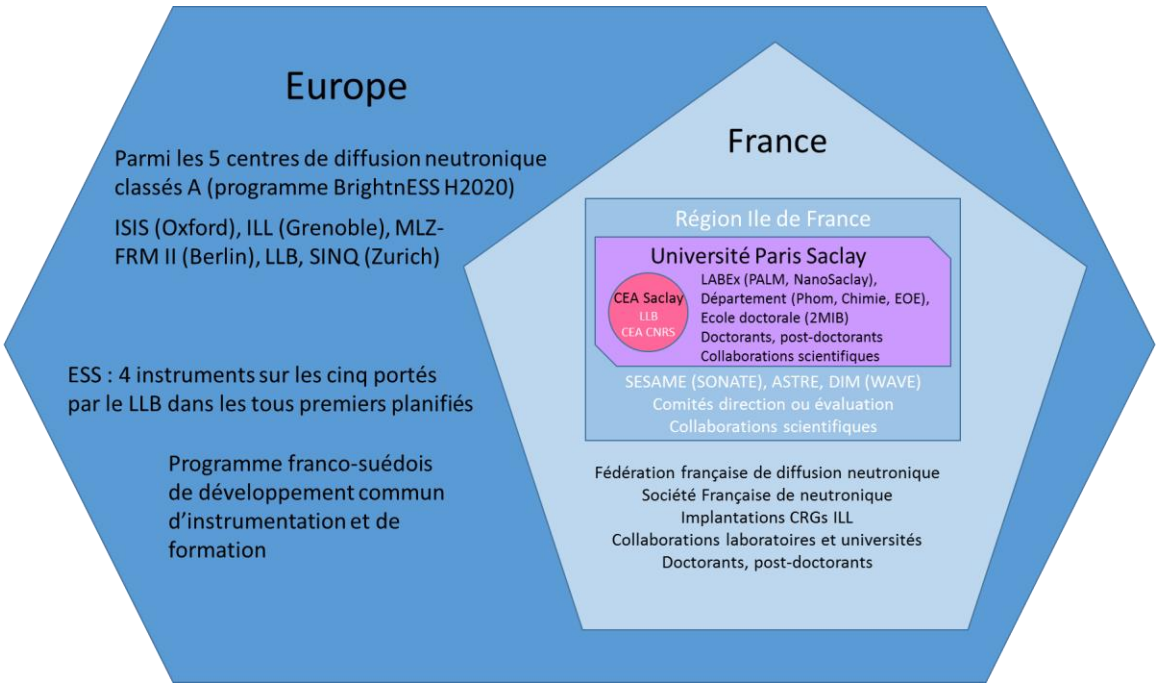
Europe

Le programme H2020 BrightnESS a fait une étude sur les centres européens de diffusion neutronique dans le cadre de la future arrivée de ESS afin d'avoir une photographie exhaustive du paysage européen des infrastructures offrant un accueil autour de la diffusion neutronique. Sur les 17 infrastructures européennes, trois catégories ont été définies en fonction notamment du nombre d'utilisateurs annuel venant dans l'installation. Le LLB est parmi les 5 IR classées A par cette étude (ILL, ISIS, FRM-II, SINQ, LLB). Ceci montre que le LLB est fortement reconnu par ses pairs et garde une influence majeure dans la stratégie européenne.

Dans le projet ESS, quatre des cinq instruments dont le LLB est responsable ou co-responsable sont dans les huit premiers instruments que la direction d'ESS a décidé l'installation (rappel : en tout ce sont une quinzaine puis jusqu'à 23 appareils qui seront installés d'ici 2028). Ce résultat remarquable est dû à l'excellence des équipes conception et scientifiques du laboratoire qui ont la maîtrise du développement complet d'instruments neutrons. Les collaborations avec les autres centres européens sont fortement renforcées dans ce cadre ESS notamment avec nos partenaires de Jülich et du PSI.

Avec ces deux centres, des memorandum of understanding (MOU) ont été mis en place pour formaliser ces relations et lancer des programmes de recherche communs.

Enfin, le contrat Franco-suédois sur le développement d'instrumentation et de formation lancé en 2010 et continuant au moins jusqu'en 2019 (avenant en cours de discussion pour prolongation) a grandement participé au renouvellement et à la fabrication d'instruments tout en étant le socle du développement de l'implication du LLB dans ESS.



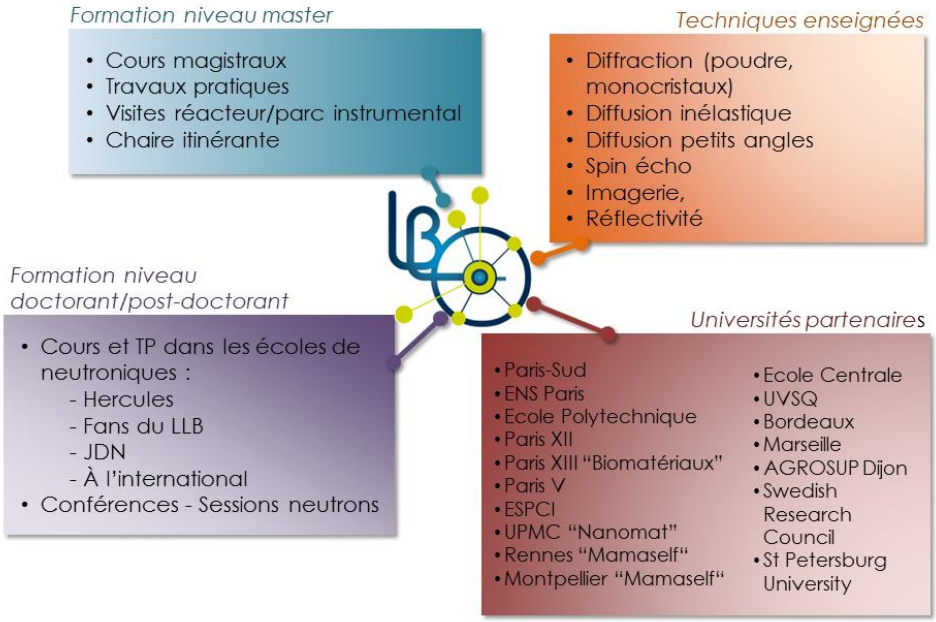
En transverse de cet ensemble, les chercheurs et certains cadres techniques font ou on fait partie à tous les niveaux géographiques d'instances d'évaluation de la science (referees publications, éditeurs, ANR, HCERES, H2020, DIM, LABEX, …).

Formation et éducation

Alors qu'il existe, pour les rayons X, des sources de laboratoire très performantes, la situation est bien différente pour la diffusion des neutrons, laquelle nécessite de très grandes installations de recherche (LLB et ILL typiquement). La formation des étudiants, et plus généralement de la communauté scientifique, à l'utilisation des techniques neutroniques, ainsi que l'information du grand public, sont donc des missions importantes du LLB en tant que laboratoire national.

Les chercheurs du LLB sont donc très actifs dans la présentation des techniques de diffusion des neutrons, lors de réunions scientifiques, ou dans la co-organisation d'écoles d'été ou « d'ateliers » de diffusion neutronique, conjointement avec d'autres grandes installations (X ou neutrons) et en étroite collaboration avec la Société française de diffusion des neutrons (SFN). On compte également d'autres actions, qui portent sur l'élaboration d'un site Internet, la publication de livres ou l'encadrement d'étudiants (du doctorat à la maîtrise). En outre, des conférences sont régulièrement proposées aux étudiants de premier cycle, accompagnées de visites guidées des installations. De même, des travaux pratiques sont régulièrement organisés en collaboration avec différentes universités. La coordination de toutes ces actions est assurée par l'unité « formation et éducation », avec le support actif de nombreux membres du laboratoire, incluant le personnel technique.

Les différents programmes éducatifs proposés par le LLB sont résumés dans l'organigramme suivant:



Formation au niveau Master

Le laboratoire est impliqué dans différents cycles universitaires et intervient pour des cours détaillant les techniques et utilisations des neutrons. Ces interventions peuvent être ponctuelles ou récurrentes, de quelques heures à plusieurs dizaines d'heures par an. En 2017, une centaine d'heures de cours ont été ainsi dispensées dans le domaine de la matière molle, à des étudiants des universités Aix-Marseille, Cergy Pontoise, Paris-Créteil, et ENS Paris (magistère Chimie) ou ECE Paris (Option avancée Nanotechnologie). Le LLB a accueilli également un groupe d'élève ingénieurs AgroSup Dijon, pour des cours et TP spécifiques sur la thématique « *Microbiology and Physicochemistry of food and wine processes* ».

Sont organisées également des sessions de travaux pratiques sur des instruments dédiés. En 2017, une cinquantaine d'étudiants de premier cycle de Bordeaux-I, Paris XI, Paris XIII, Paris-Créteil, ENS Paris, Ecole Polytechnique et Paris UPMC, ont eu accès à un instrument LLB pour étudier divers aspects de la diffusion des neutrons, dans des domaines allant de la physique de la matière condensée à l'étude d'échantillons biologiques. 7 étudiants russes de PNPI (Petersbourg Nuclear Physics Institute) ont également été accueillis pour des séances de TP de 3 jours en diffusion inélastique des neutrons. L'encadrement des travaux pratiques est assuré par des chercheurs et des doctorants du LLB, offrant aux étudiants une expérience pédagogique unique.

Formation par la recherche (encadrement de doctorants et post-doctorants)

Chaque année, une dizaine de sujets de doctorat sont proposés, ainsi que des sujets de stage de M2. En moyenne, 10 à 15 doctorants « internes » travaillent dans les différents domaines de recherche développés au laboratoire. La liste complète des doctorants et des thèses est donnée en **annexe 8**.

La formation des doctorants, post-doctorants et chercheurs invités en visite au LLB est également une action importante des responsables de ligne du LLB, qui veillent à fournir aux étudiants ou aux nouveaux visiteurs scientifiques les connaissances nécessaires pour effectuer des expériences en toute sécurité et pour traiter leurs données correctement. En moyenne, une centaine de doctorants et de post-doctorants visitent le LLB chaque année.

Écoles de neutronique

Le LLB participe activement à l'organisation et au soutien financier de plusieurs écoles de neutroniques, reconnues par le CNRS et la formation continue du CEA. L'objectif est d'encourager et de familiariser les nouveaux utilisateurs aux techniques de neutrons. Le laboratoire est par exemple impliqué dans les écoles organisées par la **SFN** (Société Française de Neutronique) depuis 1998 (3 à 6 scientifiques pour environ 12 heures de cours), comme « *Crystallography and neutrons* » (mai 2014 - Oléron) ou « *Neutron Imaging* » (mai 2015 - Evian). Un corpus complet des conférences données lors de ces écoles est disponible en version imprimée, et en ligne, gratuitement, aux éditions EDP (http://www.neutron-sciences.org).

Le laboratoire propose en outre sa propre session de formation annuelle, les « **FANS du LLB** » (Formation à la neutronique: http://www-llb.cea.fr/fan). L'objectif est de fournir gratuitement aux jeunes chercheurs francophones un premier contact avec la diffusion des neutrons. Les étudiants et les post-doctorants travaillant dans tous les domaines scientifiques où les neutrons peuvent fournir des informations précieuses sont les bienvenus. Après une introduction de 4 heures aux sources de neutrons et à la diffusion des neutrons, 10 sujets de travaux pratiques différents, organisés sur divers instruments du LLB, sont proposés aux étudiants. En 2017, 18 étudiants ont ainsi bénéficié de cette formation. Cette formation est validée par les "Ecoles Doctorales" et permet de gagner des points ECTS.

Le LLB est également impliqué dans l'organisation de différentes écoles de neutronique :

- L'école « *Cristallographie et Grands Equipements* » en collaboration avec le **synchrotron Soleil**. Cette école consiste en une série de conférences et de travaux dirigés en cristallographie (niveau M2), proposés aux doctorants et aux scientifiques, combinant les approches théoriques et expérimentales. Plusieurs intervenants du LLB participent régulièrement à cette école.
- L'organisation annuelle de la **formation HERCULES** (cours supérieur européen pour les utilisateurs de grands systèmes expérimentaux), en collaboration avec l'ILL, l'ESRF et le synchrotron Soleil. 16 chercheurs du LLB participent à l'encadrement des travaux pratiques (de 1 à 3 jours), qui sont suivis de plusieurs heures de cours et TD. En 2017, 24 étudiants ont été accueillis au LLB, sur 5 instruments pour une journée.

Ponctuellement, les chercheurs du LLB peuvent être amenés à intervenir dans d'autres écoles : en 2017, on peut citer par exemple la Masterclass on neutron Polarisation Techniques (Erice, Sicile), et « Laboratory & Synchrotron X-ray Crystallography : application to emerging countries» (Dakar, Sénégal).

(à gauche) Etudiants en TP (2016); (à droite) Etudiants de l'école Hercules 2018.

Action de formation Franco-Suédoise

Depuis 2013, le laboratoire est engagé dans des actions d'enseignement spécifiques à destination de la communauté suédoise dans le cadre du contrat de collaboration franco-suédois autour de la neutronique. Ces actions se déclinent sous deux aspects. Premièrement, l'organisation de travaux pratiques pour des doctorants suédois (provenant des Universités d'Uppsala ou de Göteborg) sur des périodes de 3 à 4 jours, chaque étudiant découvre 2 à 3 techniques différentes sous forme de TP d'une journée. Ces actions se sont déroulées en 2014, 2016 et 2018 (6 à è10 participants). Deuxièmement, l'organisation conjointe entre le LLB et l'Université d'Uppsala d'une Ecole thématique « Neutrons and Soft Matter » à Uppsala du 6 au 9 décembre 2016, sous l'égide de la SFN et de la SNSS (Société suédoise de la diffusion neutronique).

Vulgarisation

Les chercheurs du LLB sont également régulièrement impliqués dans des **actions de vulgarisation**, comme la fête de la Science (annuellement) ou l'année de la cristallographie en 2014.

9- Produits et activités de recherche pour le LLB

Bilan scientifique

Les propriétés remarquables des neutrons permettent d'obtenir des informations souvent impossibles à obtenir par d'autres techniques.

Ils fournissent une image précise de la position des atomes et de la manière dont les atomes se déplacent et vibrent. La recherche effectuée au LLB est naturellement diverse, allant de la recherche fondamentale à la recherche plus appliquée, et couvre un large éventail de domaines : physique de base, la chimie et la biologie. Un consensus a cependant émergé pour regrouper les activités de recherche en trois axes scientifiques:

- Magnétisme, supraconductivité et matériaux fonctionnels
- Matériaux et nanosciences
- Matière molle complexe.

Ces trois axes ont en commun non seulement les techniques de diffusion des neutrons, mais ils sont également reliés par des ponts scientifiques, par exemple les effets de confinement, la nano-structuration de la matière ou les effets dimensionnels. Les activités de recherche sont menées de diverses manières en termes de collaborations, de contrats et de publications. Pour chaque axe scientifique, nous présentons une brève revue générale des activités de recherche, suivie par plusieurs « faits marquants » concernant la période évaluée. En appui de ces axes, les équipes de support rassemblés dans le groupe « infrastructure » sont forces de proposition et de réalisation, et secondent les scientifiques dans leurs recherches tout en jouant un rôle essentiel dans les développements techniques innovants et la bonne marche des projets instrumentaux.

Axe 1 " Magnétisme, supraconductivité et matériaux fonctionnels "

Les systèmes électroniques fortement corrélés et les systèmes magnétiques complexes sont des sujets centraux de la physique de la matière condensée. L'étude approfondie des corrélations magnétiques statiques et dynamiques par diffusion de neutrons magnétiques, y compris l'analyse de polarisation, fournit les informations essentielles pour décrire l'état microscopique et comprendre ses propriétés fondamentales, une étape nécessaire avant l'élaboration de nouvelles théories et concepts. Une caractéristique commune rencontrée dans beaucoup de ces matériaux est la coexistence de plusieurs degrés de liberté associés aux sous-systèmes d'électrons (charge, spin, orbital) ou de réseau, souvent responsable de la grande variété d'états de la matière.

Les exemples bien connus étudiés au LLB, à la fois expérimentalement et théoriquement, incluent les supraconducteurs à haut-Tc de type cuprates ou pnictides, les manganites GMR/CMR, les systèmes de fermions lourds à base de lanthanides et les "isolants Kondo", ainsi qu'un certain nombre de matériaux dans lesquels des ordres non conventionnels apparaissent (ordres multipolaires, phases de Skyrmions, etc.). Dans tous ces domaines, la diffusion des neutrons est l'un des meilleurs outils d'investigation.

Axe 2 "Matériaux et Nanosciences"

Cet axe scientifique rassemble les activités liées à la recherche en sciences des matériaux et nanostructurés. Il s'intéresse notamment aux hétéro-systèmes comme les interfaces, les alliages, les matériaux composites, ou encore les systèmes confinés. Les sujets de recherche couvrent l'étude des nano-objets et leurs interactions entre eux ou avec leurs environnements, ainsi que le rôle de la nanostructuration dans les matériaux composites.

Dans ces études, les échelles de longueur qui caractérisent les propriétés des systèmes varient entre 1 nm et 100 nm. Les techniques de diffusion des neutrons utilisées pour ces études vont de la diffraction à la DNPA en passant par la réflectivité, complétée par d'autres méthodes de caractérisation spectroscopique. Les thèmes abordés au LLB couvrent les domaines suivants:

- Nanostructures magnétiques (nanoparticules - aimants moléculaires - films minces)
- Matériaux composites (nanocomposites à base de polymères et à base de métaux)
- Alliages métalliques (microstructure, propriétés mécaniques, vieillissement)
- Systèmes confinés (matériaux microporeux ou mésoporeux, systèmes pour la catalyse)
- Systèmes désordonnés (matériaux amorphes, verres d'oxyde, liquides).

Axe 3: Matière Molle Complexe

Cet axe a orienté ses études vers de multiples nouveaux systèmes de matière molle et de biologie présentant des compositions, des échelles de longueur et de temps différentes. Une des ambitions est de comprendre à la fois :

- Le comportement des composants individuels (molécules, nanoparticules, polymères, surfactants, etc.) dont les tailles caractéristiques se situent entre 0.1 nm et 10 nn ;
- Les mécanismes sous-jacents conduisant à un effet d'auto-assemblage et à des propriétés dynamiques remarquables ;
- Contrôler finement les propriétés très spécifiques de la matière (inerte, fonctionnelle ou biologique) à l'échelle du nanomètre (1-100 nm).

En gardant à l'esprit les avantages de la diffusion des neutrons, c'est-à-dire le marquage isotopique et la variation de contraste, nous sondons la structure soit par le biais de méthodes de diffusion des neutrons soit par une large palette de méthodes complémentaires soutenues par les plateformes de chimie et de biologie.

Groupes instrumentaux et infrastructures

La LLB met à la disposition de tous une installation de classe mondiale, classée depuis longtemps parmi les plus efficientes du monde, permettant d'effectuer les études par diffusion des neutrons. La palette instrumentale, très large, permet au LLB d'être un acteur majeur en France et en Europe dans nombre de domaines scientifiques.

Opérationnellement, le LLB est organisé en groupes instrumentaux et techniques. Chaque groupe présente a dans son portefeuille plusieurs instruments de diffusion des neutrons, et est responsable du fonctionnement, des investissements et des expériences. Les groupes instrumentaux et infrastructures sont parties prenantes dans l'animation et la mise en œuvre des projets européens (NMI3) et la contribution du LLB à la construction d'ESS.

Les instruments de diffusion des neutrons, qu'ils soient ouverts aux utilisateurs ou en usage interne (tests, travaux pratiques, « friendly-users ») couvrent l'ensemble des techniques de diffusion des neutrons grâce aux trois types de modérateurs du réacteur ORPHEE : sources thermique, froide et chaude : diffractomètres pour liquides, poudres, monocristaux, et texture/déformation, SANS et VSANS, réflectométrie, station d'imagerie, diffusion inélastique, quasi-élastique et par écho de spin.

Sur la période 2010-2018, de nombreux programmes de jouvence ou la construction de nouveaux instruments ont permis de moderniser et renforcer l'offre instrumentale du LLB, lui permettant de rester extrêmement compétitif. La stratégie adoptée a tenu compte des besoins et de ma demande, ainsi que des capacités techniques, humaines et financières. Le lien étroit avec la communauté des utilisateurs français et la forte implication dans la recherche et l'expertise technique de notre personnel ont permis de définir des instruments répondant aux exigences scientifiques. Au cours de cette dernière période, les projets instrumentaux (modernisation, refonte, ou construction nouvelle) aboutis ont été : Super-6T2 ; 6T1 ; PA20 ; Hermès ; 7C2 ; PAXY ; Muses ; IMAGIN ; G44 ; 4F2/muPad. Tous ces projets ont été menés à bien de concert entre les scientifiques des groupes instruments et les groupes d'infrastructure (électronique, informatique, bureau d'études, support environnement-échantillon). Les groupes techniques accompagnent également les responsables d'instruments pour la maintenance et le développement des environnements d'échantillons. Un support aux expériences est également assuré par les plateformes communes de biologie et de chimie.

Au cours de la période récente, le LLB a considérablement amélioré son offre instrumentale, malgré les menaces de fermeture d'Orphée et même après l'annonce de l'arrêt d'Orphée prévue fin 2019, en gagnant sur plusieurs tableaux : instruments plus performants, logiciels adaptés, environnement échantillon plus complexe et spécialisé, etc. Cependant, le LLB fait face à un problème de main-d'œuvre, technique comme scientifique. Sans un renouvellement rapide des effectifs, ces compétences techniques et scientifiques seront complètement perdues.

Production scientifique

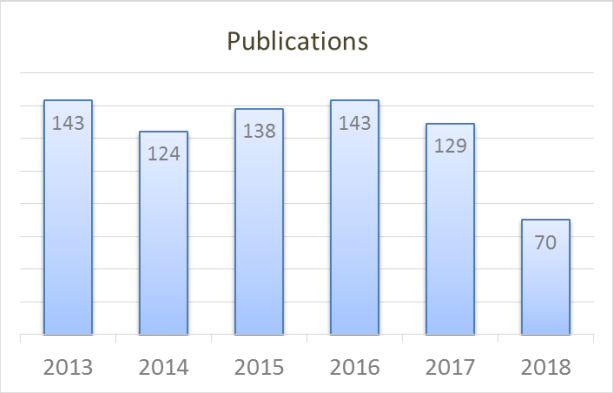
*En **Annexe 6** sont données les informations suivantes :*

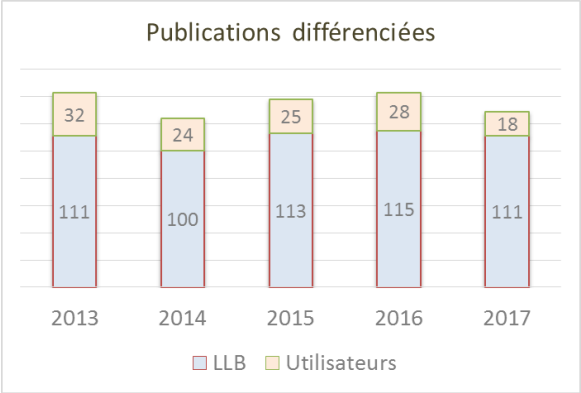
Liste de 20% des publications 2013-2018 (critère de choix : IF > 4.6)

Liste des Brevets 2013-2018

Listes des conférences invitées nationales et internationales

Sur la période couverte par l'évaluation, le LLB a publié environ 750 articles. Ce bilan regroupe les publications faites avec au moins un auteur LLB dans la liste des auteurs et les publications faites par des utilisateurs du LLB. Cette dernière partie est plus difficile à cerner car tous les utilisateurs ne citent pas forcément le LLB dans leur article malgré notre demande. Les deux schémas montrent la répartition par année des publications globales et sur – 2017 la différentiation entre les eux catégories de publications.

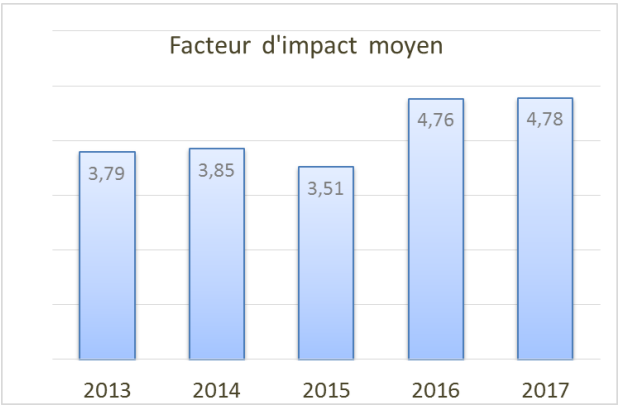


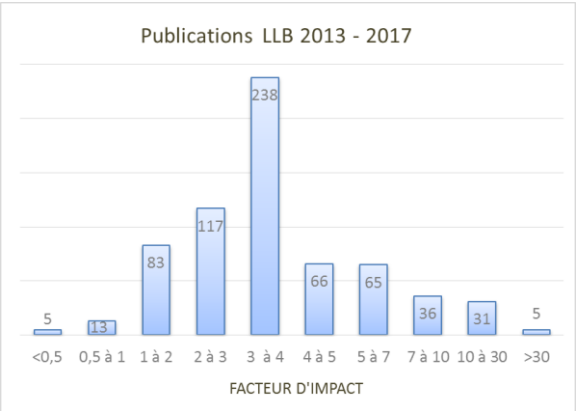


Le nombre moyen d'articles par chercheur est de 4 à 5 par an.

Le passage de 180 jours de fonctionnement par an à 120 jours décidé en 2015 n'a pas eu comme effet une baisse sensible du nombre de publications. En comparant 2016 et 2017 on constate que les chercheurs LLB ont continué à publier au même rythme alors que les utilisateurs ont diminué leur production. La baisse du nombre jours d'accès a donc été plus ressentie par les utilisateurs qui par eux-mêmes ont diminué la demande et ont reporté vers d'autres techniques leurs expériences.

La qualité scientifique des publications est de très bon niveau comme le montre le suivi du facteur d'impact moyen pour l'ensemble des publications.

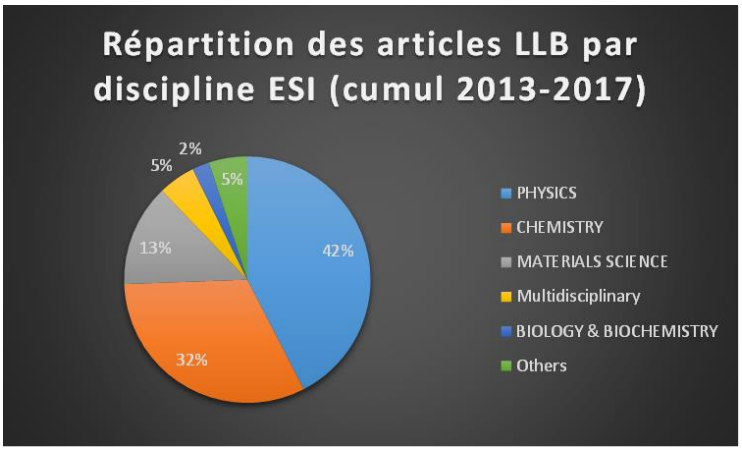




Si on regarde plus en détail la répartition par type de revue classée par leur facteur d'impact, il est remarquable de voir que plus des deux tiers des publications ont un facteur d'impact supérieur à 3.

De à 2017 l'h-index pour le LLB est de 26.

La répartition des articles par discipline ESI (Essential Science Indicators) est donnée ci-dessous :



Sur les cinq années 5 articles sont dans le Top 1% mondial et 50 dans le top 10% mondial.

Les cinq articles dans le top 1% sont :

(1) : Allix M., Chenu S., Veron E., Poumeyrol T., Kouadri-Boudjelthia E.A., Alahrache S., Porcher F., Massiot D., Fayon F., c Considerable Improvement of Long-Persistent Luminescence in Germanium and Tin Substituted ZnGa2O4, **Chemistry of Materials**, vol. 25(9), pp. 1600-6, .

[Nombre de citations: 116 – Top 1% Materials Science]

(3) : Bellissent-Funel M.C., Hassanali A., Havenith M., Henchman R., Pohl P., Sterpone F., van der Spoel D., Xu Y., Garcia A.E., Water Determines the Structure and Dynamics of Proteins, **Chemical Reviews**, vol. 116(13), pp. 7673-97, 2016.

[Nombre de citations: 89 – Top 1% Chemistry]

Cherhal F., Cousin F., Capron I., Structural Description of the Interface of Pickering Emulsions Stabilized by Cellulose Nanocrystals, **Biomacromolecules**, vol. 17(2), pp. 496-502, 2016.

[Nombre de citations: 32 – Top 1% Biology & Biochemistry]

Wang Q.S., Shen Y., Pan B.Y., Hao Y.Q., Ma M.W., Zhou F., Steffens P., Schmalzl K., Forrest T.R., Abdel-Hafiez M., Chen X.J., Chareev D.A., Vasiliev A.N., Bourges P., Sidis Y., Cao H.B., Zhao J., Strong interplay between stripe spin fluctuations, nematicity and superconductivity in FeSe, **Nature Materials**, vol. 15(2), pp. 159-+, 2016.

[Nombre de citations: 68 – Top 1% Materials Science]

(1) : Nayak A.K., Kumar V., Ma T.P., Werner P., Pippel E., Sahoo R., Damay F., Rossler U.K., Felser C., Parkin S.S.P., Magnetic antiskyrmions above room temperature in tetragonal Heusler materials, **Nature**, vol. 548(7669), pp. 561-+, 2017.

[Nombre de citations: 14 – Top1% Multidisciplinary]

Partie II

Présentation des domaines scientifiques et techniques

1- Produits et activités de recherche de l'axe 1

Depuis plusieurs décennies, la physique de la matière condensée et la science des matériaux façonnent notre quotidien. Dans le domaine de l'électronique, les progrès de nos connaissances scientifiques ont ainsi conduit à des innovations technologiques majeures. En ouvrant nos horizons, les recherches fondamentales d'aujourd'hui portent en elles les révolutions technologiques de demain.

L'étude du magnétisme et des corrélations électroniques est un thème de recherche vivant, le terrain de prédilection des physiciens pour revisiter, voire repenser, les paradigmes de la physique de la matière condensée. La théorie de Landau des transitions de phase est par exemple un concept fondamental, d'une portée très générale en physique, avec des incidences en théorie des champs, ou en cosmologie. Axée sur la notion de brisure spontanée de symétrie, c'est un outil puissant pour trier, classer et comprendre des systèmes complexes. De la même manière, la théorie des liquides de Fermi est une théorie efficace permettant de traiter le rôle des interactions entre électrons : les propriétés des métaux sont décrites comme celles d'un gaz d'électrons sans interactions, mais les vrais électrons sont remplacés par des quasi-particules, c'est-à-dire des électrons habillés par les corrélations. Toutefois, ces théories sont mises à mal par l'émergence de nouveaux phénomènes physiques et par la découverte de nouveaux états de la matière. De nouvelles questions apparaissent, de nouveaux points de vue voient le jour, souvent empruntés à la théorie des champs, tels que les notions de confinement et de déconfinement des excitations, les notions d'excitations caractérisées par des nombres quantiques fractionnaires, ou la notion de transition de phase topologique. De la même manière, le concept de liquide de Fermi est remis en cause dans certains matériaux supraconducteurs ou les systèmes dits « Kondo » : le rôle des interactions coulombiennes qui corrèlent les électrons y est prédominant, au point de faire disparaître leur caractère individuel au profit de phénomènes collectifs émergents. Dans ce contexte très général, la diffusion neutronique est un outil privilégié pour le physicien expérimentateur : sensible aux corrélations statiques et dynamiques des atomes et des moments magnétiques, elle permet, par exemple, de déterminer des structures cristallines et magnétiques complexes, et de caractériser et modéliser des excitations de réseau et de spins.

Les chercheurs de l'axe 1 sont investis dans des programmes de recherche dont le but est de comprendre les propriétés électroniques et magnétiques de matériaux aux propriétés remarquables ou non conventionnelles, et où les effets quantiques jouent un rôle majeur. Ces programmes s'appuient sur les possibilités uniques offertes par les techniques de diffusion des neutrons, en particulier grâce aux spectromètres trois-axes du LLB (**1T, 2T, 4F1, 4F2**), aux diffractomètres (**G4-1, 3T-2, G4-4, 5C1, 6T2**) et aux instruments de SANS (**PA20, PAXY** en particulier). Les faits marquants donnent des exemples (non exhaustifs) de ces recherches. Plus généralement, on trouve parmi les systèmes étudiés, les nouveaux matériaux supraconducteurs, les liquides et glaces de spin, les matériaux fonctionnels tels que les multiferroïques, les systèmes chiraux frustrés (dont les phases de Skyrmions), les systèmes d'électrons f à interactions multipolaires, les systèmes magnétiques moléculaires et nanométriques. Ces recherches fondamentales sont à replacer dans le cadre d'applications futures, dans des domaines aussi variés que le stockage et le transport de l'énergie, le stockage et la lecture de l'information, ou l'élaboration de nouveaux types de capteurs (photosensibles, thermosensibles, magnéto-sensibles, etc.), pour ne citer que quelques exemples.

Aimants moléculaires et défauts topologiques

Aimants moléculaires et magnétisme photo-induit: Le magnétisme moléculaire est un domaine de recherche en plein essor, qui a permis la découverte, il y a vingt-cinq ans, de la première « molécule-aimant », possédant les propriétés d'un aimant à l'échelle moléculaire. Les aimants moléculaires sont des matériaux qui relèvent actuellement d'un intérêt fondamental, mais qui deviendront technologiquement significatifs à mesure qu'évoluera la demande pour des mémoires magnétiques de plus en plus petites et rapides. Les défis actuels dans ce domaine consistent à comprendre comment contrôler l'anisotropie magnétique afin d'obtenir un comportement d'aimant moléculaire unique à des températures élevées, et à concevoir de nouveaux matériaux possédant d'autres propriétés fonctionnelles, comme la photo-commutation.

Aimant chiraux et Skyrmions : Il s'agit de composé a priori simples, tels que MnSi, FeGe et MnGe, avec une structure non centro-symétrique de type B20 et présentant une phase magnétique ordonnée de structure hélicoïdale. Toutefois, à la frontière entre phases ordonnées et paramagnétiques, les fluctuations de spin, combinées à l'anisotropie, engendrent la formation de défauts topologiques magnétiques, tels que les Skyrmions. Ceux-ci apparaissent, soit sous forme de réseaux réguliers, soit comme des particules individuelles. Les Skyrmions ou « vortex magnétiques » pourraient constituer les

briques élémentaires conduisant à l'obtention nouvelles textures magnétiques complexes. Ils induisent également de nouvelles caractéristiques électriques telles qu'un effet Hall topologique (THE).

Matériaux fonctionnels

L'étude des matériaux fonctionnels est fondée sur une démarche qui vise à mettre en relation structure et propriétés. Elle couvre à la fois les aspects de structures cristallographique et magnétique, afin d'établir les relations structure-propriétés statiques, mais aussi les aspects de dynamique de spin et de réseau, afin de mettre en évidence les mécanismes microscopiques à l'origine des propriétés étudiées. Ces recherches se font en forte interaction avec la science des matériaux et la simulation numérique. Actuellement les deux grands thèmes explorés correspondent aux matériaux pour l'énergie et aux matériaux pour les technologies de l'information.

Les matériaux pour l'énergie connaissent une croissance importante exprimée par les besoins en relation avec la transition énergétique. Les thématiques étudiées par diffusion des neutrons concernent la thermoélectricité, le photovoltaïque dans les nouveaux matériaux pérovskites hybrides, la réfrigération magnétique, et l'optimisation des aimants permanents. D'autres aspects concernent la conduction ionique, les composés pour les batteries et pour le stockage de l'hydrogène.

Parmi les matériaux pour les technologies de l'information, les multiferroïques sont un sujet particulièrement actif. En effet, le couplage entre ordres magnétique et électrique permet de concevoir des dispositifs prometteurs avec des états magnétiquement et électriquement adressables. Différents types de couplages ont été mis en évidence dans ces matériaux, mais sur une base de caractéristiques communes, comme une certaine frustration magnétique, stabilisant des ordres magnétiques complexes, et un fort couplage spin-réseau. La diffraction des neutrons permet de déterminer l'ordre magnétique, et les études de diffusion inélastique des neutrons permettent de mieux appréhender la physique des électromagnons, excitations électromagnétiques hybrides, potentiellement utilisables pour le transport l'information (« magnonique »).

Systèmes quantiques et nouveaux états de la matière

Frustration magnétique: Le concept de frustration géométrique apparait en magnétisme lorsque toutes les interactions entre moments magnétique ne peuvent être satisfaites simultanément en raison de la géométrie du réseau. Cette frustration entraîne une forte dégénérescence de l'état fondamental, avec un nombre macroscopique de configurations de même énergie. Ce phénomène apparaît aujourd'hui comme un outil puissant pour faire émerger de nouveaux états de la matière. Les oxydes de terre rare $R_2Ti_2O_7$ (de structure « pyrochlore », où R^{3+} est un ion de terre rare) sont des systèmes modèles dans ce domaine. Certains de ces systèmes présentent un état fondamental « liquide de spin » ou « glace de spin », c'est-à-dire désordonné du point de vue magnétique, mais néanmoins caractérisé par des corrélations à courte distance exotiques. L'étude par diffusion neutronique du spectre des excitations dans ces systèmes, constitue un sujet important : on y attend des excitations déconfinées, ainsi qu'un mode collectif de type « photon », qui résiste encore à l'observation.

Electrons fortement corrélés et supraconductivité: les propriétés anormales observées dans certains systèmes électroniques fortement corrélés remettent en question notre compréhension actuelle des systèmes métalliques. Dans les systèmes d'électrons 4f, les fortes corrélations électroniques et la compétition entre différents degrés de liberté conduisent à de multiples états de la matière : liquide de fermions lourds, supraconductivité non conventionnelle, états semi-conducteurs à bande étroite (isolants Kondo) et ordres multipolaires. Les fortes corrélations électroniques sont également au cœur de la physique des nouveaux supraconducteurs à haute température. Ceux-ci présentent des diagrammes de phase où la supraconductivité se développe à proximité d'autres états de la matière, dont les fluctuations (d'origine purement électronique) sont susceptibles d'entrer dans le mécanisme d'appariement supraconducteur. Dans les supraconducteurs à haute température, comme les cuprates, les pnictures et séléniures de fer (tel FeSe), la diffusion inélastique des neutrons permet une détermination quantitative du spectre des fluctuations antiferromagnétiques. Les données ainsi obtenues sont directement comparables avec les modèles théoriques spécifiques élaborés pour rendre compte des propriétés électroniques non conventionnelles de ces matériaux : citons pour les cuprates l'existence d'une phase spirale (LLB) ou d'une symétrie émergente (IPHT). Par ailleurs, des mesures de diffraction des neutrons polarisés ont révélé un ordre caché dans la phase de pseudo-gap des cuprates supraconducteurs. Distinct du magnétisme porté par les spins du cuivre, cet ordre pourrait refléter la présence, à l'intérieur de la maille élémentaire, de boucles de courant nanoscopiques ou de moments multipolaires. Une propriété similaire a été mise au jour dans la phase de pseudo-gap du composé $Sr_2(Ir,Rh)O_4$ dont on espère qu'il puisse devenir supraconducteur.

2- Produits et activités de recherche de l'axe 2

Cet axe scientifique couvre les activités liées à la recherche en science des matériaux et plus généralement dans les hétéro-systèmes c'est-à-dire les interfaces, les alliages, les matériaux composites et les systèmes confinés. Les sujets couvrent l'étude de la structure détaillée des nano-objets, les interactions entre les nano-objets, le rôle des nanostructures dans les matériaux composites (métalliques ou polymères) et le comportement des matériaux amorphes et vitreux. Les échelles qui caractérisent les propriétés de ces systèmes vont de 1 à 100 nm.

Les sujets suivants sont actuellement développés :

- **Nanosystèmes et hétérosystèmes :** Nano-composites à base de polymères et de métaux, nano-objets magnétiques (nanoparticules - aimants moléculaires - couches minces), matériaux microporeux et nanoporeux (zéolites, MOF et hybrides (guest @ host)), molécules et liquides confinés, structures et nanostructures d'intérêt biologique et pharmaceutique.
- **Métallurgie physique :** Microstructure, propriétés mécaniques, vieillissement.
- **Systèmes désordonnés :** Liquides (simples, polymériques, ioniques), liquides dans des conditions spéciales (haute pression, confiné), verres d'oxyde et chalcogénures, solides amorphes, transition vitreuse et cristallisation d'alliages amorphes, formation de verres.

La recherche en nanoscience au LLB bénéficie de diverses techniques de diffusion des neutrons: **SANS** (Small Angle Neutron Scattering) - pour étudier la structure et l'organisation des nanoparticules, **Réflectivité** - pour étudier les structures en couches minces (polymères, films magnétiques, surfaces liquides), **Diffraction** – pour étudier l'ordre cristallin ou magnétique des nanostructures.

Depuis 2015, quatre nouveaux appareils sont disponibles pour réaliser ces études :

- **PA20**, un appareil de diffusion de neutrons aux petits angles et dotés de neutrons polarisés
- **HERMES** un réflectomètre horizontal en temps de vol
- **IMAGINE** pour la radio-tomographie neutronique
- **G44** un appareil de diffraction de poudres très haute résolution dédié en particulier aux études de systèmes microporeux (zéolites, MOFs).

L'appareil **6T1** de mesures de textures a lui aussi subi une jouvence (nouveau 4-cercles + jouvence du monochromateur). Les autres appareils utilisés sont le spectromètre 4 cercles (**6T2**) qui permet des études de diffraction sur des couches minces épitaxiées. Les diffractomètres de poudre (**G41 – G61**) sont utilisés pour caractériser les propriétés structurelles ou magnétiques de nanoparticules. Le diffractomètre liquide **7C2** permet des études sur des matériaux amorphes et vitreux. D'autres techniques de caractérisation sont également disponibles pour les scientifiques du LLB, notamment la diffusion de la lumière, la rhéologie, la magnétométrie (VSM-SQUID), la spectroscopie I.R., la réflectivité de rayons X et le SAXS, ce dernier appareil ayant été mis en service en 2017.

Ces dernières années, divers financements dont en particulier un financement Européen (REFreePerMag) sur le développement d'aimants permanents n'utilisant pas de terres rares mais des nanobâtonnets magnétiques ont permis d'entretenir une activité de fonds dans le domaine Dans le domaine du magnétisme une étude détaillée du magnétisme de couche minces de chrome a été réalisée et l'étude des nano-aimants aussi fait l'objet de plusieurs publications.

Dans le domaine des nano-composites polymères combinant des nanoparticules magnétiques ou non, l'activité se poursuit pour comprendre les mécanismes microscopiques à l'origine du renforcement mécanique observé dans ces matériaux. Une étude du LLB a permis de mesurer sans ambiguïté la conformation des chaînes de polymères pour différentes interactions polymères-particules.

Dans le domaine de la métallurgie, les études en collaboration avec le CEA / DEN pour développer des aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened) se sont poursuivies jusqu'en 2017. L'activité en métallurgie s'est malheureusement fortement réduite depuis en raison de la pénurie de chercheurs au LLB travaillant sur la thématique.

Les techniques de diffraction permettent d'étudier la structure de nombreuses classes de matériaux. On peut citer les composés nano-lamellaires $(CrV)_{n+1}AlC_n$, de zéolites, de pigments, de céramiques, de matériaux multiferroïques.

Les neutrons à courte longueur d'onde provenant de la source chaude du réacteur ORPHEE constituent un outil décisif pour la caractérisation de l'ordre à courte distance dans des matériaux non cristallins (c'est-à-dire des liquides et des matériaux amorphes). Le diffractomètre 7C2 permet de mesurer les facteurs de structure sur une gamme de vecteurs largement dispersés, ce qui permet de déterminer les fonctions de distribution des paires.

La transition de phase dans les liquides suscite un intérêt considérable et certaines études très précises effectuées à la LLB ont porté sur la fusion de certains éléments simples. Cependant, les domaines d'intérêt émergents pour la structure des liquides et des matériaux amorphes sont souvent liés à des matériaux d'ingénierie tels que les verres covalents (par exemple fibres optiques à changement de phase).

Enfin, des expériences dynamiques au LLB montrent qu'il est possible de mesurer l'élasticité en cisaillement dans les liquides à basses fréquences - alors qu'elle n'était connue qu'aux très hautes fréquences.

3- Produits et activités de recherche de l'axe 3

La matière molle et la biophysique s'inscrivent au cœur d'un grand nombre d'enjeux sociétaux actuels tels que la santé, l'agroalimentaire ou la conception de nouveaux matériaux pour la production et le stockage de l'énergie. Il s'agit de comprendre et de décrire les mécanismes généraux qui régissent les propriétés des matériaux au travers de concepts fondamentaux en se basant sur des systèmes modèles afin d'assurer les transferts technologiques vers les applications.

Les systèmes de la matière molle et la biophysique partagent une même caractéristique : ils sont formés de briques élémentaires interagissant via des forces (Van der Waals, électrostatiques, liaisons hydrogènes, hydrophobes, …) qui sont toutes de l'ordre de quelques K_BT, pouvant mener à la formation d'architectures complexes présentant des dynamiques, des cinétiques ou des durées de vie spécifiques. Les objectifs de l'axe "Matière molle complexe" sont de comprendre à la fois *(i)* le comportement de ces briques individuelles (molécules, nanoparticules, polymères, tensioactifs et phospholipides) dont la taille caractéristique se situe typiquement entre 0,1 et 100 nm, *(ii)* les mécanismes sous-jacents de leur auto-assemblage et de leur dynamique qui permettront de contrôler et d'ajuster les propriétés spécifiques des matériaux, que ceux-ci soient inertes, fonctionnels et/ou biologiques, aux échelles nanométriques (1-100 nm) et microniques. Notre spécificité est la définition, la conception et la production des échantillons parfaitement adaptés à nos objectifs scientifiques, ce qui est rendu possible par l'existence de nos plateformes de caractérisation physico-chimique et de nos compétences propres en chimie et en biologie. Ceci nous permet de concevoir des échantillons à façon pour les études par diffusion des neutrons statique et/ou dynamique. Ces études sont en effet au cœur de notre stratégie expérimentale et nous utilisons tous les avantages offerts par la palette complète de ces techniques et en particulier les techniques associées au marquage isotopique H/D et de variation de contraste. Nous caractérisons la structure en volume (diffraction, Diffusion de Neutrons aux Petits Angles DNPA, imagerie) ou aux surfaces et aux interfaces (réflectométrie) et la dynamique grâce à des mesures de relaxation jusqu'à plusieurs dizaines et centaines de nanosecondes (Temps de vol ou écho de spin). Nous complétons ces études par le couplage avec d'autres techniques, par exemple la diffusion de lumière ou la DXPA pour la structure ou la RMN et la spectroscopie diélectrique pour la dynamique, qui permettent d'étendre l'étude des processus sondés aux temps plus longs (milliseconde).

Matière Molle

Les études concernant les systèmes relevant de la matière molle (polymères, tensio-actifs, nanoparticules) sont au cœur des activités du laboratoire. Ces études sont généralement fondamentales car nous travaillons sur des systèmes modèles afin de comprendre et *in fine* de contrôler les propriétés des matériaux. Nous nous attachons cependant à travailler sur des systèmes qui sont transférables pour des applications et qui recouvrent une large gamme de domaines d'intérêt industriel tels que les matériaux pour l'énergie, le transport (pneumatiques), l'industrie pétrolière, l'agroalimentaire (emballages alimentaires), la santé (muscles artificiels), et la catalyse.

Polymères/copolymères : Parmi les thématiques abordées, des efforts spécifiques ont été consacrés à la compréhension de l'origine des propriétés mécaniques remarquables dans des nanocomposites à base de matrices polymères en élaborant des systèmes modèles afin de varier et contrôler la dispersion des nanoparticules et *in fine*, les propriétés de renforcement mécaniques. D'autres domaines d'étude concernent le comportement des poly-électrolytes, complexés avec des objets de charges opposées (nanoparticules inorganique) et de comprendre l'impact du chemin de formulation de ces systèmes hors

équilibre comme voie d'ajustement des propriétés macroscopiques. Une activité importante est développée autour de vésicules à base de copolymères à blocs pour l'encapsulation de principes actifs et le relargage contrôlé et parfois ciblée par l'application d'un stimulus physico-chimique. Les copolymères sont également utilisés comme moules pour la formation de nanostructures métalliques de morphologie contrôlée, ce qui nécessite de décrire leur comportement en volume et à l'interface air/eau. On s'intéresse spécifiquement à la conformation de polymères en films minces en fonction de l'épaisseur du film et en lien avec les changements de température de transition vitreuse T_g, à la dynamique de brosses de polymères cisaillées aux interfaces pour décrire les propriétés d'adhésion et la structure et aux propriétés rhéologiques de gels de polymères. On étudie en parallèle le confinement de brosses de polymères dans des alumines poreuses de tailles de pores variables pour le contrôle des propriétés de transport à l'échelle nanométrique. Un dernier axe concerne finalement l'élaboration de gels de bio-polymères à base de polysaccharides pour les applications en pharmacie, l'objectif est de moduler la structure locale pour contrôler les propriétés macroscopiques.

