



HAL
open science

Contribution à la Caractérisation d'Interfaces en Génie Biologique et Médical & en Industrie Agroalimentaire par des Techniques Ultrasonores

Dorothee Debavelaere-Callens

► **To cite this version:**

Dorothee Debavelaere-Callens. Contribution à la Caractérisation d'Interfaces en Génie Biologique et Médical & en Industrie Agroalimentaire par des Techniques Ultrasonores. Electronique. Université Polytechnique Hauts-de-France, 2023. tel-04438908

HAL Id: tel-04438908

<https://uphf.hal.science/tel-04438908v1>

Submitted on 5 Feb 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0
International License

Université Polytechnique Hauts-de-France

IEMN UMR CNRS 8520

HABILITATION A DIRIGER LES RECHERCHES

Présentée par

Dorothee CALLENS-DEBAVELAERE

**Contribution à la Caractérisation d'Interfaces
en Génie Biologique et Médical
& en Industrie Agroalimentaire
par des Techniques Ultrasonores**

Soutenue le 14 décembre 2023
devant le jury constitué de

Rapporteurs :

Professeur Claudine GEHIN GOYHENEX, INSA LYON
Professeur Dominique CERTON, Université de TOURS
Professeur Mounsif ECH-CHERIF EL-KETTANI, Université du HAVRE

Examineurs :

Dr Guillaume DELAPLACE, Directeur de recherche INRAE
Professeur Julien CARLIER, Université Polytechnique Hauts-de-France

Garant :

Professeur Emmanuel MOULIN, Université Polytechnique Hauts-de-France

Président :

Professeur Michel AILLERIE, Université de Lorraine & CentraleSupélec

REMERCIEMENTS	5
INTRODUCTION GENERALE	9
RAPPORT D'ACTIVITES	13
1 Notice individuelle et parcours académique	13
1.1 Curriculum Vitae	13
1.2 Parcours académique	13
1.2.1 Titres et Diplômes	13
1.2.2 Expériences Professionnelles	14
2 Bilan des activités de Recherche	14
2.1 Thématiques de recherche	15
2.2 Bilan quantitatif de la production scientifique	19
2.3 Encadrements de thèses, master, DEA	19
2.3.1 Encadrements de Thèses	19
2.3.2 Encadrements de DEA et Master Recherche	20
2.4 Participation à la communauté scientifique et à la diffusion du savoir	20
2.4.1 Organisations scientifiques	20
2.4.2 Journées recherche	20
2.4.3 Participations à des jurys, comités de sélection	21
2.4.4 Implication dans la communauté nationale	21
2.4.5 Diffusion et vulgarisation des travaux de recherche	21
2.5 Valorisation de la recherche et contrats	21
2.5.1 Contrats	21
2.5.2 Collaborations nationales	22
2.5.3 Collaborations internationales	23
2.6 Synthèse des activités de recherche	23
3 Bilan des activités pédagogiques	25
3.1 Présentation synthétique de l'activité d'enseignement	25
3.2 Description générale des enseignements	25
3.3 Responsabilités pédagogiques	27
3.4 Diffusion, rayonnement, activités internationales	30
4 Responsabilités collectives et d'intérêt général	31
4.1 Présentation synthétique des responsabilités	31
4.2 Vice-Présidence déléguée à la Réussite Etudiante et à la Vie Etudiante	32
4.2.1 Pour le volet Réussite	32
4.2.2 Pour le volet Vie Etudiante	34
4.3 Administratrice Provisoire d'un service commun de l'Université	35
4.4 Chargée de mission au laboratoire	36
4.5 Autres Responsabilités et mandats	36
4.5.1 Responsabilités et mandats locaux	36
4.5.2 Responsabilités et mandats nationaux ou internationaux	36
ACTIVITES DE RECHERCHE DETAILLEES	39
5 Introduction générale sur les activités de recherche	40
6 Axe 1 : Caractérisation de l'adhérence cellulaire d'ostéoblastes par détachement ultrasonore basse fréquence	42
6.1 Contexte et objectifs	42
6.2 Proposition d'une technique ultrasonore de mesure de la force d'adhésion	44
6.2.1 Mise au point d'un insonificateur ultrasonore	45
6.2.2 Elaboration des substrats	46
6.2.3 Mesure des taux de détachement et de la force de détachement	47
6.3 Résultats	49
6.3.1 Etude du détachement sur verre en fonction de la fréquence	49