Nanoparticules : nous avons développé des synthèses spécifiques de greffage de chaînes de polymères à la surface de nanoparticules de silice ou d'oxyde de fer que l'on incorpore ensuite dans une matrice de polymère de même nature. La densité de greffage et le rapport de longueur entre les chaînes libre et greffées permettent de moduler les interactions entropiques entre chaînes et d'obtenir une large gamme de dispersions différentes et en conséquence différents renforcements mécaniques. Nous étudions également des nanoparticules d'or rendues thermosensibles ou chirales par greffage de ligands appropriés. Leurs structures, organisations et leurs comportements macroscopiques sont étudiées en condition de particule unique et en modes collectifs.

Mousses, émulsions et systèmes alimentaires : nous étudions des systèmes multi-composants d'intérêt industriel tels que les mousses, des émulsions (collaboration avec l'INRA) et fluides pétroliers (collaboration avec l'IFPEN), des complexes oxyde de fer-matière organique en lien avec la fixation de polluants métalliques tels que l'Arsenic (collaboration avec Géoscience Rennes et le synchrotron SOLEIL). Nous évaluons enfin l'impact de la pression, de la température, des sels, du pH et de mélanges protéines-polyosides sur la dénaturation des protéines alimentaires (structure et dynamique) ainsi que la structure et la dynamique des protéines aux interfaces.

Liquides macromoléculaires : afin d'obtenir le meilleur compromis entre performance mécanique, température de fabrication et facilité de mise en œuvre lié à la viscosité du système, il existe des systèmes polymériques de petite taille tenus par des liens non covalents de type liaisons hydrogène qui permettent l'étude de problématiques telles que la stabilité d'une membrane, la fabrication de micelles sans surfactant, ou encore les propriétés d'auto-cicatrisation. L'ensemble des propriétés thermodynamiques, dynamiques, de stabilité mécanique et thermique des matériaux sont considérées directement avec leur structure supramoléculaire. Ces liquides moléculaires auto organisés par la stabilisation d'une liaison hydrogène sont aisément vitrifiables et appartiennent à une nouvelle classe de matériaux vitreux organiques présentant des propriétés polymères.

Méso-poreux : Au vu de leurs propriétés physicochimiques particulières les matériaux méso-poreux suscitent l'intérêt dans différentes applications (catalyse, séparation, électronique, médical,). On travaille sur l'amélioration des méthodes de synthèse de matériaux poreux ou non à base des oxydes métalliques dans le but de proposer la préparation des matériaux méso-poreux plus économique et « environmentally friendly ». La synthèse des nouveaux matériaux et la modification de leur surface visent les études de confinement et des applications dans la catalyse pour la synthèse organique et le piégeage moléculaire pour la dépollution des eaux usagées.

Biophysique

Les études concernant la biophysique se sont développées à partir de la fin des années 90 au laboratoire et forment depuis lors un champ de recherche très actif. Elles s'inscrivent dans un contexte d'amélioration de thérapies géniques, de compréhension des fonctions biologiques pour des applications médicales et d'élaboration de nouveaux matériaux pour la santé (muscles artificiels, pansements etc…).

Membranes : L'interaction des membranes cellulaires avec les molécules adsorbées à leur surface et la façon dont l'incorporation de ces molécules s'opère sont encore assez mal comprises. Nous nous sommes intéressés à l'interaction de ces membranes avec des peptides antimicrobiens qui constituent la clé de voute du système immunitaire inné des organismes pluricellulaires.

Encombrement cellulaire et diffusion: Dans les systèmes biologiques, l'intérieur des cellules est un milieu encombré. Cet encombrement peut provenir de la présence de macromolécules inertes ou non vis-à-vis des réactions biologiques ou de la séquestration physique par des éléments tels que des réseaux de

fibres et de membranes, qui peuvent atteindre des fractions volumiques de 30 à 40% dans le cytoplasme. Dans ce milieu encombré, les propriétés thermodynamiques vont être fortement modifiées par rapport à celles que l'on observe dans des systèmes dilués, états dans lesquels elles sont généralement étudiées. Nous étudions directement la stabilité de protéines en présence d'un environnement moléculaire complexe tel que des polysaccharides ou des osmolites. Nous étudions également l'influence de cet encombrement sur la diffusion des protéines ainsi que les implications sur la dynamique de la capture de l'oxygène par les globules rouges.

Protéines en milieux complexes : Nous utilisons également la pression pour modifier l'environnement thermodynamique des protéines en travaillant sur un système modèle basé sur la myoglobine, en présence de différents ligands, afin d'explorer ses différentes conformations et le rôle joué par les cavités hydrophobes. En réduisant le volume partiel molaire des protéines, la pression modifie en effet leur équilibre conformationnel et permet d'atteindre d'autres intermédiaires de repliement que ceux explorés par la dénaturation thermique. Nous nous intéressons également à la conformation de la dystrophine, une protéine essentielle de la fonction musculaire, dont l'absence conduit à la dystrophie musculaire de Duchenne en interaction avec des lipides (collaboration avec l'IGDR à Rennes et le synchrotron SOLEIL).

Protéines bactériennes : Nous proposons une approche multidisciplinaire afin d'étudier une nouvelle façon de structurer les acides nucléiques (ADN et ARN), qui utilise une protéine bactérienne formant des structures amyloïdes, Hfq. La condensation de l'ADN induite par les protéines amyloïdes associées aux neuropathologies a déjà été décrite, mais, dans notre cas, la région amyloïde de Hfq sert la physiologie de la cellule et permet d'assurer la compaction de l'ADN. Analyser l'interaction de Hfq avec les acides nucléiques s'avère donc primordial afin de mieux comprendre la compaction du chromosome bactérien et ses conséquences fonctionnelles. En parallèle, nous avons récemment pu mettre à jour une nouvelle propriété de Hfq: sa capacité à interagir avec les membranes bactériennes et en affecter l'intégrité.

4- Produits et activités instrumentation

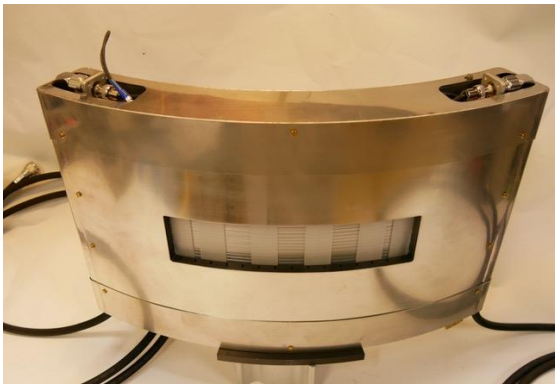
Les projets instrumentaux du LLB émanent des demandes et besoins exprimés par les chercheurs et tiennent évidemment compte de l'évolution des techniques neutroniques et instrumentales (informatique, électronique…). Au LLB, les travaux en instrumentation visent à la fois à construire de nouveaux instruments mais aussi à fournir des nouveaux environnements échantillons ou coupler d'autres techniques à la diffusion de neutrons. Ces projets instrumentaux sont d'abord élaborés au sein des groupes scientifiques puis, selon l'ampleur et la complexité technique de ces projets, ils peuvent requérir un important travail du groupe développement instrumental. La finalisation de la plupart de ces projets passe également par les groupes informatique et électronique en relation avec les équipes techniques en charge des projets, aidés des personnels de l'atelier mécanique du laboratoire.

Ces dernières années, deux projets instrumentaux importants ont émergé: la source compacte de neutrons à base d'accélérateurs SONATE (pré-projet porté conjointement par le LLB et l'IRFU/CEA) et le début de la construction de la nouvelle source européenne à spallation (ESS) à Lund en Suède pour laquelle le LLB participe, avec d'autres partenaires européens (PSI, JCNS, TUM, etc.), à la construction de 5 instruments. Les projets d'instruments à ESS ont mobilisé une partie importante du personnel du laboratoire. Naturellement le groupe développement instrumental mais aussi le groupe électronique qui sera mis à contribution pour la réalisation du contrôle commande des moteurs des équipements. Quant à SONATE, une petite équipe a commencé à estimer les performances et les options potentielles. Cette technique est envisagée comme possible alternative pour le futur de la diffusion neutronique, hors les sources à spallation.

Parmi les deux nouveaux instruments ouverts à la communauté scientifique au LLB, on peut noter le spectromètre de diffusion aux petits angles PA20 équipée d'une option neutrons polarisés très attendue pour les études de structures magnétiques à grandes échelles, d'une station d'imagerie - tomographie IMAGINE, et du nouveau réflectomètre HERMES, modernisé grâce à l'acquisition d'un « chopper » à résolution variable. Cette jouvence achevée en 2017 permet dans de nombreux cas d'effectuer plus rapidement des mesures plus précises à grands vecteurs de diffusion. On peut atteindre facilement une réflectivité minimum de l'ordre de 10^{-7}.

Le projet de nouveau spectromètre à temps-de-vol, FA#, a mobilisé une petite équipe du laboratoire. Sur la période 2012 -2017, outre des pré-études techniques sur les méthodes possibles pour l'ensemble de l'instrument, les 240 détecteurs remplis d'Hélium-3 ont été achetés et un prototype mécanique d'assemblage de 32 détecteurs (tubes de h=200cm et Ø=2.54cm) a été réalisé (voir figure ci –après).

Banc de 32 détecteurs tubes du projet Fa#



Première bobine courbe de résonance pour le spectromètre à échos de spins MUSE au LLB

Equipé d'une électronique ILL, cet ensemble a été entièrement testé au LLB. Grâce aux 5 bars d'Hélium, ces détecteurs ont une bonne efficacité (> 60% au-delà de 1 Å). Ces tests concluant ont permis de valider la mécanique de support des détecteurs tubes. Suite à la décision de l'arrêt du réacteur ORPHEE en octobre 2019, ce projet a été transformé en projet de CRG à l'ILL (voir paragraphe CRG). Une partie de l'équipe projet travaille depuis mi 2017 sur le spectromètre à temps de vol IN6 à l'ILL et s'apprêtent à construire SHARP, adaptation de Fa# à l'ILL.

Par ailleurs, les jouvences de deux spectromètres 3-axes ont été finalisées. Tout d'abord la protection de l'analyseur de 4F1 pour permettre d'y installer un analyseur Heussler plus grand et plus efficace. Ces changements ont permis d'améliorer d'un facteur environ 2 le taux de comptage pour la plupart des mesures inélastiques. De même, les monochromateurs de 1T ont été remplacés permettant désormais de modifier rapidement la résolution de l'instrument.

En 2014, le multi-détecteur au BF_3 du spectromètre de diffusion aux petits angles PAXY a été remplacé par un détecteur multi-tubes monobloc à Hélium 3 fabriqué par l'ILL. Une collaboration a été mise en place entre le LLB et l'ILL comprenant la formation d'un technicien du LLB à l'électronique de détection et la fabrication de deux multi-détecteurs semblables (pour PA20 et pour PAXY). Sur PAXY, ce remplacement a permis d'augmenter l'efficacité de détection pour certaines longueurs d'onde d'un facteur compris entre 3 et 8. Cette expérience acquise a ensuite permis au LLB d'assembler l'ensemble de 2*16 tubes du deuxième détecteur « grands angles » de PA20.

La refonte du spectromètre à échos de spin résonant du LLB, MUSE, a beaucoup progressé ces dernières années. Afin de couvrir en une seule mesure une large ouverture angulaire et ainsi diminuer d'autant la durée totale des acquisitions de données, il s'agissait de concevoir et fabriquer des bobines résonnantes larges et courbes à installer sur la partie secondaire du spectromètre. A la suite d'un important développement technique, la première bobine courbe, ayant le rayon de courbure le plus faible 40 cm (voir photo ci-après) a été testée avec succès en 2017. L'homogénéité du champ mesuré est conforme aux simulations, y compris à hautes fréquences. Pour ce système unique, un adaptateur d'impédance programmable dédié aux circuits RLC des bobines a aussi été mis au point au laboratoire. Pour terminer le projet MULTI MUSES, il resterait à réaliser la 2ème bobine résonnante plus large mais surtout moins courbe. Cet investissement important est pour le moment en suspens en raison de l'arrêt d'Orphée l'an prochain. Plusieurs autres équipements ont été mis au point afin de mieux étudier la structure et les excitations de composés magnétiques. Il s'agit d'abord de l'équipement MuPAD (« μ-metal Polarization Analysis Device ») (voir fait marquant) installé sur le spectromètre 3-axes 4F1, qui permet l'analyse de toutes les composantes de la polarisation (polarimétrie dite sphérique) sans la présence d'un champ magnétique au niveau de l'échantillon susceptible de perturber les mesures. Un nouveau cryostat à dilution a aussi été développé à partir du cryostat à dilution mis au point pour les spectromètres 3 axes du laboratoire afin d'effectuer des mesures de diffraction sur poudres (sur le diffractomètre G4.1) jusqu'à 70mK (voir fait marquant). Enfin un équipement unique a été réalisé au LLB en collaboration avec un industriel et une équipe du CEA/IRFU: l'aimant vectoriel WAVE (voir fait marquant). La disposition originale des bobines permet de produire un champ magnétique de 1 Tesla dans n'importe quelle direction de l'espace et

permet également une ouverture très large pour le faisceau de neutrons (220° horizontal, ± 10° vertical), qui est cruciale pour les expériences de diffraction et de diffusion inélastique de neutrons.

Dans la thématique matière molle biophysique, un développement significatif a concerné l'installation d'un équipement de RMN bas champ (permettant d'accéder aux temps de relaxation et coefficients de diffusion) couplé simultanément soit avec l'imagerie soit avec la diffusion aux petits angles pour observer la structure à petites échelles (voir fait marquant).

Groupe Développement Instrumental

Présentation : Le groupe Développement Instrumental se compose de 5 ingénieurs et d'un technicien projeteur. Il a en charge les projets instrumentaux du laboratoire. Les fonctions de ces personnels sont responsables projets, ingénieurs et dessinateurs du bureau d'études. Les compétences au sein du groupe couvrent le management de projet, l'optique neutronique et les simulations, une expertise en magnétisme (conception, simulation, fabrication) et en polarisation neutronique, une expertise en mécanique, résistance des matériaux et Conception Assistée par Ordinateur, une expertise dans les techniques du vide, et la métrologie. Il centralise aussi les marchés (rédaction des cahiers des charges, procédures d'appels d'offre CEA et CNRS, …) et leurs suivis jusqu'aux livraisons des équipements.

Activités

Le groupe est directement impliqué dans la conception et la réalisation des programmes instrumentaux, notamment PA20 (diffusion aux petits angles), IMAGINE (station d'imagerie), le réflectomètre HERMES, le spectromètre à échos de spin résonant MULTI-MUSE et le projet de spectromètre à temps de vol SHARP à l'ILL. Le groupe assure les études techniques des 5 instruments pour ESS (SKADI (petits angles), C-SPEC (temps de vol), MAGIC (diffraction monocristaux), DREAM (diffraction de poudres), BIFROST (inélastique). Plusieurs dessinateurs et un ingénieur ont été recrutés en CDD pour les projets ESS.

Le groupe est aussi impliqué dans le projet de future source compacte SONATE ainsi que les possibles « CRG » à l'ILL et au PSI en projets pour après l'arrêt d'Orphée fin 2019. Il intervient également dans divers projets comme la création d'équipements spécifiques (l'aimant 3D WAVE, l'option Mu-Pad) ou la jouvence d'instruments. Il assiste également les autres personnels pour leurs études, mises en plans, rédactions des cahiers des charges et suivi de projets.

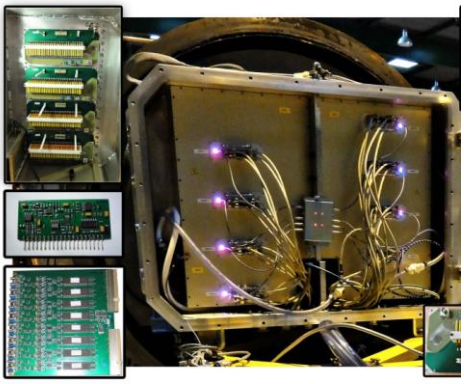
Par ailleurs, le groupe est impliqué dans l'organisation de la conférence annuelle « Design and Engineering of Neutron Instrument and Methods (DENIM) », et dans l'organisation des conférences bis-annuelles In-Kind cONtribution (IKON) ainsi que dans les différents ateliers liés à la construction des instruments à ESS.

Groupe Electronique

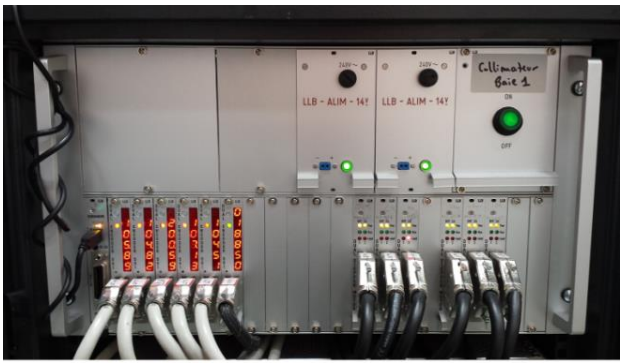
Présentation : Le groupe électronique est composé de 2 ingénieurs, de 3 techniciens électroniciens et de 1 technicien câbleur. Son champ d'activité est très large puisqu'il comprend les systèmes de contrôle commande (comme la commande d'axes), la maintenance et le réglage des détecteurs et des multi-détecteurs, jusqu'à la conception et la programmation des contrôleurs temps réel. De par leurs connaissances connexes en mécanique et en informatique, les ingénieurs et techniciens du groupe participent à tous les projets instrumentaux du laboratoire notamment ceux à destination de l'ESS ou de SONATE.

Activités :

Autour des détecteurs : Durant ces dernières années, un technicien du groupe spécialisé dans le réglage, le fonctionnement et la maintenance des détecteurs a effectué plusieurs périodes de formation à l'ILL durant la fabrication des 2 nouveaux multi-détecteurs destinés aux spectromètres PAXY et PA20. Grâce à cette expertise en 2017, le LLB a pu finaliser l'installation d'un second détecteur (détecteur grands angles) sur PA20 composé de 32 tubes auxquels il a connecté avec succès la même électronique de détection que pour les deux détecteurs cités précédemment. Ce détecteur est opérationnel et vient compléter le système de détection de PA20.



« Hardware » des détecteurs de PAXY et PA20



Sous-ensemble de contrôle commande de PA20

Autour du contrôle d'axe : L'installation du spectromètre PA20 avec ses 64 mouvements a été l'occasion de développements de cartes de codage (double) et de motorisation compactes, permettant une réduction notable du cout de l'équipement et une simplification du câblage général. Sur divers axes du spectromètre, il a aussi été conçu une télécommande des freins. Les personnels du groupe ont également assuré la rédaction de documentations techniques, de plans, et procédures de réglage qui faciliteront le transfert éventuel de PA20.

Développement de nouveaux contrôleurs : Les contrôleurs de positionnement, de comptage et « d'histogramming » (Position Sensitive Detector) ont été complètement rénovés. Tout en gardant un interfaçage identique, leurs performances ont été améliorées d'un ordre de grandeur. Ils disposent à présent d'une connexion Ethernet permettant un contrôle à distance qui sera utile dans le projet SONATE.

Participation au projet ESS : L'équipe électronique a participé au 3ieme « workshop » du groupe MCAG de ESS en mai 2017. Afin de se familiariser avec l'automate contrôleur d'axe PLC BECKHOFF sélectionné à ESS et le logiciel d'implantation électrique EPLAN, le groupe a fait l'acquisition d'un châssis de test et planifie en 2018 le suivi de formations techniques recommandées dans les directives ESS.

Groupe Informatique

Présentation : Le groupe informatique compte 2 ingénieurs et un technicien administrateur réseau et système. Il fournit un support informatique pour l'administration système et le développement logiciel des systèmes d'acquisition pour les spectromètres à neutrons LLB du réacteur Orphée. Ce support comprend la maintenance et l'évolution des logiciels développés par le service, le développement de nouveaux logiciels de commande pour les futurs spectromètres LLB et une expertise technique sur le matériel informatique, l'installation et la configuration.

Activités :
Serveurs de données : Le service gère un serveur de calcul 4 processeurs Intel XEON E5 à 12 cœurs chacun, un serveur d'impression et de licences, et un serveur de stockage de 25To avec son image de sauvegarde.

PINGOUIN (Pilotage INformatique Générique et OUvert pour l'Imagerie des Neutrons). Ce programme est la plateforme de contrôle commande et d'acquisition des spectromètres à neutrons du LLB conçue et développée par le service informatique. C'est une plateforme adaptative aux spécificités de chaque spectromètre LLB. Elle accélère et simplifie le déploiement d'une solution de pilotage pour tous les spectromètres. Elle mutualise les opérations de maintenance en éviter la prolifération des versions par la préservation d'un code unique. Il a été surtout déployé ces dernières années et est maintenant utilisé sur 9 spectromètres : 7C2, 6T2, 6T1, 5C2, 5C1(VIP), BAROTRON(G43), IMAGINE, PA20 et PAXY.

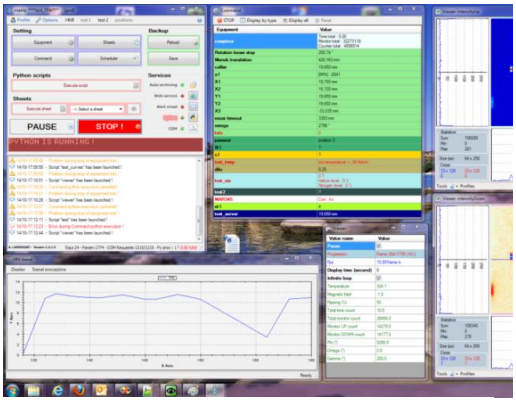
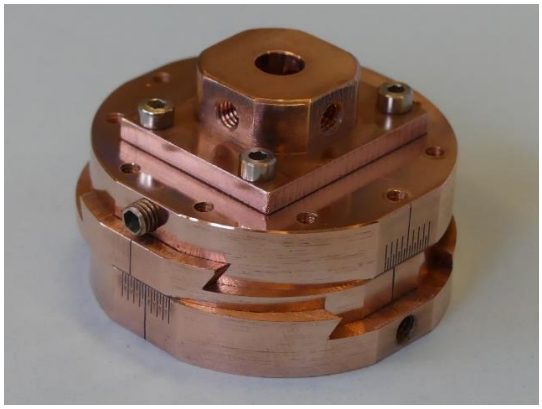


Tableau de bord du programme d'acquisition de données PINGOUIN



Réalisation d'une table XY pour positionner l'échantillon dans un cryostat ; Ø 46mm.

PHOENIX : Phoenix est la nouvelle plateforme internet de gestion de propositions d'expériences conçue par le service informatique pour la fédération française de diffusion neutronique (2FDN) mais dont le développement a été sous-traité à la société ITLink France. C'est un portail web européen ouvert au monde entier pour la communauté neutronique. Ses missions sont la gestion des propositions d'expériences, la gestion des comités de sélections, la gestion de l'accueil des expérimentateurs et la gestion des rapports d'expériences. Mis en service en 2017, Phoenix compte à ce jour un peu plus de 630 inscrits et gère tous les spectromètres du LLB à Saclay et les CRG français de l'ILL à Grenoble.

Groupe Support aux Expériences et Environnements Échantillons

Présentation : Le groupe est composé d'un ingénieur, d'un technicien pour les consommables et d'un mécanicien à plein temps pour l'atelier. Son activité est l'assistance aux expériences et la veille de leurs bons déroulements. Historiquement l'aide aux expériences été toujours fournie par le groupe auquel l'appareil était rattaché. Pour le bon déroulement des expériences, ce groupe intègre l'activité de l'atelier mécanique, le service des fluides, des gaz et autres consommables.

Activités : Les services fournis par le groupe s'articulent autour des activités suivantes :

- Prise en charge de la demande de développements et des dispositifs divers d'environnement échantillon pour les appareils, en collaboration avec les techniciens des instruments
- Aide, assistance et conseils aux techniciens et ingénieurs des instruments
- Réalisation des dispositifs pour les expériences dans l'atelier (voir ci-après)
- Gérance des réalisations dans l'atelier ou envoi des dispositifs en réalisation pour sous-traitance
- Formation des techniciens sur machine-outil
- Mise à la disposition des expérimentateurs des fluides cryogéniques, des gaz ou autres consommables
- Surveillance de la récupération de l'hélium et du vide des guides de neutrons
- Etude et réalisation des enceintes de haute pression jusqu'à 30kbar.

Collaborations : Le responsable du groupe a participé au « Joint Research Activity Tools for Soft and Bio-Materials » du programme européen NMI3-II (2011-2015). Le but était notamment de développer une cellule de pression pour la diffusion aux petits angles aux performances améliorées.

Le groupe participe activement aux travaux préliminaires de la source SONATE. En 2017 - 2018 , une cible pour la future source de neutrons dans le cadre du projet SONATE CMR50 a été étudiée. La conception et la fabrication d'un prototype est envisagée pour des tests en 2018.

Partie III

Choix de faits marquants

1- Faits marquants AXE 1

Origine de la très basse conductivité thermique dans le thermoélectrique $AgCrSe_2$

$AgCrSe_2$ est un composé à structure en couche, constitué d'un empilement de plans $[Ag]_\infty$ et $[CrSe_2]_\infty$. Les ions Ag^+ forment un pseudo réseau nid d'abeille, constitué de deux sous-réseaux triangulaires interpénétrés. En dessous de la température d'ordre-désordre T_{OD} = 475 K, un seul de ces réseaux est occupé[14], mais pour T > T_{OD} les ions Ag^+ sont distribués aléatoirement sur les deux sous-réseaux, apportant à ce matériau des propriétés intéressantes de conduction ionique. Les atomes de Cr de la couche $[CrSe_2]_\infty$, qui portent un spin 3/2, s'ordonnent à T_N = 55K, en une cycloïde antiferromagnétique de longue période. Une nouvelle étude a récemment montré que $AgCrSe_2$ était un candidat intéressant à la thermoélectricité au-dessus de 300K, car pour T >T_{OD}, sa conductivité thermique est extrêmement faible (de l'ordre de 0.2 à 0.5 $W.K^{-1}.m^{-1}$) et quasiment indépendante de la température.

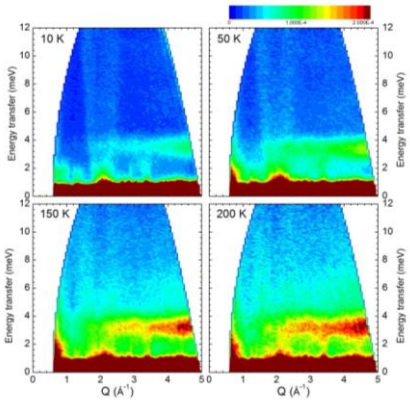


Figure : Evolution avec la température des spectres de diffusion inélastique de neutrons d'un polycristal de $AgCrSe_2$, illustrant le mode de réseau localisé à 3.3 meV (temps de vol IN4@ILL, λ_i = 2.2 Å). Le signal dispersif à Q = 2 $Å^{-1}$ est magnétique.

Cependant, en dessous de T_{OD}, c'est à dire dans la phase où les ions Ag+ sont ordonnés, la conductivité thermique de $AgCrSe_2$ reste très faible. Pour comprendre l'origine de ce phénomène, des expériences de diffusion inélastique des neutrons[5] ont été effectuées entre 10 K et 200 K (voir Figure). Dans cette gamme de température, la principale caractéristique des spectres d'excitations est la présence d'un mode de réseau non dispersif, c'est à dire localisé, à 3.3 meV. En parallèle, les résultats des affinements de structure à 300 K montrent que l'ellipsoïde de déplacement des ions Ag^+ est anormalement large et très anisotrope, étant confinée dans le plan des couches. Des calculs de dynamique moléculaire montrent de plus que la contribution principale à l'intensité de ce mode à 3.3 meV est la vibration des ions Ag^+ dans le plan des couches $[Ag]_\infty$. Ces calculs montrent également qu'à 150 K, les ions Ag^+ sont partiellement délocalisés entre deux sites, contrairement aux atomes de Cr et de Se qui restent localisés autour d'une position d'équilibre. Dans $AgCrSe_2$, la faible conductivité thermique indique que le libre parcours moyen des phonons est très court, même en dessous de T_{OD}. Sachant que les phonons qui transportent la chaleur sont ceux de basse énergie (ou grande longueur d'onde), on s'attend à ce que le mécanisme de diffusion d'un phonon acoustique sur le mode à 3 meV soit particulièrement efficace, et représente une barrière à la diffusion de la chaleur dans ce composé. A noter que ce mode localisé est en fait intrinsèque à la structure, et relié à l'existence de deux types de sites tétraédriques proches en énergie : il existe par exemple dans $AgCrS_2$. De plus amples calculs sont maintenant nécessaires pour mieux appréhender le mécanisme de diffusion des phonons acoustiques par ce mode localisé, et comment ce mécanisme se comparerait à ceux proposés dans d'autres matériaux à faible conductivité thermique, comme celui de la diffusion à 3 phonons envisagé pour les « *rattlers* » dans les cages de clathrates.

---

[4] *A. Van der Lee and G.A. Wiegers, J. Solid State Chem.* ***82****, 216 (1989).*

[5] *F. Damay, S. Petit, S. Rols, M. Braendlein, R. Daou, E. Elkaïm, F. Fauth, F. Gascoin, C. Martin and A. Maignan, Sci. Rep.* ***6****, 23415 (2016).*

Une sonde interne de l'anisotropie magnétique : cluster de spin Ni_4

La synthèse de composés de basse dimensionnalité présentant des comportements de molécule-aimant (SMM ou « Single Molecule Magnet ») a ouvert la voie à de futures applications pour le stockage de l'information. Une molécule-aimant possède la propriété d'un aimant à l'échelle moléculaire. Ces molécules, de taille nanométrique, sont généralement des complexes polynucléaires d'ions de transition obtenus à partir de briques moléculaires anisotropes. Le temps pendant lequel leur aimantation rémanente persiste est d'autant plus long que le moment magnétique (S) et l'anisotropie magnétique axiale (D) de la molécule sont grands. Ce comportement n'est cependant observé qu'à basse température (de l'ordre d'une dizaine de Kelvin). Augmenter cette température de fonctionnement ne passe pas seulement par l'augmentation du moment magnétique, mais surtout par celle de l'anisotropie magnétique.

Contrairement aux techniques telles que la magnétométrie résolue en angles, la Résonance Paramagnétique Electronique (RPE) ou le dichroïsme circulaire magnétique des rayons X (XMCD), la diffraction de neutrons polarisés (PND) sur monocristal contient à la fois l'information magnétique et structurale et fournit une détermination expérimentale directe et unique du tenseur local de susceptibilité magnétique[6] de complexes paramagnétiques.

En collaboration avec l'Institut Parisien de Chimie Moléculaire (UPMC) et avec le Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces (Université Lyon 1), nous avons établi, grâce à cette technique, les relations magnéto-structurales précises dans des complexes mononucléaires de Fe(III) et Co(II) et montré que ces relations permettaient d'étudier le rôle respectif de l'échange magnétique et de l'anisotropie de type single-ion dans l'anisotropie magnétique moléculaire d'un complexe dinucléaire de Co(II)[7].

Plus récemment, nous avons ainsi étudié le cluster tétranucléaire de Ni(II), de type cubane, $[Ni_4(L)_4(MeOH)_4]$ (H_2L = salicylidene-2-ethanolamine; MeOH = methanol), qui présente un état de spin fondamental S = 4, résultant d'interactions ferro-magnétiques dominantes entre deux paires Ni-Ni faiblement couplées antiferromagnétiquement, mais qui n'a pas le comportement de molécule-aimant.[8] La diffraction de neutrons polarisés (PND) permet de déterminer le tenseur de susceptibilité magnétique du cluster [Ni4] mais aussi d'accéder aux différentes contributions à l'anisotropie magnétique globale, au niveau des atomes de Ni(II) et des paires antiferromagnétiques, dans la limite d'un faible échange magnétique.

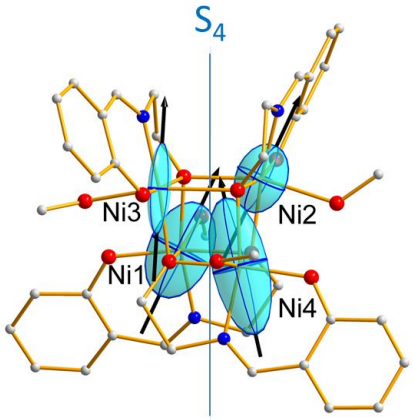


Figure : Ellipsoïdes magnétiques associées aux tenseurs effectifs de susceptibilité locale des ions Ni(II) du cluster (axes propres faciles en noir). L'axe de quasi-symétrie S_4 est représenté en bleu.

Le résultat obtenu montre que les directions propres faciles des deux paires sont orientées selon l'axe de quasi-symétrie S_4 du cluster, avec des axes durs à 90 degrés l'un de l'autre, et que l'une des deux paires possède une plus forte anisotropie uniaxiale que l'autre (voir figure).

[6] A. Gukasov et P.J. Brown, Phys. Condens. Mat. 2002, 14, 8831-8839.

[7] (a) K. Ridier, A. Mondal, C. Boilleau, B. Gillon, G. Chaboussant, B. Le Guennic, K. Costuas, R. Lescouëzec, Angew. Chem. Int. Ed. 2016, 55, 3963 – 3967 ; (b) Karl Ridier, Béatrice Gillon, Arsen Gukasov, G. Chaboussant, A. Cousson, D. Luneau, Ana Borta, J.-F. Jacquot, R. Checa, Y. Chiba, H. Sakiyama and M. Mikuriya, Chem Eur J (2016) 22, 724 – 735.

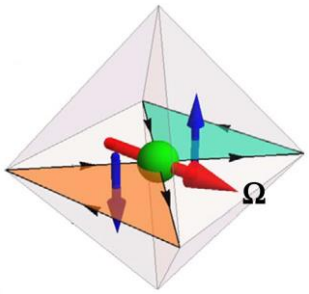
[8] O. Iasco, Y. Chumakov, F. Guégan, M. Lenertz, A. Bataille, J.-F.Jacquot, B. Gillon et D. Luneau, Magnetochemistry 2017, 3, 25, 1-14.

Nouveaux états de la matière : Ordre caché dans les iridates

Parmi les recherches actuelles dédiées aux matériaux quantiques, l'étude des nouveaux états de la matière condensée induits par les effets combinés des fortes corrélations entre électrons et du couplage spin-orbite λ est un domaine nouveau en plein essor.

En parcourant le tableau de classification périodique des éléments, on observe que la répulsion coulombienne est forte dans les métaux de transition 3d, alors que λ demeure faible. C'est dans cette zone que l'on trouve les isolants de Mott, ainsi que les oxydes de cuivre dopés, supraconducteurs à haute température critique. A l'inverse λ tend à devenir significatif pour les atomes de numéro atomique Z élevé, ($\lambda \sim Z^4$), tels les métaux de 4d et (plus encore) 5d. De plus, l'augmentation de taille des orbitales favorise la délocalisation des électrons, réduisant l'effet des corrélations entre électrons. C'est dans cette zone du tableau de Mendeleïev, de fort couplage spin-orbite et faibles corrélations électroniques, que l'on trouve par exemple les isolants topologiques, matériaux avec une structure de bande électronique isolante en volume, mais développant des états de surface métalliques. Le composé La_2CuO_4 peut être décrit comme un isolant de Mott, avec un ordre antiferromagnétique des spins S=1/2 sur les sites Cu^{2+} (3d), liés par un fort couplage magnétique (~0.1eV). Par dopage, la structure électronique de ces matériaux évolue d'isolant de Mott à métallique et supraconductrice. Les fortes corrélations électroniques sont pressenties comme étant à l'origine de l'état supraconducteur non conventionnel, ainsi que d'un état métallique étrange, comportant entre autre la phase dite de pseudo-gap, de laquelle émerge la phase supraconductrice. Présentant une structure cristalline très proche, le composé Sr_2IrO_4 est isolant de Mott, sous l'effet combiné de la répulsion coulombienne et d'un fort couplage spin-orbite. Il présente également un ordre antiferromagnétique des pseudo-spins (J=1/2) localisés sur les sites Ir^{4+} (5d), liés par un fort couplage magnétique (~0.1eV). Les fortes similarités structurales, électroniques et magnétiques des deux composés, laissent envisager pour Sr_2IrO_4, une fois dopé en porteurs de charge, un diagramme de phases aussi complexe que celui observé pour les oxydes de cuivre supraconducteurs à haut T_C.

Pour Sr_2IrO_4, les mesures de photo-émission résolues en angles, montrent en effet des états électroniques de basse énergie similaires à ceux observés dans l'état de pseudo-gap des oxydes de cuivre. Les mesures optiques de génération de second harmonique, révèlent une brisure de symétrie de parité (inversion de l'espace) associée à une transition de phase vers un ordre caché, tout en préservant la symétrie de translation du cristal. Cette transition survient à une température T_Ω supérieure à la température de Néel à T_N associée à l'apparition de l'ordre antiferromagnétique.



Représentation schématique de l'état LC co-planaire dans l'octaèdre IrO6. Les flèches bleues et rouges signalent les moments magnétiques générés par les boucles de courants et l'anapole Ω, respectivement.

Parmi les phases susceptibles de rendre compte de ces observations, un état de boucles de courant à l'échelle de la maille élémentaire, qui brise les symétries de parité et d'invariance par renversement du temps a été proposé. Cet état est constitué de deux boucles de courant circulant en sens contraires dans une plaquette IrO_4, générant 2 moments magnétiques orbitaux alternés.
Des mesures récentes de diffraction de neutrons polarisés en spin ont révélé dans les composés $Sr_2(Ir,Rh)_4$ la présence de l'ordre magnétique caché en dessous de T_Ω, compatible avec une phase de boucles de courant. De façon remarquable, on retrouve ainsi une structure et des propriétés en tous points comparables avec celles du composé supraconducteur, $YBa_2Cu_3O_{6+x}$, pour lequel mesures optiques et diffraction de de neutrons polarisés montrent les mêmes propriétés de brisure de symétries dans la phase de pseudo-gap. De telles similitudes apportent un d'éclairage nouveau sur l'origine sur les propriétés électroniques non conventionnelles de ces matériaux.

** Time-reversal symmetry breaking hidden order in $Sr_2(Ir,Rh)O_4$, J. Jeong, Y. Sidis, A. Louat, V. Brouet, P. Bourges, Nature Communications 8, Article 15119 (2017)*

Textures magnétiques dans les aimants chiraux

Les aimants chiraux sont étudiés depuis plusieurs décennies en raison de leurs caractéristiques électroniques et magnétiques remarquables. L'exemple le plus étudié – l'alliage métallique MnSi – a été reconnu dans les années 1960 comme le premier exemple de composé hélimagnétique *monoaxial*, c'est-à-dire dont la structure magnétique peut être décrite comme un assemblage d'hélices de spin présentant *une chiralité unique*. Cette propriété est intimement liée à l'existence d'une interaction antisymétrique de Dzyaloshinskii-Moriya (D) qui est autorisée par la structure non-centrosymmétrique du composé et qui rentre en compétition avec l'échange ferromagnétique (J) induit par sa structure de bande. Le compromis trouvé par le système conduit à une torsion de l'ordre colinéaire et à la stabilisation d'hélices de spin dont la période λ_H est contrôlée par le rapport D/J. La recherche sur ce type de matériau a récemment connu un regain d'intérêt lorsque qu'une équipe de l'Université de Munich a mis en évidence un réseau de *skyrmions* magnétiques dans un échantillon massif de MnSi[9]. Ces objets, analogues des bulles magnétiques mais présentant des tailles bien inférieures, bénéficient d'une protection dite *topologique*, ce qui leur confère une remarquable stabilité et les découple du réseau cristallin. Bien qu'apparaissant près de la ligne de transition hélimagnétique/paramagnétique, les skyrmions sont ainsi insensibles aux fluctuations et peuvent être déplacés par des courants électriques extrêmement faibles. Il est aujourd'hui bien compris que les systèmes où l'interaction de Dzyaloshinskii-Moriya est non nulle sont des terrains privilégiés pour la découverte et l'étude des skyrmions. En revanche, l'influence du désordre et de la frustration magnétique a été peu étudiée. Récemment, nous entrepris l'étude des solutions solides $Mn_{1-x}(Co,Rh)_xGe$ par diffraction de poudre et diffusion de neutrons aux petits angle [collab. Univ. Nancy/CRM2, Vereshchagin Institute for High Pressure Physics (Troitsk, Russie) et IFW Dresden (Allemagne)]. Sous sa forme pure, MnGe est le composé présentant le plus grand moment ordonné et la plus courte période hélimagnétique de tous les composés isostructuraux à MnSi. Son état fondamental est marqué par des fluctuations de spin persistant jusqu'à des températures bien en-deçà de la température de Néel[10], suggérant une frustration magnétique substantielle. La substitution des ions Mn par du Co ou du Rh conduit à une augmentation spectaculaire de λ_H, accompagnée par le dédoublement du pic de diffraction neutronique correspondant à l'ordre à longue portée qui se développe à basse température (Fig. 1a). Ce résultat suggère une modification importante de la structure hélimagnétique, notamment l'apparition de textures (ou défauts) dont la taille dépend de λ_H.

Si la nature précise de ces textures reste difficile à déterminer, l'analogie formelle entre l'ordre hélimagnétique et l'arrangement cholestérique suggère que la phase induite par dopage correspond aux phases à joint de grain torsadé (« *twist-grain boundary phase* »), observée dans certaines variétés de cristaux liquides[11].

Ici, la substitution chimique induit une modification locale des interactions magnétiques (échange, anisotropie, *etc.*) qui force le matériau à « expulser » sa chiralité sous la forme de dislocations vis, de façon similaire aux supraconducteurs de type II expulsant le champ magnétique sous la forme d'un réseau de vortex dans leur état mixte. Pour des raisons énergétiques, le cœur de ces dislocations peut être décrit comme des paires de skyrmions-antiskyrmions (Fig. 1b), suggérant des propriétés topologiques qu'il conviendra d'explorer plus en profondeur.

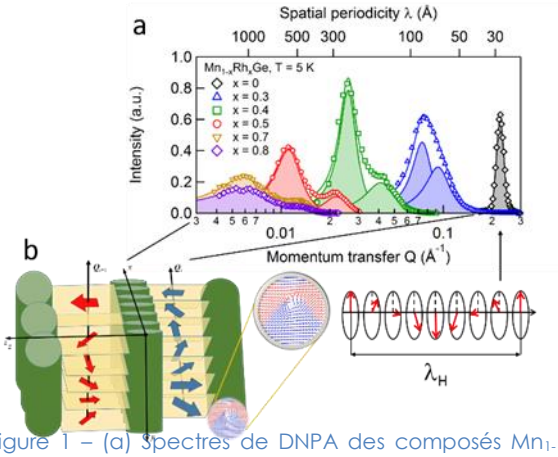


Figure 1 – (a) Spectres de DNPA des composés $Mn_{1-x}Rh_xGe$. (b) Structure à joints de grain torsadée, correspondant au dédoublement des pics de diffraction pour x > 0.2.

Nos études montrent que le désordre et la frustration magnétique jouent un rôle de premier plan dans l'apparition de ces textures. La poursuite de ces idées nous amène à considérer leur influence dans d'autres classes de composés skyrmiogènes et dans des verres de spin ré-entrants [collab. Univ. Orsay/ICCMO].

[9] S. Mühlbauer *et al.*, Science **323**, 915 (2009)
[10] N. Martin *et al.*, Phys. Rev. B **93**, 174405 (2016)
[11] N. Martin *et al.*, Phys. Rev. B **96**, 020413(R) (2017)

Fragmentation magnétique dans les glaces de spin

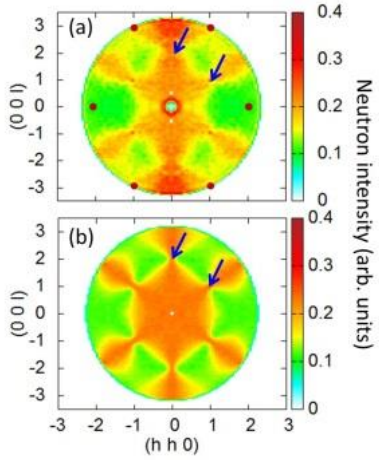
Les recherches modernes en physique de la matière condensée tentent aujourd'hui de découvrir de nouveaux états de la matière, allant au-delà des états « classiques ». L'étude de la frustration magnétique est l'une des pistes possibles : en empêchant un système de trouver une unique configuration stable, l'obligeant à rester macroscopiquement dégénéré, des propriétés nouvelles et originales apparaissent.

Dans ce contexte, une famille d'oxydes de terres rares, de structure « pyrochlore » a suscité de nombreux travaux. Il s'agit d'un réseau formé d'un ensemble de tétraèdres connectés par leurs sommets, chaque nœud étant occupé par un ion de terre rare magnétique (Tb, Dy, Ho, Pr, *etc.*). Dans certains composés ($Ho_2Ti_2O_7$, $Dy_2Ti_2O_7$), les orbitales électroniques pertinentes ont une forme d'aiguille très fine, allongée en direction du centre de chaque tétraèdre.

Le moment magnétique, ou spin, de chaque ion ne peut alors pointer que vers l'intérieur ou vers l'extérieur d'un tétraèdre, à l'instar des états ±1 d'une variable « Ising ». L'état fondamental classique d'un tel système est très particulier car infiniment dégénéré. En effet, la seule prescription pour le construire est de suivre une règle locale qui stipule que chaque tétraèdre doit comporter deux spins « in » qui pointent vers l'intérieur et deux spins « out » qui pointent vers l'extérieur.

Ces configurations « 2 In-2 Out » sur chaque tétraèdre forment l'analogue des liaisons H courtes et longues bien connues dans la glace d'eau, d'où ce nom de « glace de spin ». Ces dernières années, les physiciens théoriciens ont proposé une vision nouvelle du problème, remarquant que la règle « 2 In-2 Out » est en fait analogue à la loi de conservation du flux (*div B = 0*) en électro-magnétisme. L'analogie est complète dès lors qu'on incorpore les fluctuations quantiques. En effet, les fluctuations du champ magnétique fictif *B*, créent en vertu de la loi de l'induction *rot E = - dB/dt* un champ électrique « émergent » *E*.

En collaboration avec des collègues du SPEC (IRAMIS/CEA), de l'Institut Néel, de l'Université Paris-Sud et de l'Université de Warwick (UK), nous avons étudié plus particulièrement le composé $Nd_2Zr_2O_7$, et mis en évidence un phénomène appelé fragmentation [1,2]. Cette découverte est l'illustration d'une théorie proposée récemment par Brooks-Bartlett et al [3], basée sur la décomposition de Helmoltz du champ émergent, un concept classique utilisé couramment pour analyser des flux de matière en géophysique, turbulence, robotique voire même dans les dessins d'animation ! Ici, la décomposition s'applique au champ « émergent » plutôt qu'à un champ classique. Celle-ci permet à chaque spin de se scinder en deux parties : une partie cristallise pour tirer parti des interactions résiduelles entre charges magnétiques à très basse température (285 mK), tandis que l'autre moitié continue de fluctuer pour gagner de l'entropie. Ce phénomène se prête bien à l'observation par diffusion des neutrons, un outil d'investigation irremplaçable en magnétisme: la cristallisation donne lieu à une structure magnétique spécifique où seule une fraction du spin total est engagée; la seconde ne s'ordonne pas, mais donne lieu à une diffusion diffuse magnétique spécifique qui reflète la loi de conservation du flux (figure ci-dessous) [2]. Nos expériences permettent ainsi de donner corps à cet « électromagnétisme » émergent sur le réseau pyrochlore, en montrant que ce champ n'en est pas moins « réel ». Ils soulignent enfin l'importance des effets quantiques qui devront être pris en compte dans de futures théories. Ils ouvrent une nouvelle voie dans l'étude des systèmes frustrés.



La figure 1a ci-dessus représente la carte de la diffusion magnétique dans l'espace réciproque, mesurée par diffusion des neutrons. Les pics de Bragg associés à la structure adoptée par le fragment chargé apparaissent sous forme de spots; le second fragment donne lieu à une diffusion diffuse composée de bras dans les directions (00l) et (111). Les flèches bleues indiquent une caractéristique importance de cette diffusion diffuse, en l'occurrence des « points de pincement » typiques de la loi de conservation du flux. Les campagnes de mesures ont été menées pour partie à l'ILL (Grenoble) et pour partie au LLB-Orphée (Saclay). La figure 1b montre la carte obtenue par simulation numérique [2].

[1] Fluctuations and all-in–all-out ordering in dipole-octupole Nd2Zr2O7 Phys. Rev. Lett. 115, 197202 (2015).

[2] Observation of magnetic fragmentation in spin ice, Nature. Phys. 12, 746–750 (2016).

[3] Magnetic-moment fragmentation and monopole crystallization. Phys. Rev. X 4, 011007 (2014).

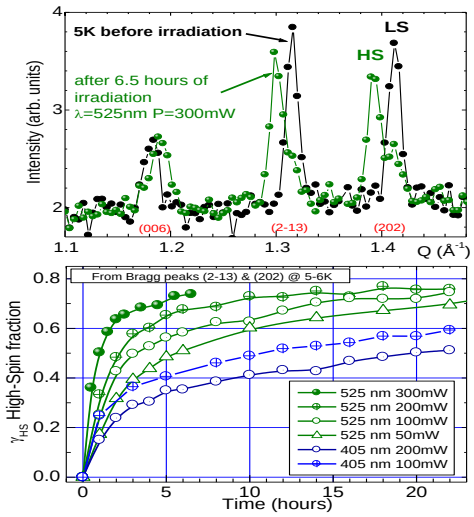
2- Faits marquants AXE 2

Photomagnétisme : des molécules aux nanoparticules

Les composés moléculaires organométalliques à base de métaux de transition présentent parfois des phénomènes de transition de spins (haut spin / bas spin ou transition « HS-LS ») ou de transfert de charges sous l'effet de la température (thermo-induite), de la lumière UV-VIS-NIR (photo-induite). Par une combinaison de diffraction des neutrons polarisés et de diffusion inélastique des neutrons, l'objectif est de mieux comprendre les processus aux échelles moléculaires et supramoléculaires. La recherche de nouveaux composés photomagnétiques présentant un état métastable à Haut Spin (HS) induit par la lumière est désormais une branche très active en raison des perspectives de nouveaux dispositifs pour le stockage de l'information.

Dès 2014, nous avons mis en évidence des excitations magnétiques de la phase HS photo-induite à basse température (1.7K) du composé à transition de spin [Fe(sapa)2]ClO4.0.5EtOH pour lequel l'ion Fe3+ transite de l'état HS S=5/2 à 175K vers un état LS S=1/2 à 100K, puis du composé [Fe(ptz)6](BF4)2 pour lequel l'ion Fe2+ transite de l'état HS S=2 à 135K vers un état LS S=0. L'état HS peut être restauré par le biais d'une irradiation lumineuse (400-550 nm). Ce dernier résultat a donné à la première publication décrivant les excitations magnétiques dans une phase HS photo-induite[12].
Ces expériences de diffusion inélastique des neutrons sous irradiation laser ont été menées au LLB et au SINQ/PSI (instrument FOCUS). Si dans les deux cas présents, la structure cristallographique, avant et après photo-transformation à basse température est déjà connue, peu de choses sont certaines concernant l'état fondamental dans la configuration « haut-spin », notamment la configuration de l'anisotropie (terme uniaxiale D). La caractérisation de l'état fondamental est donc importante pour comprendre les propriétés.

Ce premier test du dispositif d'irradiation lumineuse a été effectué sur G4.1, ce qui a permis d'optimiser les conditions d'irradiation lumineuse et de quantifier la cinétique de la photo-transformation in-situ. On voit nettement que certains pics de Bragg se dédoublent ou se déplacent sous irradiation. En suivant les pics de Bragg les plus sensibles à la transition HS-LS, on peut quantifier le taux d'échantillon qui est photo-transformé. Nous montrons que l'on peut photo-transformer de LS vers HS jusqu'à 400 mg d'échantillon en appliquant une lumière à λ=405-530 nm (60-80% de photo-conversion selon la longueur d'onde utilisée) mais également que l'on peut renverser complètement la transition de HS vers LS en appliquant une lumière à λ=830 nm. C'est la première fois qu'un tel renversement cyclique de l'état de spin a pu être effectué sur volume d'échantillon aussi important.

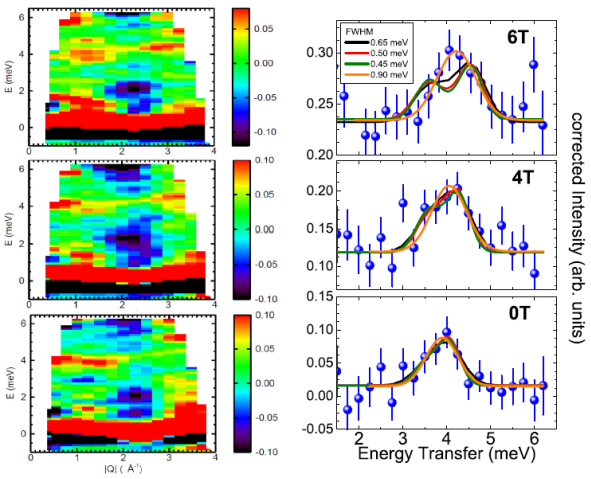


Haut : diagramme de diffraction (G41, LLB) de $[Fe(ptz)_6](BF_4)_2$ avant (noir) et après irradiation (vert). Le ratio entre les pics de Bragg des phases HS et BS permet de déterminer la fraction volumique HS. Bas : Evolution de la fraction HS avec le temps, la longueur d'onde et la puissance lumineuse.

Ce premier test du dispositif d'irradiation lumineuse a été effectué sur G4.1, ce qui a permis d'optimiser les conditions d'irradiation lumineuse et de quantifier la cinétique de la photo-transformation in-situ. On voit nettement que certains pics de Bragg se dédoublent ou se déplacent sous irradiation. En suivant les pics de Bragg les plus sensibles à la transition HS-LS, on peut quantifier le taux d'échantillon qui est photo-transformé. Nous montrons que l'on peut photo-transformer de LS vers HS jusqu'à 400 mg d'échantillon en appliquant une lumière à λ=405-530 nm (60-80% de photo-conversion

[12] K. Ridier, G. A. Craig, F. Damay, T. Fennell, M. Murrie, G. Chaboussant, Physical Review **B 95**, 094403 (2017).

selon la longueur d'onde utilisée) mais également que l'on peut renverser complètement la transition de HS vers LS en première fois qu'un tel renversement cyclique de l'état de spin a pu être effectué sur volume d'échantillon aussi important.



Gauche : Cartes (énergie, Q) de la diffusion magnétique obtenues à basse température (5K), sous champ magnétique (0-6T) et après plusieurs heures d'irradiation lumineuse montrant une excitation peu dispersive autour de 4 meV. Droite : coupe 1D selon l'énergie (0.6–3.0 Å⁻¹). Les lignes continues représentent un ajustement des données.

Des mesures ont été ensuite effectuées en diffusion inélastique des neutrons sur FOCUS au PSI (Suisse). Nous montrons une photo-conversion (sous λ=450 nm) suffisante pour mesurer pour la première fois les excitations de champ cristallin dans la phase haut-spin à basse température. Le paramètre d'anisotropie axiale D ≈ −1.28 ± 0.03 meV de l'état S=2 (HS) trouvé par INS est en accord avec la RPE et les résultats permettent même d'estimer le terme rhombique |E| ≈ 0.08 ± 0.03 meV. L'observation par INS des excitations magnétiques dans une phase photo-induite est une première. Ce résultat a été ensuite confirmé sur un appareil 3-axes du LLB (4F2).

Récemment, les études sur les nanoparticules de la famille des analogues de Bleus de Prusse[13,14] ont permis, entre autres, de montrer que le dispositif pouvait désormais s'appliquer également au SANS. Le complexe CsI[CoIIFeIII(CN)6] reste diamagnétique (Fe2+ bas-spin et Co3+ bas-spin), à basse température mais acquiert une aimantation sous irradiation lumineuse (660 nm) en raison d'un transfert de charge, Fe3+ bas spin et Co2+ haut-spin) : Le système passe ainsi d'une paire CoFe diamagnétique (S=0) à une paire paramagnétique (S=2) sous l'effet de la lumière[15]. L'étude par PSANS sous irradiation sur PA20 a permis de mettre en évidence le facteur de forme magnétique des nanoparticules dans leur état magnétique photo-induit, ce qui constitue à nouveau une première.

En matière de photomagnétisme, si la diffraction des neutrons polarisés est une technique éprouvée sur monocristaux[16,17]. La diffusion inélastique et le SANS polarisé restent encore peu explorés. Ces deux approches peuvent fournir des informations uniques et sans appel sur les propriétés microscopiques (Hamiltonien de spin) et nanométriques (aimantation 3D d'une nanoparticule). Le PSANS est très utile pour suivre in situ l'évolution des propriétés magnétiques. La technique combinant diffusion des neutrons (SANS, diffraction et diffusion inélastique) et irradiation lumineuse à basse température et sous champ magnétique est unique. Disponible au LLB, le dispositif léger et transportable, combinant sources laser [375 – 830 nm] et cellules-échantillons optimisées, permet d'effectuer des expériences de diffraction sur poudre (G41) ou monocristal (5C1, 6T2), de diffusion inélastique (sur spectromètre temps-de-vol et 3-axes), de diffusion aux petits angles (PSANS).

---

[13] K. Ridier, B. Gillon, G. Chaboussant, L. Catala, S. Mazérat, T. Mallah., J. Appl. Phys. **118**, 114304 (2015).

[14] K. Ridier, B. Gillon, G. Chaboussant, L. Catala, S. Mazérat, E. Rivière, et T. Mallah, Eur. Phys. J. B **90**: 77 (2017).

[15] A. Mondal, R. Lescouëzec et al, J. Am. Chem. Soc. **135**, 1653 ( ).

[16] K. Ridier, A. Mondal, C. Boilleau, O. Cador, B. Gillon, G. Chaboussant, B. Le Guennic, O. Cador, K. Kostuas, R. Lescouëzec, Angewandte Chem. Int. Ed. **128,** 4031 (2016).

[17] K. Ridier, B. Gillon, A. Gukasov, G. Chaboussant, A. Cousson, D. Luneau, A. Borta, J-F. Jacquot, R. Checa, Y. Chiba, H. Sakiyama and M. Mikuriya, Chem. Eur. J. **22**, 724 (2016).

Nanostructuration et propriétés de transport multi-échelles des liquides ioniques applicables pour les batteries

Les Liquides Ioniques (LI) sont des électrolytes constitués exclusivement d'anions et de cations organiques en coexistence. Malgré l'absence de co-solvants, ils sont liquides à température ambiante. Au point de vue fondamental un vif débat vise à définir la nature physico-chimique exacte de ces systèmes : doivent-ils être considérés comme des électrolytes forts (fortement dissociés) ou faibles (faiblement dissociés). La réponse à cette question est à la base de toutes les applications envisagées (chimie douce, fluides caloporteurs, électrolytes) et en particulier dans le domaine du stockage électrochimique de l'énergie : leur grande stabilité chimique et électrochimique permettrait de répondre à des préoccupations majeures quant à la sureté pyrotechnique des batteries.

En première approche, la coexistence d'anions et de cations en absence de tout co-solvant, peut conduire à conclure que le système étant caractérisé par une forte concentration de charges, il s'agit d'un électrolyte fort. Cependant, un appariement d'anions et de cations pourrait également conduire à la formation d'entités électriquement neutres qui, étant assimilables à un solvant non chargé, diminuerait fortement la concentration effective des charges. On aurait alors affaire à un électrolyte faible. L'aspect déroutant des liquides ioniques est que s'ils sont sondés à l'échelle nanométrique (par Appareil à Force de Surface-SFA, par exemple), les données expérimentales conduisent à définir les LI comme des électrolytes faibles (Gebbie et al., PNAS, 110, 9674 (2013)). A l'inverse, les mesures qui sondent le système à l'échelle macroscopique (mesures d'impédance électrochimique et RMN par exemple) conduisent à une conclusion opposée : le système montre les caractéristiques d'un électrolyte fort (Lee et al., J. Phys. Chem. Lett., 6, 159 (2015)).

Une clef permettant de résoudre la controverse consisterait à sonder le déplacement des charges de l'échelle moléculaire (nano), jusqu'à l'échelle macroscopique (micron). A ce jour, aucune technique ne permet une telle mesure multi-échelle directe. Cependant, la conductivité électrique étant contrôlée par la mobilité des charges (relation de Nernst-Einstein), la mesure des processus de diffusion translationnelle des espèces peut apporter des informations importantes. La diffusion de Neutrons (Quasi-Elastique par temps-de-vol-QENS-ToF et expériences de Spin-Echo-NSE) est une technique de choix pour ce type de mesures multi-échelle de l'échelle très locale (ps et Å) à l'échelle de quelques nanomètres et quelques dizaines de nanosecondes.

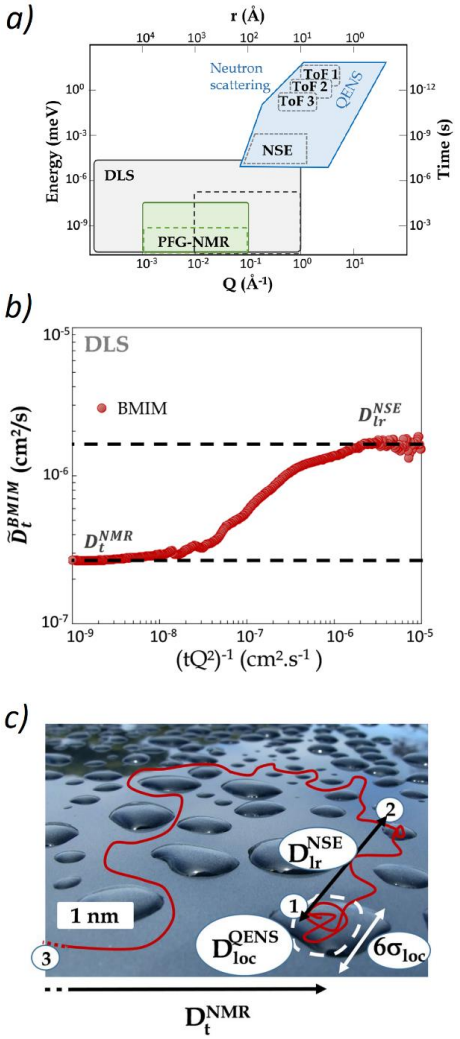


Figure 1 a) Pavage de l'espace et du temps réalisé pour l'étude multi-échelle des processus de diffusion des liquides ioniques. Les techniques expérimentales sont indiquées (abréviation : voir texte) b) Malgré une différence d'un ordre de grandeur entre les deux grandeurs, une expérience de rhéologie par DLS (courbe rouge) permet de relier les coefficients de diffusion en translation à grande échelle des cations du LI mesurés à l'échelle moléculaire par diffusion de neutron (D_{lr}^{NSE}) et à l'échelle mésoscopique par PFG-NMR (D_t^{NMR}) c) Vue d'artiste qui illustre que le processus de diffusion à grande échelle est limité par la présence des agrégats nanométriques transitoires en constante formation/déformation dans le liquide.

La dépendance en vecteur de diffusion (Q) des temps de corrélation permet en outre de s'assurer que les processus sont bien de nature diffusionnelles. La RMN à gradient de champ (PFG-NMR) peut prendre le relais pour atteindre les micromètres et les millisecondes. Nous avons adopté cette stratégie expérimentale (Fig.1a) et nous sommes concentrés sur deux LI à base

imidazolium complémentaires de par leur propension à l'auto-structuration : le 1-octyl-3-methylimidazolium borate (OMIM-BF4[i], forte nano-structuration) et le 1-butyl-3-methyl imidazolium bis(trifluoromethanesulfonyl imide (BMIM-TFSI, nano-structuration modérée).

Alors que par les deux techniques neutrons et RMN, nous sondons les processus diffusionnels des cations via la dynamique moyenne de leurs protons, nous constatons une différence d'un ordre de grandeur entre les coefficients de diffusion mesurés à l'échelle moléculaire et mésoscopique. Une expérience de rhéologie à base de traceurs nanométriques dispersés au sein du LI et suivi par Diffusion Dynamique de la Lumière (DLS) nous permet de montrer que cet écart est physique (Fig.1b). Notre interprétation est qu'il est la conséquence de la présence d'agrégats nanométriques transitoires (Fig.1c) qui se forment spontanément dans le système en raison de la forte compétition entre interactions électrostatiques et forces de van der Walls.

Cette observation est un élément important pour la clarification du débat sur la nature exacte des liquides ioniques. Ils suggèrent de plus que la frustration de la formation de la nanostructuration des LI par confinement unidimensionnel est une voie prometteuse pour accroitre significativement les performances en conductivité de ces systèmes. Ainsi, par confinement de liquides ioniques chargés en sels de lithium au sein de membranes composites à base de tapis de nanotubes de carbone (macroscopiquement alignés) nous observons des gains spectaculaires de conductivité de l'ordre de 7 à 50 en fonction de la nature du LI et de la concentration en sel. Un brevet et déposé. Nous développons actuellement cette étude pour déterminer les mécanismes exacts de cette *supermobilité*.

[1] F. Ferdeghini, et al, Nanoscale, 9, 1901 (2017).

[2] Q. Berrod et al, Scientific Reports, 7, 2241 (2017).

[3] Q. Berrod et al, Nanoscale, 8, 7845 (2016).

[4] Q. Berrod et al, arXiv:1710.06020.

[5]http://iramis.cea.fr/Phocea/Vie_des_labos/Ast/ast.php?t=fait_marquant&id_ast=2467

[6] J.-M Zanotti et al, WO/2016/151142 (2016).

Pénétration d'un solvant dans un gel poreux en consolidation : Application à la restauration d'œuvres d'art

Après séchage, les dispersions aqueuses de nanoparticules de silice ont la particularité de présenter des figures de craquelures similaires à celles présentes dans des peintures d'art. Ces dispersions possèdent donc des propriétés mécaniques similaires aux peintures au cours du séchage et du vieillissement, justifiant ainsi leur utilisation comme systèmes modèles (cf. Figure 1). En effet, les peintures d'art sont des systèmes poreux complexes et hétérogènes, composées de particules de pigments et de liants. Dans la majorité des cas, leur restauration fait intervenir des solvants qui pénètrent dans les couches de vernis, et probablement jusque dans les couches sous-jacentes, pouvant conduire à des altérations ultérieures non souhaitées ; peu de travaux ont été effectués sur ces problématiques. Ce travail consiste à étudier les propriétés structurales et mécaniques et la pénétration de solvants dans des milieux poreux modèles issus du séchage contrôlé de dispersions de nanoparticules de silice de différentes tailles, $a \approx 5 - 13$ nm en rayon. Nous résumons ici les caractérisations structurales de ces systèmes par les techniques de neutrons.

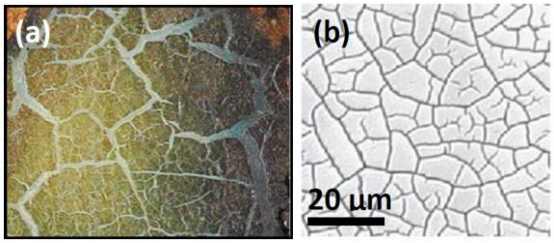


FIG. 1. (a) Craquelures de séchage dans une peinture, Jeanne d'Arc en prison, Louis Crignier, 1824, Musée de Picardie, Amiens ©C2RMF/A. Maigret. **(b)** Craquelures dans les dispersions colloïdales de silice.

Au cours du séchage, la dispersion se concentre. Nous avons étudié l'évolution de la structure dans la région de l'interface entre la dispersion et l'air, par la réflectivité de neutrons. Cette région en surface est particulièrement pertinente puisqu'elle est le siège du développement des contraintes mécaniques, précurseurs de la formation des craquelures. La courbe de réflectivité montre un pic de structure, dû à la diffusion des particules dans la Dans l'esprit de la restauration des peintures, des milieux poreux issus du séchage sont utilisés pour les études sur la pénétration des gouttes de divers solvants. Ici, l'information sur leur perméabilité est nécessaire. Dans ce but, l'imagerie de neutrons est une technique directe et tout à fait adaptée : l'imprégnation

région de surface, qui se déplace vers les grandes Q au cours de séchage. En parallèle, la valeur de Q-critique de la réflexion totale permet d'accéder à la fraction volumique en particules ; celle-ci évolue selon une loi de diffusion et met en évidence la transition sol-gel (cf. Figure 2).

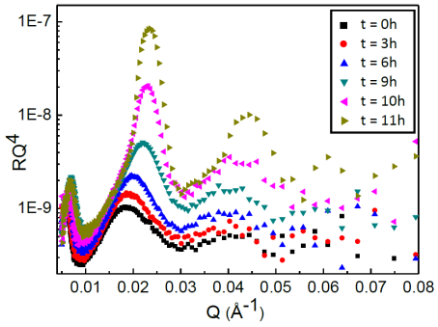


FIG. 2. Réflectivité RQ^4 en fonction du vecteur de diffusion Q du Ludox TM-50 (rayon a ~ 13 nm, fraction volumique initiale en particules $\phi_{SiO_2} = 0.17$) au cours du séchage. Le pic de de structure se déplace vers les grands Q, et devient plus intense et mieux défini au cours du séchage, témoignant d'une transition sol-gel.

De plus, pour la première fois, il a été montré expérimentalement qu'en-dessous d'une fraction volumique critique en particules, la structure était réversible (cf. Figure 3); au-delà, le système se fige et une « peau » est obtenue. Elle conduit par la suite à l'initiation de craquelures ; la distance entre particules à ce stade est le diamètre des particules, la longueur caractéristique où les contraintes sont maximales. Des mesures complémentaires par la DNPA montrent une évolution de structures similaires en volume, justifiant ainsi l'utilisation de la théorie de poroélasticité qui moyenne les contraintes sur l'épaisseur de la couche. Cette théorie est appliquée dans notre étude des craquelures afin de relier leurs morphologies à leurs propriétés mécaniques[1]. Ces nouveaux résultats de structure confortent donc les théories utilisées pour l'étude expérimentale des craquelures de séchage dans les dispersions et dans les peintures. On observe aussi que plus la taille de particule est grande, plus le système est structuré et plus il est mécaniquement fragile.

de l'eau dans les milieux poreux placés dans un bain d'eau est suivie directement et quantitativement.

À l'état statique, les transmissions des échantillons totalement saturés en eau informent précisément sur la porosité totale

(pores ouverts et fermés) tandis que celles des échantillons secs donnent accès aux pores fermés, et donc l'eau résiduelle piégée dans le système consolidé. On note une grande quantité d'eau résiduelle dans le poreux des particules de la plus petite taille $a \approx 5$ nm, qui pourrait être lié à sa structure plus amorphe. La dynamique d'imprégnation permet de caractériser un rayon effectif des pores par la loi de Lucas-Washburn (évolution en $\sqrt{t}$). Enfin, nous calculons des perméabilités κ qui sont en accord avec la loi de Kozeny-Carman: $\kappa \sim a^2$. Ces informations cruciales permettent de vérifier la conservation du volume dans la géométrie où une goutte de solvant s'imprègne dans le poreux (proche de la restauration). Les différences de structures se reflètent par des propriétés mécaniques différentes, mesurées par micro-indentation et complètent l'étude des dynamiques d'imprégnation verticale et radiale de la goutte.

[1] M. Leang, F. Giorgiutti-Dauphiné, L.-T. Lee and L. Pauchard, «Crack opening: from colloidal systems to paintings », *Soft Matter, 2017* (**DOI:** 10.1039/C7SM00985B).

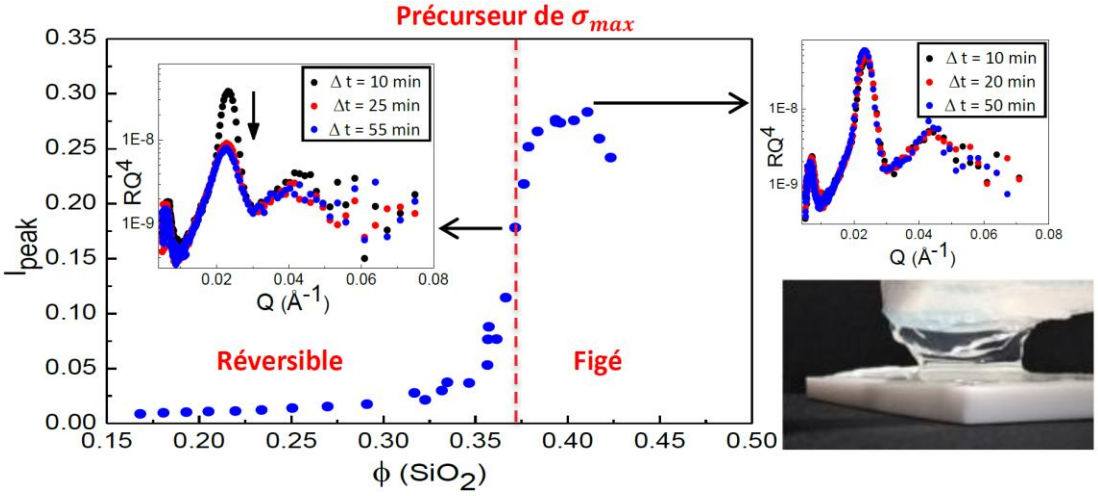


FIG. 3. Intensité du pic de structure en fonction de la fraction volumique en particules au cours du séchage de la dispersion de Ludox TM-50 (rayon a ~ 13 nm). Inserts montrant une réversibilité de l'état liquide à gauche de la ligne verticale en pointillés, et un état figé au-delà de $\phi_{SiO_2} \approx 0.4$. Δt est le temps de comptage après ajout d'un capot hermétique. Photo de la peau, précurseur des contraintes maximales σ_{max}.

Matériaux pour aimants permanents à base de nanofils

Les aimants permanents jouent un rôle important dans la vie quotidienne et les plus performants contiennent des terres rares dont la Chine possède actuellement un quasi-monopole de production. La problématique est donc de trouver des alternatives à l'emploi des terres rares dans les aimants permanents. Une des voies, sur laquelle les équipes du LLB, de l'INSA de Toulouse et de l'ITODYS ont travaillé en collaboration, est d'utiliser l'anisotropie de forme pour augmenter la coercivité des matériaux[18]. Il s'agit d'une idée ancienne, déjà utilisée dans les aimants AlNiCo. Les progrès récents dans la synthèse de nano-objets magnétiques ont permis de revisiter l'idée et de l'appliquer à des métaux simples. Il a ainsi été possible de concevoir des matériaux à base de cobalt, ayant des propriétés intrinsèques équivalentes à celles des meilleurs aimants SmCo.

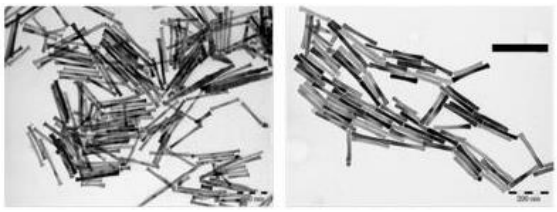


Figure 1 Par synthèse chimique en phase liquide (procédé polyol), il est possible de synthétiser des nanofils de cobalt monocristallins de grande longueur (200 nm) avec des diamètres très faibles (8 nm). L'axe d'anisotropie du cobalt est aligné avec l'axe des fils.

L'aimantation d'un objet magnétique de forme allongée a une forte tendance à rester alignée dans la longue direction de l'objet et un champ magnétique équivalent à la moitié de l'aimantation est théoriquement nécessaire pour la faire basculer dans le cas d'un cylindre très allongé. Cela n'est cependant vrai que pour des objets magnétiques de très petite taille, dans lesquels les processus de retournement de l'aimantation ne forment pas de domaines magnétiques. Ces dernières années, les progrès en synthèse chimique ont permis de contrôler la croissance de nano-objets métalliques ayant des formes variées. En particulier, il a été possible d'optimiser la croissance de nanofils de cobalt (voir Figure 1) et de produire des nanofils monocristallins en grandes quantités (plusieurs grammes). Nous avons réalisé des simulations micro-magnétiques sur de grands ensembles de fils magnétiques (jusqu'à 1000 fils).

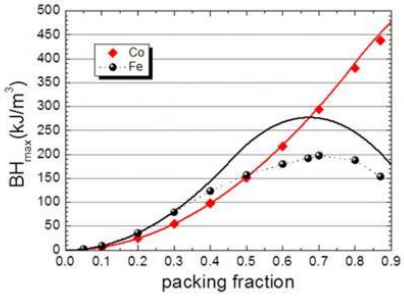


Figure 2 Densité d'énergie magnétique de poudres de nanofils en fonction du taux de compaction. Pour une compaction parfaite de nanofils de 0.85, les performances des nanofils de Co (points et courbe rouge) peuvent en théorie être aussi élevées que celles des aimants NdFeB. En pratique le taux de compaction est de l'ordre de 0.50.

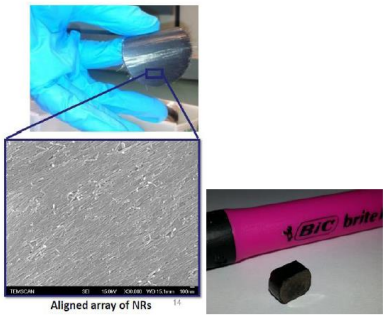


Figure 3 (a) Galette de nanofils alignés par séchage sous champ magnétique pour obtenir des fils alignés ; (b) Aimant à base de nanofils de cobalt.[19]

Nous avons montré que les interactions dipolaires entre fils qui nuisent a priori aux propriétés magnétiques macroscopiques jouent un rôle limité car elles sont dominées par l'anisotropie magnéto-cristalline du cobalt (Figure 2). La principale limitation de l'énergie de tels aimants nanostructurés devient alors le taux de compaction des nanofils et leur alignement. Expérimentalement, il a récemment été possible de produire de grandes quantités de nanofils (par lots de 5 g) afin de fabriquer des prototypes d'aimants macroscopiques. Les fils sont dispersés dans une solution de chloroforme et

[18] Y. Soumare et al, Adv. Func. Mat. 19, 1971 (2009) ; T. Maurer et al, Appl. Phys. Lett. 91, 172501 (2007) ; T. Maurer et al, Phys. Rev. B 89, 184423 (2014) ; K.A. Atmane et al, J. Solid. State Chem. 197, 297 ( ).

[19] E. Anagnostopoulou et al, NANOSCALE 8 (2016) 4020-4029

séchés sous champ magnétique afin de les aligner (Figure 3a).

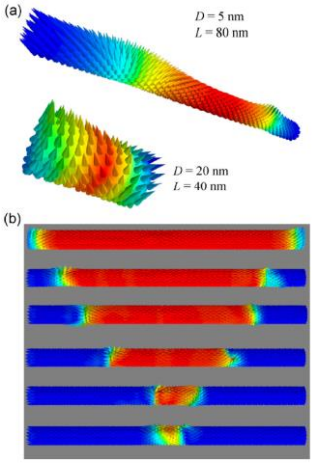


Figure 4 (a) Processus de retournement dans les nanofils magnétiques[20]

Ces fils peuvent ensuite être compactés pour fabriquer un petit aimant permanent (Figure 3b), dont les performances sont équivalentes à celles d'aimants SmCo ou NdFeB liés dans une matrice polymère. Nous travaillons actuellement avec nos collègues chimistes (INSA Toulouse) et métallurgistes (TU Darmstadt) afin de mieux compacter les poudres de nanofils[21].

Les mécanismes de retournement dans les nanofils et dans les agrégats de nanofils ont été étudiés numériquement pas simulations micro-magnétiques et expérimentalement par des mesures de magnétométrie et de diffusion de neutrons aux petits angles. Il a été possible de montrer que même pour des diamètres très petits bien en-deçà du diamètre de rotation cohérente ce sont les modes de rotation incohérente qui dominent. La conclusion est que des rapports d'aspects modestes (5-10) sont suffisants et que la priorité doit porter sur la minimisation des fautes d'empilement dans les nanofils de cobalt. Des mesures de DNPA polarisés ont permis de suivre les mécanismes de retournement de l'aimantation des fils dans des assemblages denses de fils.

[20] M. Pousthomis at el, NANO RESEARCH 8 (2015) 2231-2241

[21] S. Ener, ACTA MATERIALIA 145 (2018) 290-297.

3- Faits marquants AXE 3

Diffusion de l'hémoglobine : impact sur le transport d'oxygène par les globules rouges

La diffusion des macromolécules dans les cellules ne suit généralement pas des lois simples de diffusion du fait de la grande quantité et diversité de molécules présentes dans ce milieu. Les globules rouges présentent un cas particulier de cellules composées quasi-exclusivement d'une seule protéine presque sphérique : l'hémoglobine, reconnue depuis longtemps comme augmentant par sa diffusion le transport d'oxygène à travers une solution.

L'objectif de notre étude a été d'essayer de comprendre si la diffusion de l'hémoglobine au sein du globule rouge modifie la cinétique de capture d'oxygène par la cellule. Cette diffusion a été mesurée en solution pour plusieurs concentrations, par spectrométrie à écho de spin de neutrons. Par cette technique on observe que cette diffusion reste brownienne jusqu'à des concentrations physiologiques, et reste similaire pour une même concentration, au sein des globules rouges et en solution. Il est enfin remarquable de constater que la concentration en hémoglobine dans les globules rouges correspond à un optimum du transport d'oxygène.

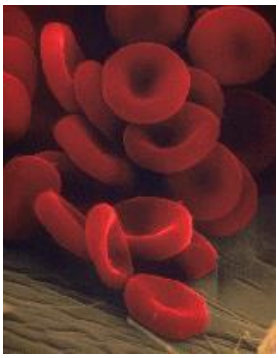


Figure 1 : Globules rouges chargés en hémoglobine.

Alors que la diffusion des protéines en solutions diluées peut être décrite de manière remarquable par le mouvement brownien, elle est supposée s'éloigner de ce modèle simple dans les différents compartiments cellulaires. L'origine de comportement "anormal" n'est pas clairement établie, mais pourrait être attribuée à l'encombrement cytoplasmique, où la présence de macromolécules de différentes formes et tailles se déplaçant librement (protéines, ribosomes, ARN …), ainsi que la présence de réseaux de filaments fixes seraient responsables du fort ralentissement de la diffusion des protéines. On observe aussi une variation du déplacement carré moyen des protéines non linéaire avec le temps, mais en loi de puissance (comportement sous-diffusif).

Les globules rouges (GR) sont des cellules particulières en ce sens qu'elles ne contiennent quasiment qu'une sorte de protéine : l'hémoglobine (Hb), molécule tetramérique de 64 kDa, de forme presque sphérique. Cette molécule joue un rôle central dans le transport de l'oxygène, L'objectif de notre étude [1], est de mesurer l'évolution de la diffusion de l'hémoglobine en solution en fonction de sa concentration. Pour ceci, la diffusion de neutrons à écho de spin permet, par la mesure de la fonction intermédiaire de diffusion des neutrons (domaine temporel), de distinguer le caractère anormal ou brownien de la diffusion d'une molécule. Dans le cas présent, on observe par cette technique, quel que soit la concentration en protéines dans la solution, que cette fonction intermédiaire de diffusion reste une exponentielle simple avec une variation spatiale du temps de relaxation en accord avec une diffusion brownienne. Même aux concentrations les plus élevées (330-350 g/l), la diffusion de l'hémoglobine ne présente donc pas de caractère anormal. La comparaison avec des mesures similaires directement dans les globules rouges [2], met en évidence la similitude de la diffusion de l'hémoglobine au sein d'une cellule (in vivo) et en solution (in-vitro).

Sur le plan physiologique, la capture de l'oxygène par les globules rouges dans les poumons est un mécanisme complexe qui doit s'opérer durant le temps limité, appelé temps de contact (ou de transit), où le sang passe dans les capillaires pulmonaires et est en contact avec les alvéoles. Ce temps, fonction du niveau d'activité physique de la personne, est typiquement compris entre $\tau = 0.7$ s pour une personne au repos et $\tau = 0.2$ s pour une personne en activité physique intense. Clark et al. [3], ont estimé le temps de capture de l'oxygène par le globule rouge, à partir des constantes cinétiques de capture de l'oxygène par l'hémoglobine, ainsi que des coefficients de diffusion de l'oxygène et de l'hémoglobine. Durant cette période, les molécules d'hémoglobine doivent se charger en oxygène à raison de 4 molécules par protéine. La capacité de transport d'oxygène des globules rouges est ainsi directement liée à leur concentration en hémoglobine. Mais à forte concentration la mobilité des protéines diminue.

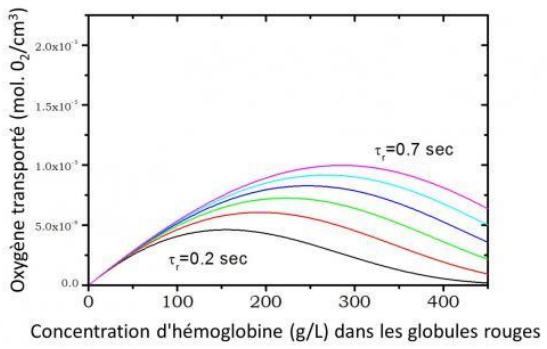


Figure 2 : Quantité d'oxygène capturée dans un globule rouge pour différents temps de contact τ en fonction de la concentration en hémoglobine, pour un coefficient de diffusion de l'hémoglobine nul.

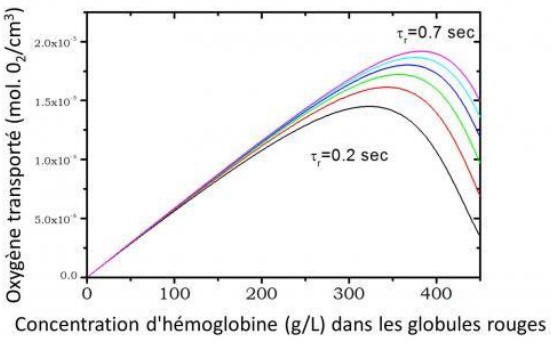


Figure 3 : Quantité d'oxygène capturée dans un globule rouge pour différents temps de contact τ, en tenant compte de la diffusion de l'hémoglobine mesurée dans cette étude par diffusion de neutrons à écho de spin.

À partir de ce modèle, et en prenant en compte le temps limité pour effectuer la capture d'oxygène dans les alvéoles, il est possible d'estimer la quantité d'oxygène transportée par un globule rouge pour différents temps de contact τ. Deux cas limites peuvent être considérés : i- l'hémoglobine est considérée comme fixe dans la cellule ; son coefficient de diffusion est nul (Figure 2) ou ii- l'hémoglobine diffuse dans la cellule selon les valeurs mesurées par écho de spin (Figure 3). Dans les deux cas, la quantité d'oxygène transportée en fonction de la concentration en protéines présente un maximum avant de s'atténuer à forte concentration. Dans le cadre de ce modèle, on observe clairement que la diffusion de l'hémoglobine permet d'augmenter la quantité d'oxygène transportée dans le globule rouge et que la concentration physiologique en hémoglobine dans le globule rouge (330 g/L) correspond à l'optimum de transport d'oxygène pour un individu en forte activité physique (τ = 0.2 s).

Cette étude suggère donc que la nature a su optimiser la concentration d'hémoglobine présente dans les globules rouges du sang pour obtenir le transport d'oxygène le plus efficace possible au cours d'un effort intense, ceci apportant sans doute un avantage sélectif dans une sélection darwinienne.

[1] S. Longeville and L.-R. Stingaciu, Scientific Report, 7, 10448 (2017)

[2] W. Doster and S. Longeville, Biophysical J., 93, 1360 (2007)

[3] A. Clark, W. J. Federspiel, P. A. Clark and G. R. Cokelet, Biophys. J., 47, 171 (1985)

Le solvant de dépôt, un élément clef de la formation de monocouches à l'interface air/eau

Le dépôt de copolymères amphiphiles à blocs à l'interface air/eau sur une balance de Langmuir permet de former une monocouche car les copolymères peuvent s'ancrer sur la surface via le bloc hydrophobe. De telles monocouches ont un potentiel important pour servir de « nano-moules » pour l'élaboration de nanostructures d'architecture contrôlée car la conformation du bloc hydrophile peut être contrôlée finement, soit en jouant sur les paramètres physico-chimiques de la sous-phase aqueuse, soit en modulant la pression de surface. Le dépôt doit se faire à partir d'une solution permettant la solubilisation simultanée de deux blocs aux propriétés antagonistes (bloc très hydrophobe *versus* bloc hydrophile polaire). Lorsque le bloc hydrophile est un polyélectrolyte, la solubilisation des deux blocs passe généralement par l'utilisation d'un solvant organique polaire, tel le DiMethylFormamide (DMF), généralement miscible à l'eau et peu volatil, qui pourrait jouer un rôle dans les mécanismes de formation des monocouches. L'objectif de notre étude visait ainsi à décrire finement l'impact du solvant de dépôt sur le comportement de monocouches de copolymères à blocs. Pour ce faire, nous avons choisi un système modèle composé de chaînes formées d'une ancre hydrophobe polystyrène (PS) de faible masse et d'une chaîne de polyélectrolyte faible négativement chargée d'acide polyacrylique PAA (pKa ~ 4.7), solubilisées dans le DMF.

A bas pH, lorsque les blocs PAA ne sont pas chargés, les isothermes présentent un « plateau » caractéristique[22,23], *i.e.* un régime de forte compressibilité, qui diminue à mesure que le pH est augmenté jusqu'à complétement disparaitre à haut pH lorsque les blocs PAA sont complétement ionisés (Figure 1.a). Ce plateau, déjà observé[24] sur des systèmes de copolymères diblocs neutres PS-PEO, suggérait que les copolymères forment de simples brosses à l'interface air/eau, avec deux régimes à bas pH lorsque les blocs PAA ne sont pas chargés, champignons à basse densité de surface et brosses à haute densité de surface, et un seul régime de brosse à pH élevé, du fait des fortes répulsions électrostatiques à longue portée entre blocs PAA voisins. Cette vision « idéale » du comportement des copolymères PS-PAA n'était cependant étayée par aucune mesure structurale et était sujette à controverse. Ce sont ces incertitudes qui nous ont incités à réaliser une étude structurale permettant d'obtenir une description claire des morphologies qu'adoptent les copolymères au sein des monocouches, aussi bien à bas pH qu'à pH élevé. Nous avons alors choisi de coupler la Réflectivité des Neutrons (RN), en utilisant la variation de contraste pour résoudre sélectivement la structure de chacun des blocs PAA et PS perpendiculairement à la surface, et la Diffusion des rayons X aux Petits Angles en Incidente Rasante DXPAIR pour résoudre la structure dans le plan de l'interface.

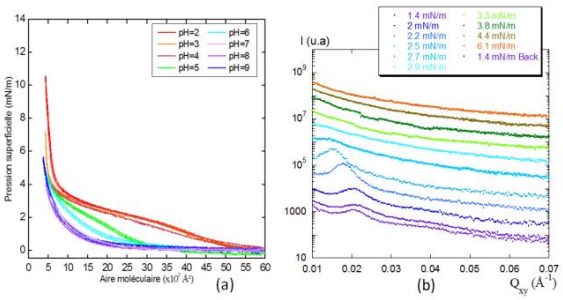


Figure 2 : (a) Isothermes de compression de monocouches de PS-PAA formées à partir d'une solution de dépôt à base de DMF en fonction du pH [1] [2] ; (b) Mesures de DXPAIR d'une monocouche en fonction de la pression de surface à pH 2.

Lorsque les blocs PAA sont neutres[1], les mesures de RN dans les conditions d'extinction du PS nous ont permis de montrer que ces blocs PAA sont collapsés sous la surface, et ce quelle que soit la pression de surface. Les chaînes ne sont donc jamais en régime brosse, ce qui infirme l'hypothèse de transition de premier ordre brosse/champignon. Les mesures de DXPAIR présentent quant à elles un pic de corrélation intense à très petits q_{xy} , et ce dès les faibles pressions superficielles (Figure 1.b), ce qui montre que les copolymères s'auto-organisent pour former des nanostructures à la surface en

[22] Z. Guennouni, F.Cousin, M.-C. Fauré, P. Perrin, D. Limagne, O. Konovalov, M. Goldmann, *Langmuir*, 32 (8), pp 1971–1980, (2016).

[23] Z. Guennouni, M. Goldmann, M.-C. Fauré, P. Fontaine, P. Perrin, D. Limagne, F.Cousin, *Langmuir*, 33 (43), 12525–12534, (2017).

[24] E. P. K. Currie, a. B. Sieval, G. J. Fleer, M. a C. Stuart, *Langmuir*, 16(22), 8324–8333 (2000

surface au moment du dépôt. Cette structure n'est pas formée d'hémi-micelles, mais résulte d'une décomposition spinodale avec des domaines respectivement riches en PAA et en PS, comme le montre une image d'AFM de la monocouche réalisée en milieu liquide après transfert sur substrat solide (figure 2).

Lorsque l'on comprime la monocouche le long du plateau, le système se réorganise et la taille caractéristique de ces nanostructures croît car le pic de déplace continûment vers les faibles q_{xy} ! Pour expliquer ce phénomène, nous avons proposé[1] que certaines molécules du solvant de dépôt (DMF) restent piégées au sein de la monocouche dans les parties PS, en accord avec des observations faites en volume[25]. Ces molécules se désorbent continûment de l'interface vers le volume lorsqu'une pression superficielle critique est atteinte, qui correspond à l'apparition du plateau sur l'isotherme. Le film est très compressible dans ce régime d'expulsion de solvant, ce qui provoque l'existence de ce plateau, sa disparition coïncidant avec l'expulsion complète du DMF de la monocouche. Cette expulsion du DMF est réversible car celui-ci peut remonter à la surface et regonfle les chaines de PS si la monocouche est décomprimée. La disparition du pic provient d'un effet d'annulation de contraste lors de la mesure de la diffusion « petits angles » des rayons X. Le pic disparaît à haute pression quand le DMF est totalement expulsé du PS alors même que les nanostructures restent formées.

A haut pH[2], lorsque les blocs PAA sont chargés, le même type d'organisation de surface 2D est formé lors du dépôt. L'ionisation des fonctions carboxyliques a cependant forcé le déploiement de ces blocs dans la sous-phase aqueuse. Les fortes répulsions électrostatiques entre chaînes PAA abaissent alors fortement la compressibilité de la monocouche et le plateau disparaît de l'isotherme. Ces fortes répulsions stabilisent les nanostructures formées lors du dépôt et s'opposent à leur croissance. La position du pic de corrélation observé en DXPAIR ne varie en effet pratiquement pas lors de la compression. Puisque les nanostructures ne peuvent se réorganiser dans le plan, l'augmentation de la pression superficielle force une partie des copolymères à plonger de la surface vers le volume pour les pressions les plus élevées. Ce sont des mesures de RN dans des conditions de contraste « PS éteint » pour lesquelles seuls les blocs PAA sont visibles qui ont permis de révéler ce comportement singulier[2]. Ces blocs PAA se solvatent en effet en suivant un profil gaussien, comme attendu pour des brosses de PEL en régime osmotique. Il apparaît cependant un léger excès de matière loin de la surface pour les pressions les plus élevées que nous attribuons au transfert de copolymères de la monocouche vers la sous-phase aqueuse sous forme de micelles.

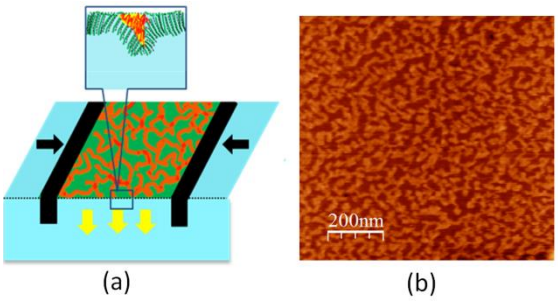


Figure 2. (a) Représentation schématique d'une monocouche de PS-PAA du système à pression de surface intermédiaire à pH 9. Le PS est représenté en rouge, le PAA en vert, le DMF en jaune et l'eau en bleu ; (b) Image AFM de topographie en milieu liquide d'une monocouche de la monocouche transférée sur substrat solide à pH 9.

L'utilisation conjointe des deux techniques de caractérisation structurales de surface nous a ainsi permis de proposer une description des structures des monocouches de PS-PAA dans une vaste gamme de conditions expérimentales avec une précision inégalée.

[25] Y.S.Yu, L. F. Zhang, A. Eisenberg, *Macromolecules*, 31(97), 1144–1154 (1998).

Changement de structure de la dystrophine au contact des lipides membranaires

La dystrophine (1) est une protéine membranaire périphérique filamenteuse jouant le rôle de charpente de la membrane plasmique des cellules musculaires. Son absence, due à des mutations génétiques, conduit à une maladie très sévère, la dystrophie musculaire de Duchenne (DMD). La majeure partie de la dystrophine consiste en un long domaine central, constitué de 24 répétitions de type "spectrine" (structurée en triple "coiled-coils" ou surenroulements), notées de R1 à R24 (**Fig. 1**). L'interaction de ce domaine central avec les phospholipides du sarcolemme est une étape clé dans la préservation de l'intégrité des cellules musculaires. Ainsi, il est nécessaire de connaître la structure de la dystrophine, notamment en interaction avec des lipides, pour mieux comprendre le rôle de cette protéine et traiter les patients DMD. Cependant, la structure tridimensionnelle (3D) de cette protéine n'est pas accessible par les méthodes structurales classiques à haute résolution, telles que la cristallographie aux rayons X ou la RMN.

En utilisant la diffusion de rayons X et de neutrons aux petits angles (SAXS et SANS), nous avons pu accéder à la structure à basse résolution de la protéine seule en solution (2, 3).

Nous nous sommes intéressés plus particulièrement au fragment protéique R1-3, constitué des trois premières répétitions du domaine central de la dystrophine, connu pour interagir au niveau physiologique avec les lipides du sarcolemme (**Fig. 1**) (4, 5).

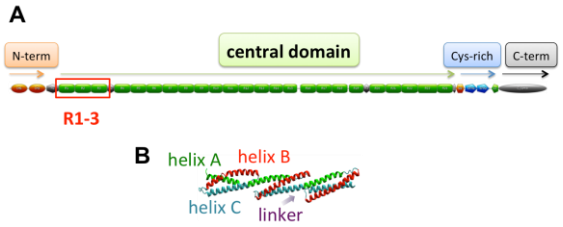


Figure 3. (A) Représentation schématique de la dystrophine, incluant le domaine central (en vert) composé de 24 répétitions de type "spectrine". Le fragment protéique R1-3 de notre étude est encadré en rouge et peut interagir avec les phospholipides du sarcolemme. (B) Représentation 3D de trois répétitions de la spectrine structurées en triple "coiled-coils". Issu de (8).

Nous avons utilisé des bicelles isotropes comme objet bio-mimétique des membranes cellulaires pour étudier ce fragment en interaction avec des lipides. Nous avons d'abord montré l'interaction spécifique de R1-3 avec les bicelles par fluorescence et thermophorèse (3) puis utilisé la variation de contraste en SANS pour éteindre le signal de bicelles de phospholipides deutérés (les bicelles sont alors "contrast-matchées"), ce qui constitue une étape clé pour sonder spécifiquement le signal provenant de la protéine au sein de complexes protéine/bicelle (**Fig. 2**) et déterminer ainsi sa structure en interaction avec des lipides (3).

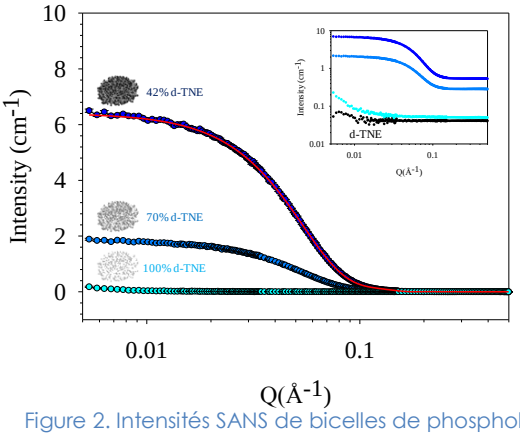


Figure 2. Intensités SANS de bicelles de phospholipides deutérés (d-bicelles) dans 42% (bleu foncé), 70% (bleu) ou 100% (cyan) de D_2O dans le tampon d-TNE à 20°C. La courbe des d-bicelles dans 42% d-TNE est modélisée avec le modèle "core-shell cylinder" (rouge), donnant une épaisseur de 40 Å et un rayon de 42 Å. Insert : les mêmes données mais sans soustraction du signal incohérent et en échelle log/log, Issu de (3).

Nous avons appliqué cette stratégie pour obtenir des données SANS de complexes protéine/lipide en utilisant des bicelles zwitterioniques ou anioniques, à deux températures différentes, prenant en compte le rôle à la fois des interactions électrostatiques et de la fluidité membranaire (8, 9).

Nos résultats mettent en évidence que, lorsque R1-3 est lié à des bicelles zwitterioniques, aucune modification conformationnelle importante du fragment protéique n'est détectée. Au contraire, lorsque R1-3 est lié à des bicelles anioniques, les données SANS montrent de grandes modifications de sa structure 3D, avec notamment une augmentation du rayon de giration, qui passe de 42 ± 1 à 60 ± 4 Å. Le complexe R1-3/bicelle anionique a été analysé par des simulations de dynamique moléculaire "gros grains" classique (CG-MD) et interactive (CG-IMD) (6) pour réduire le nombre de modèles possibles. Le modèle tout-atome final proposé pour R1-3 lié aux lipides membranaires montre une ouverture du "coiled-coil" de la première

répétition (R1) du fragment protéique et est totalement en adéquation avec les données expérimentales de SANS (**Fig. 3**). Enfin, nous proposons une cartographie précise des interactions protéine/lipide obtenues en couplant des données de chimie "click" et de spectrométrie de masse, qui sont en accord avec les données obtenues *in silico*. Ces techniques, couplées à la microscopie électronique à transmission, montrent également une localisation de R1-3 au niveau du tore des bicelles, là où la membrane présente une courbure particulière et un défaut d'empilement des lipides.

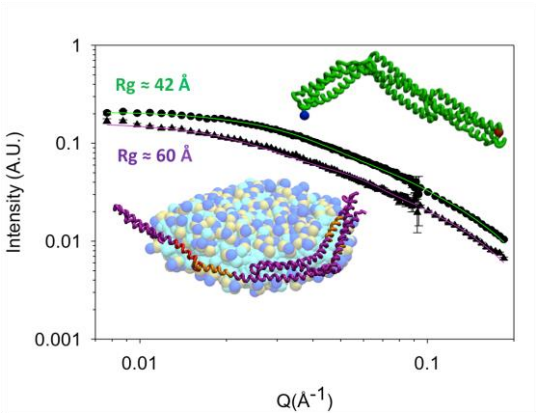


Figure 3. Intensités SANS (cercles et triangles noirs, correspondant au fragment R1-3 de la dystrophine, respectivement seul en solution ou lié à des bicelles anioniques dont le signal SANS a été éteint par variation de contraste) modélisées avec les courbes théoriques générées par le programme CRYSON (7) à partir des modèles tout-atome obtenu pour R1-3 libre en solution (vert) ou R1-3 lié à une bicelle anionique (violet) par simulations de dynamique moléculaire. Insert: modèles tout-atome où les points bleu et rouge représentent, respectivement, les extrémités N- and C-terminales de la protéine. Les acides aminés colorés en rouge du modèle de R1-3 en interaction avec la bicelle contiennent un motif de reconnaissance du défaut d'empilement des lipides. R_g : rayon de giration. Issu de (8).

Nous émettons l'hypothèse que l'ancrage de la dystrophine à la membrane, qui se produit probablement au cours du processus de contraction/élongation du muscle, pourrait être assuré par l'ouverture du "coiled-coil" de la première répétition (R1) de R1-3 (8, 9). Cet ancrage pourrait se faire préférentiellement au niveau des défauts de courbure du sarcolemme. Comprendre ces changements conformationnels pourrait donc aider à la conception de dystrophines raccourcies (appelées "mini-dystrophines") efficaces consacrées à la thérapie génique pour traiter les patients DMD. Enfin, nos approches pourraient être étendues à l'étude structurale d'autres protéines membranaires périphériques, voire même intégrales, en interaction avec des lipides, ce qui constitue aujourd'hui un des défis de la biologie structurale.

Références :

1. Le Rumeur, E., et al **2010**. Biochim. Biophys. Acta - Proteins Proteomics. 1804: 1713–1722.

2. O. Delalande, et al, . J Biol Chem. Sous presse.

3. Dos Santos Morais, R., et al, . Langmuir. 33: 6572–6580.

4. Legardinier, et al, **2009**. J. Biol. Chem. 284: 8822–8832.

5. Vié, V., et al, **2010**. Biochim. Biophys. Acta. 1798: 1503–1511.

6. Delalande, O., et al, **2009**. J. Comput. Chem. 30: 2375–2387.

7. Franke, D., et al, . J. Appl. Crystallogr. 50: 1212–1225.

8. R. Dos Santos Morais et al, . Soumis.

9. Combet S. . Brèves du CEA/Iramis n°271.

Amyloïdes fonctionnels et adaptation bactérienne

Les bactéries sont des organismes unicellulaires qui doivent constamment s'adapter aux changements du milieu extérieur. Cette propriété est particulièrement critique pour les bactéries pathogènes qui doivent ajuster leur métabolisme en fonction des conditions de croissances retrouvées chez leur hôte. Pour se faire, elles ont donc dû développer des moyens pour changer rapidement leur expression génétique et ont dû apprendre à communiquer entre elles. Un des moyens utilisé pour cela fait intervenir une protéine appelée Hfq et des acides ribonucléiques de petite taille ne codant pour aucune protéine (appelés ARN non codants). Ces deux partenaires permettent à la bactérie de changer rapidement son expression génétique, par exemple lors d'une carence en fer, comme celle rencontrée lors de la colonisation de l'hôte.

L'étude menée a permis de montrer que les deux partenaires (Hfq et ARN) ont la propriété de s'auto-assembler en nanostructures [1-5]. Il a notamment pu être montré que Hfq forme des assemblages de types amyloïdes, comme ceux retrouvés dans des pathologies neurodégénératives. Cependant dans ce cas précis, les assemblages formés ont une fonction servant la physiologie de la cellule bactérienne et sont appelés amyloïdes fonctionnels.

Différentes approches de biophysique ont été menées en vue de caractériser les nanostructures formées par Hfq, notamment la diffraction et diffusion des rayonnements X et neutrons (SAXS/SANS/WAXS), la microscopie moléculaire (cryo-microscopie électronique à transmission cryo-TEM et microscopie de force atomique AFM), la spectroscopie infrarouge et le dichroïsme circulaire sur synchrotron SRDC (pour accéder à une gamme d'UV lointains) [3,5].

En collaboration avec une équipe du synchrotron SOLEIL, nous avons de plus pu mettre à jour une nouvelle propriété des assemblages de Hfq: leur capacité à interagir avec les membranes et à en affecter leur intégrité (Figure 1). Ces travaux [3] ouvrent de nouvelles perspectives sur les moyens de communication utilisés par les bactéries. En effet, les bactéries utilisent en général de petites molécules pour communiquer entre elles. Mais ces nouveaux travaux permettent de penser que Hfq pourrait permettre l'export d'acides nucléiques entiers hors de la cellule en formant des pores transitoires dans la membrane bactérienne. Bien que le mécanisme moléculaire ne soit pas encore totalement mis à jour, cette hypothèse semble cependant plausible.

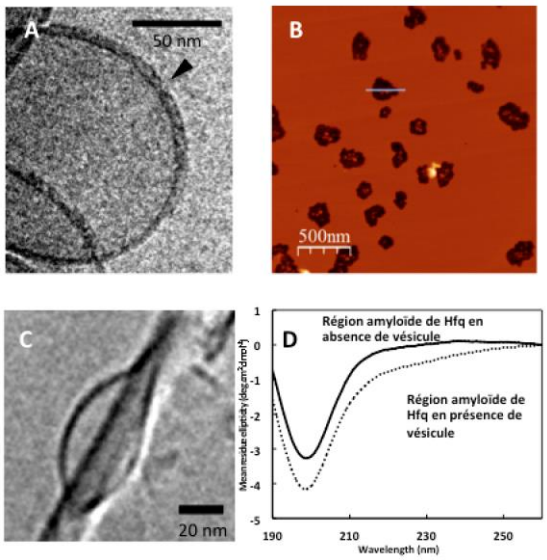


Figure 4 (A) Fixation de Hfq à une vésicule lipidique de 200 nm vue en cryo-microscopie électronique (cryo-TEM). (B) Visualisation par Microscopie de Force Atomique (AFM) de la formation de pores dans la membrane suite à la fixation de Hfq, résultant en l'éclatement de la vésicule de 200 nm en de petites vésicules d'environ 20 nm (CryoTEM, C). (D) Analyse du changement de structure secondaire de Hfq suite à sa fixation sur la vésicule lipidique par dichroïsme circulaire avec rayonnement synchrotron (SRCD). Figure adaptée de [3]

La perturbation de cette nouvelle voie de régulation pourrait être utilisée pour développer de nouveaux agents antibactériens. Certains composés connus pour empêcher l'auto-assemblage des amyloïdes formés au cours de pathologies neurodégénératives sont capables d'affecter la fibrillation Hfq ainsi que la survie des bactéries. Cette approche pour développer une nouvelle classe d'antibiotiques est d'ailleurs en cours d'évaluation pour une demande de brevet (CEA/SOLEIL). Actuellement, nous étudions le repliement et le comportement dynamique de la région amyloïde de Hfq: des tests de cristallisation sont en cours à SOLEIL afin de déterminer la structure atomique de cette région, en complément d'approches de simulation REMD. Cette analyse permettra d'aider à l'optimisation *in silico* des composés précédemment mentionnés.

A terme, ces composés pourront être utilisés pour lutter contre des infections causées par des bactéries de Gram(-) et notamment contre des souches pathogènes de *E. coli*, ou par des bactéries proches telles que *Shigella dysenteriae*.

[1] New insight into the structure and function of Hfq C-terminus ; E. Fortas, F. Piccirilli, A. Malabirade, V. Militello, S. Trépout, S. Marco, A. Taghbalout A, V. Arluison Biosci Rep 35 (2015), doi:10.1042/BSR20140128. [2]

[2] Multiple approaches for the investigation of bacterial small regulatory RNAs self-assembly ; C. Lavelle, F. Busi, & V. Arluison, Methods Mol Biol 1297, 21-42 (2015), doi:10.1007/978-1-4939-2562-9_2.

[3] Membrane association of the bacterial riboregulator Hfq and functional perspectives ; A. Malabirade, J. Morgado-Brajones, S. Trépout, F. Wien, I. Marquez, J. Seguin, S. Marco, M. Velez & V. Arluison. Sci Rep 7, 10724 (2017), doi:10.1038/s41598-017-11157-5.

[4] Compaction and condensation of DNA mediated by the C-terminal domain of Hfq ; A. Malabirade, K. Jiang, K. Kubiak, A. Diaz-Mendoza, F. Liu, J.A. van Kan, V. Arluison and J.R.C. van des Maarel, Nucleic Acids Res 45:7299-308 (2017), doi: 10.1093/nar/gkx431

[5] Techniques to analyse sRNA protein cofactor self-assembly in vitro ; D. Partouche, A. Malabirade, T. Bizien, M. Velez, S. Trepout, S. Marco, V. Militello, C. Sandt, F. Wien and V. Arluison, Methods Mol Biol 1737:321-340 (2018), doi: 10.1007/978-1-4939-7634-8_18.

Les pores peptidiques dans les membranes biologiques fonctionnent comme des diodes à courant ionique browniennes

Les peptides antimicrobiens sont de petites molécules assez simples, faites de l'enchainement d'une vingtaine d'acides aminés, universellement répandues dans les règnes animal et végétal. Ils sont une des pièces essentielles du système immunitaire inné[1] dont la découverte a valu le prix Nobel de physiologie ou de médecine à Bruce Beutler et Jules Hoffmann en 2011. Ils sont extrêmement étudiés principalement pour leurs applications comme source nouvelle d'antibiotiques et de médicaments anticancéreux. Pour le physicien, la structure élémentaire de ces molécules, leur omniprésence et leur action non-spécifique laissent entrevoir un fonctionnement selon des mécanismes physiques universels particulièrement attractifs.

Les peptides antimicrobiens sont amphiphiles, ce qui leur permet de s'adsorber à la surface externe des membranes lipidiques cellulaires. Généralement, au-delà d'une certaine quantité adsorbée ils s'insèrent dans la membrane en ouvrant des pores. Faisant cela ils stabilisent simplement les ouvertures spontanées qui s'y produisent[2] grâce à leurs propriétés tensioactives. L'ouverture-fermeture des pores est d'ordinaire décrit[3] comme une transition de phase résultant de l'équilibre entre énergie de courbure de la membrane (augmentée par l'adsorption unilatérale des peptides et relaxée lorsque les peptides s'insèrent dans la membrane) et tension de ligne du pore (fig. 1).

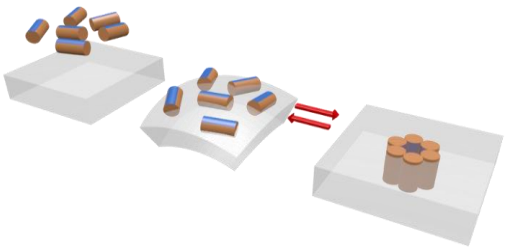


Figure 1: Equilibre entre adsorption des peptides (bicolores) et insertion dans la membrane (grisée). En s'insérant, les peptides ouvrent un canal (pore) pour le courant ionique.

À cette description manquent deux paramètres : le champ électrique transmembranaire (de l'ordre de 10^7 V/m dans la cellule et dont on sait depuis longtemps qu'il est susceptible de faciliter l'ouverture des pores) et la température (essentielle pour un modèle thermodynamique). Pour y remédier nous avons entrepris l'étude[5] de l'équilibre ouverture-fermeture dans un cas représentatif (alamethicine / DPPC) au moyen de membranes autosupportées séparant deux compartiments (fig. 2). Le peptide est introduit unilatéralement du côté de la polarité électrique et l'état du système est déterminé par la mesure de sa conductance ionique pour un potentiel donné. Si le potentiel excède un certain seuil, qui augmente avec la température, les pores s'ouvrent (fig. 3). Ou autrement dit, que les pores se referment en chauffant. Ainsi, l'état ouvert est le plus ordonné. Son coût entropique $-TS$ est compensé par un abaissement de l'énergie potentielle électrique QU. À la pente dU/dT=6mV/K trouvée expérimentalement équivaut

$$TS/kT=70Q/e, \qquad (1)$$

où k est la constante de Boltzmann et e la charge élémentaire. Bien comprendre cette transition nécessite d'identifier l'origine de ces deux termes qui s'équilibrent.

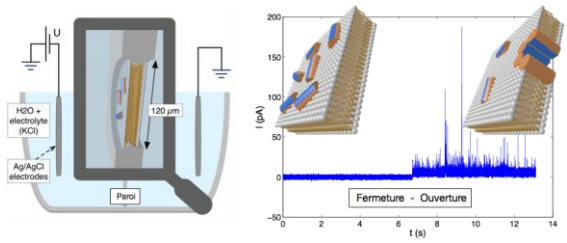


Figure 2: Une membrane autosupportée séparant deux électrolytes permet de détecter l'ouverture des pores : à ouvert/fermé correspond conducteur/isolant.

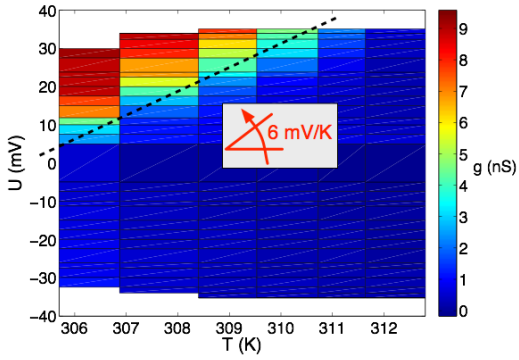


Figure 3: Conductance (g) d'une bicouche lipidique (DPPC) en présence d'alaméthicine en fonction du potentiel U du compartiment peptidique et de la température T. La ligne pointillée de pente 6 mV/K correspond à la transition.

Parmi les différentes contributions de la perte d'entropie qui accompagne l'ouverture d'un pore, celle qui domine est liée à la restriction de l'espace disponible pour le mouvement aléatoire des molécules de lipides. On parle 'd'aire exclue', elle vaut kT par molécule de lipide dont la place est occupée par le pore : $-TS/kT=n_{lipide}$, où n_{lipide} est le rapport des aires A_{pore}/A_{lipide}. Cet effet est asymétrique et affecte principalement les molécules du feuillet opposé aux peptides. Le gain d'énergie potentielle électrique doit lui aussi être asymétrique par rapport au sens du champ, sans cela le diagramme de phase de la figure 3

présenterait une deuxième ligne symétrique de la première par rapport à l'axe des abscisses. Les peptides sont bien porteurs d'un dipôle et aux états fermé/ouvert du pore pourrait correspondre un état perpendiculaire/parallèle des peptides. Toutefois cet alignement parallèle peut se réaliser quel que soit le sens du champ et n'expliquerait pas l'asymétrie. Celle-ci proviendrait donc du comportement de la membrane sous champ, mais jusqu'à présent aucune donnée ne permettait de décider de la validité de cette hypothèse. Aussi, nous avons entrepris l'étude par réflectivité de neutrons du comportement sous champ électrique d'une monocouche lipidique, déposée selon la technique de Langmuir-Shaefer sur une plaque semi-conductrice de silicium silanisé. La densité surfacique des lipides est contrôlée pour être comparable à celle d'une bicouche, permettant de s'assurer de la fluidité du film. Nos résultats montrent sans ambiguïté un épaississement de la monocouche lorsque la solution en contact avec les têtes hydrophiles est portée à un potentiel négatif (fig. 4). La tête hydrophile des lipides est zwitterionique, de moment dipolaire μ=4eÅ, et l'épaississement de 3.6Å qui est mesuré est cohérent avec leur alignement parallèle au champ.

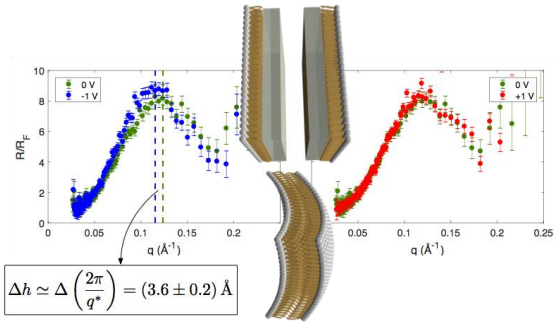


Figure 4: Spectres de réflectivité de neutrons sur des monocouches lipidiques déposées sur un substrat conducteur. Lorsque la solution en contact avec la monocouche est à un potentiel négatif, on observe un épaississement de la monocouche (à gauche) absent pour un potentiel positif. Sur une bicouche, cet épaississement unilatéral augmente l'énergie potentielle de courbure.

L'énergie potentielle électrique QU a donc une origine maintenant bien identifiée. C'est celle des moments dipolaires des têtes hydrophiles qui sont soustraites au champ, soit $QU = n_{lipide} \times \mu \cos\theta \times U/z$, où θ est l'angle du dipôle par rapport au champ et z l'épaisseur d'une bicouche. Les valeurs rapportées dans la littérature pour cet angle sont bien compatibles avec l'égalité (1) : $\mu \cos\theta/z = 1/70$.

La science procède souvent par analogie. Ainsi, une catégorie de transport unidirectionnel moléculaire basé sur des mécanismes analogues à celui d'une roue à cliquet est devenue un objet d'étude en-soi de la physique statistique. Ces mécanismes sont dits browniens s'ils fonctionnent grâce à l'agitation thermique[5], ce qui est paradoxal puisqu'ils tendent à diminuer l'entropie. Les pores peptidiques dans les membranes biologiques relèvent de cette catégorie. D'un point de vue électrique, ces canaux à courant ionique fonctionnent comme de véritables diodes qui nécessitent bien l'agitation thermique pour se refermer.

1) J. Hoffmann, *The host defense of insects: a paradigm for innate immunity,* Nobel lecture, Dec. 7 2011, https://www.nobelprize.org/nobel_prizes/medicine/laureates/2011/hoffman-lecture.pdf
2) F. Brochard-Wyart, P. G. de Gennes, O. Sandre. *Transient pores in stretched vesicles: role of leak-out.* Physica A, 278:32, 2000.
3) H. W. Huang, F.-Y. Chen, M.-T. Lee. *Molecular mechanism of peptide-induced pores in membranes.* Phys. Rev. Lett., 92:198304, 2004.
4) G. C. Fadda, D. Lairez, Z. Guennouni, A. Koutsioubas. *Peptide pores in lipid bilayers: Voltage facilitation pleads for a revised model.* Phys. Rev. Lett., 111:028102, .
5) P. Hänggi, F. Marchesoni. *Artificial brownian motors: Controlling transport on the nanoscale.* Rev. Mod. Phys., 81:387, 2009.

4- Faits marquants INFRASTRUCTURES

WAVE, une innovation pour l'étude du magnétisme

Wave (*Wide Angle VEctor magnet*) est un aimant vectoriel de 1 Tesla permettant l'étude du magnétisme dans des expériences de diffusion neutronique. Cet équipement reposant sur un concept innovant de Guy Aubert (brevet FR12 62 070, US extension 14/105,711) a été co-développé avec un autre institut du CEA, l'IRFU/DACM, et un partenaire industriel français, SigmaPhi. Cet équipement étend la gamme des possibilités expérimentales puisque l'application d'un champ magnétique 3D et l'orientation de l'échantillon dans des conditions de diffraction deviennent complètement indépendantes.

La conception magnétique de Wave repose sur 16 solénoïdes de NbTi, tous avec un axe vertical. Ceux-ci sont emboités-collés dans une masse d'aluminium, indirectement refroidis par de l'hélium liquide circulant dans une boucle thermosiphon activée par une tête froide. La composante verticale du champ est produite par quatre bobines plates (deux bobines en position quasi Helmholtz et deux bobines de blindage actif), tandis que les composantes horizontales sont générées par 3 séries composées chacune de 4 bobines, deux au-dessus et deux en dessous du plan de diffraction d'une manière antisymétrique. Cette disposition originale permet une ouverture très large pour le faisceau de neutrons (220° horizontal, ± 10° vertical), qui est cruciale pour les expériences de diffraction et de diffusion inélastique des neutrons. L'homogénéité du champ est de l'ordre de 500 ppm. Un puits chaud échantillon d'un diamètre de 100 mm, totalement découplé et isolé du refroidissement de l'aimant, permet d'y installer à convenance un système de chauffage ou de refroidissement de l'échantillon. Un cryogénérateur échantillon permettra de descendre jusqu'à 8 K.

Les bobines de Wave sont alimentées par 4 sources de courant via des conducteurs supraconducteurs à haut T_C. La génération de la composante verticale (B_z) du champ est obtenue grâce à une paire de bobines similaires à des bobines de Helmholtz (en orange sur la figure 1) disposées horizontalement sur les 2 côtés du plan équatorial et blindées par deux bobines de compensation plus éloignées (en bleu sur la figure 1). La composante horizontale de champ (B_x, B_y) est créée par les champs de fuite de 12 bobines disposées régulièrement autour du puits échantillon de part et d'autre du plan équatorial. L'utilisation de 3 groupes de 4 bobines alors que 2 suffisaient permet d'améliorer l'homogénéité du champ au point échantillon (inférieur à 0,1% dans la sphère échantillon). Un fil supraconducteur de NbTi isolé rectangulaire monolithique de 1,08 mm x 0,68 mm² d'Oxford Superconducting Technology est ici utilisé. Il délivre une densité de courant allant jusqu'à J=250A/mm².

La conception du système de refroidissement repose sur l'utilisation de deux cryogénérateurs (le premier est un étage unique de 100 W @ 50 K et le second est un étage double, 35 W @ 50 K et 1.5 W @ 4.2 K) servant à refroidir les écrans ainsi qu'un séparateur de phase, point de départ du thermosiphon. Le thermosiphon a été privilégié à un système de refroidissement par conduction solide afin d'optimiser la capacité de refroidissement dynamique et permettre une variation du champ aussi élevée que possible. Ce système, couplé à un réservoir externe de récupération d'hélium permet de redémarrer automatiquement en 4h après un « quench » et de démarrer en 8 jours de manière totalement autonome (technologie Thermotonome du DACM). Un démarrage rapide est possible en injectant directement de l'hélium liquide dans le système. L'aimant a été réceptionné mi-2017 et est actuellement en phase de calibration ainsi que le cryogénérateur livré récemment. Le premier passage de Wave dans le faisceau est prévu fin 2018. Ce projet a reçu plusieurs financements, C Nano Ile de France, ANR, Labex NanoSaclay.

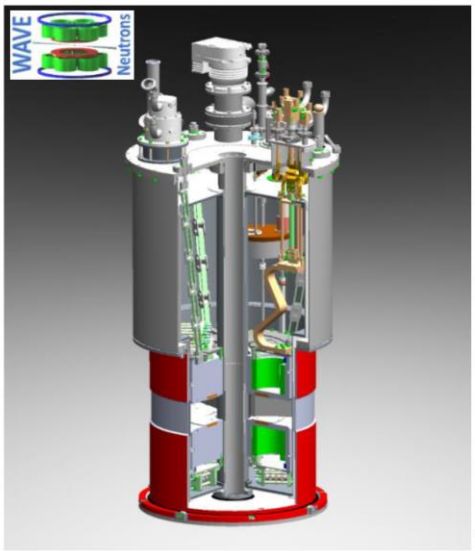


Figure 5 Vue en coupe de Wave. En insert, le schéma de principe des bobines de champ par rapport au faisceau de neutrons.

Projet SHARP : un nouveau spectromètre LLB de diffusion inélastique à temps de vol

A la suite de l'accord visant à développer la coopération franco-suédoise dans le domaine de la diffusion de neutrons, le Laboratoire Léon Brillouin (LLB) s'est engagé dans la construction d'un spectromètre de diffusion inélastique de neutrons de type « *temps de vol* ». Après l'annonce de la fermeture du réacteur Orphée en 2020, le projet initialement prévu à Saclay a pu être transféré à l'Institut Laue Langevin (ILL). Cette renaissance prend la forme d'un contrat CRG de type A conclu le 29 septembre dernier entre la DRF du CEA, l'INP du CNRS, et l'ILL.

Sur la durée de ce contrat de six ans, ce spectromètre (hors détecteurs) est la propriété de l'ILL mais est opéré à 100% par des personnels du LLB (deux scientifiques et un technicien basés à Grenoble). En prévision de la fermeture d'Orphée et afin de maintenir l'accès aux faisceaux de neutrons à des équipes françaises, la moitié du temps de faisceau est attribuée via la plateforme Phoenix depuis septembre 2017. L'autre moitié est réservée aux programmes scientifiques des utilisateurs de l'ILL.

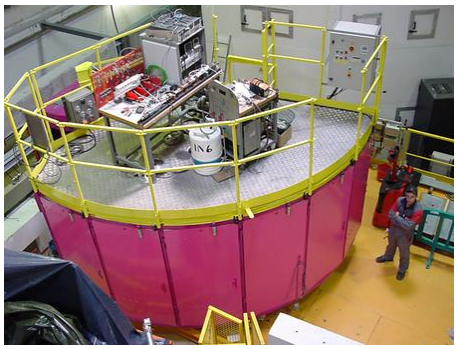


Figure 1 Le spectromètre IN6 dans le hall des guides de l'ILL (Grenoble, France).

Ce nouveau projet SHARP (*Spectromètre Hybride Alpes Région Parisienne*) consiste en une jouvence complète du spectromètre secondaire d'IN6 (Fig.1) : environnement échantillon, base de temps de vol et de détection. Les travaux dureront un an et sont programmés pour coïncider avec le grand arrêt de l'ILL de novembre 2019 à septembre 2020. Le spectromètre sera équipé de 240 détecteurs PSD (Position Sensitive Detector) sous 5 bars d'^{3}He (Fig.2). Au-delà du gain d'un facteur quatre en couverture d'angle solide de détection, ces nouveaux détecteurs permettront un gain spectaculaire en définition des cartes de diffusion $S(Q,\omega)$. Enfin, la troisième amélioration concernera la chambre de temps de vol elle-même. Elle sera désormais sous vide. Une paroi amovible, entre l'échantillon et l'entrée de la chambre permettra aux expérimentateurs d'opérer soit avec un échantillon sous vide soit sous atmosphère contrôlée. Dans la première configuration, le vide de la chambre servant également de vide d'isolement du cryostat, le nombre de fenêtres entre l'échantillon et le détecteur sera minimisé et permettra d'assurer un bruit de fond minimal. La seconde configuration permettra l'étude d'échantillons devant être maintenus sous atmosphère contrôlée ou en environnement complexe (excitation laser, électrique …).

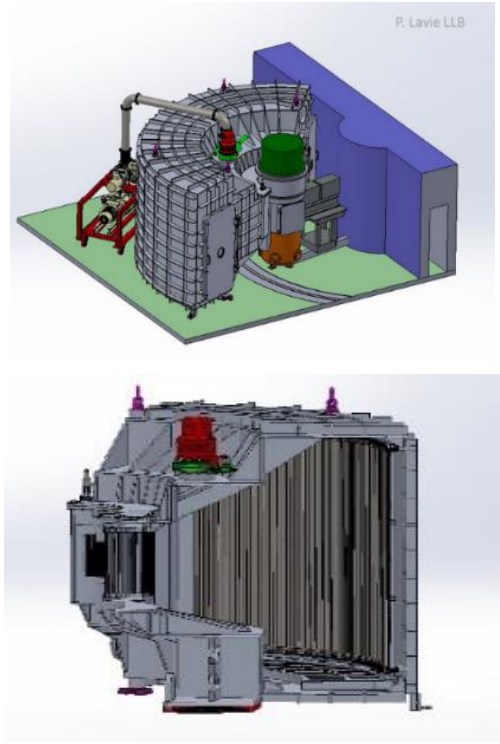


Figure 2 Modèle 3D de l'enceinte de l'environnement échantillon et de l'enceinte détecteurs de SHARP. La vue éclatée montre les 240 détecteurs PSD.

Un projet à plus long terme (à partir de 2023) consisterait à fusionner les spectromètres SHARP et le projet ILL RAMSES en bout d'un nouveau guide dédié, doublement elliptique (gain d'un facteur cinq en flux incident). Un *bandwidth* chopper situé en amont d'un monochromateur focalisant horizontalement et verticalement permettrait en outre d'allier *i)* un gain supplémentaire de l'ordre de cinq en brillance et *ii)* une baisse de bruit de fond d'un ordre de grandeur. Enfin, une aire expérimentale étendue rendrait possible une gamme de longueurs d'ondes incidentes entre 2 et 5.9 Å. Ce nouveau spectromètre de très haute brillance permettrait des études en conditions extrêmes (très hautes pressions) et/ou des expériences sur des échantillons disponibles en très faibles quantités.

Phénomènes dynamiques lors d'évolutions structurales à grande échelle: couplage neutrons/RMN

Dans le domaine de la matière molle, il est vain de chercher à comprendre les propriétés d'un système à partir d'une seule technique de caractérisation. Les propriétés de ces matériaux complexes dépendent des interactions structurales et dynamiques sur des domaines spatio-temporelles s'étendant des échelles moléculaires à celles des assemblages supramoléculaires macroscopiques. Si dans une majorité des cas, les différentes analyses sont réalisées indépendamment, la simultanéité des mesures est indispensable lorsque l'évolution du système étudié peut présenter des problèmes de reproductibilité, par exemple d'échantillonnage lors de la mise en forme ou pour l'étude de systèmes hors d'équilibre thermodynamique (surfusion) ou critiques (gélification).

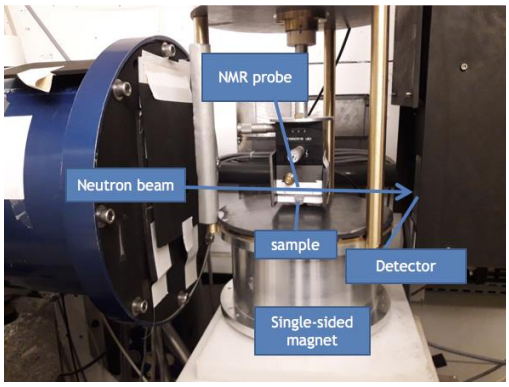


Figure 6 Dispositif expérimental installé sur le spectromètre DNPA PAXY du LLB, et permettant de mesurer simultanément la courbe de diffusion de neutrons aux petits angles, et les propriétés dynamiques des molécules par RMN.

Dans ces systèmes, les méthodes de diffusion des neutrons aux petits angles (SANS) ou d'imagerie neutronique sont fréquemment mises à profit pour déterminer les aspects structuraux et texturaux des matériaux. Des effets cinétiques sont mesurables, mais les aspects dynamiques (*i.e.* fonctions de corrélation en énergie du système) sont inaccessibles. A contrario, la spectroscopie de résonance magnétique nucléaire (RMN) permet d'obtenir ces informations par la mesure des temps de relaxation T_1, T_2 ou les mesures des coefficients de diffusion, et l'imagerie RMN permet de localiser des domaines dans le cas d'hétérogénéité microscopique.

Afin d'obtenir ces deux types d'information simultanément, nous avons donc adapté un spectromètre RMN développé au LSDRM-CEA Saclay basé sur un aimant unilatéral dans l'environnement d'instruments du LLB.

La possibilité de mesurer les spectres RMN au-dessus de l'aimant permanent a permis de le placer sur les stations de diffusion aux petits angles PAXY (Figure 1) et d'imagerie IMAGINE (Figure 2). La conception de cellules de mesures spécifiques permet de faire des mesures en présence de stimuli extérieurs. Dans le premier cas, une cellule contrôlée en température nous a permis de suivre simultanément la variation de conformation d'un polymère et le comportement du solvant dans un gel thermo-stimulable. Dans le second cas, nous avons suivi les variations morphologiques de matériaux agroalimentaires en fonction de l'hydratation dans le cadre d'une collaboration avec AgroSup Dijon.

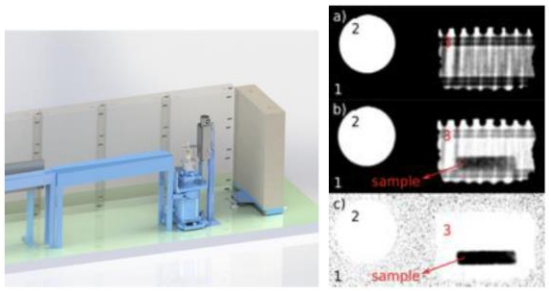


Figure 7 Dispositif expérimental installé sur la station d'imagerie IMAGINE permettant, lors de l'hydratation d'un produit céréalier extrudé, d'accéder simultanément à l'évolution de la porosité de la matrice (imagerie neutron) et à la dynamique de l'eau et des chaines de polysaccharides composant la matrice (T_1, T_2, coefficients de diffusion en gradient de champs).

Le développement de mesures couplées par deux techniques très différentes et dans des environnements échantillons contrôlés est une alliance qui est nécessaire aussi bien en recherche fondamentale qu'appliquée et dans des domaines aussi variés que la géologie, la biologie, les sciences de l'ingénieur, l'industrie agroalimentaire ainsi que la conception et l'amélioration de nouveaux produits dans le domaine de l'énergie (piles, batteries …).

PA20: un nanoscope pour toutes les matières

PA20 est le nouvel appareil de SANS/GISANS de dernière génération inauguré en 2016. L'appareil a une longueur totale de 40 mètres (20 m de collimation et 20 m de distance maximum entre l'échantillon et le détecteur arrière) et peut fonctionner en configuration SANS et GISANS (avec option neutron polarisés)[26]. Les thématiques scientifiques couvertes par cet appareil vont de la matière molle (films, micelles, polymères, colloïdes) aux matériaux (textures, contraintes) en passant par le magnétisme (nano-objets magnétiques, couches minces magnétiques, ferro-fluides, magnéto-électriques, verres de spins, structures magnétiques à longues périodes).

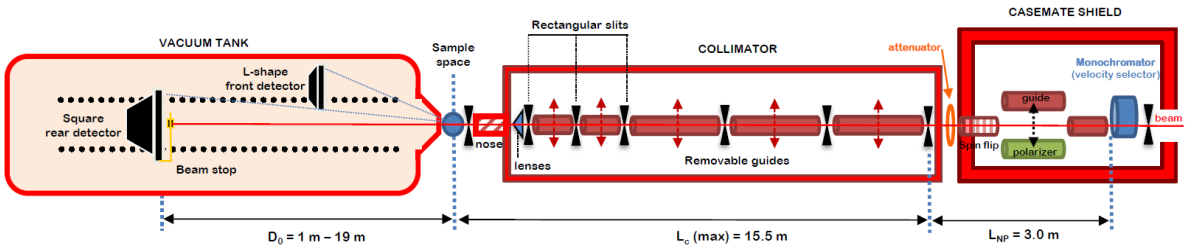
En 2009, les équipes du LLB ont entériné le projet de construction d'un nouveau spectromètre de diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA) en remplacement de PAXE et de PAPYRUS, complétant ainsi la palette du LLB en renforçant l'offre de SANS, technique parmi les plus demandées. PA20 peut également accueillir des expériences de GISANS (« Grazing Incidence SANS »), en particulier pour l'étude des couches minces magnétiques ou des nanostructures organisées en surface.

Des performances plus élevées et de nouvelles fonctionnalités : PA20 vise à augmenter à la fois le flux de neutrons traversant l'échantillon, mais aussi l'efficacité de la mesure de l'intensité diffusée en utilisant des multi-détecteurs de nouvelle génération, très efficaces et couvrant en une seule mesure une gamme d'angles solides presque 3 fois plus grande que celle usuellement obtenue. Les performances techniques obtenues placent cet instrument parmi les tous meilleurs au monde.

Principaux éléments de PA20 : La casemate est équipée d'un monochromateur (longueur d'onde 0.3 - 2 nm. Le monochromateur est un sélecteur de vitesse ($\Delta\lambda/\lambda$=11%) de type Dornier EADS-Astrium. De plus, un polariseur et une ligne complète de polarisation offre une option de polarisation des neutrons afin d'effectuer des études sur les matériaux magnétiques.

Un système de collimation du faisceau de neutrons original : La collimation, composée de guides super-miroirs de neutrons et de diaphragmes, détermine la taille du faisceau incident de neutron ainsi que sa divergence, permettant ainsi d'adapter les expériences à la taille des échantillons (de l'ordre de 5-30 mm de diamètre), à la gamme de vecteur de diffusion Q demandée ou encore la résolution spatiale au niveau des détecteurs. Les diaphragmes choisis sont de type « mâchoire » motorisées de grande précision (inférieure à 0.1mm) de manière à pouvoir assurer une ouverture des fentes de grande amplitude (de 0.1mm à 80 mm horizontalement et verticalement). Chaque segment du collimateur est escamotable par déplacement latérale permettant ainsi de varier la collimation de 1 m à 19 m environ selon les besoins en flux, en divergence ou en taille de faisceau. La polarisation du faisceau, depuis le polariseur situé dans la casemate jusqu'à la position de l'échantillon est assurée par un champ statique verticale de 20 Gauss

Les détecteurs peuvent se déplacer sur un trolley dans une enceinte à vide. Le détecteur arrière, ou encore dit « petits angles », a une



[26] G. Chaboussant, et al Journal of Physics: Conference Series 340, 012002 (2012).

G. Chaboussant, et al, European Physics Journal, Special Topics 213, 313-325, (2012)

taille utile de 64x64 cm et comporte 128 canaux de détection. Ce détecteur de nouvelle génération, fabriqué en collaboration avec l'ILL de Grenoble, est composé de multitubes dans un monobloc d'aluminium comportant chacun un fil sous haute tension plongé dans de l'Hélium-3 sous pression. En avant du détecteur arrière a été installé un détecteur avant, ou encore dit « grands angles », de 2 panneaux de 16 tubes de détection fournis par la société Reuter Stokes ayant chacun 13mm de section. L'électronique de ce détecteur est celle de l'ILL. Grâce à ces deux systèmes de détection, il est possible de couvrir en une seule mesure une gamme angulaire de diffusion doublée par rapport aux appareils existants. Cette fonctionnalité supplémentaire, couplée à la plus grande efficacité du détecteur central, réduit la durée des expériences.

Gains attendus : Les augmentations de flux sont particulièrement appréciables pour étudier les objets plus gros (15 - 100 nm) qui ne sont observables qu'aux petits vecteurs de diffusion. La longueur de l'instrument permet de jouer à la fois sur le flux et la résolution, et aussi d'accéder à des vecteurs d'onde très petits. PA20 permet donc des mesures rapides, plus nombreuses, plus précises et réalisées avec une meilleure statistique, des mesures effectuées sur une gamme de vecteurs de diffusion plus grande (5.10^{-3} nm^{-1} à $5nm^{-1}$). Les neutrons polarisés permettent de mener des études SANS et GISANS sur des composés magnétiques. PA20 permet également l'étude d'échantillons plus petits dans des conditions expérimentales optimisées en champ magnétique élevé (10 Tesla).

Premiers résultats sur PA20 (2015 - 2018) : Pour tester les limites de la configuration « très petits angles », nous avons choisi une membrane nano-poreuse d'alumine dont la taille des pores (150nm) et le pas du réseau (390nm) oblige à utiliser les configurations extrêmes afin d'observer la diffusion entre les pics de Bragg. La Figure montre la qualité de la diffusion et le rapport signal/bruit de premier ordre de PA20. Nous pouvons facilement, en quelques dizaines de minutes, mesurer une courbe SANS dans la gamme 10^{-4}-10^{-3} $Å^{-1}$ et atteindre une résolution effective de l'ordre de 3.0 (± 0.3).10^{-4} $Å^{-1}$. Ces mesures initiales démontrent clairement tout le potentiel de PA20 pour les études sur les matériaux à longue période magnétique comme les aimants chiraux, les systèmes hélimagnétiques ou les phases de Skyrmions. De nombreuses équipes ont mené avec succès des expériences sur ce type de systèmes, et plusieurs articles ont été publiés ou sont en cours de publication.[27,28,29,30]. Cet instrument permet également des études de systèmes mixtes physico-chimiques utilisant le marquage et la variation de contraste.[31,32]

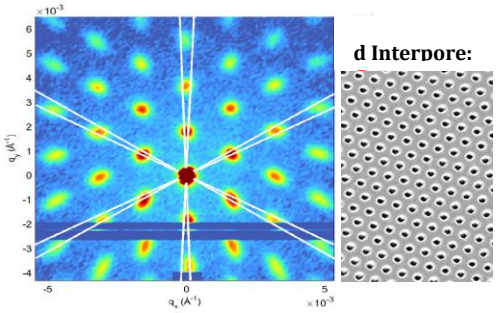


Image « SANS » obtenue pour une membrane très ordonnée d'alumine nano-poreuse (distance interpores de 400 nm) avec une longueur d'onde élevée (20Å) et une distance échantillon-détecteur de 18m. Néanmoins un signal satisfaisant est obtenu après seulement quelques dizaines de minutes. Le Q_{min} atteint est de 4.10^{-4} $Å^{-1}$, la résolution obtenue est de l'ordre de 3.0 (± 0.3).10^{-4} $Å^{-1}$.

La construction de l'instrument a été en partie financée par C Nano Ile de France, le RTRA Triangle de la physique, et le contrat Franco-Suédois.

Historique de la construction de PA20

2009-10: Conception de principe de l'appareil (objectifs de performance et de fonctionnalités). Finalisation du cahier des charges de différents éléments.

2011: Commande des éléments de la casemate comprenant le monochromateur et le polariseur.

2011-12: Déconstruction du site de PA20 et installation de la casemate.

: Equipement de la casemate, installation du collimateur, de l'enceinte détecteurs.

2014-15: Alignement du collimateur et livraison du détecteur « petits angles ». Premiers utilisateurs fin 2015.

2016: Inauguration de PA20 en mars 2016.

2017: Installation du détecteur «grands angles».

[2] L. N. Fomicheva, et al, Physical Review B **96**, 020413(R) (2017).
[28] L. J. Bannenberg, et al, Physical Review B **96**, 184416 (2017).
[29] S. V. Grigoriev, et al, Phys. Rev. B **97**, 024409 (2018).
[30] I. Mirebeau, et al, Phys. Rev. B. 98, 014420 (2018)
[31] Liu X., et al, Adv. Colloid Interface Sci. 239 (2017) 178–186.
[32] Gérard J.F., et al, soumis.

MuPAD : Analyse de polarisation sphérique au LLB

La diffusion inélastique pour les neutrons polarisés est un domaine en développement du fait de l'amélioration des flux de neutrons sur ces instruments au fil des années. Cela permet une étude beaucoup plus fine des structures et excitations magnétiques dans les matériaux. Pour effectuer l'analyse de polarisation, on utilise généralement l'analyse de polarisation longitudinale avec un « dé magnétique », constitué de 5 bobines de Helmholtz (3 verticales et 2 horizontales). Cette technologie permet de définir l'axe de quantification des neutrons lorsqu'ils rencontrent l'échantillon. Bien qu'assez souple d'utilisation, cette technique souffre de deux inconvénients. Elle ne donne accès qu'aux termes diagonaux du tenseur de polarisation (c'est à dire 3 sur 9). Par ailleurs, L'échantillon baigne dans un champ magnétique d'une dizaine de Gauss. Ce système n'est pas très précis et comporte des inconvénients du fait de l'application d'un champ magnétique. Pour l'étude d'échantillons supraconducteurs (et notamment les nouveaux supraconducteurs non conventionnels), ce champ magnétique engendre des phénomènes de dépolarisation du faisceau de neutrons lorsque l'échantillon passe dans l'état supraconducteur. Les mesures deviennent alors extrêmement difficiles. Pour pallier à ces difficultés, on doit avoir une enceinte à champ nul autour de l'échantillon. Cela est réalisé par deux dispositifs : CRYOPAD commercialisé par L'ILL ou muPAD développé précédemment à FRMII.

Figure 1 : Dispositif muPAD construit au LLB

Nous avons installé en 2017 au LLB sur le spectromètre à trois-axes 4F1 le dispositif muPAD (μ-metal Polarization Analysis Device) (voir photo en figure 1) permettant l'analyse de *toutes* les composantes de la polarisation (polarimétrie dite « sphérique »). Ce dispositif comporte une enceinte diamagnétique en mu-métal qui écrante le champ terrestre et dans lequel l'échantillon est placé. Un ensemble de bobines destinées à contrôler indépendamment la direction de polarisation avant et après l'échantillon. Il est ainsi maintenant possible d'avoir accès à la totalité du tenseur de polarisation. En particulier, les termes non diagonaux qui renseignent sur la chiralité des propriétés magnétiques ou sur les couplages magnéto-élastiques sont accessibles avec cette technique. Il sera particulièrement utile pour l'étude des nouveaux supraconducteurs à haute température critique et pour l'étude des phénomène de chiralité dans les composés multiferroïques, ainsi que pour la détection de skyrmions (MnSi, (Fe,Co)Si, (Fe,Mn)Si).

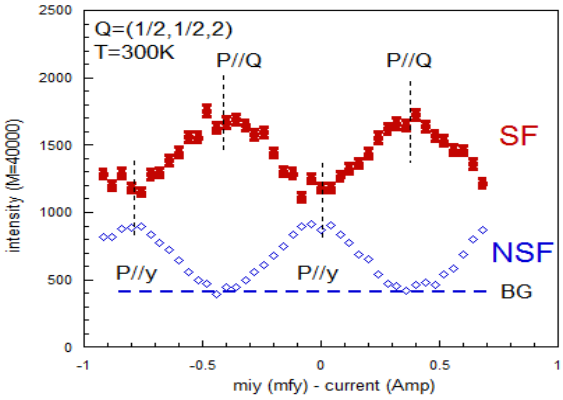


Figure 2 Intensité magnétique dans $YBa_2Cu_3O_6$ en fonction du courant dans les bobines.

Les premières expériences réalisées indiquent un excellent rapport de flipping atteignant 50 (polarisation de 98%) et de très bonnes performances. La figure 2 montre un signal magnétique sur un matériau antiferromagnétique en fonction du courant dans les bobines qui fait tourner la polarisation d'une situation parallèle au vecteur d'onde (P//Q) à une situation perpendiculaire (P//y). On voit l'intensité magnétique osciller comme attendu dans les deux canaux, spin-flip (SF) où le signal est maximum pour P//Q et non-spin-flip (NSF), où le signal magnétique est nul pour P//Q et l'intensité rejoint le bruit de fond (BG). Le dispositif a été complétement financé par un projet LABEX-PALM (EXCELSIUS) et une ANR (UNESCOS). Après l'arrêt d'Orphée, il fera partie de l'équipement envisagé sur le futur projet 3-axes polarisés GAPS à l'ILL

IMAGINE : Une nouvelle station de radio-tomographie neutronique

La radiographie neutronique est utilisée sur le réacteur Orphée depuis le démarrage du réacteur. Au fil du temps, la station G45 s'est cependant spécialisée dans la radiographie industrielle de contrôle qualité. Ces activités industrielles ne sont pas compatibles avec un programme scientifique et il a été décidé en 2014 d'ouvrir une deuxième station de radiographie neutronique dédiée aux expériences de radio-tomographie pour des utilisateurs extérieurs.

Par rapport aux rayons X, la radio-tomographie neutronique présente un avantage très spécifique, qui est que les neutrons sont très sensibles à des éléments hydrogénés. Cette propriété spécifique rend possible des applications dans de multiples domaines : diffusion d'eau ou d'huile dans des roches, processus d'hydratation ou d'adsorption dans des aliments, hydruration de métaux, etc. La sensibilité est de l'ordre de 20µm d'eau en épaisseur équivalente. Dans le cas des activités industrielles, la sensibilité à des composés pyrotechniques dans des gaines métalliques (typ. Pb) est une capacité essentielle.

La station a bénéficié du déménagement du réflectomètre EROS sur le guide G6 et a été installée sur le guide G3bis.

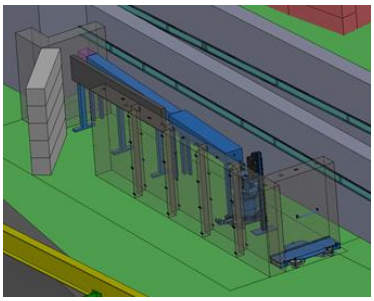


Figure 8 : Implantation de la station de radiographie IMAGINE, deux collimateurs sont suivis d'une table échantillon et d'un système de détection CCD. L'ensemble des éléments peuvent être déplacés sur cousins d'air.

La nouvelle station de radio-tomographie propose un spectre de neutrons très froids (λ>3Å) adapté aux études de matériaux hydrogénés (H_2O - H) et aux mesures à haute résolution spatiale. L'ensemble de l'aire expérimentale dispose d'un sol en marbre ce qui permet de déplacer aisément les éléments du spectromètre en fonction des besoins autour de l'espace échantillon. La taille de la source peut être variée de D=6 à 25mm et la distance de collimation de L=4 à 8m. Les rapports L/D typiquement utilisés varient de 250 à 500. Dans une configuration standard (L=4m, D = 16mm, L/D = 250), le flux au niveau de l'échantillon est de $2x10^7$ neutrons/s/cm². Ce flux est comparable aux stations de radiographie ICON@PSI et CONRAD@HZB. La position de l'instrument au bout d'un guide froid permet d'avoir un excellent rapport signal/bruit. La détection est assurée par un scintillateur ZnS/Li couplé à une caméra CMOS. La résolution spatiale est de l'ordre de 50 à 100µm en fonction de l'optique utilisée. Le champ de vue maximal est de 100x100mm². Ce champ de vue réduit a été choisi pour favoriser les expériences à haute résolution. Le spectre de neutrons très froids ne permet de toute façon pas d'étude sur des pièces très massives.

Deux thèses du laboratoire ont pu bénéficier des capacités de la station IMAGINE. La première est une thèse sur la cuisson de la viande[33] qui a pu être étudiée in-situ. Un four de l'industriel partenaire de l'étude (SEB™) a été modifié afin de pouvoir être installé sur le spectromètre.

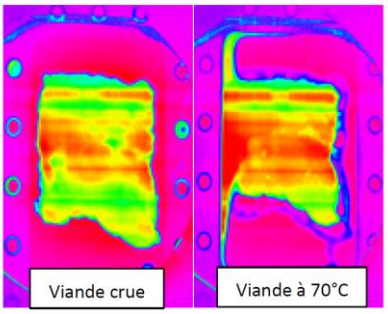


Figure 2 A gauche échantillon de viande crue, à droite viande cuite à 70°. Par radiographie il est possible de suivre la perte d'eau dans les différentes parties de la pièce de viande en cours de cuisson.

Une deuxième thèse[34] a porté sur la pénétration des solvants dans un gel poreux afin de mieux comprendre les problèmes liés à la restauration des vernis des œuvres d'art. La radiographie neutronique permet de très facilement suivre l'adsorption de solvant dans les matériaux

[33] M. Leang, Pénétration d'un solvant dans un gel poreux en consolidation : application à la restauration des oeuvres d'art (Univ. Paris-Saclay, 2017).

[34] S. Scussat, Identification des marqueurs repérables par des capteurs spectroscopiques et significatifs des étapes clefs de la cuisson de viande et poisson (Univ. Bourgogne 2016).

poreux et d'obtenir des informations quantitatives ce qui est souvent impossible avec d'autres techniques.

D'autres études portent sur le fonctionnement de piles à combustibles (CEA/DRT). La figure ci-dessous montre une mesure de la formation d'eau in-situ dans une pile à combustible minces en cours de fonctionnement (jusqu'à son noyage). Récemment il a été possible d'installer une chambre climatique (V>1m^3) afin de suivre le comportement sous un environnement contrôlé (température – humidité). Ce type d'étude est nécessaire dans les dernières étapes de validation avant industrialisation.

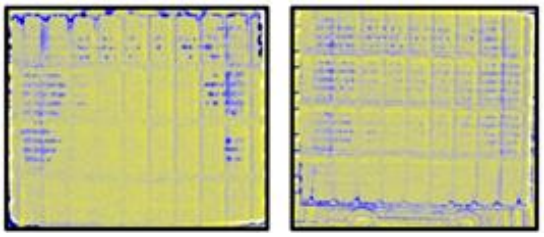


Figure 3 Formation d'eau liquide (bleu) dans différentes parties d'une pile à combustible en fonctionnement.

Dans le cas d'échantillons stables, il est possible de réaliser des mesures de tomographies. Les mesures tomographiques nécessitent cependant de 1 à 6 heures d'exposition. La tomographie est par exemple utilisée par le CEA/DEN pour déterminer l'hydruration des gaines de combustibles en cas d'accident de criticité[35].

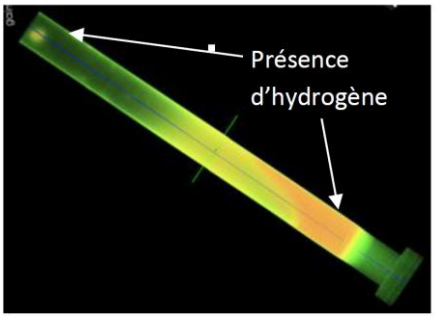


Figure 4 Tomographie d'une gaine de combustible ayant subi un accident de criticité (simulé). Il est possible d'obtenir une distribution 3D de l'hydrogène avec une sensibilité de l'ordre de 50ppm.

Des mesures ont été également réalisées pour sonder des offrandes scellées dans du plomb fondu dans des statues javanaises du Musée Guimet.

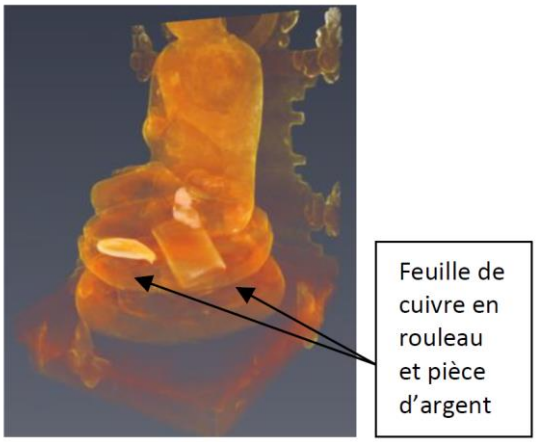


Figure 5 Statue javanaise du Musée Guimet : les offrandes scellées sont visibles par tomographie de neutrons.

Il est aussi possible de réaliser de la tomographie sur des pièces industrielles telles que des filtres à particules de voiture pour quantifier les accumulations de suies qui bouchent les filtres.

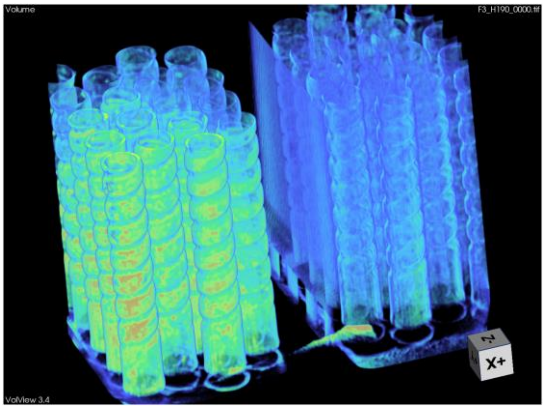


Figure 6 Accumulation de suie dans les tubes d'un filtre à particules de voiture.

La technique de radio-tomographie neutronique est simple à mettre en œuvre même dans le cas d'études in-situ nécessitant des environnements échantillons complexes. Dans le cas de l'étude de matériaux hydrogénés, elle offre des possibilités uniques.

[35] Brachet et al, Journal of Nuclear Materials 488 (2017) Pages 267-286

Ultra basses températures sur le diffractomètre poudre G4-1

Un nouvel environnement échantillon sur le diffractomètre G4.1 permet maintenant de réaliser des mesures de diffraction des neutrons sur des échantillons polycristallins, et ce jusqu'aux très basses températures (70 mK).

Figure : Cryostat très basse température sur le diffractomètre G4-1 du LLB.

L'environnement « dilution free » (Cryo-concept) du LLB, initialement prévu pour être utilisé sur les spectromètres 3 axes du laboratoire, a été adapté au diffractomètre G4.1 grâce à la fabrication d'une enceinte étanche (cf. Figure) et d'écrans dotés de fenêtres en vanadium pour minimiser les diffusions parasites (notamment les pics de Bragg de l'aluminium).

Par ailleurs, pour assurer une bonne thermalisation, problème toujours délicat pour des poudres, les échantillons sont chargés dans des cellules spéciales, étudiées pour tenir des pressions d'Hélium de 15 à 40 bars. Aux températures de travail, cet hélium devenu superfluide assure la thermalisation des échantillons. Ce dispositif permet d'atteindre des températures minimales de 70 mK.

De nombreuses expériences ont été réalisées depuis la mise à disposition aux utilisateurs de cet environnement : sur des systèmes magnétiques complexes en particulier, comme les pyrochlores géométriquement frustrés, les composés « RKKY », ou les composés magnétiques unidimensionnels. Ainsi, dans certains composés, l'absence d'ordre jusqu'à 70 mK a été confirmée, ou inversement, mise en évidence pour la première fois. On peut citer par exemple le travail récent[36] sur le composé $Er_2Sn_2O_7$ pour lequel les diffractogrammes neutrons enregistrés sur G4.1 montrent sans ambiguïté l'existence d'un ordre magnétique du type Palmer-Chalker en dessous de 108 mK.

Depuis la mise en service de l'équipement en mars 2016, 3 à 4 expériences en dilution sont réalisées à chaque cycle de neutrons, soulignant l'intérêt scientifique soutenu pour ce type d'environnement.

Ce projet a bénéficié en partie d'un financement du Labex Palm (projet 1D-mag porté par le LLB en partenariat avec le LPTMS à Orsay.

[36] S. Petit, E. Lhotel, F. Damay, P. Boutrouille, A. Forget, and D. Colson, Phys. Rev. Lett. 119, 187202 (2017)

Partie V

Projet scientifique

En 2018, nous mettrons en place une nouvelle organisation, une nouvelle structure et un projet scientifique complètement nouveaux. Comme précisé précédemment, cette mutation est rendue nécessaire par les nombreux changements qui s'annoncent : arrêt d'Orphée, construction d'ESS, déplacements d'instruments ou construction d'instruments sur d'autres sites, etc.

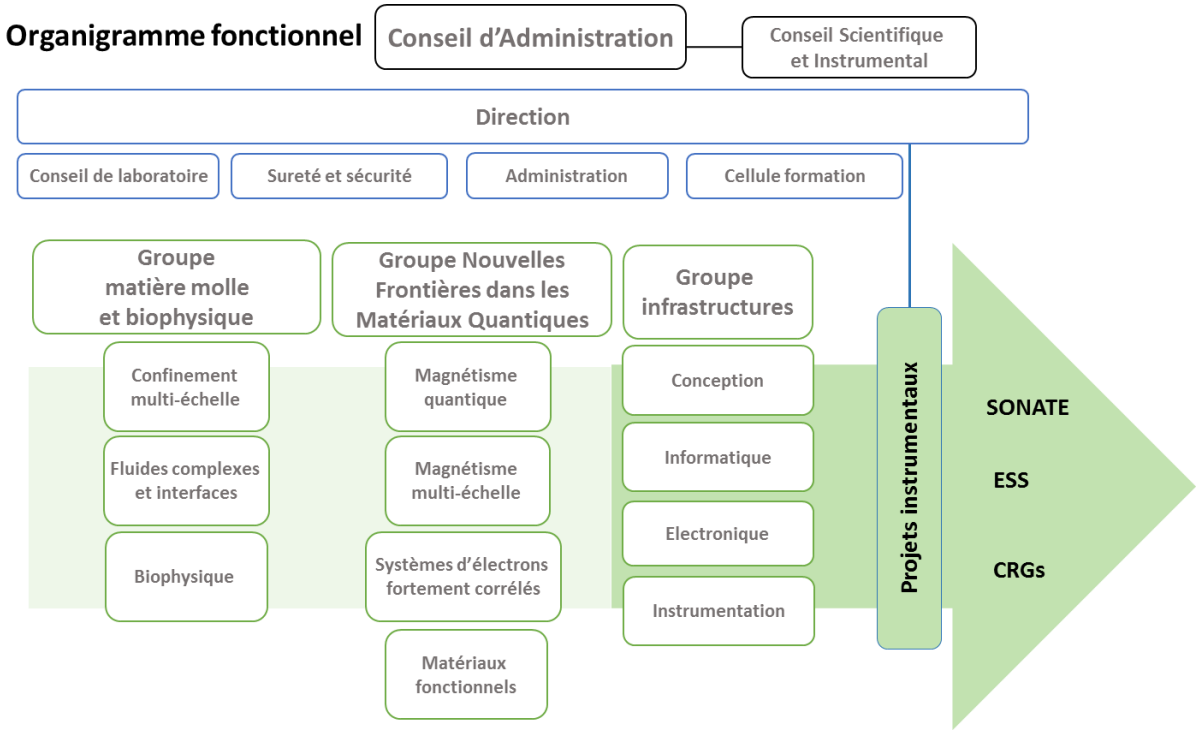
L'analyse SWOT montre les différents points durs liés à cette nouvelle donne.

Du fait de l'arrêt d'Orphée, le point le plus marquant est que la structure de l'UMR qui était organisée pour l'accueil autour des groupes instrumentaux et techniques avec en transverse des axes scientifiques va se transposer. Toute la partie accueil neutrons qui structurait ces groupes va disparaître. En plus de la direction, trois groupes seront créés : deux groupes scientifiques et un groupe infrastructure. L'ensemble des gros projets (ESS, CRGs et SONATE) seront directement liés à la direction. Les instances de conseil (CA et CSI) seront conservées.

Un nouvel organigramme, en lien avec le projet scientifique et les projets instrumentaux, est donc nécessaire.

1- Organigramme

Le laboratoire est structuré en deux groupes thématiques scientifiques, un groupe infrastructure regroupant les équipes techniques transverses et un groupe direction-administration. Il y a 2 groupes thématiques scientifiques : « matière dure » et « matière molle ».



Direction

La Direction de l'unité, via le groupe « **administratif** » a en charge les composantes et missions suivantes : Secrétariat et accueil, gestion administrative, finances, hygiène, sécurité, radioprotection, chargés de mission éventuels, relations avec Orphée. La direction a en charge les projets du LLB et les chefs de projet lui sont directement rattachés. Elle est le garant de la réussite des missions qui lui sont confiées et de la bonne gestion des budgets importants liés aux projets.

Les liens forts avec l'UPSay seront soutenus et si possible améliorés dans le projet 2020. Le projet de réorganisation tend à minimiser les effets délétères sur les étudiants voulant faire une thèse suite à l'arrêt à l'accès neutrons. Ceci rejoint le maintien de la formation aux techniques neutroniques, via des temps spécifiques d'accès aux instruments qui seront délocalisés du LLB (ILL et PSI).

Groupe « infrastructures » (Services communs et développement instrumental)

Le groupe « **infrastructures** » est composé de quatre **équipe**s : Informatique et réseaux, électronique, atelier et environnement-échantillon, conceptions et développement instrumental.

Le groupe « **infrastructures** » est en charge d'assister les autres groupes du laboratoire dans leurs missions. Il participe aux projets scientifiques en fonction des besoins et prend part aux « équipes-projets » d'instruments (ex. ESS, CRG, etc.). Ce groupe est également en charge des phases de conception (en lien avec les scientifiques), de design et de réalisation des instruments de diffusion des neutrons. Les membres du groupe sont amenés à intégrer les « équipes-projets » d'instruments (ex. ESS, CRG, etc.) en fonction des besoins et pour la durée des projets.

Chaque équipe désigne un chef d'équipe en son sein. Les chefs d'équipes et le responsable du groupe infrastructures organisent ensemble la vie collective du groupe et coordonnent ainsi les activités de l'ensemble des équipes.

Le responsable du groupe a pour mission d'assurer le bon fonctionnement des équipes, de coordonner le travail, de contribuer au relai avec la direction et les autres groupes du laboratoire, d'aider au travail collectif en fonctions de besoins et des projets.

Deux groupes scientifique a) « matière molle et biophysique »; b) « Nouvelles Frontières dans les Matériaux Quantiques »

Les **deux groupes scientifiques** sont chargés de la recherche propre, des projets instrumentaux en lien avec le groupe « **infrastructures** », de l'animation scientifique, des collaborations extérieures, du soutien scientifique et technique aux utilisateurs sur les manips, de la formation des étudiants, de l'organisation et de la gestion des conférences et missions, de la gestion des salles de manips spécifiques, des équipements et de l'environnement échantillon.

Les deux groupes comprennent les chercheurs, les enseignant-chercheurs, les techniciens et ingénieurs en charge des instruments scientifiques et l'ensemble des CDD scientifiques (étudiants, post-doctorants, contrats CDD).

Projets instrumentaux

Les projets sont supervisés par la direction du LLB qui peut constituer, en fonction des besoins, un « comité de suivi » d'un projet ou d'un ensemble de projets. Le **comité de suivi** est en charge de coordonner les efforts (ressources, planning, réalisation).

Chaque projet instrumental d'envergure (typiquement un instrument de diffusion de neutrons) est constitué par une **équipe-projet**. Les équipes-projets sont des structures dont la durée est déterminée par la livraison ou la mise en service de l'instrument en question.

2- Pôle Recherche

Descriptif général des équipes (motivations, objectifs)

L'organisation en deux équipes constituant le pôle recherche est motivée par le souci d'obtenir une taille critique pour chacune des équipes et de tenir compte de la diversité des thématiques couvertes. Au sein des équipes, des thématiques de recherche plus spécifiques sont déclinés qui peuvent rassembler des groupes de chercheur plus réduits, chaque chercheur pouvant travailler dans plusieurs thématiques de recherche. L'échelon « équipe » est l'échelon pertinent pour discuter des projets collectifs, de la répartition des finances, et de la stratégie scientifique du laboratoire. C'est à l'échelon des groupes de recherche qu'est développée l'activité scientifique régulière, le suivi des étudiants, des ressources, etc.

Groupe « Nouvelles Frontières dans les Matériaux Quantiques » :

Le magnétisme est un domaine d'intérêt majeur dans nos sociétés d'aujourd'hui. Combiné à l'électronique, il a modifié en profondeur notre vie quotidienne : sous forme de capteurs, d'actionneurs, de dispositifs nomades (téléphones, tablettes, ordinateurs portables), de matériaux aux capacités de stockage accrues dans de nouvelles générations de disques durs, etc... A terme, les ordinateurs ou le calcul quantique révolutionneront peut-être encore nos sociétés. Sur un plan plus fondamental, le magnétisme est un terrain de prédilection pour revisiter, voire aller au-delà des paradigmes de la physique de la matière condensée, la théorie de landau des

transitions de phase, et la théorie des liquides de Fermi. La théorie des transitions de phase est pourtant un concept d'une redoutable efficacité, d'une portée très générale en physique, créant des ponts avec la théorie des champs, la cosmologie, etc. Avec la notion de brisure spontanée de symétrie, la théorie des transitions de phase s'est avéré un outil puissant pour trier, classer et comprendre des modèles complexes. De la même manière, la théorie des liquides de Fermi est une théorie efficace permettant de traiter le rôle des interactions entre fermions. Ce modèle permet de décrire les propriétés de métaux quasiment comme celles d'un gaz d'électrons sans interaction, mais où les vrais électrons sont remplacés par des quasi-particules (électrons habillés par les corrélations). Toutefois, la physique d'aujourd'hui tente d'aller au-delà de ces concepts. De nouvelles questions sont apparues, et avec elles les notions de confinement, les notions d'excitations caractérisées par des nombres quantiques fractionnaires, la notion de transition de phase topologiques. De la même manière, dans certains matériaux, des anomalies sont observées remettant en cause notre compréhension des liquides de Fermi, notamment les nouveaux supraconducteurs ou les systèmes dits « Kondo ». Ces observations mettent en exergue le rôle des interactions coulombiennes entre électrons, que l'on nomme sous le terme général de « corrélations », lesquelles ouvrent la voie vers de nouveaux concepts.

La diffusion des neutrons joue un rôle central dans la compréhension des propriétés magnétiques. Sensible aussi au volume (et non pas seulement aux surfaces), aux moments magnétiques ainsi qu'à leur corrélations statiques et dynamiques, la diffusion des neutrons constitue une sonde expérimentale de premier plan pour étudier le magnétisme et par voie de conséquence, pour explorer cette nouvelle physique. Elle permet, par exemple, de déterminer les structures magnétiques complexes avec une précision inégalée, de caractériser et modéliser les interactions magnétiques grâce à la diffusion inélastique des neutrons, ou de sonder les propriétés magnétiques des systèmes moléculaires et nanométriques. Ces capacités d'investigations sont uniques et constituent un atout majeur de la diffusion des neutrons (l'information magnétique est du même ordre de grandeur que l'information structurale pour les neutrons alors qu'elle est au moins 10.000 fois plus faible pour les rayons X). Les objectifs de l'équipe " Magnétisme, Supraconductivités et Matériaux fonctionnels ", au travers de l'activité de ses groupes de recherche, sont de comprendre les propriétés électroniques et magnétiques de matériaux aux propriétés remarquables ou non conventionnelles, où les effets quantiques jouent un rôle majeur. Parmi ces systèmes, on trouve les nouveaux matériaux supraconducteurs, les matériaux fonctionnels, tels que les multiferroïques, les matériaux géométriquement frustrés, les systèmes chiraux frustrés (dont les phases de Skyrmions), les systèmes d'électrons f à interactions multipolaires, les systèmes magnétiques moléculaires et nanométriques. Ces recherches fondamentales peuvent être le terreau de futures applications dans les domaines du stockage et transport de l'énergie, de stockage et lecture de l'information, la production de champs magnétiques intenses et dispositifs de lévitation, l'élaboration de nouveaux types de capteurs (photosensibles, thermosensibles, magnétosensibles, etc.) et dispositifs médicaux (IRM, hyperthermie magnétique).

L'équipe « Magnétisme, supraconductivités et Matériaux fonctionnels » se positionne dans ce contexte et se propose d'utiliser les techniques de diffusion des neutrons pour participer à l'effort de recherche, fondamentale comme plus appliquée, dans ces domaines. Il s'articule autour de 4 groupes de recherche, « magnétisme multi-échelle », « Magnétisme quantique », « systèmes d'électrons fortement corrélés », et « matériaux fonctionnels ».

Thématique « magnétisme multi-échelle »

> *Mots-clés (thématiques)* : Structure et caractérisation des nouveaux matériaux magnétiques, matériaux hybrides, films minces, nanoparticules, auto-organisation, aimants moléculaires, photo-magnétisme.
>
> *Mots-clés (techniques principales)* : diffraction des neutrons (poudre et monocristaux), imagerie, réflectivité, SANS, diffusion inélastique, caractérisation macroscopique (magnétométrie, chaleur spécifique).

L'équipe « magnétisme multi-échelle » étudie les propriétés structurales et magnétiques d'une série de systèmes allant de la taille atomique et moléculaire jusqu'à l'échelle micrométrique, en passant par l'échelle nanométrique. Outre les questions relatives aux effets de taille, de morphologie et de surface, de composition chimique, l'équipe s'attache à comprendre les relations structure-propriétés magnétiques de certains matériaux « fonctionnalisables ». Les différents outils permettant ces études sont la diffusion de neutrons aux petits angles (avec option polarisation), la réflectivité de neutrons polarisés, la diffraction de poudre, la diffraction des neutrons polarisés [PND], la diffusion inélastique des neutrons, l'imagerie neutronique [radiographie]. En outre, l'aimant WAVE en cours de construction pourra être un outil unique pour les thématiques de l'équipe. WAVE est un aimant vectoriel 3D adapté à la diffraction de neutrons, qui sera dans un premier temps installé sur 6T2 au LLB. L'ensemble constituera une machine à mesurer l'anisotropie magnétique, unique au monde, en permettant de mesurer le paramètre d'ordre antiferromagnétique dans des conditions reproduisant celles des expériences de magnéto-transport. A plus long terme, une version 2.0 de WAVE pourrait aisément être développée en changeant la nature du câble supraconducteur (doublement du champ maximum, et amélioration très sensible de la vitesse de rotation du champ). Ces techniques sont complétées par des outils annexes disponibles au laboratoire (DRX, SAXS, magnétomètre 9T PPMS) et par des mesures de rayonnement synchrotron (XMCD, PEEM, DRX).

L'équipe possède une expérience reconnue de l'étude de plusieurs de ces systèmes magnétiques « multi-échelle ». On peut citer en particulier :

- Les couches minces magnétiques, et plus particulièrement les matériaux antiferromagnétiques pour l'électronique de spin.

- Les nanostructures magnétiques comme les nanofils magnétiques [organisation, morphologie, cartographie magnétique], les nanoparticules magnétiques [oxydes cœur-coquille, moléculaires à propriétés photomagnétiques].

- Les aimants moléculaires et nanoparticules magnétiques qui sont au cœur de nombreuses applications ferrofluides, stockage d'information en densité ultime [TBytes/cm^2], applications biomédicales [transport intracorporel, hyperthermie par résonance RF, photo magnétisme, imagerie].

Collaborations : ITODYS (Univ. Paris-7), LCC, LPCNO et INSA (Toulouse), IPCMS (Strasbourg), SPEC et NIMBE (Saclay), ICMMO (Univ. Paris-Sud), ICPM (Paris)…

Thématique « magnétisme quantique »

Mots-clés (thématiques) : Systèmes magnétiques de dimension réduite et non-conventionnels, frustrations géométrique et magnétique, défauts topologiques (vortex, Skyrmions, monopoles magnétiques), fluides magnétiques (liquides/glaces/verres de spin).

Mots-clés (techniques principales) : diffraction des neutrons (poudre et monocristaux), spin-écho, SANS, diffusion inélastique (3-axes et TOF), caractérisation *macroscopique* (magnétométrie, chaleur spécifique).

L'équipe « Magnétisme quantique » s'inscrit dans cette évolution de la physique, où l'on cherche à comprendre et décrire les transitions de phases entre nouveaux états de la matière, mettant en jeu la topologie, le confinement des excitations, leur fractionalisation, etc. Ceci nous amène par exemple à étudier les propriétés magnétiques microscopiques de matériaux « de basse dimension », un phénomène rencontré lorsque certaines parties de la structure sont suffisamment isolées magnétiquement les unes des autres pour que les effets à une ou deux dimensions se manifestent. C'est le cas des chaînes ou échelles de spin et des composés au magnétisme planaire. Ces composés sont susceptibles d'abriter des défauts topologiques (vortex), voire d'être le siège de transitions quantiques entre phases de Néel conventionnelles et phases de type liquides de spin, liquides de Luttinger, etc.

D'autres matériaux peuvent aussi se révéler de très bons systèmes modèles :

- Il s'agit de composés où les interactions magnétiques sont frustrées, un phénomène qui résulte soit de leur compétition, associée par exemple à un désordre de sites (cas des verres de spin) soit de la connectivité du réseau (les réseaux triangulaire, pyrochlore, Kagomé, ou grenat sont des réseaux « géométriquement » frustrés).

- D'autres systèmes présentant aussi un ordre magnétique bien stabilisé mais complexe, associé à un groupe d'espace non centro-symétrique, peuvent être hôtes de défauts topologiques (Skyrmions) sous l'influence des fluctuations thermiques ou de l'anisotropie de surface. C'est le cas de composés de structures magnétiques hélicoïdales induites par le couplage spin-orbite. Les Skyrmions peuvent s'organiser en réseau sous certaines conditions de température et de champ magnétique

Collaborations : ICMMO (Univ. Paris-Sud), LPS (Univ. Paris-Sud), Université de Lorraine, INPG, CEA-Grenoble, Institut Néel, ILL, Soleil, Univ. Delft (The Netherlands), Inst. Troitsk (Russie)…

***Thématique* « systèmes d'électrons fortement corrélés »**

Mots-clés: Supraconductivité non conventionnelle, états excitoniques exotiques, isolants Kondo, ordres multipolaires, états magnéto-électriques, états de type cristal-liquide électronique.

Techniques principales: diffraction des neutrons (poudre et monocristaux), diffusion inélastique (TAS, TOF, spectromètres hybrides), caractérisation macroscopique (magnétométrie, chaleur spécifique).

Comme expliqué plus haut, la théorie des liquides de Fermi est un des fondements de la physique de la matière condensée. Il s'agit d'un modèle très efficace permettant de traiter le rôle des interactions entre fermions. Ce modèle met en avant la notion de quasi-particule, c'est-à-dire de charge « habillées » par les corrélations. Toutefois, l'étude de différentes classes de matériaux a retenu l'attention des physiciens et physico-chimistes des matériaux : il s'agit typiquement des supraconducteurs non conventionnels et des systèmes d'électrons 4f, deux grandes classes de matériaux où très clairement les corrélations entre électrons sont telles que le concept de liquide de Fermi est mis à mal.

La compréhension de ces « systèmes d'électrons fortement corrélés » constitue donc une problématique centrale en physique de la matière condensée moderne (problèmes à N-corps), susceptible de donner le jour à de nouveaux concepts. Une étude intensive des corrélations magnétiques statiques et dynamiques par diffusion des neutrons (incluant des mesures de polarimétrie) fournit des informations clés pour décrire la nature

microscopique et comprendre les propriétés fondamentales de ces systèmes, voire imaginer des applications qui changeront nos sociétés. Il s'agit là d'une étape nécessaire avant de pouvoir élaborer de nouvelles théories et d'introduire de nouveaux concepts qui permettront de rendre compte de leurs propriétés fascinantes. Deux classes de matériaux retiennent en ce moment l'attention des physiciens et physico-chimistes des matériaux : les supraconducteurs non conventionnels et les systèmes d'électrons 4f :

- Supraconductivité sans phonons, mécanisme microscopique à l'origine des propriétés fascinantes des supraconducteurs dits non-conventionnels.

- Etats fondamentaux exotiques dans les systèmes d'électrons 4f : La théorie des liquides de Fermi est un modèle théorique très efficace permettant de traiter le rôle des interactions entre fermions.

Collaborations **:** Nombreuses collaborations internationales (USA, Japon, Russie, Allemagne, Suisse) // Collaboration nationales : Univ. Paris-Sud (LPS), Saclay (SPEC), Univ. Tours (IUT de blois), etc.

Thématique « matériaux fonctionnels »

Mots-clés (thématiques) : photovoltaïque, thermoélectriques, batteries

Mots-clés (techniques principales) : Diffraction sur poudres, Inélastique (3 axes et temps de vol), AFM, profilométrie, Emissivité infrarouge, caractérisation macroscopique (magnétométrie, chaleur spécifique, polarisation électrique).

L'étude des matériaux fonctionnels vise à identifier et à comprendre des mécanismes physiques en lien avec leur propriété spécifique. Cela couvre à la fois les aspects de structure cristallographique et/ou magnétique afin d'établir des relations structure-propriété et aussi les aspects de dynamique de spin et de réseau afin de mettre en évidence les mécanismes microscopiques en jeu. Ces études se font en forte interaction avec la science des matériaux et la simulation numérique. Actuellement les deux grands thèmes explorés correspondent aux matériaux pour l'énergie et aux matériaux pour le stockage de l'information.

- *Matériaux pour l'énergie* : Les matériaux pour l'énergie couvrent un vaste panel d'application que ce soit pour la production, la conversion ou le stockage de l'énergie. Ces études connaissent une croissance importante exprimée par les besoins en relation avec la transition énergétique. Les thématiques étudiées par diffusion des neutrons concernent : la thermoélectricité, le photovoltaïque, la réfrigération magnétique et l'optimisation des aimants permanents. D'autres aspects concernent la conduction ionique, les composés pour batteries au Lithium et pour le stockage de l'hydrogène. En ce qui concerne le magnétisme, les axes de recherches concernent principalement les matériaux magnétocaloriques et les aimants permanents. De nouvelles approches de réfrigération et de transport de liquides seront étudiées.

- *Matériaux pour le stockage de l'information*

Cette thématique couvre un ensemble de systèmes magnétiques depuis l'objet unique (magnétisme moléculaire) au dispositif (étude des couches magnétiques) et les matériaux multiferroïques.

Groupe « matière molle et biophysique »

La matière molle, la science des matériaux et la biologie partagent le même terrain: le contrôle des interactions de l'ordre de K_BT pouvant entraîner la formation d'architectures complexes présentant des dynamiques, des cinétiques ou des durées de vie spécifiques. Les objectifs de l'équipe "Matière molle, biophysique et nanomatériaux", au travers de ses 4 groupes thématiques, sont de comprendre à la fois i) la structure des entités individuelles (molécules, nanoparticules, polymères, tensioactifs et phospholipides) dont la taille caractéristique se situe typiquement entre 0,1 et 50 nm, ii) les mécanismes sous-jacents de leur auto-assemblage et de leur dynamique qui permettront de contrôler et d'ajuster les propriétés spécifiques des matériaux inertes, fonctionnels ou biologiques aux échelles nanométriques (1-100 nm) et micrométriques.

La spécificité du groupe est la définition, la conception et la production des échantillons parfaitement adaptés aux objectifs scientifiques. La disponibilité des plateformes de caractérisation physico-chimique, complétées par des compétences en chimie et en biologie, sont des atouts clés pour assurer le succès des étapes de préparation des échantillons pour les études par diffusion des neutrons. En général, la stratégie expérimentale est construite sur les avantages offerts par la palette complète de la diffusion des neutrons statique et dynamique et en particulier les techniques associées au marquage isotopique H/D et de variation de contraste. Il est recherché la structure en volume (diffraction, Diffusion aux Petits Angles DNPA, imagerie) ou aux surfaces et interfaces (réflectométrie) ainsi que les mesures de relaxation jusqu'à plusieurs dizaines et centaines de nanosecondes (Temps de vol ou écho de spin). Ces travaux de recherche s'inscrivent au cœur des enjeux sociétaux de demain tels que la conception de nouveaux matériaux la production et le stockage de l'énergie, la santé et l'agroalimentaire.

Thématique « confinement multi-échelle »

Mots-clés (thématiques) : confinement géométrique, liquides simples, polymères et systèmes biomimétiques, propriétés de transports ioniques.

Mots-clés (techniques principales): Temps de vol, rétro-diffusion, RMN, spectroscopie diélectrique, rhéologie, rhéophysique, microfluidique, VPT « particle tracking », biréfringence optique, diffusion aux petits angles, diffraction, réflectivité, imagerie.

Sous confinement nanométrique, les interactions complexes entre la topologie de confinement, la dimensionnalité (3D à 1D) et le rapport surface/volume affecte de manière significative les propriétés physiques des matériaux confinés. Dans le domaine des nouvelles technologies pour l'énergie, on va bénéficier du confinement pour modifier drastiquement le comportement des électrolytes, à avoir la conduction protonique par confinement anisotrope 1D en présence de liquides ioniques. L'équipe confinement multi-échelle s'intéresse donc à la compréhension des phénomènes de transport dans les électrolytes (conductivité protonique, par des alcalins ou des alcalino-terreux), et en particulier les modifications qui peuvent être apportées par l'hétérogénéité locale, l'anisotropie ou les effets de confinement (1D, 2D, 3D). L'équipe confinement multi-échelle s'intéresse également aux polymères en solution et en fondu (transition vitreuse et glissement), aux liquides simples (auto-association et confinement nanométrique), à la conception de matériaux nanoporeux stimulables (nano-valves) et aux phénomènes d'élasticité de cisaillement à basse fréquence dans les polymères fondus ou des liquides simples et sur la relation entre l'écoulement et le temps de relaxation moléculaire. A partir de la synthèse de matériaux nanoporeux hybrides à base d'oxydes métalliques (Alumine), de mésoporeux (MCM41) et de nanotubes de carbone, on va pouvoir étudier les effets de piégeage et de relargage des polluants organiques (antibiotiques, colorants, pesticides), ainsi que le confinement de biomolécules, de solutions aqueuses en présence de sels pour des applications pour le stockage d'hydrogène et la photo-catalyse. Sur des systèmes biomimétiques, on aborde la dynamique de peptides et de protéines en présence d'eau (poudres et solutions aqueuses), la structure de phases membranaires de phospholipides en présence d'ions, avec un intérêt potentiel en pharmacie et thérapie génique ainsi que la structure de l'eau surfondue. Les processus dynamiques sous confinement vont être accessibles par les méthodes de diffusion inélastique des neutrons sur une large gamme de temps caractéristiques (de la ps à quelques centaines de ns). Ces processus sont complétés aux temps plus longs (ms) par des méthodes complémentaires de RMN, de spectroscopie diélectrique et de méthodes de microfluidiques et plus récemment par l'apport de la modélisation moléculaire pour extraire des informations telles que la nature des sphères de coordination et les temps de vie des espèces associées.

Thématique « matière molle »

Mots-clés (thématiques) : Polymères, Colloïdes, Nanocomposites, Nanoparticules, Relations structures-propriétés, systèmes mixtes et associatifs, auto-assemblage.

Mots-clés (techniques principales) : Diffusion aux Petits Angles et Réflectivité (RX et Neutrons), Imagerie, Microscopie électronique, Rhéologie, cuves de Langmuir.

Sur la base de travaux pionniers établis dans les années 70 au LLB, la physique des polymères et plus largement l'étude de systèmes relevant de la matière molle (tensio-actifs, nanoparticules) continue d'être un domaine très actif de l'équipe matière molle au laboratoire. Parmi les différents sujets abordés, des efforts spécifiques ont été consacrés à la compréhension de l'origine des propriétés mécaniques remarquables dans des nanocomposites à base de polymère en élaborant des systèmes modèles à base de nanoparticules greffées obtenues par des méthodes de synthèse et/ou fonctionnalisées afin de varier la dispersion des nanoparticules et in fine, les propriétés optiques (résonnance plasmon), chirales, catalytiques et de renforcement. Ces nanoparticules peuvent s'auto-organiser en volume dans un liquide ou un fondu de polymère ou un élastomère mais également sous forme de films 2D formés et contrôlés par des liaisons covalentes. On étudie également la structure, l'organisation et les propriétés mécaniques de milieux poreux formés par séchage contrôlé de solutions de particules en volume ou sur une surface. D'autres domaines de physico-chimie étudiés concernent le comportement des poly électrolytes, soit dans des solutions pures ou complexées avec des objets de charges opposées (protéines, nanoparticules inorganique), et d'étudier l'impact du chemin de formulation de ces systèmes hors équilibre comme voie d'ajustement des propriétés macroscopiques. Nous étudions également des systèmes multi-composants d'intérêt industriel tels que les mousses alimentaires, des émulsions et fluides pétroliers ou encore de gels de bio-polymères pour les applications en pharmacie dont l'objectif est de relier la structure locale avec les propriétés macroscopiques (viscosité, stabilité…). Une activité importante est développée autour de vésicules à base de copolymères à blocs pour l'encapsulation de principes actifs et le relargage contrôlé et parfois ciblée par l'application d'un stimulus physico-chimique (changement de pH, de température, application d'un champ magnétique pour l'hyperthermie). On s'intéresse spécifiquement à la conformation de polymères en films minces ainsi qu'à la structure de matériaux pour la catalyse. Pour les applications agro-alimentaires, on étudie la dénaturation des protéines, l'impact de la pression, de la température, des sels, du pH ainsi que des mélanges protéines-polyosides aux interfaces liquide-solide (matériaux nano ou mésoporeux) liquide-liquide (émulsion)/ liquide-air (mousse). Une partie de l'activité

s'oriente maintenant vers l'étude de polymères ou copolymères conducteurs et semi-cristallins, ainsi que vers la synthèse de matériaux multifonctionnels à base de charges hybrides, poly-phasiques permettant de combiner plusieurs propriétés macroscopiques telles que la stabilité mécanique et la conduction protonique ou la transparence du matériau. Sur l'ensemble des systèmes abordés par l'équipe matière molle, on bénéficie des possibilités uniques de variation de contraste et de deutération d'un des composants des systèmes de matière molle étudiés mais aussi en diffusion de rayonnement de la complémentarité entre les rayons x et les neutrons pour une gamme de taille caractéristique allant du nm à quelques centaines de nm. Pour certaines études, nous utilisons un nouvel équipement interne de diffusion de rayons x aux petits angles de haute performance, permettant également des mesures par réflectivité et en incidence rasante. Pour des échelles plus grandes (micron), la caractérisation structurale des objets utilise des méthodes complémentaires de microscopie électronique, diffusion de lumière et d'imageries neutronique.

Thématique « Biophysique »

Mots-clés (thématiques) : Encombrement cellulaire et Macromoléculaire, interaction membranaire et nanopores, stabilité et repliement des protéines, agrégation et diffusion. Propriétés thermodynamiques et de transport, assemblages amyloïdes, complexes nucléoprotéïques.

Mots-clés (techniques principales) : Diffusion aux Petits Angles (RX et neutrons), Réflectivité, dichroïsme circulaire, spectroscopie (infra rouge, UV), fluorescence, écho de spin.

Dans les systèmes biologiques, l'intérieur des cellules est un milieu encombré. Cet encombrement peut provenir de la présence de macromolécules inertes ou non vis-à-vis des réactions biologiques (encombrement macromoléculaire) ou de la séquestration physique par des éléments tels que des réseaux de fibres et de membranes (confinement). Par rapport au in vitro, l'encombrement in vivo peut considérablement affecter le comportement des protéines et des acides nucléiques (conformation, stabilité, cinétique de repliement...). L'équipe biophysique s'intéresse à l'influence de l'encombrement de macromolécules sur : i) les conformations des protéines (influence de la pression, de polymère hydrophobes), la stabilité, la réduction de la mobilité et l'implication sur des facteurs physiologiques connexes, la transition bobine-hélice des chaînes polypeptidiques, ii) le repliement et la compaction des acides nucléiques, iii) les interactions entre les membranes cellulaires et diverses molécules (peptides, protéines telles que la dystrophine, ions, gaz), interactions qui sont à l'origine de nombreux processus biologiques (fonction musculaire, réparation des cassures double-brin de l'ADN). Un modèle bactérien est particulièrement étudié, la protéine Hfq qui affecte la dynamique du génome, en ayant des implications directes sur l'efficacité de la machinerie cellulaire (réplication, transcription, traduction). Sont notamment étudiés les interactions de membranes de phospholipides avec des nanopores, des protéines amyloïdes et des complexes contenant des fragments d'AND et des cations divalents (Lipoplexes) pouvant agir comme agent de thérapie génique. La diffraction de neutrons donne également accès à la structure cristallographique des protéines, en particulier lorsqu'elles sont deutérées.

Ces diverses études sont abordées via diverses méthodes de biochimie, de biologie moléculaire et de biophysique, dont les méthodes de diffusion statiques (DXPA et DNPA), de diffusion inélastiques des neutrons (diffusion quasi-élastique incohérente en utilisant la substitution isotopique, scans élastiques), de dynamique moléculaire, de dichroïsme circulaire (conventionnel ou sur synchrotron), de spectroscopie infrarouge, de rhéologie et l'imagerie (fluorescence, microscopie électronique ou microscopie de force atomique). L'étude des membranes est également abordée en surface par réflectivité de neutrons et de rayons X.

3- Pôle Infrastructures LLB

Le groupe « **infrastructures** » sera composé de quatre équipes : Informatique et réseaux, électronique, instrumentation et conception. Le groupe « **infrastructures** » est en charge d'assister les autres groupes du laboratoire dans leurs missions de recherche et de développement. Ce groupe est également en charge des phases de conception (en lien avec les scientifiques), de design et de réalisation des instruments de diffusion des neutrons.

Son rôle est double. Il participe aux développements instrumentaux liés aux programmes scientifiques du LLB en fonction des besoins et prend part dans les projets aux « équipes-projets » d'instruments (ex. ESS, CRG, etc.) en fonction des besoins et pour la durée des projets. Chaque équipe désigne un chef d'équipe en son sein. Les chefs d'équipes et le responsable du groupe infrastructures organisent ensemble la vie collective du groupe et coordonnent ainsi les activités de l'ensemble des équipes. Le responsable du groupe a pour mission d'assurer le bon fonctionnement des équipes, de coordonner le travail, de contribuer au relai avec la direction et les autres groupes du laboratoire, d'aider au travail collectif en fonctions de besoins et des projets.

Soutien à la recherche propre du LLB

Comme précisé dans ce document, le LLB s'est gréé en instrumentation hors neutrons pour permettre aux chercheurs de continuer leur travail même avec un accès moindre aux techniques neutrons. Ces techniques (SAXS, PPMS-Squid, diffraction X, …) nécessitent du personnel pour les faire tourner et les maintenir au meilleur niveau. Le groupe infrastructure participera à ce travail comme il le fait actuellement et jusqu'à fin 2019 sur les appareils de diffusion de neutrons du LLB. Certains agents ont suivi des formations spécifiques pour cela. A moyen terme, lorsque le projet SONATE sera démarré, les équipes seront aussi impliquées pour son fonctionnement et sa maintenance.

Démontage et réhabilitation ou stockage

Entre 2020 et 2023 avant le démantèlement du réacteur Orphée, le LLB a la charge du démontage de l'ensemble de son instrumentation qui est présente au sein d'Orphée (22 spectromètres plus des dizaines d'environnements échantillon). Ces différents matériels seront soit mis aux déchets pour les plus anciens et non réutilisables, soit stockés en attente d'être implanté sur SONATE, soit transférés et réimplantés. Ce travail très important qui doit être fait dans les meilleures conditions pour préserver l'ensemble des investissements faits au LLB depuis plus de 20 ans sera à la charge du groupe Infrastructures.

Transferts d'instruments du LLB

Suite du point précédent, le groupe sera fortement impliqué dans l'ensemble des opérations liées aux transferts d'instrument vers l'ILL dans le cas des CRGs et vers PSI pour PA20. Il aura en charge les missions de démontage avec suivi des opérations et nomenclature des pièces et de l'établissement des plans associés à ces opérations. Suivra le remontage ou montage des instruments sur site en collaboration avec les équipes concernées. Des membres du groupe accueilleront des collaborateurs des autres installations ou iront sur place pour transmettre et recevoir l'ensemble des informations pertinentes. Si l'ensemble des opérations proposées par le LLB sont prises en compte ceci représentera 4 instruments : à l'ILL, FA# SHARP (accepté), GAPS et SAM et PA20 au PSI.

Projet SONATE

Le projet SONATE consiste à refaire à terme une infrastructure de diffusion neutronique pour la France. Il vise à construire une source de neutrons basée sur un accélérateur de protons et l'installation de 10 instruments. Sur la durée du projet toutes les compétences du groupe infrastructure, bureau d'études, électronique, informatique, mécanique, instrumentation seront utilisées pour réussir ce projet.

ANNEXES

Annexe 2 : Équipements, plateformes

Instruments neutrons du LLB/ORPHEE

Powder diffractometers

3T2	"Thermal neutrons" 2-axis (50 detectors) high resolution, mainly for nuclear structure determination.
G4.1	"Cold neutrons" 2-axis (multidetector 800 cells) high flux, mainly for magnetic structure determination.
G4.4	"Cold neutrons" 2-axis (70 detectors) high resolution, for structure determination on polycrystalline samples with large unit cell.
G6.1	"Cold neutrons" 2-axis, flat 2D detector with long wavelength and high flux for long period magnetic systems and liquids (Available with limited support) .

Single crystal diffractometers

5C1 / VIP	"Hot neutrons" 2-axis with lifting arm, polarized neutrons, magnetic field (8 Tesla) for spin-density maps determination
5C2	"Hot neutrons" 4-circle for nuclear structure determination.
6T2	"Thermal neutrons" 2-axis, lifting arm and 4-circles, mainly for magnetic structure determination. 12 Tesla magnetic field available, 2D detector.

Diffuse scattering instruments

7C2	"Hot neutrons" 2-axis (multidetector 640 cells) for local order studies in liquid or amorphous systems. Cryostat and fur-nace available (1.2K to 1300°C). (Available with limited support)

Small-angle scattering instruments

G2.3/PAXY	"Cold neutrons" (X-Y detector, 128x128 cells) for study of large scale structures (10 to 500 Å) in anisotropic systems (polymers under stress, metallurgical samples, vortex in superconductors).
G5.1/PA20	"Cold neutrons" (X-Y detector, 128x128 cells) for study of large scale structures (10 to 500 Å) in anisotropic systems (polymers under stress, metallurgical samples, vortex in superconductors). PA20.
G5bis/TPA	Very Small Angle Neutrons Scattering spectrometer

Diffractometers for material science studies

G4.2	"Cold neutrons" 2-axis for internal strain determination in bulk samples . (Available with limited support)

Reflectometers

G6.2 / HERMES	"Cold neutrons" reflectometer operating in time-of-flight mode for multipurpose surface studies.
G2.4 / PRISM	"Cold neutrons" reflectometer with polarized neutrons and polarization analysis for the study of magnetic layers.

Triple-axis instruments

1T	"Thermal neutrons" high-flux 3-axis instrument with focussing monochromator and analyser, mainly devoted to phonon dispersion curves measurements. High pressure cells (100 Kbar) available. CRG Instrument operated in collaboration with the KIT Karlsruhe
2T	"Thermal neutrons" high-flux spectrometer with focussing monochromator and analyser, mainly devoted to spin-waves and magnetic excitations studies (1.5 to 80 meV).

4F1 4F2 "Cold neutrons" high flux 3-axis instruments with double monochromator and analyzer, mainly devoted to the study of low-energy (15μeV to 4meV) magnetic excitations. Polarized neutrons and polarization analysis option available.

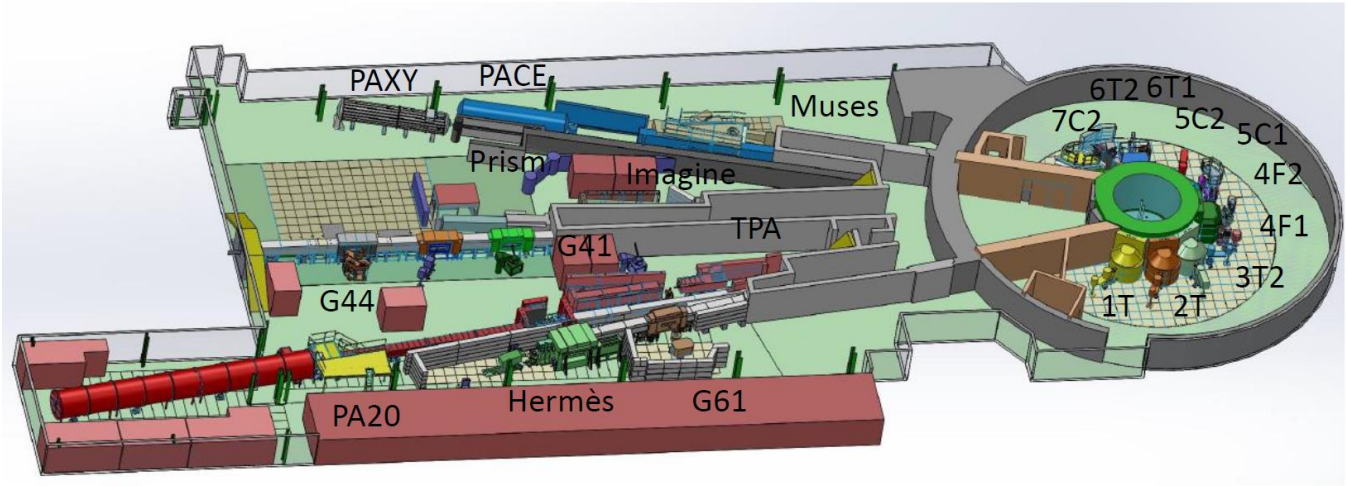
G4.3 "Cold neutrons" high resolution and low background 3-axis instrument. (Available with limited support)

Quasi-elastic instruments

G1bis "Cold neutrons", high resolution and high flux spin-echo instrument. It can study, in a large Q range, slow dynamics of large molecules in biology or long relaxation times like in glassy transition (Fourier times ~ 20ns)

Imaging

G3bis IMAGINE: Imaging station mainly dedicated to soft matter.



PLATEFORMES ET EQUIPEMENTS HORS NEUTRONS

Le « SAXS » Xeuss du LLB

En 2017, le laboratoire a fait l'acquisition d'un équipement permettant d'effectuer des mesures de diffusion de rayons X aux petits angles (SAXS), en incidence rasante (GISAXS) et des mesures de réflectivité. Cet équipement est utilisé pour des études structurales de grandes échelles (1-100nm) en volume et aux interfaces dans divers domaines scientifiques, matière molle, nanomatériaux [37], biophysique…

Les mesures effectuées sur cet équipement sont par nature complémentaires de celles effectuées en diffusion de neutrons par le LLB. L'appareil, un Xeuss HR 2.0 (voir photo ci-après) de la société XENOCS, est associé à la nouvelle plateforme SWAXSLab du DRF/IRAMIS/NIMBE. Ses caractéristiques principales sont :

- Une source GeniX3D au cuivre équipée d'une optique focalisante à simple réflexion FOX3D produisant un faisceau intense (flux >107 MPh/s) de faible divergence (<0.4 mrad)
- Un collimateur composé de deux systèmes de fentes anti-diffusantes de géométrie continument variable. Pour une collimation de 1.2mm*1.2mm / 0.8mm*0.8mm, le flux est 39.6 MPh/s.
- Un détecteur PILATUS3 1M de surface active de 168.7mm x 179.4mm avec des « pixels » de 172*172µm^2
- La distance échantillon détecteur peut être changée, 20cm, 80cm, 130cm et 250cm.

Cet équipement donne accès à une très large gamme de vecteur de diffusion de 2.2 10-3 Å^{-1} à 3Å^{-1}.

[37] Covalently bonded multimers of Au25(SBut)18 as a conjugated system , A. Sels, G. Salassa, F. Cousin, L. Lee and T. Bürgi, DOI: 10.1039/C8NR01902A *Nanoscale*, 2018

Le PPMS « Quantum Design » du LLB

Le Laboratoire Léon Brillouin s'est équipé en 2018 d'un **magnétomètre multi-fonctions** allant jusqu'à 9 Tesla et ayant une gamme de température générique de 1.8K à 300K.

Cet équipement est installé dans les locaux du LLB depuis le printemps 2018 et sera mis en service en septembre 2018. La complémentarité de cet équipement avec les équipements déjà existant sur le plateau de Saclay est importante. Le PPMS Dynacool (« cryo-free ») permet d'effectuer des mesures d'aimantation DC/AC, de transport électrique et de chaleur spécifique de grande sensibilité sous champ magnétique.

En particulier, il est possible de :

- D'atteindre un **champ magnétique minimum de ±9T** produit par une bobine supraconductrice sans fluide cryogénique.
- D'effectuer des **mesures d'aimantation DC et AC** (fréquences typiques entre 10 Hz et 10 kHz) entre 1.8 K à 400 K sous champ magnétique.
- D'effectuer des mesures de **chaleur spécifique** entre 1.9 K et 400 K sous champ magnétique.
- D'effectuer des mesure de **résistivité électrique DC** entre 1.9 K et 400 K sous champ magnétique.

Le PPMS est de plus pourvu des options suivantes :

1. « **cellules haute pression** » pour VSM (max 1.3GPa) et transport éléectriue (max 2.7GPa)
2. « **haute température** » pour le VSM (max 1000K)
3. Inserts fibres optiques pour le photomagnétisme

La grande modularité de cet équipement permet d'envisager rapidement d'enrichir les options possibles, en particulier les dispositifs permettant d'atteindre les très basses températures (dilution ou «3He).

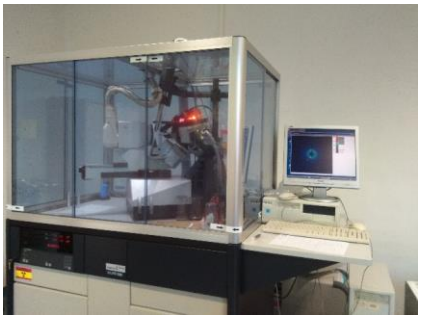
PPMS® DynaCool™
System specifications

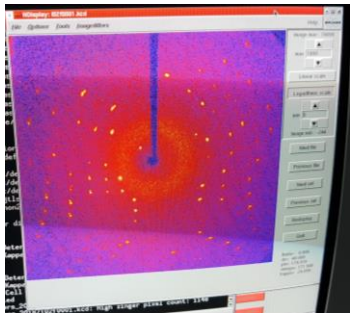
Temperature control	
Range	1.85 to 400 K at 50 Hz (continuous low temperature control and temperature sweep modes)
Stability	±0.1 % for T <20 K (typical) ±0.02 % for T >20 K (typical)
Sample cool down time	300 to 1.9 K (stable) in 40 minutes (typical)
System startup time	9 T: 16 hours (typical); 14 T: 40 hours (typical)
Magnet	
Range and orientation	Longitudinal: ±9 T, ±12 T, ±14 T
Control modes	Driven mode: linear, oscillating, no overshoot
Sweep rate over entire field range	9T: 200 Oe/s (typ.); min rate 0.1 Oe/s 14T: 40 - 120 Oe/s (typ.); min rate 0.2 Oe/s
Minimum time to full field	9 T: less than 8 min (typical) 14 T: less than 40 min (typical)
Field uniformity	9 T: ±0.01 % over 3 cm on axis 14 T: ±0.1 % over 5.5 cm on axis Magnet center located 4 cm above puck surface
Power supply	9T: 60 A; 14T: 120 A
Resolution	9 T: 0.016 mT; 14 T: 0.022 mT
Sample chamber	
Thermometers	3 (block neck, high neck)
Electric wires	12
Sample space size	Clear bore 2.5 cm (1 inch) diameter

Diffractomètre Rayons X (Bât. 637 – Pièce 13B)

Le diffractomètre « 4-cercles » Nonius Kappa CCD est un équipement versatile disposant d'un détecteur bidimensionnel, d'un système de température (80K-600K) et d'une suite « ouverte » de logiciels d'analyse des images. Il peut répondre aux besoins de plusieurs équipes du LLB:

- Etudes de cristallographie structurale sur de petites molécules
- Mensure de densité électronique
- Mesure de la diffusion diffuse
- Mesures sur des couches minces épitaxiées (WAXS uniquement)
- Etudes de cristaux liquides et structures nématiques (WAXS 2D)
- Mesures sur des liquides libres et confinés (WAXS 2D)





Caractéristiques techniques et applications

	Bruker Kappa
Type goniomètre	4-cercles
Type détecteur	CCD
Type générateur	Refroidi eau (circuit fermé)
Type logiciel	licence site - logiciels libres dispo.
Cryostat N2	Oxford Cryostream 80K-600K
Mesures sur poudres/liquides	OUI (non optimal // résolution/flux)
Mesures sur monocristaux	OUI
Mesures sur couches minces	OUI (pas d'incidence rasante)

Le programme d'analyse des données permet d'extraire les intensités intégrées de diagrammes 2D de poudres ou de liquides quelle que soit la position du détecteur et donc d'obtenir des mesures WAXS complètes. Le format d'image est ouvert (ce qui est important pour l'application en diffusion diffuse) et des programmes non propriétaires ont déjà été développés pour traiter des données n'ayant pas été collectées sur monocristal ou de façon standard (extraction des diffractogrammes de poudre, analyse de figures de pôles, …).

Plateformes LLB de physico-chimie et de biologie

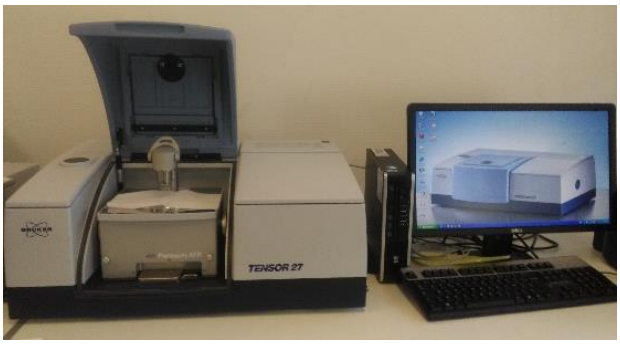
Le LLB comprend des laboratoires de biologie moléculaire et de biochimie mais aussi quatre laboratoires de chimie et de physico-chimie, pour la synthèse, la préparation et les caractérisations des matériaux et un laboratoire de chimie pour l'accueil des expérimentateurs au sein de la TGIR. Ces laboratoires sont équipés de plusieurs instruments de caractérisation brièvement décrits ci-dessous.

Analyse thermique

Calorimètres différentielle à balayage, DSC Q100 TA Instruments, -90°C à +550°C et -180°C à +550°C, mesure en modulée.

Analyse thermogravimétrique Q50 tamb à +950°C TA Instruments

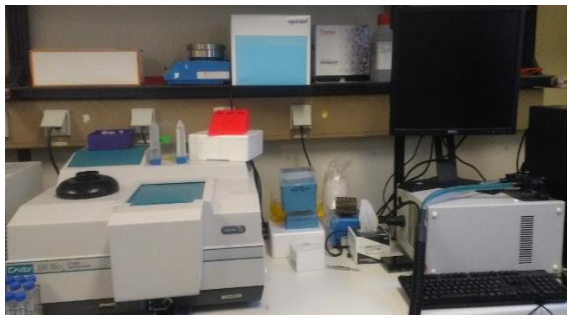
Spectroscopie(s)



IRTF Bruker Tensor 27 avec ATR pointe de diamant, et cryostat -190°C à +250°C-

Fluorescence Cary Eclipse VARIAN avec cryostat

Dichroïsme circulaire (163 à 1150nm)



UV-Visible avec cryostat Cary 100 Bio et sans cryostat Cary 100 Scan

Spectroscopie Diélectrique

Rhéologie

Rhéomètre ARES-II TA Instruments. Equipé d'un four à air pulsé.

Rhéomètre MCR 302 Anton Paar

Systèmes de mesure de température en immersion en hydrodynamique ou statique, couplage sonde caméras thermiques.

Microscope Olympus BX60, avec ses objectifs de grossissement et longueurs focales variés. Possibilité de travailler en réflexion et en transmission avec option lumière blanche, polarisée ou monochromatique.

Platine de cisaillement optique LinKam adaptée pour l'observation microscopique de fluides sous cisaillement continu, oscillant.

Autres appareils de caractérisations

Analyse texturale : Adsorption-désorption de gaz et vapeurs d'eau ASAP2020 Micromeritics

Diffusion Dynamique de la Lumière (DLS)

Chromatographie liquide de purification de protéines FPLC, AKTA GE Healthcare et chambre froide.

Appareil de traction

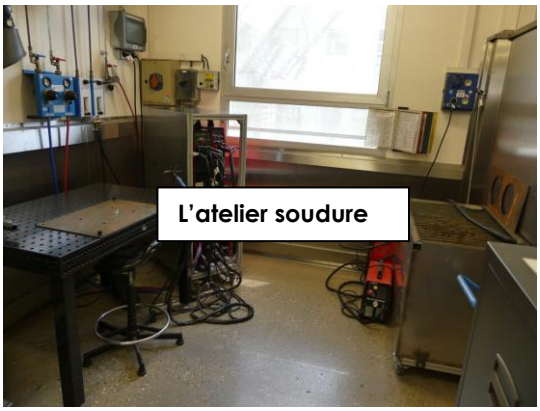
Appareils de préparation d'échantillons

- Spin coater 150i fabrication de film mince diam 5mm à 150mm
- Evaporateur de film Q150T S
- 3 centrifugeuses dont 1 pour tubes Eppendorf
- Système d'eau distillée et eau ultra pure
- Presse hydraulique 15T
- Four à température ambiante jusqu'à 1100°C
- 3 étuves, 1 boite à gants, 1 autoclave, 1 incubateur, 2 sonicateurs, 1 lave-vaisselle.

L'atelier mécanique du LLB

Pour l'usinage des pièces nous possédons les machines suivantes :

- une fraiseuse de la marque Vernier
- un tour Harrison
- un tour Colchester
- deux perceuses Cincinnati
- une perceuse fraiseuse Cincinnati

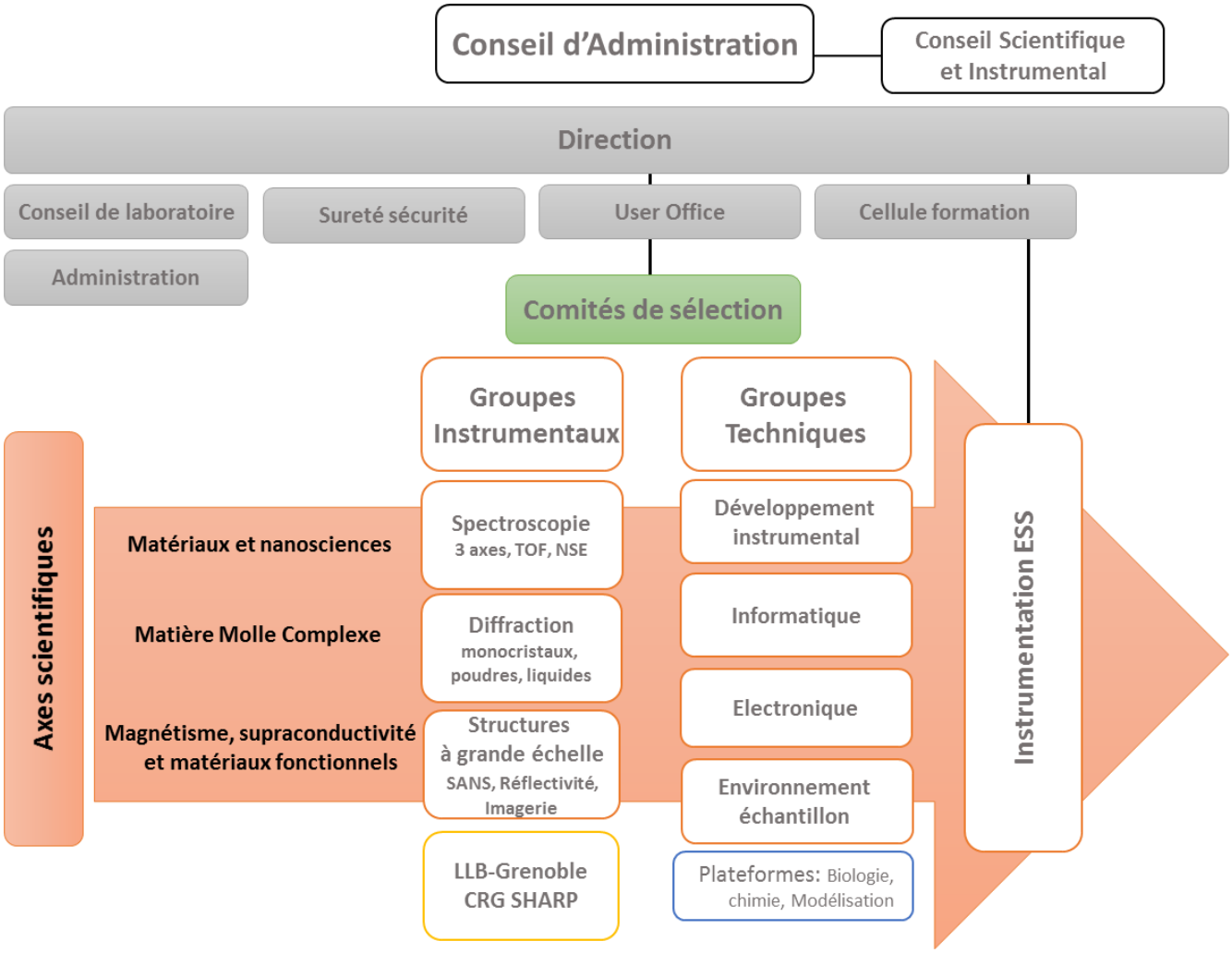


Pour la soudure et la brasure nous possédons :

- un poste de soudage TIG de la marque Castolin
- un poste de soudage plasma Castolin
- un poste de soudage MIG/MAG Castolin
- un poste de coupage plasma Castolin
- une installation fixe de brasage

Pour la préparation des échantillons sous atmosphère inerte (hélium) nous possédons une boîte à gants:

Annexe 3 : Organigramme fonctionnel 2014-2018



Annexe 4 : Instruments pour ESS

Une nouvelle source Européenne de neutrons (ESS – European Spallation Source) est en cours de construction à Lund en Suède, juste en face de la ville de Copenhague. Elle est réalisée par un consortium réunissant 15 pays européens. Contrairement à la plupart des sources Européennes actuelles qui utilisent des réacteurs pour la production de neutrons (à l'exception de ISIS et du PSI), elle va utiliser le principe de la spallation. Il consiste à bombarder une cible constituée de métaux lourds avec un faisceau de protons à très hautes énergies. L'ESS possèdera l'accélérateur linéaire de protons le plus puissant au monde, principalement composé de cavités supraconductrices, qui accélèrera des protons jusqu'à une énergie de 2 Gev. La cible sera composée d'une roue en tungstène de 2 m de diamètre. L'interaction des protons avec la cible libère une très grande quantité de neutrons, qui après avoir perdus leurs énergies dans les modérateurs (eau et hydrogène liquide) couvrirons la gamme de longueurs d'ondes nécessaire à l'étude de la matière (chauds, thermiques et froids). La fréquence de la source sera de 14 Hz et la longueur des pulses de 2.86 msec, beaucoup plus important que ceux des autres sources actuelles (environ 100 sec), c'est pourquoi elle est qualifiée de source à spallation à pulses longs. Du fait de l'allongement du pulse, l'ESS nécessite le développement d'une instrumentation neutronique totalement novatrice, ce qui devrait à terme permettre un gain en brillance des appareils de plusieurs ordres de grandeur par rapport à ceux existants.

Les instruments sont construits par les différents partenaires de l'ESS par le biais de contributions « in-kind ». Les 15 premiers appareils ont été sélectionnés en 2014 et 2015. La France, par le biais du Laboratoire Léon Brillouin, participe à la construction de 5 d'entre eux, pour un montant de 35 M€ :

- 3 diffractomètres ; SKADI (diffractomètre aux petits angles), MAGIC (diffractomètre pour monocristaux à neutrons polarisés) et DREAM (diffractomètre de poudres).
- 2 spectromètres ; CSPEC (spectromètre à neutrons froids à géométrie directe) et BIFROST (spectromètre à neutrons froids à géométrie indirecte).

Ce montant englobe également une participation au développement et à la construction de différents environnements échantillons qui seront nécessaires à l'ESS.

Ces 5 instruments sont tous construits en collaboration avec d'autres laboratoires européens, allemands, suisses, danois, norvégiens et hongrois. Ils entreront en phase de test lorsque les premiers protons bombarderont la cible et que les premiers neutrons seront produits, date qui est actuellement prévue pour la mi-2022. Après cette phase, ils seront progressivement ouverts aux utilisateurs, probablement à partir de 2024.

Le recours systématique aux techniques de temps de vols, inhérent aux sources pulsées par rapport à celles continues, va obliger les utilisateurs de procéder à un changement de paradigme dans la préparation et la réalisation des expériences ainsi que dans le traitement et l'analyse des données. Aux expériences souvent réalisées sur un mode monochromatique seront substituées des expériences polychromatiques, qui entraineront une accumulation massive de données et nécessitent le développement de nouveaux outils d'analyse. Un spectromètre pourra produire jusqu'à 30 megabytes de données par seconde soit de l'ordre de plusieurs terabytes par jour. Les programmes d'analyse devront donc pouvoir charger, visualiser, manipuler, traiter et analyser correctement ces immenses quantités de données et surtout savoir en extraire l'information pertinente.

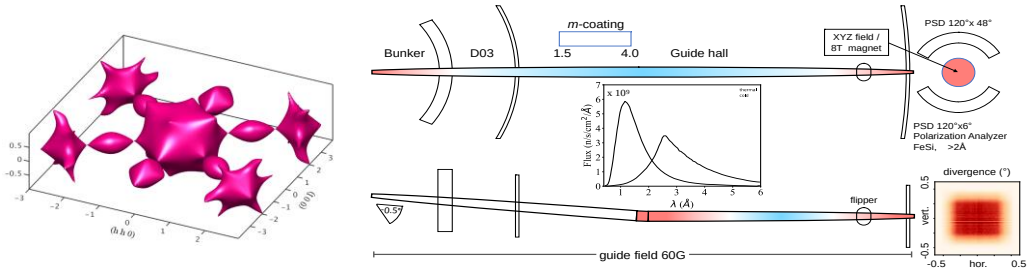
Avec la grande brillance attendue des instruments par rapport à ceux existants des pans entiers de nouveaux domaines scientifiques vont pouvoir se développer qui n'étaient actuellement pas possibles à cause de la limitation du flux de neutrons. Bien sûr, des mesures vont devenir possibles sur des beaucoup plus petites quantités d'échantillons ou de très faibles concentrations telle que c'est par exemple le cas, dans le domaine de la biologie ou de la biophysique, mais également sur des monocristaux de très petites tailles ou dans le domaine des très hautes pressions qui offrent des volumes très restreints. Il va devenir possible de mesurer des phénomènes dépendent du temps ou des systèmes en fonctionnement, d'étudier des systèmes sous excitations comme le cycle d'une protéine sous irradiation laser, ou des électrolytes de batteries soumis à un champ électrique pulsé.

MAGiC : un diffractomètre mono-cristaux de neutrons polarisés pour l'étude des propriétés magnétiques à l'ESS

MAGiC est un diffractomètre de neutrons polarisés, en temps de vol, dédié à l'étude des propriétés magnétiques dans les monocristaux. Sélectionné par le SAC (Scientific Advisory Committee) en 2015, il fait partie des huit premiers instruments construits et sera ouvert aux utilisateurs en 2024. Il est construit conjointement par le Laboratoire Léon Brillouin (~60%), le Jülich Center for Neutron Scattering (JCNS, Allemagne, ~23%) et le Paul Scherrer Institute (PSI, Suisse, ~17%) au travers de contributions in-kind pour un total de 13.1 M€. L'intérêt de la communauté scientifique se porte sur les compétitions entre multiples interactions ; en particulier le rôle du couplage spin-orbite dans la stabilisation de structures magnétiques complexes et l'apparition de nouvelles propriétés magnétiques dans les solides. C'est le cas par exemple des iridates, des arrangements de spin de type skyrmions, du couplage supraconductivité/magnétisme dans les pnictides et cuprates, des matériaux multifonctionnels tels les ferroélectriques induits ainsi que des systèmes frustrés présentant de fortes corrélations magnétiques ou des états fondamentaux liquides de spins quantiques. Certains de ces matériaux ne peuvent pas être étudiés aujourd'hui par manque de monocristaux de taille suffisante et/ou par la faiblesse des contributions magnétiques. Pour repousser les limites actuelles, MAGiC offrira aux utilisateurs un faisceau intense de neutrons polarisés (X, Y, Z) dans la gamme de longueur d'onde 0.6 – 6 Å. Deux modes de fonctionnement seront possibles. Le premier, semi polarisé, combinera un aimant 8T à large ouverture verticale avec un détecteur 60°x48° et permettra la résolution de structures et des densités de spin. Le second offrira l'analyse de polarisation sur un détecteur de 120°x6°, idéal pour extraire les faibles contributions magnétiques au spectre de diffraction (diffusion diffuse et spin 1/2). Enfin, le flux intense ouvrira la voie à l'étude d'échantillons micrométriques et de couches minces de façon routinière.

Caractéristiques

Gamme de longueur d'onde	0.6-6 Å (bi-spectral)
Bande passante	1.7 Å
Domaine en Q	0.1-20 $Å^{-1}$
Résolution spatiale	ΔQ/Q=2-10%
Distance modérateur-échantillon Couverture angulaire semi polarisé Couverture angulaire analyse de polarisation Flux estimé	157 m 60°×48° 120°×6° 4.10^9 n/s/cm^2



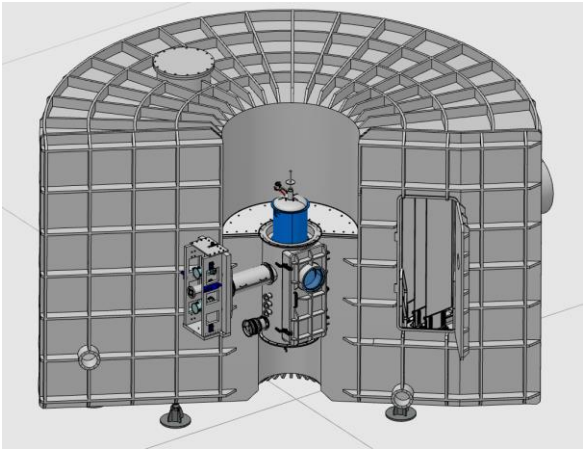
Gauche : simulation de la diffusion magnétique 3D de la glace de spin $Ho_2Ti_2O_7$. Droite : schéma de principe de l'instrument. Le champ de guide permet de transporter la polarisation du modérateur à l'échantillon.

Equipe Française	Equipe Suisse
Xavier Fabrèges (CNRS) : scientifique principal Sergey Klimko (CEA) : ingénieur principal Thibault Dupont (CDD CNRS) : projeteur-dessinateur Thomas Robillard (CEA) : technicien Arsen Goukassov (CEA) : scientifique	Uwe Filges : ingénieur Christine Klauser : ingénieur **Equipe Allemande** Werner Schweika : scientifique Peter Harbott : ingénieur

Budget : 13.1 M€, ouverture prévue aux utilisateurs 2024.

CSPEC : un spectromètre à temps de vol à neutrons froid pour l'ESS

CSPEC est un spectromètre à temps-de-vol de neutrons froids qui a été sélectionné parmi les huit premiers instruments prévus à l'ESS. Il est construit conjointement par le Laboratoire Léon Brillouin et la Technische Universität München qui participent à son financement à hauteur de 50% chacun (contributions in-kind française et allemande). Il est conçu pour travailler avec une gamme de longueur d'onde de 2 à 20 Å et des résolutions en énergies de 5 μeV à quelques meV. C'est un spectromètre à géométrie directe car des pulses monochromatiques sont préparés dans le spectromètre primaire à l'aide d'un système de choppers et l'analyse en énergie du faisceau diffusé se fait par la mesure du temps de vol dans le spectromètre secondaire. Grace à la structure spécifique de l'ESS, CSPEC devrait posséder la plus grande brillance de tous les spectromètres de sa catégorie (neutrons froids) dans le monde, il va en effet pourvoir travailler en mode multi-longueur d'onde, et non avec un seul pulse monochromatique comme c'est actuellement le cas pour ses concurrents. Il sera ainsi possible d'accumuler la diffusion inélastique avec une bande passante en longueur d'onde incidente de 1.7 Å. Cette haute performance devrait lui permettre de traiter de nouveaux problèmes scientifiques dans les domaines, entres autres, du magnétisme, de la physique du solide, de la matière molle ou de la biophysique. CSPEC est en particulier optimisé pour l'étude des phénomènes dépendant du temps ou fonctionnant dans des conditions réelles.



Base de temps de vol et environnement échantillon de CSPEC.

Caractéristiques

Gamme de longueur d'onde	2-20 Å
Bande passante	1.7 Å
Gamme d'énergie	0.005-20 meV
Résolution en énergie	ΔE/E=1-6%
Résolution spatiale	ΔQ/Q=2%
Distance modérateur-échantillon Distance échantillon-détecteur Couverture angulaire Hauteur des détecteurs Flux estimé Guide	160 m 3.5 m -30°-140° 3.5 m 9.10^7 n/s avec DE/E=3% à 3Å Double « S-shape », vertical et horizontal

Equipe Française	Equipe Allemande
Joseph Guyon le Bouffy (CDD CEA) : ingénieur principal Grégoire Fabrèges, (CDD CNRS) : projeteur-dessinateur Stéphane Longeville (CEA) : scientifique	Pascale Deen : scientifique principale Luis Loiza : ingénieur Wiebke Lohstroh : scientifique

Budget : 16.5 M€, ouverture prévue aux utilisateurs fin 2024.

DREAM : un diffractomètre à temps de vol versatile pour l'ESS

DREAM, diffractomètre temps-de-vol bispectral non polarisé, est prévu parmi les quatre premiers instruments à l'ESS. Il est construit conjointement par le Laboratoire Léon Brillouin et le Centre de recherches de Jülich, qui participent à son financement à hauteur de 24% et 76% respectivement (contributions *in-kind* française et allemande). Dans son utilisation, DREAM sera principalement un diffractomètre de poudre polyvalent à la fois au service de la science fondamentale mais aussi de thématiques plus appliquées en Physique, Chimie et Science des Matériaux. Il sera idéal pour étudier les systèmes magnétiques en mettant l'accent sur les composés présentant de faibles moments magnétiques et des phénomènes d'ordre orbital et de charge. Grâce au flux intense de neutrons thermiques et froids délivré par ESS, il offrira des perspectives incomparables en diffraction de poudre à haute résolution et/ou résolue en temps pour réaliser des études cristallographiques de composés comportant des éléments légers (Li, Na, H ...) et examiner leur comportement *in situ* ou *operando*. Il permettra ainsi des études résolues en temps (résolution □t~ 10ms) ou plus généralement paramétriques sur des matériaux aussi divers que des batteries en charge et décharge, des composés de stockage d'hydrogène, ou des MOFs... DREAM permettra également d'effectuer des expériences de diffraction neutronique sur de très petits échantillons, de l'ordre de 1mm^3 (mesures dans des cellules de pression, par exemple). Offrant à termes des options de SANS et de pdf, DREAM donnera également accès à la structure des nano-objets et de composés core-shell grâce à sa très grande gamme de résolution (0,01Å^{-1} < Q < 25Å^{-1}). Finalement, grâce à sa grande surface de détection, DREAM complètera son panorama scientifique en permettant des études de diffraction sur monocristal (TOF Laue) et de diffusion diffuse. DREAM abordera des cas scientifiques allant des supraconducteurs et des systèmes multiferroïques aux systèmes de stockage d'énergie, pour n'en citer que quelques-uns.

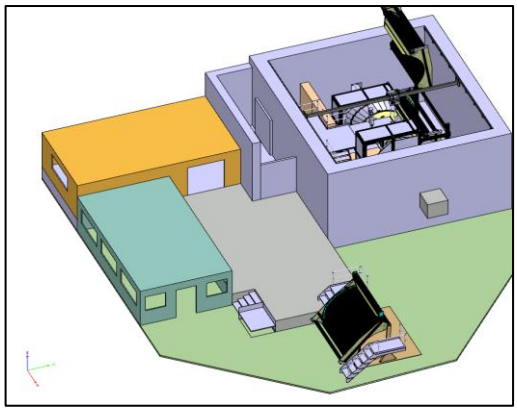


Schéma de l'aire expérimentale de DREAM

Caractéristiques

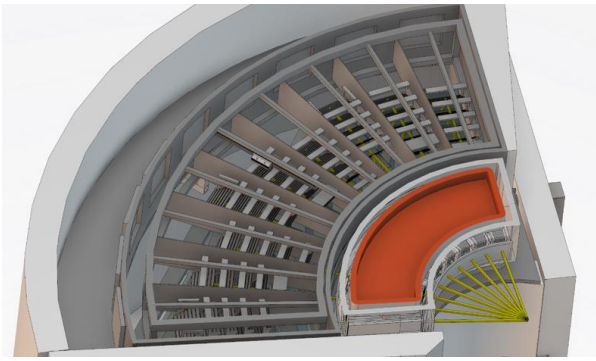
Gamme de longueur d'onde	0.5-4.3 Å
Bande passante	3.5 Å
Domaine en Q	0.01-25 Å^{-1}
Résolution (backscattering)	Δd=0.0003 Å
Distance modérateur-échantillon	77 m
Distance échantillon-détecteur	3.5 m
Couverture angulaire	5.12 st (configuration finale)
Taille maximale du faisceau	1×1 cm^2
Flux estimé	4.10^9 n/s/cm^2

Equipe Française	Equipe Allemande
Florence Porcher (CEA) : Scientifique Burkhard Annighöfer (CEA) : Ingénieur Sylvain Désert (CEA) : Ingénieur Grégoire Fabrèges, (CDD CNRS) : projeteur-dessinateur	Mikhaïl Feygenson : Scientifique principal Peter Harbot : Ingénieur principal Werner Schweika : Scientifique Andreas Poqué : ingénieur

Budget : 13.7 M€, ouverture prévue aux utilisateurs début 2024.

BIFROST : un spectromètre à géométrie indirecte pour l'ESS

BIFROST est le spectromètre à géométrie indirecte prévu parmi les huit premiers instruments prévus à l'ESS. Il est construit au travers d'une collaboration internationale large joignant cinq pays différents (Danemark (25%), PSI Suisse (28%), IFE Norvège (24%), LLB France (22%), Hongrie (1%)) et piloté par L'université Technique de Copenhague (Danemark). BIFROST utilise la technique de temps de vol pour déterminer l'énergie incidente avec un faisceau blanc de neutrons arrivant sur l'échantillon couvrant une bande de 1.7 Å en longueur d'onde à chaque pulse d'ESS avec un flux incident pouvant atteindre 10^{10} n/cm^2/s. C'est un instrument à géométrie indirecte car l'énergie finale est déterminée par un ensemble d'analyseur dans le plan horizontal diffusant dans la direction verticale. C'est équivalent de 45 spectromètres trois-axes différents fonctionnant de manière simultanée, correspondant à 9 tranches de 10° chacune. Dans chaque tranche, cinq énergies finales sont analysées et chaque analyseur est associé à une triplette de détecteurs à ^{3}He d'une trentaine de cm de long chacun. Cet instrument va ainsi dépasser en capacité tous les instruments concurrents d'au moins deux ordres de grandeur. Il va permettre de traiter de nouveaux problèmes scientifiques dans les domaines de la physique du solide et en particulier du magnétisme et de la supraconductivité mais aussi de la biophysique. Il sera possible de mesurer des excitations dans une gamme d'énergies de 10 µeV à 40 meV sur des échantillons plus petits que le mm^3. BIFROST sera aussi très adapté à des mesures en conditions extrêmes (fort champ magnétique, hautes pressions, …) du fait de son ouverture angulaire verticale de seulement 2° et de son très haut flux dans le plan horizontal. Le LLB est impliqué dans son financement à hauteur de 22%, principalement sur deux postes distincts, les détecteurs et les sélecteurs de vitesses qui définissent la résolution temporelle de l'instrument.



Caractéristiques

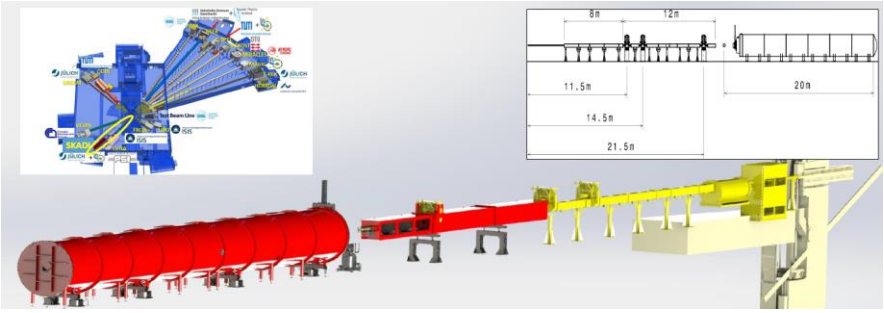
Gamme de longueur d'onde	1.5 - 10 Å
Gamme d'énergie	0.01-40 meV
Résolution en énergie	ΔE/E=1-6%
Résolution spatiale	ΔQ/Q=2%
Distance modérateur-échantillon	160 m
Energie finale des analyseurs	5 Ef (=5, 4.4, 3.8, 3.2 et 2.7 meV) 3 détecteurs à ^{3}He par Ef
Couverture angulaire	90° pouvant se déplacer de 0 à 130°
Nombre d'analyseurs	45 : 5 Ef×9 tranches de 10° chacune ➔135 détecteurs à ^{3}He
Flux estimé sur l'échantillon	Pouvant atteindre 10^{10} n/cm^2/s
Guide/Choppers	Guide avec un « kink » horizontal / 4 choppers

Equipe Danoise	**Equipe Suisse**
Rasmus Toft-Petersen (responsable scientifique) Liam Whitelegg (responsable ingénieur) Niels Bech-Christensen (scientifique) Kim Lefmann(scientifique)	Christof Niedermayer (scientifique) Christian Ruegg (scientifique) Henrik Ronnow (scientifique)
Equipe Norvégienne	**Equipe Française**
Bjorn Christian Hauback (scientifique) Rodion Kolevatov (ingénieur)	Philippe Bourges (CEA) : Scientifique Yvan Sidis (CNRS) : Scientifique Sylvain Rodrigues (CEA) : Ingénieur Pascal Lavie (CEA) : Ingénieur

Budget : 13.45 M€, ouverture prévue aux utilisateurs fin 2024.

SKADI : Instrument Petits Angles à temps de vol pour l'ESS

SKADI est un instrument de type petits angles en temps-de-vol de 60 m de long dont la livraison est prévue à l'ESS en 2024. Il est construit conjointement par le Laboratoire Léon Brillouin et le Forschungzentrum Jülich qui participent à son financement à hauteur de 50% chacun (contributions in-kind française et allemande). SKADI est un instrument multi fonctionnel conçu pour l'investigation de la matière molle, pour la recherche biologique et médicale, les matériaux magnétiques et les matériaux pour le stockage de l'énergie, les nanomatériaux et nano composites ainsi que les systèmes colloïdaux. Pour répondre à ces besoins, SKADI est conçu pour fournir une grande flexibilité au niveau de l'échantillon avec une aire disponible de 3x3m^2 comprenant des environnements échantillons variés, la possibilité de polariser le faisceau pour les échantillons magnétiques, une bonne résolution en longueur d'onde puisque l'instrument petits angles le plus long d'ESS. SKADI permettra d'avoir accès à une grande gamme de vecteur de transfert couvrant 3 décades (entre 10^{-3} at 1 Å^{-1}) en simultanée grâce à l'utilisation de 3 détecteurs. Une option de collimation en multifaisceaux permettra de sonder des tailles caractéristiques plus grandes jusqu'à des vecteurs d'ondes de 10^{-4} Å^{-1}. L'aire échantillon de SKADI proposera un accès simplifié pour les environnements massifs tels les grands champs magnétiques ou l'analyse de polarisation, les presses ou machines d'étirement typiquement pour la matière dure ou les matériaux magnétiques, mais aussi pour les environnements « maison » ou dédiés aux études in-situ de la matière molle tels la diffusion de lumière, les rhéomètres, les forts champs électriques ou magnétiques. Une gamme de vecteur de diffusion de 3 décades avec l'utilisation de 3 détecteurs a des positions différentes est parfaitement optimisé pour réaliser des mesures résolues en temps dans le cas d'études de cinétiques, de transitions rapides de phases ou lors de la déformation d'un matériau. La polarisation du faisceau, puis son analyse, permettra l'étude de la structure magnétique des échantillons ouvrant ainsi des perspectives dans de nombreux domaines tel le suivi dispersion de nanoparticules magnétiques dans un fluide.



Caractéristiques

Gamme de longueur d'onde	3-20 Å
Bande passante	5-10 Å
Résolution spatiale	ΔQ/Q=2-5%
Vecteur de diffusion minimum	$Q_{min}=10^{-4}$ Å^{-1}
Distance modérateur-échantillon	40 m
Distance échantillon-détecteur	1.5 à 20 m
Couverture angulaire	0-45°
Détecteurs	2 détecteurs mobiles de 1 m^2, 1 détecteur fixe de 0.2 m^2
Extraction	Guide réflecteur vertical
Flux estimé	4.10^9 n/s/cm^2

Equipe Française	Equipe Allemande
Sylvain Désert (CEA) : Ingénieur Pascal Lavie (CDD CNRS) : projeteur-dessinateur Jacques Jestin (CEA) : Scientifique	Sebastian Jaksch : Scientifique Romuald Hanslik : Ingénieur

Budget : 11.7 M€ ouverture prévue aux utilisateurs début 2026

Annexe 5 : Projet de transferts et d'implantation d'instruments à l'ILL et au PSI

Présentation des CRG français à l'ILL

L'ILL (Institut Laue Langevin) compte 6 instruments CRG (Collaborating Research Group) français, de types A et B : deux diffractomètres pour l'étude des structures nucléaires et magnétiques, D1B et D23; quatre spectromètres pour l'étude de la dynamique nucléaire et magnétique, IN12, IN22, IN6/Sharp et IN13, tous situés dans le hall de guide ILL7. Les CRG de type A (respectivement type B) appartiennent à l'ILL (resp. au(x) laboratoire(s) non ILL) et le temps de faisceau est réparti moitié / moitié (resp. 30% / 70%) entre l'ILL et le(s) laboratoire(s) qui les gèrent. Dans les deux cas, les scientifiques (en théorie au nombre de deux temps pleins par instrument) et le technicien de manip, assurant tous trois les projets de développement et le fonctionnement de l'instrument, sont des personnels du (des) laboratoire(s) non ILL. Chaque instrument coûte en moyenne 50 k€ par an au(x) laboratoire(s), hors salaires et hors développements instrumentaux.

Spectromètre à temps de vol IN6/SHARP

IN6/SHARP est un CRG du LLB à l'ILL. Il s'inscrit dans le parc instrumental du LLB ouvert à la communauté Française.

CRG de type A (contrat signé en septembre 2017 jusqu'en août 2023)

Répartition du temps de faisceau : 50% LLB (CEA-IRAMIS & CNRS-INP) / 50% ILL

Description de l'instrument :

Un triple monochromateur en graphite pyrolytique extrait du guide froid H15 un faisceau incident monochromatique ($\Delta\lambda/\lambda \approx 1 - 4\%$) de longueur d'onde incidente λ = 4.1, 4.6, 5.1 ou 5.9 Å. Un chopper de Fermi pulse ce faisceau et permet d'imposer une condition de focalisation en temps des longueurs d'ondes composant le faisceau incident. Quatre configurations instrumentales permettent d'accéder à des transferts d'énergie jusqu'à une centaine de meV et d'offrir une gamme étendue de résolutions en énergie : 170, 120, 70 ou 50 μeV ($\omega = 0$). L'espace de détection est constitué de 337 détecteurs à ^{3}He (3 bars) sur une gamme angulaire de 10 à 115° dans le plan horizontal ($\pm$15° hors du plan de diffusion). De nombreux environnements échantillon sont disponibles : four 500 – 1800 K, cryo-four pour des températures comprises entre 2.5 et 600 K, insert à dilution pour des températures descendant jusqu'à 50 mK, bobine à champ magnétique vertical 2.5 T.

Points forts :

Fort flux; Accès facile à la zone échantillon, permettant ainsi de réaliser des mesures en environnements complexes : échantillon sous pression, sous lévitation ou excitation (laser, champ électrique).

Projet :

Le projet SHARP (Spectromètre Hybride Alpes Région Parisienne) consistera en une jouvence complète du spectromètre secondaire : environnement échantillon, base de temps de vol et de détection. Les travaux dureront un an et sont programmés pour coïncider avec le grand arrêt de l'ILL (09/2018 – 09/2019).

Le spectromètre sera équipé de 240 détecteurs PSD (Position Sensitive Detector) sous 5 bars d'^{3}He. Au-delà du gain d'un facteur quatre en couverture d'angle solide de détection, ces nouveaux détecteurs permettront un gain spectaculaire en définition des cartes (Q, ω). Enfin, la troisième amélioration concernera la chambre de temps de vol elle-même : maintenue sous vide et équipée d'une paroi amovible, elle permettra de travailler avec un environnement échantillon maintenu lui aussi sous vide. Le repositionnement de la paroi amovible entre l'échantillon et la base de temps de vol (toujours sous vide) permettra l'étude d'échantillons devant être maintenus sous atmosphère contrôlée ou en environnement complexe (excitation laser, électrique…). La première configuration minimisant le nombre de fenêtres entre l'échantillon et le détecteur permettra d'assurer un bruit de fond minimal. Etant donné le plus grand encombrement de son spectromètre secondaire, SHARP ne pourra fonctionner qu'à la longueur d'onde incidente de 5.1 Å (à noter qu'il s'agit de la configuration la plus demandée sur IN6, en partie car cette longueur d'onde correspond au flux maximum délivré par le guide). Dans le cadre de la phase 2 du programme Endurance, un projet à plus long terme (à partir de 2023) consisterait à positionner SHARP en bout d'un nouveau guide doublement elliptique dédié (gain d'un ordre de grandeur en flux incident). Un "bandwidth chopper" positionné en amont du monochromateur permettrait en outre d'obtenir une baisse de bruit de fond d'un ordre de grandeur. Enfin, une aire étendue permettant d'accommoder une large plage de *take-off* permettrait d'offrir une gamme étendue de longueurs d'onde incidentes entre 2 et 5.9 Å.

Projets de CRG proposés par le LLB

En 2017, l'ILL a amorcé les discussions concernant son projet de jouvence Endurance-2 qui vise à moderniser son parc instrumental et à offrir de nouveaux instruments de pointe pour la prochaine décade. Dans ce cadre, des équipes du LLB se sont portées candidates à la construction de plusieurs instruments de type CRG à même de combler le manque important de temps de faisceau à la fermeture d'Orphée.

Les plus importants sont :

a) SAM, un SANS avec module spin-écho ;

b) GAPS, un spectromètre 3-axes avec analyse de polarisation ;

c) SCALP, un diffractomètre haute-résolution en temps-de-vol (projet moins mûr que les deux précités).

Ces trois propositions d'instruments ont reçu le soutien sans réserve de la SFN et de la 2FDN.

Sans préjuger des choix faits par l'ILL ni des décisions prises par les associés, il apparaît indispensable de : 1) maintenir l'ILL jusqu'en 2030 au moins et lui permettre de moderniser ses instruments et 2) de renforcer le parc instrumental « français » à l'ILL. Les projets portés par le LLB sont peu coûteux (1-3 M€ / instrument) en regard des budgets ESS [12-15 M€ / instrument] et des instruments « neufs » prévus par l'ILL dans le cadre d'Endurance-2 [5-7 M€ / instrument] car nous pourvoyons à une part importante du hardware (issu du LLB) et nous serons amenés à pourvoir au personnel scientifique et technique pour chacun de ces appareils (type de CRG semblable à SHARP).

Le calendrier prévoit une montée en charge des projets à partir de 2019-2020 (design, fabrication) pour une installation sur site vers 2021-2022. Pour chaque projet retenu, il faudra en régime de croisière 3 personnels ETP (1 technicien + 2 chercheurs). Ces ressources humaines pourraient en partie être trouvées en interne au LLB mais un soutien concret des tutelles via des recrutements (IR/CR CNRS et ingénieur CEA) sont indispensables pour mener à bien ces projets.

Avec ces nouveaux CRG « LLB », nous aurons alors à l'horizon 2023 un ensemble cohérent et assez complet d'instruments de pointe capables de produire une science du plus haut niveau mondial : deux SANS (PA20 à SINQ et SAM à l'ILL), le spectromètre temps-de-vol SHARP, et le spectromètre trois-axes GAPS.

Combinés aux CRG historiques (dont les contrats seront à renouveler) D1B, D23, IN12, IN22 et IN13, la communauté française disposerait alors d'un parc remarquable à même de parfaitement compléter et renforcer l'accès « français » aux instruments de l'ESS.

SAM à L'ILL

Une partie du personnel LLB sera mobilisée (2018-2021) pour assurer l'étude, la gestion du projet, la construction, le montage et la mise en service. Une fois SAM en place et opérationnel, le LLB et l'ILL peuvent commencer le démarrage. Les termes contractuels des CRG imposent le postage sur l'appareil de trois personnes, en général un technicien et deux chercheurs [*dont au moins un permanent responsable*], pour assurer le fonctionnement habituel et la maintenance de l'appareil. Les chercheurs du LLB intéressés par SAM s'engagent à assurer une partie du travail de local contact à hauteur de quelques semaines par an par chercheur.

SAM à l'ILL permettra de faire l'essentiel de la gamme de ce qui est possible de faire actuellement au LLB et y ajoutera une option dite MIEZE qui permet d'accéder aux propriétés dynamiques (*cf document endurance2 de SAM*). SAM est un appareil complémentaire de la gamme SANS déjà disponible à l'ILL (D11, D22, D33) et offrira des services nouveaux (Spin-Echo mode) inédits en France. Il y a peu de doute que SAM sera utilisé pleinement par les équipes du LLB et la communauté française qui utilise les SANS du LLB à l'heure actuelle. Pour être optimisé, SAM doit être construit par le LLB avec les personnes compétentes en la matière, pour cela SAM est indissociable des compétences spécifiques présentes au LLB, sans qui SAM ne pourra pas se faire. Une fois en place et opérationnel, SAM pourra fonctionner avec le porteur, un autre chercheur CDD ou permanent, et un technicien.

GAPS à L'ILL

En fonction du calendrier de l'ILL, il faudra adapter le rythme de travail. Il y a d'abord la phase de conception et de simulation, puis la commande des pièces, et enfin la construction puis la mise en service. Un minimum de 3 ans semble raisonnable. Si nous pouvons commencer l'étude en 2018-2019, cela nous amène à 2021-2022 au plus tôt. Une partie du personnel LLB sera mobilisée (2018-2021) pour assurer l'étude, la gestion du projet, la construction, le montage et la mise en service. Une fois GAPS en place et opérationnel, le LLB et l'ILL peuvent

commencer le démarrage. Les termes contractuels des CRG imposent le postage sur l'appareil de trois personnes, en général un technicien et deux chercheurs [*dont au moins un permanent responsable*], pour assurer le fonctionnement habituel et la maintenance de l'appareil.

GAPS à l'ILL permettra de faire l'essentiel de la gamme de ce qui est possible de faire actuellement au LLB en spectroscopie sur un 3-axes « froid », avec ou sans polarisation et analyse de polarisation. GAPS est un appareil innovant complémentaire de la gamme des spectromètres 3-axes présents à l'ILL. GAPS sera utilisé pleinement par les équipes du LLB et la communauté française qui utilise les 4 appareils 3-axes du LLB à l'heure actuelle. Pour être optimisé, GAPS doit être construit par le LLB avec les personnes compétentes en la matière. Une fois en place et opérationnel, SAM pourra fonctionner avec le porteur, un autre chercheur CDD ou permanent, et un technicien.

PA20 AU PSI

Ce projet est un élément important de la stratégie pour pérenniser la communauté française et les programmes de recherche utilisant la technique du SANS, notamment en rentabilisant les investissements à ESS (SKADI). Plusieurs éléments concourent au projet : (a) les équipes de SINQ vont s'engager dans une jouvence importante de leur installation et, dans ce cadre, sont favorables à l'implantation de PA20 dans le hall des guides de SINQ ; (b) PA20 à SINQ nous permettrait de disposer de 50% environ du temps de faisceau de l'appareil pendant un *certain* nombre d'années [*le détail de l'accord n'est pas finalisé*]; (c) les chercheurs de SINQ sont ouverts à des collaborations scientifiques croisées. Cependant, ce projet d'implantation demande une réflexion approfondie (en 2018) sur les conditions pratiques du déménagement, de la reconstruction sur place, de l'accueil des utilisateurs, et de pilotage des projets scientifiques sur place.

Calendrier et personnel : Démontage de PA20 dès l'arrêt d'Orphée, 1 an de préparation à prévoir. En opération vers fin 2021/début 2022. Une partie du personnel LLB sera mobilisée (2018-2021) pour assurer le démontage, le déménagement, et la formation des personnels du PSI. Une fois PA20 en place et opérationnel, PSI prend en charge le fonctionnement régulier de l'appareil. Afin de s'assurer de la rentabilité du « temps français », il est nécessaire d'avoir au moins un chercheur posté sur PA20 en permanence (détachement, CDD, etc.).

Intérêt Scientifique : PA20 au PSI permettra de faire l'ensemble de la gamme de ce qui est possible de faire actuellement au LLB. Les chercheurs de SINQ sont ouverts à des collaborations scientifiques croisées (par exemple un post-doc démarre cet automne sur un projet commun de physico-chimie). L'opération ne sera au final rentable que si nous allons effectivement sur place faire nos expériences sur nos programmes de recherche et que nous assurons un travail de local contact permettant de maintenir la communauté française. Les équipes de SINQ vont s'engager dans une jouvence importante de leur installation et, dans ce cadre, sont favorables à l'implantation dans le hall des guides de SINQ.

Annexe 6 : Sélection des produits et des activités de recherche

Choix de 20% des publications des chercheurs LLB sur la période.

Critère : FI >4.6.

2013

R. Salva, J. F. Le Meins, O. Sandre, **A. Brulet**, M. Schmutz, P. Guenoun, S. Lecommandoux ; Polymersome Shape Transformation at the Nanoscale ; Acs Nano ; 7 ; 10 ; 9298-9311

C. V. Cerclier, A. Guyomard-Lack, **F. Cousin**, B. Jean, E. Bonnin, B. Cathala, C. Moreau ; Xyloglucan-Cellulose Nanocrystal Multilayered Films: Effect of Film Architecture on Enzymatic Hydrolysis ; Biomacromolecules ; 14 ; 10 ; 3599-3609

M. Allix, S. Chenu, E. Veron, T. Poumeyrol, E. A. Kouadri-Boudjelthia, S. Alahrache, **F. Porcher**, D. Massiot, F. Fayon ; Considerable Improvement of Long-Persistent Luminescence in Germanium and Tin Substituted ZnGa2O4 ; Chemistry of Materials ; 25 ; 9 ; 1600-1606

N. Barrier, O. I. Lebedev, M. M. Seikh, **F. Porcher**, B. Raveau ; Impact of Mn3+ upon Structure and Magnetism of the Perovskite Derivative Pb2-xBaxFeMnO5 (x similar to 0.7) ; Inorganic Chemistry ; 52 ; 10 ; 6073-6082

X. J. Kuang, F. J. Pan, J. Cao, C. L. Liang, M. R. Suchomel, **F. Porcher**, M. Allix ; Defect Structure, Phase Separation, and Electrical Properties of Nonstoichiometric Tetragonal Tungsten Bronze Ba0.5-xTaO3-x ; Inorganic Chemistry ; 52 ; 22 ; 13244-13252

S. Hocine, D. Cui, L. Jia, M. N. Rager, A. Di Cicco, **A. Brulet**, M. H. Li ; Structural changes and controlled release induced by temperature variation in liquid crystalline polymersomes with PEG corona ; Journal of Controlled Release ; 172 ; 1 ; E57-E58

A. B. Rodriguez, M. R. Tomlinson, S. Khodabakhsh, J. F. Chang, **F. Cousin**, D. Lott, H. Sirringhaus, W. T. S. Huck, A. M. Higgins, M. Geoghegan ; All-polymer field-effect transistors using a brush gate dielectric ; Journal of Materials Chemistry C ; 1 ; 46 ; 7736-7741

C. Lefevre, F. Roulland, A. Thomasson, C. Meny, **F. Porcher, G. Andre**, N. Viart ; Magnetic and Polar Properties' Optimization in the Magnetoelectric Ga2-xFexO3 Compounds ; Journal of Physical Chemistry C ; 117 ; 28 ; 14832-14839

V. Marry, **E. Dubois**, N. Maikova, J. Breu, W. Haussler ; Anisotropy of Water Dynamics in Clays: Insights from Molecular Simulations for Experimental QENS Analysis ; Journal of Physical Chemistry C ; 117 ; 29 ; 15106-15115

M. Ponthieu, F. Cuevas, J. F. Fernandez, L. Laversenne, **F. Porcher**, M. Latroche ; Structural Properties and Reversible Deuterium Loading of MgD2-TiD2 Nanocomposites ; Journal of Physical Chemistry C ; 117 ; 37 ; 18851-18862

P. Baroni, P. Bouchet, **L. Noirez** ; Highlighting a Cooling Regime in Liquids under Submillimeter Flows ; Journal of Physical Chemistry Letters ; 4 ; 12 ; 2026-2029

H. Mendil-Jakani, **P. Baroni, L. Noirez**, L. Chancelier, G. Gebel ; Highlighting a Solid-Like Behavior in RTILs: Trioctylmethylammonium Bis(trifluoromethanesulfonyl)imide TOMA-TFSI ; Journal of Physical Chemistry Letters ; 4 ; 21 ; 3775-3778

E. Perricone, M. Chamas, J. C. Lepretre, **P. Judeinstein**, P. Azais, E. Raymundo-Pinero, F. Beguin, F. Alloin ; Safe and performant electrolytes for supercapacitor. Investigation of esters/carbonate mixtures ; Journal of Power Sources ; 239 ; 0 ; 217-224

J. del Barrio, P. N. Horton, **D. Lairez**, G. O. Lloyd, C. Toprakcioglu, O. A. Scherman ; Photocontrol over Cucurbit 8 uril Complexes: Stoichiometry and Supramolecular Polymers ; Journal of the American Chemical Society ; 135 ; 32 ; 11760-11763

D. L. Anastassopoulos, N. Spiliopoulos, A. A. Vradis, C. Toprakcioglu, **A. Menelle, F. Cousin** ; Neutron Reflectivity Study of End-Adsorbed Bimodal Polymer Systems under Static Conditions and Shear Flow ; Macromolecules ; 46 ; 17 ; 6972-6980

A. R. Bras, C. H. Hovelmann, W. Antonius, **J. Teixeira**, A. Radulescu, J. Allgaier, W. Pyckhout-Hintzen, A. Wischnewski, D. Richter ; Molecular Approach to Supramolecular Polymer Assembly by Small Angle Neutron Scattering ; Macromolecules ; 46 ; 23 ; 9446-9454

A. Chenneviere, E. Drockenmuller, D. Damiron, **F. Cousin, F. Boue**, F. Restagno, L. Leger ; Quantitative Analysis of Interdigitation Kinetics between a Polymer Melt and a Polymer Brush ; Macromolecules ; 46 ; 17 ; 6955-6962

D. Deribew, E. Pavlopoulou, G. Fleury, C. Nicolet, C. Renaud, S. J. Mougnier, L. Vignau, E. Cloutet, C. Brochon, **F. Cousin**, G. Portale, M. Geoghegan, G. Hadziioannou ; Crystallization-Driven Enhancement in Photovoltaic Performance through Block Copolymer Incorporation into P3HT:PCBM Blends ; Macromolecules ; 46 ; 8 ; 3015-3024

L. Noirez, C. Stillings, J. F. Bardeau, M. Steinhart, S. Schlitt, J. H. Wendorff, G. Pepy ; What Happens to Polymer Chains Confined in Rigid Cylindrical Inorganic (AAO) Nanopores ; Macromolecules ; 46 ; 12 ; 4932-4936

Y. Rharbi, **F. Boue**, Q. Nawaz ; The Dynamic of Confined Polystyrene in Nanoparticles in the Glassy Regime: The Close Packed Morphology ; Macromolecules ; 46 ; 19 ; 7812-7817

Y. Drees, **D. Lamago**, A. Piovano, A. C. Komarek ; Hour-glass magnetic spectrum in a stripeless insulating transition metal oxide ; Nature Communications ; 4 ;

L. E. Bove, S. Klotz, T. Strassle, M. Koza, **J. Teixeira**, A. M. Saitta ; Translational and Rotational Diffusion in Water in the Gigapascal Range ; Physical Review Letters ; 111 ; 18 ;

G. C. Fadda, D. Lairez, Z. Guennouni, A. Koutsioubas ; Peptide Pores in Lipid Bilayers: Voltage Facilitation Pleads for a Revised Model ; Physical Review Letters ; 111 ; 2 ;

S. Guitteny, J. Robert, P. Bonville, J. Ollivier, C. Decorse, P. Steffens, M. Boehm, H. Mutka, **I. Mirebeau, S. Petit** ; Anisotropic Propagating Excitations and Quadrupolar Effects in Tb2Ti2O7 ; Physical Review Letters ; 111 ; 8 ;

D. Langevin, Q. T. Nguyen, S. Marais, S. Karademir, J.-Y. Sanchez, C. Iojoiu, M. Martinez, R. Mercier, **P. Judeinstein**, C. Chappey ; High-Temperature Ionic-Conducting Material: Advanced Structure and Improved Performance ; The Journal of Physical Chemistry C ; 117 ; 30 ; 15552-15561

2014

P. Payamyar, K. Kaja, C. Ruiz-Vargas, A. Stemmer, D. J. Murray, C. J. Johnson, B. T. King, F. Schiffmann, J. VandeVondele, A. Renn, S. Gotzinger, P. Ceroni, A. Schutz, **L. T. Lee**, Z. K. Zheng, J. Sakamoto, A. D. Schluter ; Synthesis of a Covalent Monolayer Sheet by Photochemical Anthracene Dimerization at the Air/Water Interface and its Mechanical Characterization by AFM Indentation ; Advanced Materials ; 26 ; 13 ; 2052-2058 ;

A. Taghbalout, Q. F. Yang, **V. Arluison** ; The Escherichia coli RNA processing and degradation machinery is compartmentalized within an organized cellular network ; Biochemical Journal ; 458 ; 0 ; 44866

K. Meher, C. Martin, V. Caignaert, **F. Damay**, A. Maignan ; Multiferroics and Magnetoelectrics: A Comparison between Some Chromites and Cobaltites ; Chemistry of Materials ; 26 ; 1 ; 830-836

M. Josse, P. Heijboer, M. Albino, F. Molinari, **F. Porcher**, R. Decourt, D. Michau, E. Lebraud, P. Veber, M. Velazquez, M. Maglione ; Original Crystal-Chemical Behaviors in (Ba,Sr)2Ln(Fe,Nb,Ta)5O15 Tetragonal Tungsten Bronze: Anion-Driven Properties Evidenced by Cationic Substitutions ; Crystal Growth & Design ; 14 ; 11 ; 5428-5435

J. G. Xu, X. J. Kuang, E. Veron, M. Allix, M. R. Suchomel, **F. Porcher**, C. L. Liang, F. J. Pan, M. M. Wu ; Localization of Oxygen Interstitials in CeSrGa3O7+δ Melilite ; Inorganic Chemistry ; 53 ; 21 ; 11589-11597

S. Dalla Bernardina, J. B. Brubach, **Q. Berrod**, A. Guillermo, **P. Judeinstein**, P. Roy, S. Lyonnard ; Mechanism of Ionization, Hydration, and Intermolecular H-Bonding in Proton Conducting Nanostructured Ionomers ; Journal Of Physical Chemistry C ; 118 ; 44 ; 25468-25479

C. Dejoie, P. Martinetto, N. Tamura, M. Kunz, **F. Porcher**, P. Bordat, R. Brown, E. Dooryhee, M. Anne, L. B. McCusker ; Crystal Structure of an Indigo@Silicalite Hybrid Related to the Ancient Maya Blue Pigment ; Journal Of Physical Chemistry C ; 118 ; 48 ; 28032-28042

M. Lenertz, A. Dinia, S. Colis, O. Mentre, **G. Andre**, **F. Porcher**, E. Suard ; Magnetic Structure of Ground and Field Induced Ordered States of Low-Dimensional γ-CoV2O6 ; Journal of Physical Chemistry C ; 118 ; 25 ; 13981-13987

R. Sood, C. Iojoiu, E. Espuche, F. Gouanve, G. Gebel, H. Mendil-Jakani, S. Lyonnard, **J. Jestin** ; Comparative Study of Proton Conducting Ionic Liquid Doped Nafion Membranes Elaborated by Swelling and Casting Methods: Processing Conditions, Morphology, and Functional Properties ; Journal of Physical Chemistry C ; 118 ; 26 ; 14157-14168

Z. K. Zheng, L. Opilik, F. Schiffmann, W. Liu, G. Bergamini, P. Ceroni, **L. T. Lee**, A. Schutz, J. Sakamoto, R. Zenobi, J. VandeVondele, A. D. Schluter ; Synthesis of Two-Dimensional Analogues of Copolymers by Site-to-Site Transmetalation of Organometallic Monolayer Sheets ; Journal of the American Chemical Society ; 136 ; 16 ; 6103-6110

A. Bouty, L. Petitjean, C. Degrandcourt, J. Gummel, P. Kwasniewski, F. Meneau, **F. Boue**, M. Couty, J. Jestin ; Nanofiller Structure and Reinforcement in Model Silica/Rubber Composites: A Quantitative Correlation Driven by Interfacial Agents ; Macromolecules ; 47 ; 15 ; 5365-5378

F. Dalmas, N. Genevaz, M. Roth, **J. Jestin**, E. Leroy ; 3D Dispersion of Spherical Silica Nanoparticles in Polymer Nanocomposites: A Quantitative Study by Electron Tomography ; Macromolecules ; 47 ; 6 ; 2044-2051

N. Liakakos, T. Blon, C. Achkar, V. Vilar, B. Cormary, R. P. Tan, O. Benamara, **G. Chaboussant**, **F. Ott**, B. Warot-Fonrose, E. Snoeck, B. Chaudret, K. Soulantica, M. Respaud ; Solution Epitaxial Growth of Cobalt Nanowires on Crystalline Substrates for Data Storage Densities beyond 1 Tbit/in2 ; Nano Letters ; 14 ; 6 ; 3481-3486

S. Anissimova, D. Parshall, G. D. Gu, K. Marty, M. D. Lumsden, S. X. Chi, J. A. Fernandez-Baca, D. L. Abernathy, **D. Lamago**, J. M. Tranquada, D. Reznik ; Direct observation of dynamic charge stripes in La2-xSrxNiO4 ; Nature Communications ; 5

Y. Drees, Z. W. Li, A. Ricci, M. Rotter, W. Schmidt, **D. Lamago**, O. Sobolev, U. Rutt, O. Gutowski, M. Sprung, A. Piovano, **J. P. Castellan**, A. C. Komarek ; Hour-glass magnetic excitations induced by nanoscopic phase separation in cobalt oxides ; Nature Communications ; 5

M. Hervieu, A. Guesdon, J. Bourgeois, E. Elkaim, M. Poienar, **F. Damay**, J. Rouquette, A. Maignan, C. Martin ; Oxygen storage capacity and structural flexibility of LuFe2O4+x (0≤x≤0.5) ; Nature Materials ; 13 ; 1 ; 74-80 ;

L. Chaix, S. de Brion, **S. Petit**, R. Ballou, L. P. Regnault, J. Ollivier, J. B. Brubach, P. Roy, J. Debray, P. Lejay, A. Cano, E. Ressouche, V. Simonet ; Magneto- to Electroactive Transmutation of Spin Waves in ErMnO3 ; Physical Review Letters ; 112 ; 13 ;

J. Jeong, M. D. Le, **P. Bourges**, **S. Petit**, S. Furukawa, S. A. Kim, S. Lee, S. W. Cheong, J. G. Park ; Temperature-Dependent Interplay of Dzyaloshinskii-Moriya Interaction and Single-Ion Anisotropy in Multiferroic BiFeO3 ; Physical Review Letters ; 113 ; 10 ;

O. Meshcheriakova, S. Chadov, A. K. Nayak, U. K. Rossler, J. Kubler, **G. Andre**, A. A. Tsirlin, J. Kiss, S. Hausdorf, A. Kalache, W. Schnelle, M. Nicklas, C. Felser ; Large Noncollinearity and Spin Reorientation in the Novel Mn2RhSn Heusler Magnet ; Physical Review Letters ; 113 ;

2015

D. Coursault, J. F. Blach, J. Grand, A. Coati, A. Vlad, B. Zappone, D. Babonneau, G. Levi, N. Felidj, B. Donnio, J. L. Gallani, **M. Alba**, Y. Garreau, Y. Borensztein, M. Goldmann, E. Lacaze ; Tailoring Anisotropic Interactions between Soft Nanospheres Using Dense Arrays of Smectic Liquid Crystal Edge Dislocations ; Acs Nano ; 9 ; 12 ; 11678-11689 ;

L. Zhang, A. Mikhailovskaya, P. Yazhgur, F. Muller, **F. Cousin**, D. Langevin, N. Wang, A. Salonen ; Precipitating Sodium Dodecyl Sulfate to Create Ultrastable and Stimulable Foams ; Angewandte Chemie-International Edition ; 54 ; 33 ; 9533-9536

K. Al Saghir, S. Chenu, E. Veron, F. Fayon, M. Suchomel, C. Genevois, **F. Porcher**, G. Matzen, D. Massiot, M. Allix ; Transparency through Structural Disorder: A New Concept for Innovative Transparent Ceramics ; Chemistry of Materials ; 27 ; 2 ; 508-514 ;

A. S. Cuvier, F. Babonneau, J. Berton, C. V. Stevens, **G. C. Fadda**, G. Pehau-Arnaudet, P. Le Griel, S. Prevost, J. Perez, N. Baccile ; Nanoscale Platelet Formation by Monounsaturated and Saturated Sophorolipids under Basic pH Conditions ; Chemistry-a European Journal ; 21 ; 52 ; 19265-19277 ;

F. J. Pan, X. H. Li, F. Q. Lu, X. M. Wang, J. Cao, X. J. Kuang, E. Veron, **F. Porcher**, M. R. Suchomel, J. Wang, M. Allix ; Nonstoichiometric Control of Tunnel-Filling Order, Thermal Expansion, and Dielectric Relaxation in Tetragonal Tungsten Bronzes Ba0.5-xTaO3-x ; Inorganic Chemistry ; 54 ; 18 ; 8978-8986 ;

P. Patureau, M. Josse, R. Dessapt, J. Y. Mevellec, **F. Porcher**, M. Maglione, P. Deniard, C. Payen ; Incorporation of Jahn-Teller Cu2+ Ions into Magnetoelectric Multiferroic MnWO4: Structural, Magnetic, and Dielectric Permittivity Properties of Mn1-xCuxWO4 (x <= 0.25) ; Inorganic Chemistry ; 54 ; 22 ; 10623-10631 ;

M. Ceretti, O. Wahyudi, **A. Cousson**, A. Villesuzanne, M. Meven, B. Pedersen, J. M. Bassat, W. Paulus ; Low temperature oxygen diffusion mechanisms in Nd2NiO4+delta and Pr2NiO4+delta via large anharmonic displacements, explored by single crystal neutron diffraction ; Journal of Materials Chemistry A ; 3 ; 42 ; 21140-21148 ;

M. Oster, A. Hebraud, S. Gallet, **A. Lapp**, E. Pollet, L. Averous, G. Schlatter ; Star-Pseudopolyrotaxane Organized in Nanoplatelets for Poly(epsilon-caprolactone)-Based Nanofibrous Scaffolds with Enhanced Surface Reactivity ; Macromolecular Rapid Communications ; 36 ; 3 ; 292-297 ;

E. Garanger, S. R. MacEwan, O. Sandre, **A. Brulet**, L. Bataille, A. Chilkoti, S. Lecommandoux ; Structural Evolution of a Stimulus-Responsive Diblock Polypeptide Micelle by Temperature Tunable Compaction of its Core ; Macromolecules ; 48 ; 18 ; 6617-6627 ;

D. Zhao, S. F. Ge, E. Senses, P. Akcora, **J. Jestin**, S. K. Kumar ; Role of Filler Shape and Connectivity on the Viscoelastic Behavior in Polymer Nanocomposites ; Macromolecules ; 48 ; 15 ; 5433-5438 ;

M. Estrader, A. Lopez-Ortega, I. V. Golosovsky, S. Estrade, A. G. Roca, G. Salazar-Alvarez, L. Lopez-Conesa, D. Tobia, E. Winkler, J. D. Ardisson, W. A. A. Macedo, A. Morphis, M. Vasilakaki, K. N. Trohidou, **A. Gukasov**, **I. Mirebeau**, O. L. Makarova, R. D. Zysler, F. Peiro, M. D. Baro, L. Bergstrom, J. Nogues ; Origin of the large dispersion of magnetic properties in nanostructured oxides: FexO/Fe3O4 nanoparticles as a case study ; Nanoscale ; 7 ; 7 ; 3002-3015 ;

T. Guidi, **B. Gillon**, S. A. Mason, E. Garlatti, S. Carretta, P. Santini, A. Stunault, R. Caciuffo, J. van Slageren, B. Klemke, **A. Cousson**, G. A. Timco, R. E. P. Winpenny ; Direct observation of finite size effects in chains of antiferromagnetically coupled spins ; Nature Communications ; 6 ; 0 ; 0 ;

S. Krannich, **Y. Sidis**, **D. Lamago**, R. Heid, **J. M. Mignot**, H. V. von Lohneysen, A. Ivanov, P. Steffens, T. Keller, L. Wang, E. Goering, F. Weber ; Magnetic moments induce strong phonon renormalization in FeSi ; Nature Communications ; 6 ; 0 ; 0 ;

L. Mangin-Thro, **Y. Sidis**, A. Wildes, **P. Bourges** ; Intra-unit-cell magnetic correlations near optimal doping in YBa2Cu3O6.85 ; Nature Communications ; 6 ; 0 ; 0 ;

O. Diou, S. Greco, T. Beltran, **D. Lairez**, J. R. Authelin, D. Bazile ; A method to Quantify the Affinity of Cabazitaxel for PLA-PEG Nanoparticles and Investigate the Influence of the Nano-Assembly Structure on the Drug/Particle Association ; Pharmaceutical Research ; 32 ; 10 ; 3188-3200 ;

W. T. Fuhrman, J. Leiner, P. Nikolic, G. E. Granroth, M. B. Stone, M. D. Lumsden, L. DeBeer-Schmitt, P. A. Alekseev, **J. M. Mignot**, S. M. Koohpayeh, P. Cottingham, W. Adam Phelan, L. Schoop, T. M. McQueen, C. Broholm ; Interaction Driven Subgap Spin Exciton in the Kondo Insulator SmB6 ; Physical Review Letters ; 114 ; 3 ; 36401 ;

B. Grenier, **S. Petit**, V. Simonet, E. Canevet, L. P. Regnault, S. Raymond, B. Canals, C. Berthier, P. Lejay ; Longitudinal and Transverse Zeeman Ladders in the Ising-Like Chain Antiferromagnet BaCo2V2O8 ; Physical Review Letters ; 114 ; 1 ; 17201 ;

E. Lhotel, **S. Petit**, **S. Guitteny**, O. Florea, M. C. Hatnean, C. Colin, E. Ressouche, M. R. Lees, G. Balakrishnan ; Fluctuations and All-In-All-Out Ordering in Dipole-Octupole Nd2Zr2O7 ; Physical Review Letters ; 115 ; 19 ; 0 ;

H. H. Nguyen, **A. Brulet**, D. Goudouneche, P. Saint-Aguet, N. Lauth-de Viguerie, J. D. Marty ; The effect of polymer branching and average molar mass on the formation, stabilization and thermoresponsive properties of gold nanohybrids stabilized by poly(N-isopropylacrylamides) ; Polymer Chemistry ; 6 ; 32 ; 5838-5850

2016

F. Gal, L. Challier, **F. Cousin**, H. Perez, V. Noel, G. Carrot ; Electrocatalytic (Bio)Nanostructures Based on Polymer-Grafted Platinum Nanoparticles for Analytical Purpose ; Acs Appl. Materials & Interfaces ; 8 ; 23 ; 14747-14755 ;

N. Jouault, M. K. Crawford, C. Z. Chi, R. J. Smalley, B. Wood, **J. Jestin**, Y. B. Melnichenko, L. L. He, W. E. Guise, S. K. Kumar ; Polymer Chain Behavior in Polymer Nanocomposites with Attractive Interactions ; Acs Macro Letters ; 5 ; 4 ; 523-527 ;

N. Jouault, **J. Jestin** ; Intra- and Interchain Correlations in Polymer Nanocomposites: A Small-Angle Neutron Scattering Extrapolation Method ; Acs Macro Letters ; 5 ; 10 ; 1095-1099 ;

D. Zhao, M. Di Nicola, M. M. Khani, **J. Jestin**, B. C. Benicewicz, S. K. Kumar ; Self-Assembly of Monodisperse versus Bidisperse Polymer-Grafted Nanoparticles ; Acs Macro Letters ; 5 ; 7 ; 790-795 ;

K. Ridier, A. Mondal, C. Boilleau, O. Cador, **B. Gillon**, **G. Chaboussant**, B. Le Guennic, K. Costuas, R. Lescouezec ; Polarized Neutron Diffraction to Probe Local Magnetic Anisotropy of a Low-Spin Fe(III) Complex ; Angewandte Chemie (International ed. in English) ; 55 ; 12 ; 3963-7 ;

F. Cherhal, **F. Cousin**, I. Capron; Structural Description of the Interface of Pickering Emulsions Stabilized by Cellulose Nanocrystals ; Biomacromolecules ; 17 ; 2 ; 496-502 ;

F. Balima, S. Le Floch, C. Adessi, T. F. T. Cerqueira, N. Blanchard, R. Arenal, **A. Brulet**, M. A. L. Marques, S. Botti, A. San-Miguel ; Radial collapse of carbon nanotubes for conductivity optimized polymer composites ; Carbon ; 106 ; 64-73 ;

Z. Zhou, W. G. Bouwman, H. Schut, **S. Desert**, **J. Jestin**, S. Hartmann, C. Pappas ; From nanopores to macropores: Fractal morphology of graphite ; Carbon ; 96 ; 0 ; 541-547 ;

K. Amann-Winkel, **M. C. Bellissent-Funel**, L. E. Bove, T. Loerting, A. Nilsson, A. Paciaroni, D. Schlesinger, L. Skinner ; X-ray and Neutron Scattering of Water ; Chemical Reviews ; 116 ; 13 ; 7570-7589 ;

M. C. Bellissent-Funel, A. Hassanali, M. Havenith, R. Henchman, P. Pohl, F. Sterpone, D. van der Spoel, Y. Xu, A. E. Garcia ; Water Determines the Structure and Dynamics of Proteins ; Chemical Reviews ; 116 ; 13 ; 7673-7697 ;

K. Ridier, **B. Gillon**, **A. Gukasov**, **G. Chaboussant**, **A. Cousson**, D. Luneau, A. Borta, J.-F. Jacquot, R. Checa, Y. Chiba, H. Sakiyama, M. Mikuriya ; Polarized Neutron Diffraction as a Tool for Mapping Molecular Magnetic Anisotropy: Local Susceptibility Tensors in Co(II) Complexes ; Chemistry (Weinheim an der Bergstrasse, Germany) ; 22 ; 2 ; 724-35 ;

E. Pachoud, **F. Damay**, C. Martin, N. E. Mordvinova, O. I. Lebedev, A. Maignan ; Robustness of Antiferromagnetism and Pyroelectricity in AgCr1-xRhxS2 ; Chemistry of Materials ; 28 ; 6 ; 1816-1822 ;

F. Q. Tao, C. Genevois, F. Q. Lu, X. J. Kuang, **F. Porcher**, L. J. Li, T. Rang, W. B. Li, D. Zhou, M. Ailix ; First 14-Layer Twinned Hexagonal Perovskite Ba14Mn1.75Ta10.5O42: Atomic-Scale Imaging of Cation Ordering ; Chemistry of Materials ; 28 ; 13 ; 4686-4696 ;

A. Bouty, L. Petitjean, J. Chatard, R. Matmour, C. Degrandcourt, R. Schweins, F. Meneau, P. Kwasniewski, **F. Boue**, M. Couty, **J. Jestin** ; Interplay between polymer chain conformation and nanoparticle assembly in model industrial silica/rubber nanocomposites ; Faraday discussions ; 186 ; 0 ; 325-43 ;

A. Gomez-Perez, M. T. Azcondo, M. Yuste, J. C. Perez-Flores, N. Bonanos, **F. Porcher**, A. Munoz-Noval, M. Hoelzel, F. Garcia-Alvarado, U. Amador ; The A-cation deficient perovskite series La2-xCoTiO6-delta (0 <= x <= 0.20): new components for potential SOFC composite cathodes ; Journal of Materials Chemistry A ; 4 ; 9 ; 3386-3397 ;

A. Letoublon, S. Paofai, B. Ruffle, **P. Bourges**, B. Hehlen, T. Michel, C. Ecolivet, O. Durand, S. Cordier, C. Katan, J. Even ; Elastic Constants, Optical Phonons, and Molecular Relaxations in the High Temperature Plastic Phase of the CH3NH3PbBr3 Hybrid Perovskite ; Journal of Physical Chemistry Letters ; 7 ; 19 ; 3776-3784 ;

S. D. Bernardina, E. Paineau, J. B. Brubach, **P. Judeinstein**, S. Rouziere, P. Launois, P. Roy ; Water in Carbon Nanotubes: The Peculiar Hydrogen Bond Network Revealed by Infrared Spectroscopy ; Journal of the American Chemical Society ; 138 ; 33 ; 10437-10443 ;

A. Chenneviere, F. Cousin, **F. Boue**, E. Drockenmuller, K. R. Shull, L. Leger, F. Restagno ; Direct Molecular Evidence of the Origin of Slip of Polymer Melts on Grafted Brushes ; Macromolecules ; 49 ; 6 ; 2348-2353 ;

H. Guo, C. Mussault, **A. Brulet**, A. Marcellan, D. Hourdet, N. Sanson ; Thermoresponsive Toughening in LCST-Type Hydrogels with Opposite Topology: From Structure to Fracture Properties ; Macromolecules ; 49 ; 11 ; 4295-4306 ;

E. Anagnostopoulou, B. Grindi, L. M. Lacroix, **F. Ott**, I. Panagiotopoulos, G. Viau ; Dense arrays of cobalt nanorods as rare-earth free permanent magnets ; Nanoscale ; 8 ; 7 ; 4020-4029 ;

Q. Berrod, **F. Ferdeghini**, **P. Judeinstein**, N. Genevaz, R. Ramos, A. Fournier, J. Dijon, J. Ollivier, S. Rols, D. Yu, R. A. Mole, J. M. Zanotti ; Enhanced ionic liquid mobility induced by confinement in 1D CNT membranes ; Nanoscale ; 8 ; 15 ; 7845-7848 ;

M. K. Chan, C. J. Dorow, **L. Mangin-Thro**, Y. Tang, Y. Ge, M. J. Veit, G. Yu, X. Zhao, A. D. Christianson, J. T. Park, **Y. Sidis**, P. Steffens, D. L. Abernathy, **P. Bourges**, M. Greven ; Commensurate antiferromagnetic excitations as a signature of the pseudogap in the tetragonal high-T-c cuprate HgBa2CuO4+delta ; Nature Communications ; 7 ; 0 ; 0 ;

C. M. Fernandez-Posada, A. Castro, **J. M. Kiat**, **F. Porcher**, O. Pena, M. Alguero, H. Amorin ; A novel perovskite oxide chemically designed to show multiferroic phase boundary with room-temperature magnetoelectricity ; Nature Communications ; 7 ; 0 ; 0 ;

Q. S. Wang, Y. Shen, B. Y. Pan, Y. Q. Hao, M. W. Ma, F. Zhou, P. Steffens, K. Schmalzl, T. R. Forrest, M. Abdel-Hafiez, X. J. Chen, D. A. Chareev, A. N. Vasiliev, **P. Bourges**, **Y. Sidis**, H. B. Cao, J. Zhao ; Strong interplay between stripe spin fluctuations, nematicity and superconductivity in FeSe ; Nature Materials ; 15 ; 2 ; 159-+ ;

S. Petit, E. Lhotel, B. Canals, M. C. Hatnean, J. Ollivier, H. Mutka, E. Ressouche, A. R. Wildes, M. R. Lees, G. Balakrishnan ; Observation of magnetic fragmentation in spin ice ; Nature Physics ; 12 ; 8 ; 746-750 ;

M. K. Chan, Y. Tang, C. J. Dorow, **J. Jeong**, **L. Mangin-Thro**, M. J. Veit, Y. Ge, D. L. Abernathy, **Y. Sidis**, **P. Bourges**, M. Greven ; Hourglass Dispersion and Resonance of Magnetic Excitations in the Superconducting State of the Single-Layer Cuprate HgBa2CuO4+delta Near Optimal Doping ; Physical Review Letters ; 117 ; 27 ;

G. Geneste, L. Bellaiche, **J. M. Kiat** ; Simulating the Radio-Frequency Dielectric Response of Relaxor Ferroelectrics: Combination of Coarse-Grained Hamiltonians and Kinetic Monte Carlo Simulations ; Physical Review Letters ; 116 ; 24 ;

F. Damay, **S. Petit**, S. Rols, M. Braendlein, R. Daou, E. Elkaim, F. Fauth, F. Gascoin, C. Martin, A. Maignan ; Localised Ag+ vibrations at the origin of ultralow thermal conductivity in layered thermoelectric AgCrSe2 ; Scientific Reports ; 6 ;

D. Lairez, M. C. Clochard, J. E. Wegrowe ; The concept of entropic rectifier facing experiments ; Scientific Reports ; 6

C. H. Lee, K. Kihou, J. T. Park, K. Horigane, K. Fujita, F. Wasser, N. Qureshi, **Y. Sidis**, J. Akimitsu, M. Braden ; Suppression of spin-exciton state in hole overdoped iron-based superconductors ; Scientific Reports ; 6 ;

Z. W. Li, Y. Drees, C. Y. Kuo, H. Guo, A. Ricci, **D. Lamago**, O. Sobolev, U. Rutt, O. Gutowski, T. W. Pi, A. Piovano, W. Schmidt, K. Mogare, Z. Hu, L. H. Tjeng, A. C. Komarek ; Incommensurate spin correlations in highly oxidized cobaltates La2-xSrxCoO4 ; Scientific Reports ; 6 ;

O. Pavlosiuk, D. Kaczorowski, **X. Fabreges**, **A. Gukasov**, P. Wisniewski ; Antiferromagnetism and superconductivity in the half-Heusler semimetal HoPdBi ; Scientific Reports ; 6

J. M. Zanotti, **P. Judeinstein**, S. Dalla-Bernardina, G. Creff, J. B. Brubach, P. Roy, M. Bonetti, J. Ollivier, D. Sakellariou, **M. C. Bellissent-Funel** ; Competing coexisting phases in 2D water ; Scientific Reports ; 6

2017

H.-D. Nguyen, L. Assumma, **P. Judeinstein**, R. Mercier, L. Porcar, **J. Jestin**, C. Iojoiu, S. Lyonnard ; Controlling Microstructure-Transport Interplay in Highly Phase-Separated Perfluorosulfonated Aromatic Multiblock Ionomers via Molecular Architecture Design ; ACS applied materials & interfaces ; 9 ; 2 ; 1671-1683 ;

D. Zhao, V. Gimenez-Pinto, A. M. Jimenez, L. X. Zhao, **J. Jestin**, S. K. Kumar, B. Kuei, E. D. Gomez, A. S. Prasad, L. S. Schadler, M. M. Khani, B. C. Benicewicz ; Tunable Multiscale Nanoparticle Ordering by Polymer Crystallization ; Acs Central Science ; 3 ; 7 ; 751-758 ;

A. Mikhailovskaya, L. Zhang, **F. Cousin**, **F. Boue**, P. Yazhgur, F. Muller, C. Gay, A. Salonen ; Probing foam with neutrons ; Advances in Colloid and Interface Science ; 247 ; 0 ; 444-453 ;

M. Golub, **S. Combet**, D. C. F. Wieland, D. Soloviov, A. Kuklin, H. Lokstein, F. J. Schmitt, R. Olligess, M. Hecht, H. J. Eckert, J. Pieper ; Solution structure and excitation energy transfer in phycobiliproteins of Acaryochloris marina investigated by small angle scattering ; Biochimica Et Biophysica Acta-Bioenergetics ; 1858 ; 4 ; 318-324 ;

X. Z. Xu, J. Zhou, **J. Jestin**, V. Colombo, G. Lubineau ; Preparation of water-soluble graphene nanoplatelets and highly conductive films ; Carbon ; 124 ; 0 ; 133-141 ;

H. Guenet, M. Davranche, D. Vantelon, J. Gigault, S. Prevost, O. Tache, S. Jaksch, M. Pedrot, V. Dorcet, A. Boutier, **J. Jestin** ; Characterization of iron-organic matter nano-aggregate networks through a combination of SAXS/SANS and XAS analyses: impact on As binding ; Environmental Science-Nano ; 4 ; 4 ; 938-954 ;

S. Corallini, M. Ceretti, **A. Cousson**, C. Ritter, M. Longhin, P. Papet, W. Paulust ; Cubic Sr2ScGaO5 Perovskite: Structural Stability, Oxygen Defect Structure, and Ion Conductivity Explored on Single Crystals ; Inorganic Chemistry ; 56 ; 5 ; 2977-2984 ;

A. J. Fernandez-Carrion, K. Al Saghir, E. Veron, A. I. Becerro, **F. Porcher**, W. Wisniewsld, G. Matzen, F. Fayon, M. Allix ; Local Disorder and Tunable Luminescence in Sr1-x/2Al2-xSixO4 (0.2 <= x <= 0.5) Transparent Ceramics ; Inorganic Chemistry ; 56 ; 23 ; 14446-14458 ;

N. Matsubara, **F. Damay**, B. Vertruyen, N. Barrier, O. I. Lebedev, P. Boullay, E. Elkahn, P. Manuel, D. D. Khalyavin, C. Martin ; Mn2TeO6: a Distorted Inverse Trirutile Structure ; Inorganic Chemistry ; 56 ; 16 ; 9742-9753 ;

M. Henot, **A. Chenneviere**, E. Drockenmuller, L. Leger, F. Restagno ; Comparison of the Slip of a PDMS Melt on Weakly Adsorbing Surfaces Measured by a New Photobleaching-Based Technique ; Macromolecules ; 50 ; 14 ; 5592-5598 ;

A. Korolkovas, C. Rodriguez-Emmenegger, A. D. Pereira, **A. Chenneviere**, F. Restagno, M. Wolff, F. A. Adlmann, A. J. C. Dennison, P. Gutfreund ; Polymer Brush Collapse under Shear Flow ; Macromolecules ; 50 ; 3 ; 1215-1224 ;

J. D. McGraw, A. Nigues, **A. Chenneviere**, A. Siria ; Contact Dependence and Velocity Crossover in Friction between Microscopic Solid/Solid Contacts ; Nano Letters ; 17 ; 10 ; 6335-6339 ;

N. Bonatout, **F. Muller**, P. Fontaine, I. Gascon, O. Konovalov, M. Goldmann ; How exfoliated graphene oxide nanosheets organize at the water interface: evidence for a spontaneous bilayer self-assembly ; Nanoscale ; 9 ; 34 ; 12543-12548 ;

A. K. Nayak, V. Kumar, T. P. Ma, P. Werner, E. Pippel, R. Sahoo, **F. Damay**, U. K. Rossler, C. Felser, S. S. P. Parkin ; Magnetic antiskyrmions above room temperature in tetragonal Heusler materials ; Nature ; 548 ; 7669 ; 561-+ ;

J. Jeong, **Y. Sidis**, A. Louat, V. Brouet, P. Bourges ; Time-reversal symmetry breaking hidden order in Sr-2(Ir,Rh)O-4 ; Nature Communications ; 8 ;

E. Lefrancois, V. Cathelin, E. Lhotel, J. Robert, P. Lejay, C. V. Colin, B. Canals, **F. Damay**, J. Ollivier, B. Fak, L. C. Chapon, R. Ballou, V. Simonet ; Fragmentation in spin ice from magnetic charge injection ; Nature Communications ; 8 ;;

P. F. Lory, S. Pailhes, V. M. Giordano, H. Euchner, H. D. Nguyen, R. Ramlau, H. Borrmann, M. Schmidt, M. Baitinger, M. Ikeda, P. Tomes, M. Mihalkovic, C. Allio, M. R. Johnson, H. Schober, **Y. Sidis**, F. Bourdarot, L. P. Regnault, J. Ollivier, S. Paschen, Y. Grin, M. de Boissieu; Direct measurement of individual phonon lifetimes in the clathrate compound Ba7.81Ge40.67Au5.33 ; Nature Communications ; 8 ;;

A. Malabirade, K. Jiang, **K. Kubiak**, A. Diaz-Mendoza, F. Liu, J. A. van Kan, J.-F. Berret, **V. Arluison**, J. R. C. van der Maarel ; Compaction and condensation of DNA mediated by the C-terminal domain of Hfq ; Nucleic acids research ;;

S. Kunkemoller, P. Steffens, P. Link, **Y. Sidis**, Z. Q. Mao, Y. Maeno, M. Braden ; Absence of a Large Superconductivity-Induced Gap in Magnetic Fluctuations of Sr_{2}RuO_{4} ; Physical review letters ; 118 ; 14 ; 147002 ;

L. Mangin-Thro, Y. Li, **Y. Sidis**, **P. Bourges** ; a - b Anisotropy of the Intra-Unit-Cell Magnetic Order in YBa2Cu3O6.6 ; Physical Review Letters ; 118 ; 9 ; 0 ;

S. Petit, E. Lhotel, **F. Damay**, **P. Boutrouille**, A. Forget, D. Colson ; Long-Range Order in the Dipolar XY Antiferromagnet Er2Sn2O7 ; Physical Review Letters ; 119 ; 18 ; 0 ;

M. W. Ma, **P. Bourges**, **Y. Sidis**, Y. Xu, S. Y. Li, B. Y. Hu, J. R. Li, F. Wang, Y. Li ; Prominent Role of Spin-Orbit Coupling in FeSe Revealed by Inelastic Neutron Scattering ; Physical Review X ; 7 ; 2 ; 0 ;

N. Martin, P. Bonville, E. Lhotel, **S. Guitteny**, A. Wildes, C. Decorse, M. C. Hatnean, G. Balakrishnan, **I. Mirebeau, S. Petit** ; Disorder and Quantum Spin Ice ; Physical Review X ; 7 ; 4 ; 0 ;

S. Houvenagel, G. Picheth, C. Dejean, **A. Brulet**, **A. Chenneviere**, O. Couture, N. Huang, L. Moine, N. Tsapis ; End-chain fluorination of polyesters favors perfluorooctyl bromide encapsulation into echogenic PEGylated nanocapsules ; Polymer Chemistry ; 8 ; 16 ; 2559-2570 ;

Q. Berrod, **F. Ferdeghini**, **J. M. Zanotti**, **P. Judeinstein**, **D. Lairez**, V. G. Sakai, O. Czakkel, P. Fouquet, D. Constantin ; Ionic Liquids: evidence of the viscosity scale-dependence ; Scientific Reports ; 7 ; 0 ; 0 ;

Q. Berrod, S. Hanot, A. Guillermo, S. Mossa, S. Lyonnard ; Water sub-diffusion in membranes for fuel cells ; Scientific Reports ; 7 ; 0 ; 0 ;

S. Chattopadhyay, **S. Petit**, E. Ressouche, S. Raymond, V. Baledent, G. Yahia, W. Peng, J. Robert, M. B. Lepetit, M. Greenblatt, P. Foury-Leylekian ; 3d-4f coupling and multiferroicity in frustrated Cairo Pentagonal oxide DyMn2O5 ; Scientific Reports ; 7 ; 0 ; 0 ;

S. Longeville, L. R. Stingaciu ; Hemoglobin diffusion and the dynamics of oxygen capture by red blood cells ; Scientific Reports ; 7 ; 0 ; 0 ;

A. Malabirade, J. Morgado-Brajones, S. Trepout, F. Wien, I. Marquez, J. Seguin, S. Marco, M. Velez, **V. Arluison** ; Membrane association of the bacterial riboregulator Hfq and functional perspectives ; Scientific Reports ; 7 ; 0 ; 0 ;

D. Simeone, G. J. Thorogood, D. Huo, L. Luneville, G. Baldinozzi, V. Petricek, **F. Porcher**, J. Ribis, L. Mazerolles, L. Largeau, J. F. Berar, S. Surble ; Intricate disorder in defect fluorite/pyrochlore: a concord of chemistry and crystallography ; Scientific Reports ; 7 ; 0 ; 0 ;

M. Zanatta, L. Cormier, **L. Hennet**, C. Petrillo, F. Sacchetti ; Real-time observation of the isothermal crystallization kinetics in a deeply supercooled liquid ; Scientific reports ; 7 ; 0 ; 43671 ;

2018

S. Ener, E. Anagnostopoulou, I. Dirba, L. M. Lacroix, **F. Ott**, T. Blon, J. Y. Piquemal, K. P. Skokov, O. Gutfleisch, G. Viau ; Consolidation of cobalt nanorods: A new route for rare-earth free nanostructured permanent magnets ; Acta Materialia ; 145 ; 0 ; 290-297 ;

C. Petuya, **F. Damay**, S. Desplanche, D. Talaga, A. Desmedt ; Selective trapping of CO2 gas and cage occupancy in CO2-N-2 and CO2-CO mixed gas hydrates ; Chemical Communications ; 54 ; 34 ; 4290-4293 ;

M. Ceretti, O. Wahyudi, **G. Andre**, M. Meven, A. Villesuzanne, W. Paulus ; (Nd/Pr)(2)NiO4+delta: Reaction Intermediates and Redox Behavior Explored by in Situ Neutron Powder Diffraction during Electrochemical Oxygen Intercalation ; Inorganic Chemistry ; 57 ; 8 ; 4657-4666 ;

F. Q. Tao, C. P. Liang, X. M. Wang, X. H. Li, **F. Porcher**, M. Allix, F. Q. Lu, H. R. Gong, L. J. Liu, X. J. Kuang ; 8-Layer Shifted Hexagonal Perovskite Ba8MnNb6O24: Long-Range Ordering of High-Spin d(5) Mn2+ Layers and Electronic Structure ; Inorganic Chemistry ; 57 ; 10 ; 5732-5742 ;

M. Albino, P. Heijboer, **F. Porcher**, R. Decourt, P. Veber, M. Maglione, M. Josse ; Metastable ferroelectric phase and crossover in the Ba2NdFeNb4-xTaxO15 TTB solid solution ; Journal of Materials Chemistry C ; 6 ; 6 ; 1521-1534

L. Etchenausia, E. Deniau, **A. Brulet**, J. Forcada, M. Save ; Cationic Thermoresponsive Poly(N-vinylcaprolactam) Microgels Synthesized by Emulsion Polymerization Using a Reactive Cationic Macro-RAFT Agent ; Macromolecules ; 51 ; 7 ; 2551-2563

M. Rabyk, A. Destephen, **A. Lapp**, S. King, **L. Noirez**, L. Billon, M. Hruby, O. Borisov, P. Stepanek, E. Deniau ; Interplay of Thermosensitivity and pH Sensitivity of Amphiphilic Block-Gradient Copolymers of Dimethylaminoethyl Acrylate and Styrene ; Macromolecules ; 51 ; 14 ; 5219-5233

A. S. Robbes, **F. Cousin**, F. Meneau, **J. Jestin**; Melt Chain Conformation in Nanoparticles/Polymer Nanocomposites Elucidated by the SANS Extrapolation Method: Evidence of the Filler Contribution ; Macromolecules ; 51 ; 6 ; 2216-2226

A. Champagne, F. Bourdarot, **P. Bourges**, P. Piekarz, D. Pinek, I. Gelard, J. C. Charlier, T. Ouisse ; Phonon dispersion curves in Cr(2)AlC single-crystals ; Materials Research Letters ; 6 ; 7 ; 378-383

A. Sels, G. Salassa, **F. Cousin**, **L. T. Lee**, T. Burgi ; Covalently bonded multimers of Au-25(SBut)(18) as a conjugated system ; Nanoscale ; 10 ; 26 ; 12754-12762

M. Chevreui, D. Law-Hine, J. Z. Chen, S. Bressanelli, **S. Combet**, D. Constantin, J. Degrouard, J. Moller, M. Zeghal, G. Tresset ; Nonequilibrium self-assembly dynamics of icosahedral viral capsids packaging genome or polyelectrolyte ; Nature Communications ; 9

W. T. Fuhrman, J. R. Chamorro, P. A. Alekseev, **J. M. Mignot**, T. Keller, J. A. Rodriguez-Rivera, Y. Qiu, P. Nikolic, T. M. McQueen, C. L. Broholm ; Screened moments and extrinsic in-gap states in samarium hexaboride ; Nature Communications ; 9

Q. Faure, S. Takayoshi, **S. Petit**, V. Simonet, S. Raymond, L. P. Regnault, M. Boehm, J. S. White, M. Mansson, C. Ruegg, P. Lejay, B. Canals, T. Lorenz, S. C. Furuya, T. Giamarchi, B. Grenier ; Topological quantum phase transition in the Ising-like antiferromagnetic spin chain BaCo2V2O8 ; Nature Physics ; 14 ; 7 ; 716-+

H. Guenet, E. Demangeat, M. Davranche, D. Vantelon, A. C. Pierson-Wickmann, E. Jarde, M. Bouhnik-Le Coz, E. Lotfi, A. Dia, **J. Jestin** ; Experimental evidence of REE size fraction redistribution during redox variation in wetland soil ; Science of the Total Environment ; 631-632 ; 0 ; 580-588

CONFERENCES INVITEES

Conférences nationales invitées 2014

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	CONFERENCE : NOM et LIEU	FRANCE
Cristallographie au LLB : des neutrons dans l'étude du magnétisme	B. Gillon	Journée cristallographie, Ecole Polytechnique, 21 Octobre 2014	Palaiseau
Structural flexibility of LuFe2O4	F. Damay	Soleil User Meeting	Saint-Aubin
Diffraction et Neutrons	F. Damay	19e Confrontations sur Lithiase Urinaire	Paris
Cristallographie au LLB : des neutrons dans l'étude du magnétisme	B. Gillon	Journée cristallographie, Ecole Polytechnique, Palaiseau, 21 Octobre 2014	Palaiseau
ESS, la nouvelle source de neutrons à spallation européenne et ses applications en sciences de la matière	F. Ott	Colloques de l'Orme, Saclay	Saclay
Diffusion diffuse (cours)	Mirebeau	JDN 22-Ecole Oleron	Oléron
Physico−Chimie des Polymères	J. Jestin	ANF Science des Polymères Etat des lieux et Perspectives	Le Mans

Conférences nationales invitées 2015

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	CONFERENCE : NOM et LIEU	FRANCE
Electronic instabilities in the pseudogap phase of cuprate superconductors: Phenomenology	SIDIS Yvan	GDR MICO, Correlated electrons, 17-20 février	Mittlewihr
Diffusion des Neutrons : Bénéfices pour le magnétisme moléculaire	CHABOUSSANT Grégory	GDR MCM2)	Dourdan
« Radio-tomographie neutronique pour l'étude des milieux poreux »	F. Ott	LOWPERM,	Rueil Malmaison
Interplay between NP assembly, polymer chain conformation and mechanical properties in polymer nanocomposites: from model to industrial systems for innovative functional materials	Jestin	Journées de la Diffusion Neutronique JDN 23	Evian
Q=0 Magnetic order in the pseudogap state of cuprates superconductors	Ph. Bourges	Workshop on Cuprate Superconductors	Collège de France

Conférences nationales invitées 2016

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	CONFERENCE : NOM et LIEU	FRANCE
Anisotropie Magnétique : l'apport de la diffraction et de la diffusion des neutrons	CHABOUSSANT Grégory	GDR MCM2 (Rennes)	France
Incoherent Neutron Scattering	LONGEVILLE S.	Brittany Synchrotron Radiation and Resonance (BSRS3 - Rennes), cours, Mars 2016	Rennes

C-Spec: A cold chopper spectrometer at the ESS	LONGEVILLE S.	Workshop on Inelastic Neutron Spectrometers (WINS 2016 - Berlin), Conférence invitée, Septembre 2016	
Diffusion of haemoglobin in solution and in red blood cells: a physiological implication	LONGEVILLE S.	Quasi Elastic Neutron Scattering (QENS 2016 - Berlin), Conférence invitée, Septembre 2016	
Observation of spin fragmentation in spin ice	Sylvain Petit	JDN 2016,	Carry le rouet
Fluctuations de spin dans l'aimant chiral MnGe	Mirebeau	GDR Meetic	Aussois
MnGe, un aimant chiral invar?	Mirebeau	JMC	Bordeaux

Conférences nationales invitées 2017

Two kinds of magnetism	BOURGES Philippe	Symposium Florence Rullier-Albenque	Saclay
Nouveaux Matériaux thermoélectriques	DAMAY françoise	Réunion thématique GDR Meeticc-MCM2	Strasbourg
Diffraction de neutrons polarisés: principes et applications	FABREGES Xavier	Réunion thématique GDR Meeticc-MCM2	Strasbourg
Magnetic textures and neutron scattering	MARTIN Nicolas	Journée de lancement de la 2FDN	Saclay
Spin textures in chiral magnets and re-entrant spin glasses	MARTIN Nicolas	Magnétisme non conventionnel	Grenoble
Neutron scattering study of novel topological magnetic textures	MARTIN Nicolas	Réunion thématique GDR Meeticc-MCM2	Strasbourg
Mn2TeO6 : a distorted inverse trirutile structure	MATSUBARA Nami	Journées de la Diffusion Neutronique 2017	Carry le Rouet
frustrated skyrmions in reentrant spin glasses	MIREBEAU Isabelle	Réunion thématique GDR Meeticc	Bordeaux
The challenge of unconventional superconductivity	SIDIS Yvan	Symposium Florence Rullier-Albenque	Saclay
Competing Coexisting Phases in 2D water.	ZANOTTI Jean-Marc	Soleil Users Meeting.	Palaiseau
Observation of quantum effects in liquid water and glasses	TEIXEIRA José	Practical problems with dynamical nuclear quantum effects through semi-classical methods. CECAM-FR-Moser Meeting	Paris
Neutron scattering: a unique tool for probing sot matter systems at surfaces and interfaces.	COUSIN Fabrice	31émes Journées Surfaces et Interfaces,	Rennes
Détermination structurale de nanostructures à base de polysaccharides par diffusion de neutrons en surface et en volume	COUSIN Fabrice	Journée d'automne du GDR SYMBIOSE : Matière molle et matériaux biosourcés	Paris
The Challenge of Unconventional Superconductivity	SIDIS Yvan	Symposium, Journées en hommage à Florence Rllier, Albenque, 26+-27 juillet	Saclay
Exotic and new states of matter: Long range order in the dipolar XY antiferromagnet $Er_2Sn_2O_7$	Sylvain Petit	Groupe Intérêt Scientifique sur la cryogénie	Saclay

Conférences nationales invitées 2018

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	CONFERENCE : NOM et LIEU	FRANCE
Origin of ultra-low thermal conductivity in AgCrSe2	F. Damay	ILL User Meeting,	Grenoble
Quantum effects and disorder in the pyrochlore magnet $Pr_2Zr_2O_7$	Sylvain Petit	JDN 2018,	Roquebrune sur Argens
Effets quantiques dans les systèmes magnétiques frustrés de type « pyrochlore »	Sylvain Petit	JMC, Journées de la matière condensée,	Grenoble
Quantum effects and disorder in the pyrochlore magnet $Pr_2Zr_2O_7$	Sylvain Petit	Workshop sur le magnétisme frustré "Pyroman",	Orsay
Interplay between nanoparticle assembly, polymer chain conformation and mechanical properties in polymer nanocomposites	Jestin	GDR PolyNano	Paris
Diffusion de rayonnement aux petits angles (rayons X et neutrons) appliquée à la compréhension des relations structures-propriétés dans les nanocomposites.	Jestin	JEPO 2018	Gif/Yvette

Conférences internationales invitées 2014

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	NOM DE LA CONFERENCE	VILLE	PAYS
Intra-Unit-cell magnetism in the pseudo-gap state of High-Tc cuprates	SIDIS Yvan	SCES conference, 7-11 juillet	Grenoble	FRANCE
Small Angle Neutron Scattering for Materials, Magnetism and (soft) Matter	CHABOUSSANT Grégory	Matériaux	Montpellier	FRANCE
Spin dynamics in highly frustrated pyrochlore magnets	Sylvain Petit	Quasi-Elastic neutron Scaterring(QENS-WINS)	Autrans	FRANCE
Neutron scattering study of the quantum spin ice candidate Pr2Zr2O7.	Solène Guitteny	Highly frustrated magnetism (HFM)	Cambridge	UK
Stretched intermediate scattering functions in the ps to ns time range	LONGEVILLE S.	MIRACLE scientific case for ESS	Bonn	ALLEMAGNE
Local susceptibility of frustrated pyrochlores. A tool to assess the anisotropic exchange interaction ,	A Goukassov	IUCr-2014 conference	Montreal	Canada
Magnetic structure and anisotropic excitations in Tb2Ti2O7 spin liquid	Mirebeau	Highly frustrated Magnetism (HFM)	Cambridge	UK

Magnetic structure and anisotropic excitations in Tb2Ti2O7 spin liquid	Mirebeau	International conference of Crystallography (IUCr)	Montreal	Canada
Magnetic structure and anisotropic excitations in Tb2Ti2O7 spin liquid	Mirebeau	Moscow International Symposium on magnetism (MISM)	Moscow	Russie
Q=0 Magnetic order in the pseudogap state of high-Tc cuprates	Ph. Bourges	GRC-Gordon conference on "Correlated Electron Systems (Textures, Topology, and Strong Interactions)"	Mount Holyoke, Massachussets	USA
Magnetic ordering at the pseudogap temperature in cuprates	Ph. Bourges	Aspen Winter Conference in Condensed Matter Physics "Unconventional Order in Strongly Correlated Systems"	Aspen	USA

Conférences internationales invitées 2015

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	NOM DE LA CONFERENCE	VILLE	PAYS
Protein unfolding in the presence of high quantity of macromolecules of different types and size	LONGEVILLE S.	Macromolecular crowding conference, TSRC, , Juin 2015, invité	Telluride	USA
Time-of-flight and backscattering neutron spectrometers	LONGEVILLE S.	ERICE School "NEUTRON SCIENCE AND INSTRUMENTATION", cours, Août 2015	Erice	Italie
Protein stability under macromolecular crowding	LONGEVILLE S.	European Conference on Neutron Scattering (ECNS 2015 – Zaragoza - Spain), Septembre 2015	Zaragoza	Espagne
Thermal Shear Banding in ordinary polymer melts & fluids	L. Noirez	2nd International Conference on Rheology and Modeling of Materials	Miskolc	Hongrie
Low frequency shear elasticity in polymer melts and liquids	L. Noirez	EMN Meeting on Polymer	Orlando	US
Longitudinal and Transverse Zeeman Ladders in the Ising-like chain antiferromagnet $BaCo_2V_2O_8$	Sylvain Petit	International Conference on magnetism (ICM)	Barcelone	ESPAGNE
Spin dynamics in soft and quantum spin ices	Sylvain Petit	Dynamical Properties of Solids (DyProSo)	Munich	Allemagne
MnGe chiral magnet	Mirebeau	Dzyaloshinskii-Moryia interactions and spin structures	Pskov	Russie
Two step pressure induced collapse of magnetic order in MnGe chiral magnet	Mirebeau	International conference of Magnetism (ICM)	Barcelone	Spain
Q=0 Magnetic order in the pseudogap state of cuprates superconductors	Ph. Bourges	Quantum Materials Symposium 2015 (QMS15)	Muju	Corée du sud
Intra-Unit-Cell magnetic correlations near optimal doping in YBCO	Ph. Bourges	Conference on Materials & Mechanisms of Superconductivity	Géneve	Suisse
Development of the curved NRSE flippers for Multi-MUSES spectrometer at LLB	S. Klimko	DENIM	Budapest	Hongrie

Conférences internationales invitées 2016

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	NOM DE LA CONFERENCE	VILLE	PAYS
Neutron compact source : first test on the Iphi accelerator	A. Menelle	High Brilliance neutron Source	Unkel	Allemagne
Identification of Static Shear Elasticity from polymer melts to simple liquids	L. Noirez	Rheo-SAS, 4th International Soft Matter Conference	Grenoble	France
Key role of the liquid-surface interaction to reveal the hidden solid-like nature from polymer melts to simple liquids	L. Noirez	Energy, Materials, Nanotechnology Meeting, Dubrovnik	Dubrovnik	Croatie
C-Spec: A cold chopper spectrometer at the ESS	LONGEVILLE S.	Workshop on Inelastic Neutron Spectrometers (WINS 2016 - Berlin), Conférence invitée, Septembre 2016	Berlin	Allemagne
Diffusion of haemoglobin in solution and in red blood cells: a physiological implication	LONGEVILLE S.	Quasi Elastic Neutron Scattering (QENS 2016 - Berlin), Conférence invitée, Septembre 2016	Berlin	Allemagne
Magnetic properties of the pseudo-gap state in cuprate superconductors	SIDIS Yvan	CIFAR-Quantuùm matérials, Collège de France, Paris, 5-7 octobre	Paris	FRANCE
Polarized neutron diffraction as a tool for mapping molecular magnetic anisotropy: local susceptibility tensors in Coll complexes	RIDIER Karl	PNCMI	Munich	Allemagne
Magnetic fragmentation in $Nd_2Zr_2O_7$	Sylvain Petit	Highly frustrated magnetism (HFM)	Taipei	Taiwan
Area Detectors for Single-Crysta Neutron Diffraction.	A Goukassov	Int Workshop: Modern Trends in Neutron Scattering for Magnetic Systems and Single Crystal Diffraction with Polarized Neutron	Tutzig	Allemagne
Magnetic fluctuations, quantum critical point and invar-like behavior of MnGe chiral magnet	MIREBEAU Isabelle	Highly frustrated magnets (HFM)	Taipei	TAIWAN
The Small−K Advanced DIffractometer SKADI, a multi−purpose SANS instrument at ESS for high impact science in soft matter and biological systems	J. Jestin	III International Conference on Small Angle Neutron Scattering	Dubna	Féd. de Russie
Interplay between NP Assembly, Polymer Chain Conformation and Mechanical Properties in Polymer Nanocomposites: From Model to Industrial Systems for Innovative Functional Materials	J. Jestin	Spring 2016 ACS Rubber Division Meeting	San Antonnio	Etats−Unis
Inter−faciale and filler network contribution in Polymer Nanocomposites	J. Jestin	COHMAS (Composite and Heterogenous Materials Analysis ans Simulations) KAUST	Thuwal	Arabie Saoudite
Spin resonant excitations and loop currents in	Ph. Bourges	Neutron spectroscopy in condensed matter physics,	Grenoble	France

high-temperature copper oxides superconductors		Symposium in honor of Louis-Pierre Regnault		
Q=0 Magnetic order in the pseudogap state of cuprates superconductors	Ph. Bourges	Spectroscopies in Novel Superconductors (SNS2016)	Ludwigburg	Allemagne
Q=0 Magnetic order in the pseudogap state of cuprates superconductors	Ph. Bourges	Superstripes 2016, Physics in Quantum Matter Superconductivity, Magnetism \& Ferroelectricity,	Ischia	Italie
Q=0 Magnetic order in the pseudogap state of cuprates superconductors	Ph. Bourges	Polarised Neutrons in Condensed Matter Investigations PNCMI2016	Fresing	Allemagne
Pairwise Comparison	P. Permingeat	DENIM	Lund	Suède
From Science to Specs : the LLB case	S. Désert	DENIM	Lund	Suède
Using modeFRONTIER for design optimization of curved RF-coil	S. Klimko	DENIM	Lund	Suède

Conférences internationales invitées 2017

Loop currents in superconducting cuprates and in iridates	BOURGES Philippe	Fundamental Enduring Problems in Quantum Condensed Matter	Riverside	USA
Loop currents in superconducting cuprates and in iridates	BOURGES Philippe	GRC Neutron scattering	Hong Kong	CHINE
Spin fluctuations in High-Tc cuprates	BOURGES Philippe	Cracking the enigma of cuprate superconductors	Jouvence	CANADA
Helical bunching and symmetry lowering inducing multiferroicity in Fe langasites	CHAIX Laura	Gordon Research Conference on Neutron Scattering	Hong-Kong	CHINE
Time-reversal symmetry breaking hidden order in Sr2(Ir,Rh)O4	JEONG Jaehong	International Conference on Neutron Scattering (ICNS)	Daejeon	COREE SUD
Time-reversal symmetry breaking hidden order in Sr2(Ir,Rh)O4	JEONG Jaehong	ParisEdge - Cutting-edge Topics in Quantum Materials	Paris	FRANCE
Double layered monopoles - Multiferroicity in spin ice	GOUKASSOV Arsen	International Union of Crystallography-2017	Hyderabad	INDE
Bilayered crystal of monopoles in Tb2Ti2O7	A Goukassov	IV International Workshop Dzyaloshinskii-Moriya Interaction.	Peterhof	Russie
Protein unfolding in the presence of high quantity of macromolecules of different types and size	LONGEVILLE S.	Macromolecular crowding conference, TSRC, Telluride Co, conf. inv., Juin 2017	Telluride	USA
Neutron Resonance Spin Echo at the LLB : Utility of transverse NRSE for quasi elastic scattering?	LONGEVILLE S.	ERICE School "NEUTRON SCIENCE AND INSTRUMENTATION", Cours, Juillet 2017	Erice	Italie
NRSE spectroscopy at the LLB: Principles, instruments and some applications	MARTIN Nicolas	2nd PNPI/LLB meeting	Gatchina	RUSSIE
Long-period smectic-like magnetic structure in Mn1-x(Co,Rh)xGe	MARTIN Nicolas	4th International Workshop on Dzyaloshinskii-Moriya interaction and exotic spin structures	Peterhof	RUSSIE
Trirutile as potential multiferroics The case of Mn2TeO6	MATSUBARA Nami	International Union of Crystallography-2017	Heiderabad	INDE

Novel aspects of Kondo insulator physics in 1-2-10 Ce compounds: evidence from neutron scattering	MIGNOT Jean Michel	Strongly correlated electron systems (SCES :Symposium THALES)	Prague	TCHE. REP.
Fluctuating chiral phase in MnGe Chiral magnet	MIREBEAU Isabelle	Dzyaloshinskii Moryia Interactions and exotic spin structures	Petergof	RUSSIE
Manganese Germanides	MIREBEAU Isabelle	russian-french LLB-PNPI meeting	Gatchina	RUSSIE
Fragmentation of the magnetic moment in Nd2Zr2O7	PETIT Sylvain	Strongly correlated electron systems (SCES)	Prague	TCHE. REP.
Antiferroquadrupolar correlations in the QSI Pr2Zr2O7	PETIT Sylvain	International Workshop on Quantum Spin Ice	Toronto	CANADA
Fragmentation of the magnetic moment in $Nd_2Zr_2O_7$	Sylvain Petit	Theoretical and Experimental Magnetism Meeting (TEMM)	Abingdon	UK
Magnetic properties of the pseudo-gap state in cuprate superconductors	SIDIS Yvan	Strongly correlated electron systems (SCES)	Prague	TCHE. REP.
Chromium thin films and nanowires for antiferromagnet spintronics	BATAILLE Alexandre	Anti-ferromagnetic spintronics	Grenoble	FRANCE
In-situ photomagnetic diffraction and inelastic neutron scattering on molecular magnets	CHABOUSSANT Grégory	ECMM European Conference on Molecular Magnetism	BUCAREST	ROUMANIE
Key role of the liquid-ceramic composite interactions to reveal hidden elastic properties in liquids	NOIREZ Laurence	International Conference on Composite Structure	Paris	FRANCE
Key role of the liquid-surface interactions to reveal hidden elastic properties in liquids	NOIREZ Laurence	International Conference on Advanced Materials & Processing	Edimbourg	ECOSSE
Key role of the liquid-solid surface interactions to reveal hidden elastic properties in liquids	NOIREZ Laurence	3rd International Conference on Rheology and Modeling of Materials	Miskolc-Lillafüred	HONGRIE
Instrumentation around CANS	OTT Frédéric	3rd Int. HBS Meeting	Unkel	ALLEMAGNE
A multiscale neutron study from the THz to the ms.	ZANOTTI Jean-Marc	Complementarity between Optics and Neutron spectroscopy in the THz domain – SON2017	Grenoble	FRANCE
Food proteins under processes studied by neutron scattering and imaging	LOUPIAC Camille	SuMo Biomaterials Conference	Göteborg	SUEDE
Neutron Imaging: from meat cooking to protein hydration	LOUPIAC Camille	Workshop on Synchrotron X-Ray and Neutron application to food science and technology,	Lund	SUEDE
The homogeneity of bulk and confined water	TEIXEIRA José	40 years of Soft Matter Science in Florence (Italie)	Florence	Italie
Transport properties of ionic liquids under 1D nanometric confinement	BERROD Quentin	Science Day du HZB	Berlin	ALLEMAGNE
New insight into the function of bacterial amyloids for sRNA metabolism	ARLUISON Véronique	International Union of Microbiological Societies;	Singapore	SINGAPOUR
Diffusion of hemoglobin in solution and in red blood cells and the dynamics of oxygen capture	LONGEVILLE Stéphane	Macromolecular Crowding Workshop,	Telluride	USA

Plusieurs séminaires en relation avec l'utilisation des neutrons pour étudier la dynamique de l'eau confinée dans des systèmes hydrophiles/hydrophobes.	BELLISSENT Marie-Claire	Invitation au Japon du 4 au 27 octobre 2017 : (Shinshu University, Matsumoto University, Fukuoka University)		JAPON
supercooled hydrogen bonded liquids : from self association of pur component to nano segregation in solutions	ALBA-SIMIONESCO Christiane	6-11 aout 2017 GORDON Research Conference on Liquids, Chemistry & Physics, Holderness School in Holderness	NH	USA
Revisiting the dynamical processes of alcohols in the whole supercooled domain	ALBA-SIMIONESCO Christiane	23-28 juillet 2017 the 8th International Discussion Meeting on Relaxations in Complex Systems (8IDMRCS)	Wisla	POLOGNE
Neutron Scattering for Cosmetics	ALBA-SIMIONESCO Christiane	3-5 juillet 2017, Recent advances in basic and applied science in cosmetics	Tours	FRANCE
When an experimental chemist meets with theoretical physicists	ALBA-SIMIONESCO Christiane	5-7 Avril 2017, Dynamics of glass-forming liquids: will theory and experiment ever meet? , keynote speaker, Carlsberg Academy	Copenhagen	DANEMARK
Organic Glasses	ALBA-SIMIONESCO Christiane	27-31 Mars 2017, Spring School on Glasses	Cargese (Corse)	FRANCE
Why does it MATTER ?	ALBA-SIMIONESCO Christiane	15 septembre 2017 Discours inaugurale du programme MATTER		DANEMARK
Magnetic properties of the pseudo-gap state in cuprate superconductors	SIDIS Yvan	SCES conference, 16-21 juillet	Prague	REP. TCHEQUE

Conférences internationales invitées 2018

TITRE DE LA PRESENTATION	ORATEUR LLB	NOM DE LA CONFERENCE	VILLE	PAYS
SANS Engineering and Sample Environment	S. DESERT	CREMLIN	St Petersbourg	Russie
Materials for neutron shielding.	A.Menelle	International Society for Sample Environment summer school	Villingen	Suisse
Neutron distribution around compact sources: news trends?	A.Menelle	Neutron Delivery Systems	Grenoble	France
The Sonate project in Saclay	A.Menelle	The future and next generation capabilities of accelerator driven neutron and muon sources	Didcot	UK
Tuning properties in layered triangular compounds (Plenary)	F. Damay	SETN 2018	Santander	Espagne
"Static" Shear-Elasticity in Liquids & Melts	L. Noirez	Thomas Young Center « Soirée »	Londres	UK
Intra-Unit-cell magnetism of the pseudo-gap state in cuprate superconductors	SIDIS Yvan	Emergent Phenomena in Strongly Correlated Quantum Matter, 25-31 aout	Natal	BRESIL
Dynamic kagome ice : $Nd_2Zr_2O_7$ in a 111 field	Sylvain Petit	Highly frustrated magnetism (HFM)	Davis	USA

Loop currents in superconducting cuprates and iridates	Ph. Bourges	Quantum Complex Matter (QCM2018)	Roma	Italie
Loop currents in superconducting cuprates	Ph. Bourges	Polarized Neutrons for Condensed Matter Investigations (PNCMI)	Abingdon	Grande-Bretagne
Loop currents in superconducting cuprates and iridates,	Ph. Bourges	Theoretical and Experimental Magnetism Meeting Conference (TEMM2018)	Abingdon Oxford	Grande-Bretagne
Loop currents in superconducting cuprates	Ph. Bourges	Conference on Materials and Mechanisms of Superconductivity and High Temperature Superconductors (M2S-2018)	Pekin	Chine
Hemoglobin diffusion and the dynamics of oxygen capture by the red blood cells	S. Longeville	Dynamics of Biological Molecules, LINXS, conférence invitée, Juin 2018	Lund	Suède
CSPEC : the cold Time-of-flight Spectrometer of the ESS	S. Longeville	Workshop on Inelastic Neutron Spectrometers (WINS 2018), Conférence invitée, Juillet 2018	Honk-Kong	Honk-Kong

BREVETS

Brevet International

Scintillation detector with a high count rate, S. Jaksch, H. Frielinghaus, G. Kemmerling, R. Hall-Wilton, **S. Désert**, C. Gheorghe ; **WO** 2016/083021 A1

Brevet Français

Système de génération d'un champ magnétique vectoriel

Antoine Daël CEA-IRFU-SACM; Pascal Lavie CEA-IRAMIS-LLB (Brevet n°FR1752841 03/04/2017).

Annexe 7 : Bilan des ressources propres sur 2013 - 2017 hors ESS et franco-suédois

Les montants indiqués sont les valeurs totales du financement

ANR

BORA BORA : Oxyborates et nouveaux matériaux multifonctionnels ; F. DAMAY ; ANR BLANC (122 k€)

DYMAGE : Effets magnéto-électriques dynamiques : études expérimentale et théorique des excitations hybrides ; S. PETIT ; ANR BLANC (101 k€)

METAFORES : Matériaux à architecture élémentaire sur mesure pour réponse fonctionnelle optimisée : de l'expérience à la simulation : V. KLOSEK ; ANR BLANC (75 k€)

MIME : Magnetically Induced Ferroelectricity : Towards an energetically efficient data storage : F. DAMAY, S. PETIT ; ANR GENERIQUE (26 k€)

MTMED : Modélisation Multi-Techniques de la densité électronique : B. GILLON ; ANR GENERIQUE (74 k€)

NANOINTERPROP : Façonner l'interface à l'échelle nanométrique dans les nanocomposites particules-polymères : J. JESTIN ; ANR INDUSTRIEL (223 k€)

NIRVANA : Révéler les Anapoles par diffusion de neutrons: une route pour comprendre le mécanisme de la supraconductivité à haute température critique : P. BOURGES ; ANR OH (592 k€)

PANORAMA : Assemblage Macromoléculaire Hors-équilibre Compréhension, Contrôle & Nouvelles Structures : F. COUSIN ; ANR BLANC (86 k€)

SELPHY : Single-ion Hybrid Polymer Electrolytes for Li-metal battery : J. JESTIN ; GDS Energie propre (98 k€)

UNESCOS : Etats électroniques non conventionnels et ordres de charge versus supraconductivité : Y. SIDIS ; ANR GENERIQUE (71 k€)

WAVENEXT : Aimant vectoriel à grande ouverture angulaire pour la diffusion des neutrons et des rayons X : A. BATAILLE : ANR industriel (224 k€)

Bilatéral

Autoassemblage peptidique; nanostructure ; membrane bactérienne; confinement" : V. ARLUISON, G. FADDA ; Idex Paris – Sorbonne ; Appel à projets de mobilité international Argentine - Brésil 2014 (5 k€)

N° 27701VG : Rôle de la protéine HFQ dans la régulation de la réplication des éléments génétiques extrachromosomiques chez escherichia coli : V. ARLUISON ; PHC (Partenariat Hubert-Curien) POLONIUM France-Pologne (8 k€)

Confinement nanométrique de liquides ioniques : vers des batteries aux performances décuplées ? : Q. BERROD : PHC (Partenariat Hubert-Curien) FASIC France-Australie (7.5 k€)

2D3DGONAP : Des propriétés optiques et structurales des nanoparticules d'or fonctionnalisées : L.-T. LEE ; PICS Finlande (4 k€)

PCRD

NMI3-II WP13 : Transnational ACCESS : C. Alba-Simionesco ; FP7-INFRASTRUCTURES-2011-1 (999 k€)

NMI3-II WP18 : JRA (Imaging) : F.OTT ; FP7-INFRASTRUCTURES-2011-1 (173 k€)

NMI3-II WP20 : JRA (Advanced Neutron Tools for Soft and Bio-Materials) : A. Brûlet ; FP7-INFRASTRUCTURES-2011-1 (146 k€)

NMI3-II WP21 ; JRA (Detectors) : A.Menelle ; FP7-INFRASTRUCTURES-2011-1 (53 k€)

NMI3-II WP5 : Integrated User Access : A.Menelle ; FP7-INFRASTRUCTURES-2011-1 (5 k€)

ReFreePerMag : Rare Earth Free Permanent Magnets : F. Ott ; FP7-NMP.2011.2.2-4 (224 k€)

H2020

NFFA : Nanosciences Foundries and Fine Analysis : E. Eliot ; H2020-INFRAIA-2014-2015 (144 k€)

Sine2020 : World class Science and Innovation with Neutrons in Europe 2020 : A. Menelle ; H2020-INFRADEV-1-2014-1 (628 k€)

SoNDE : Solid-State Neutron Detector - A new Neutron Detector for High-Flux Applications : S. Désert ; INFRADEV-1-2014-1 (161 k€)

Fonds régionaux

ARICOVER : C. ALBA-SIMIONESCO ; RTRA Triangle de la Physique (10 k€)

Conférence LEES14 : 1th edition of the "Low Energy Electrodynamics in Solids" (LEES) : Ph. BOURGES ; RTRA Triangle de la Physique (3 k€)

Conference "WATER AT INTERFACES: NEW DEVELOPMENTS IN PHYSICS, CHEMISTRY AND BIOLOGY" : M. C. BELLISSENT ; RTRA Triangle de la Physique (3 k€)

HELIX : Etude des couplages d'échange dans deux systèmes à structure magnétique hélicoïdale : I. MIREBEAU ; RTRA Triangle de la Physique (60 k€)

INSTRUMAT : Instabilités structurales induites dans les matériaux par un faisceau de particules chargées : L.-T. Lee ; RTRA Triangle de la Physique (35 k€)

MULTIFERROIQUES : Caractérisation avancée des multiferroïques : S. PETIT ; DIM OXYMORE (12 k€)

WAVE : Aimant vectoriel adapté à la diffraction de neutrons : A. BATAILLE ; DIM ; inter-DIM 2014 (294 k€)

1Dmag : One dimensional magnetism in triangular ladder oxides : F. Damay ; LABEX AO PALM 2015 (24 k€)

CHIRAL : chiral magnets with itinerant magnetism : I. MIREBEAU ; LABEX AO PALM 2014 (110 k€)

DeepPaint : MultiScale Characterizations of Consolidated Latex Films : L.-T. Lee ; LABEX AO PALM 2014 (5 k€)

EXELCIUS : EXotic ELectronic Charge Instabilities in Unconventional Superconductors : Y. SIDIS ; LABEX AO PALM 2014 (56 k€)

GDR MICO : Organisation d'une école GDR Mico : S. PETIT ; LABEX AO PALM 2014 (10 k€)

INSPHOTO : dispositif de mesures de diffusion des neutrons de systèmes photomagnétiques en permettant une irradiation lumineuse in-situ à basse température sous champ magnétique : G. CHABOUSSANT ; LABEX AO PALM 2012-1 (30 k€)

MagSANStools : G. CHABOUSSANT ; LABEX AO PALM 2015 (21 k€)

OutEq : Organisation de la journée de rencontre du thème 2 de PALM : L.-T. Lee ; LABEX AO PALM (5 k€)

Photomag Neutrons : Projet Emergence : G. CHABOUSSANT ; LABEX AO NANOSACLAY Emergence (22 k€)

Pseudogap ThinkTank : Pseudogap dans les cuprates : P. BOURGES ; LABEX ; AO PALM 2014 (15 k€)

RMNinhomogene : RMN STRAFI pour la diffusion et l'imagerie multiéchelle : P. Judeinstein ; LABEX AO PALM 2015 (11 k€)

TPoLLB : Projet de formation de TP au LLB : S. PETIT ; LABEXAO PALM 2012-1 (14 k€)

WATER IN FOOD Neutron and magnetic resonance imaging to observe water in food : F. OTT ; LABEX, AO PALM 2014 (20 k€)

Programmes transverses

DEN : SANS measurements on steel samples : M H MATHON ; CEA-DEN (160 k€)

PILPOIL : PIle Lithium à Puissance Optimisée par confInement unidimensionneL : J. M. ZANOTTI ; CEA NTE Program (70 k€)

FRESH FREezing by Shearing : L. NOIREZ ; CNRS, DEFI Instrumentation aux limites (18 k€)

Annexe 8 : Thèses LLB depuis 2013

THESES 2010-2013

LEROY Marie-Alix - CFR – 2010-2013
« Couplage par effet tunnel entre films antiferromagnétiques nanométriques »
Directeur de thèse : S. Andrieu (Nancy) / A. Bataille (LLB Axe Matériaux et nanosciences)

FANG Weiqing – CNRS/CEA – 2010-2013
« Elaboration de matériaux composites à base de nanofils magnétiques pour la fabrication d'aimants permanents »
Directeur de thèse : F. Boué (Axe Matière molle et biophysique)

GUENNOUNI Zineb – CNRS/CEA – 2010-2013 June 18 2014
« Etude des films de Langmuir de copolymères diblocs et forma-tion de nanostructures inorganiques par réduction des ions ar-gent à leur voisinage »
Directeur de thèse : M. Goldman (Paris) / F. Cousin (LLB Axe Matériaux et nanosciences)

BOUTY Adrien – CIFRE – 2010-2013
« Etude de nanocomposites élastomères-nanoparticules »
Directeur de thèse : F. Boué (Axe Matière molle et biophysique)

THESES 2011-2014

GENEVAZ Nicolas – BDI-2011-2014 December 18 2014
Nanocomposites polymères-particules greffées : contribution de la dynamique des chaînes greffées et libres sur les mécanismes de dispersion et les propriétés mécaniques
Directeur de thèse : D. Bertin (Marseille) / J. Jestin (LLB Axe Matière molle et biophysique)

RIDIER Karl – BDI-2011-2014 (November 17 2014)
Etudes des relations magnéto-structurales dans les composés à base moléculaire par diffusion des neutrons : des molécules individuelles aux nanoparticules Directeur de thèse : G. Chaboussant / B. Gillon (Axe systèmes fortement corrélés et magnétisme)

THESES 2012-2015

MANGIN-THRO Lucile-CNRS/CEA-2012-2015
"Phase de "Boucles de courants circulants" dans les supraconducteurs à haute température critique"
Directeur de Thèse : P. Bourges (Axe systèmes fortement corrélés et magnétisme)

GUITTENY Solène-CFR-2012-2015
« Structure et dynamique de spin dans les pyrochlores géométriquement frustrés »
Directeur de thèse : S. Petit, I. Mirebeau (Axe systèmes fortement corrélés et magnétisme)

FERDEGHINI Filippo-CNRS/CEA-2012-2015
« Liquide ionique sous confinement nanométrique 1D »
Directeur de thèse : J.M. Zanotti (Axe Matière molle et biophysique)

FOUCHER Damien – Bourse UVSQ-2012-2015 (Appel LLB/SOLEIL 2012)
« Impact de l'eau dans la flexibilité des MOF, Méthodologie conjointe de mesure par XRD Synchrotron, RMN et diffraction/diffusion des neutrons »
Directeur de thèse : F. Taulelle (Versailles) / F. Porcher - (LLB – Axe Matériaux et nanosciences)

BLOUZON Camille – CFR/CTBU-2012-2015 (Appel LLB/SOLEIL 2012) 06 January 2016
Etude des propriétés photoélectriques et magnétiques des parois de domaines multiferroïques »
Directeur de thèse : M. Viret (SPEC) / F. Ott (LLB – Axe Matériaux et nanosciences)

KAHL Philipp – CTCR-2012-2015 11 January 2016
« Identification of long range solid correlation in liquids abd role of the fluid/substrate interaction »
Directeur de thèse : L. Noirez (Axe Matériaux et nanosciences)

THESES 2013-2016

SONGVILAY Manila – CTCR-2013-2016 29 September 2016
« Identification de nouvelles propriétés dynamiques dans les liquides : corrélations solides à longue portée & rôle de l'interaction fluide/substrat »
Directeur de thèse : L. Noirez (Axe Matériaux et nanosciences)

SCUSSAT Simone – (Appel LLB/SOLEIL) 29 April 2016
« Identification des marqueurs repérables par des capteurs spectroscopiques et significatifs des étapes clefs de la cuisson de viande et de poisson »
Directeur de thèse : P. CAYOT / C. LOUPIAC (LLB/Soleil) (soft complex matter and biophysics)

PANCIATICI Claire –SOLEIL-2013-2016 (Appel LLB/SOLEIL 2013)
« DNA replication in eukaryonitic cells: Relation between chromatin conformation and kinetic of DNA replication»
Directeur de thèse : D. Lairez (Axe Matière molle et biophysique)

GUENET Hélène – CTCR-2013-2016 (Appel LLB/SOLEIL 2013)
« Les zones humides sont elles une source d'As pour les aquifères sous-jacents : caractérisation des interactions As-matière organique (imagerie/rayonnement synchrotron/diffraction de neutrons) »
Directeur de thèse : J. Jestin (Axe Matière molle et biophysique)

THESES 2014-2017

DOS SANTOS Raphael CTCR – 2014-2017 (appel LLB/SOLEIL 2014)
« Interactions protéines interfaciales/membranes : analyses par SAXS, SANS et modélisation moléculaire de la structure tridimensionnelle de la dystrophine en présence de lipides membranaires » Supervisors : J.-F. Hubert (Rennes) / S. Combet (Soft Complex Matter)

HARTMANN JENSEN Mikkel – 09 March 2017
"on the way to form a glass : what about the Debye Peak, structural heterogeneities and Liquid-Liquid phase transition? "
Supervisor : K. Niss, T. Heckher (Roskilde DK) / C. Alba-Simionesco (Axe Matériaux et nanosciences)

MALABIRADE Antoine 06 October 2017
" Auto-assemblage de la protéine bactérienne Hfq, actrice du métabolisme de l'ARN: rôle structural du domaine C-terminal "
Supervisor : V. Arluison (Soft Complex Matter)

THUAL Marc-Antoine - 20 December 2017
« Etude de la cinétique de coalescence de nano-oxydes et incidence sur la recristallisation dans des alliages ODS »
Supervisors : M.-H. Mathon/ V. Klosek (Axe Matériaux et nanosciences)

FERTE Tom – Univ. Strasbourg **–** 2014-2017 (Appel LLB/SOLEIL 2014)
« La dynamique ultrarapide de l'aimantation dans les composés de terres rares et de métaux de transitions »
Directeur de thèse : C. Boeglin (ICPMS Strasbourg) / S. Petit (Axe systèmes fortement corrélés et magnétisme)

LEANG Marguerite 28 November 2017
« Pénétration d'un solvant dans un gel poreux en consolidation : application à la restauration des oeuvres d'art »
Directeur de thèse: F. Giorgiutti-Dauphiné/L. Pauchard (Univ. Paris Sud) / L. Lay-Theng (Axe Matière Molle Complexe)

THESES 2015-2018

MATSUBARA Nami – CTCR – 2015-2018
« Trirutiles et propriétés multiferroïques : exploration de tellurates »
Directeur de thèse : C. Martin (ENSI CAEN) / F. Damay (Axe Structures – Monocristaux)

MAIRE DU POSET Aline –Agrosup Dijon – 2015-2018 (Appel LLB/SOLEIL 2015)
« Etude de matrices à base de pec□ne pour un enrichissement en fer dans les aliments : Influence de l'organisation du gel sur l'environnement local, le degré d'oxydation et la biodisponibilité du fer »
Directeur de thèse: P. Cayot (Univ. Bourgogne) / F. Cousin (Axe Matière molle et biophysique)

PARTOUCHE David – Univ. Paris VII - 2015-2018 (Appel LLB/SOLEIL 2015)
« Analyse de l'assemblage de peptides amyloïdes bactériens »
Superviser: V. Arluison (Axe Matière molle et biophysique)

KUBIAK Krzysztof - Univ. De Gdansk (Pologne) – 2015 -2018
« Etude de la réplication des plasmides de type Cole1 »
Superviser: V. Arluison (Axe Matière molle et biophysique)

THESES 2016-2019

SARTORI-BOUTY Kévin – IPCMS Strasbourg -2016-2019 (Appel LLB/SOLEIL 2016)
«Investigation of exchange coupling in onion-type magnetic nanoparticles»
Directeurs de thèse : B. Pichon (IPCMS), G. Chaboussant et F. Ott (Axe Nouveaux états électroniques et magnétiques de la matière)

PASQUIER Jade – Univ. Pari-Saclay – 2016-2019 (Appel LLB/SOLEIL 2016)
« Suivi de la structure des aliments au cours d'une digestion in vitro par diffusion aux petits angles et imageries »
Directeur de thèse: F. Boué UMR INRA-AgroParisTech/A. Brulet (Axe Matière Molle Complexe)

GUILLEMARD Charles - Institut Jean Lamour UMR7198, Université de Lorraine / CNRS – 2016-2019 (Appel LLB/SOLEIL 2016)
« Alliages d'Heusler comme demi-métaux magnétiques pour la spintronique »
Directeur de thèse: F. Bertran (SOLEIL), A. Bataille (Axe Nouveaux états électroniques et magnétiques de la matière)

BONNEVIDE Marine – Univ. Marseille – 2016-2019 (CIFRE)
« Synthèse, mise en forme et propriétés de nanocomposites élastomères à base de particules greffées »
Directeurs de thèse: D. Gigmes (ICR Marseille), J. Jestin (Axe Matière Molle Complexe)

FERREIRA Afonso – INSA Rennes – 2016-2019
« Propriétés structurales et dynamiques de pérovskites hybrides pour le photovoltaïque »
Directeur de thèse: F. Bourges (Axe Nouveaux états électroniques et magnétiques de la matière)

VAUGOUDE Adrien - LIEC, Université de Lorraine – 2016-2019 (Appel LLB/SOLEIL 2016) « Développement de nouvelles nuances d'aciers austénitiques pour le gainage des futurs réacteurs à neutrons rapides »
Directeurs de thèse: M.-H. Mathon (Axe Science des Matériaux)/D. Thiaudière (SOLEIL)

THESES 2017-2020

OSTA-RANGEL Oriana - Univ. Pari-Saclay – 2017-2020
« L'eau confinée en milieu hydrophobe: vers un nouveau diagramme de phases »
Directeur de thèse: C. Alba-Simionesco, N. Linder (Axe Science des Matériaux)

BEAUVOIS Anthony –Univ. Rennes-2017-2020 (Appel LLB/SOLEIL 2017)
« Comment l'Organisation Physique des agrégats nano-particulaires contrôle-t-elle leur réactivité? Impact sur les processus de transfert des polluants métalliques – Projet ORPHREA »
Directeur de thèse: M. Davranche (Univ. Rennes I) / J. Jestin (Axe Matière molle et biophysique)

ERMAN Azad – Univ. Paris Est-2017-2020
« Séchage de nanocomposites : corrélation structure-comportement rhéologique »
Directeur de thèse: Mme Amiel (UPEM) / C. Le Cœur (Axe Science des Matériaux)

Support financier :

CFR : Contrat de Formation par la Recherche
CTBU : Contrat de Thèse Budget Unité
CTCR : Contrat de Thèse CEA – Région
CIFRE : Convention Industrielle de Formation par la Recherche
CTCI : Contrat de Thèse CEA – Industrie
BDI : Bourse de Doctorat pour Ingénieur