6.3.2	Etude du détachement en fonction de la puissance électrique et du substrat (205 kHz)	50
6.3.3	Mesure de la force de détachement en fonction du temps de conditionnement du substrat	51
6.3.4	Analyse des résultats	51
6.4	Encadrement et production associée	52
6.4.1	Encadrement	52
6.4.2	Publication majeure et bibliométrie associée	53
6.5	Conclusion	53
7	Axe 2 : Conception d'un laboratoire sur puce (BioMEMS) dédié à la caractérisation	
	acoustique de cellules biologiques	55
7.1	Contexte et objectifs :	55
7.2	Technologie développée pour la caractérisation HF en canal microfluidique	56
7.2.1	Etat de l'art	56
7.2.2	Principe du dispositif proposé	58
7.2.3	Développements technologiques :	59
7.2.4	Amélioration de la transmission dans le dispositif	61
7.3	Application à la caractérisation	65
7.3.1	Développement du banc de caractérisation et calibration	65
7.4	Résultats obtenus	68
7.5	Encadrement et production associée :	72
7.6	Conclusion	74
8	Axe 3 : Mise au point de dispositifs de suivi en ligne des encrassements dans l'industrie	
	agroalimentaire –	75
8.1	Contexte et objectifs des travaux	75
8.2	Contribution de l'échographie pour la caractérisation d'interfaces substrat-dépôt	79
8.2.1	Choix de la stratégie acoustique et modélisation	79
8.2.2	Conception du dispositif de caractérisation ultrasonore	82
8.2.3	Conception des échantillons à adhésion variable	83
8.2.4	Validation de la technique sur matériaux modèles	84
8.2.5	Application aux dépôts laitiers	90
8.2.6	Conclusion	92
8.3	Apport de l'Interférométrie par ondes de Coda pour le suivi de l'encrassement et la détection de biofilms	93
8.3.1	Principe de la méthode	94
8.3.2	Suivi de l'évolution des encrassements	95
8.3.3	Application à la détection des biofilms	103
8.4	Encadrement et production associée	106
8.5	Conclusion	107
	PERSPECTIVES	111
	CONCLUSION GENERALE	115
	BIBLIOGRAPHIE	117
	ANNEXES	121
	<i>ANNEXE 1 : PRODUCTION SCIENTIFIQUE</i>	<i>122</i>
	<i>ANNEXE 2 : PARTICIPATION A DES JOURNEES RECHERCHE</i>	<i>128</i>
	<i>ANNEXE 3 : LISTE DES ENCADREMENTS</i>	<i>129</i>
	<i>ANNEXE 4 : SYNTHESE DES ENSEIGNEMENTS</i>	<i>133</i>
	<i>ANNEXE 5 : LISTE DES FIGURES</i>	<i>135</i>
	<i>ANNEXE 6 : LISTE DES TABLEAUX</i>	<i>138</i>

REMERCIEMENTS

Ce mémoire est l'aboutissement d'une carrière académique de 30 années. Après un DEA réalisé en partie à l'Ecole Centrale de Lille avec le Professeur Philippe Pernod et soutenu à l'IEMN en juin 1993, j'ai pu démarrer ma thèse de doctorat, à mi-temps entre l'IEMN et l'Ecole Centrale en septembre 1993. Trente années se sont écoulées, au sein d'un même laboratoire, d'une même université certes mais, au cours desquelles j'ai pu mener de nombreux projets et au cours desquelles j'ai pu faire de magnifiques rencontres, qui m'ont construites et m'épanouissent au quotidien. Il est bien évidemment difficile et périlleux de remercier tout le monde.

Je tiens à remercier les Professeurs Claudine Gehin Goyhenex, Dominique Certon et Mounif El-Cherif El Kettani d'avoir accepté aussi spontanément le rôle de rapporteur. Je remercie Guillaume Delaplace et le Professeur Michel Aillerie de prendre le temps de participer à ce jury, pour ce dernier à quelques jours de son départ en retraite. J'espère que vous prendrez plaisir à lire ce manuscrit « synthétique », je suis désolée, je pensais faire plus court mais je me suis finalement prise au plaisir de la rédaction.

Je tenais à vous exprimer ma profonde gratitude pour votre contribution à cette étape particulière de la vie d'enseignant chercheur qu'est l'Habilitation à Diriger les Recherches.

Je remercie Philippe Pernod, alors Maître de Conférences pour m'avoir proposé de rejoindre ses travaux autour du biomédical lors d'une rencontre fortuite et d'avoir cru en moi pour me proposer de poursuivre en thèse dans ce domaine. Je remercie Bertrand Nongaillard et Fabrice Lefebvre qui m'ont également accompagnée durant la thèse.

Les travaux de recherche qui sont présentés dans ce mémoire sont le fruit de travail acharné de plusieurs doctorants, tous réalisés dans le cadre de différentes collaborations avec des chercheurs extérieurs à l'Université. Je tiens à remercier Annie Myrdycz, Ludovic Peyre, Nicolas Collier, Bowei Chen et Dany Ishak.

La réussite et l'aboutissement de ces travaux seraient moindres sans les collègues des laboratoires de l'équipe INSERM Groupe de Recherche sur les Biomatériaux, réunies autour de Frédéric Hildebrand et celle de l'équipe INRAe, réunie autour de Guillaume Delaplace. Merci Frédéric pour, ton professionnalisme, ton humanisme et ta culture. Cela m'a soutenu à des moments difficiles de la vie et de la carrière et permis d'écrire et de développer ces beaux projets. Merci Guillaume, pour ton investissement au service de la recherche à l'INRAe et ton obstination, quel plaisir de se retrouver pour des journées marathon d'écriture de projets ANR, de longues journées de travail avec les doctorants mais toujours dans la bonne humeur et l'humour. J'ai beaucoup appris dans chacun de vos laboratoires pour développer ma culture pluridisciplinaire. Vos idées et vos discussions ont été essentielles pour le développement de mes travaux de recherche, et je suis honoré(e) d'avoir pu travailler à vos côtés.

Je remercie Pierre Campistron, mon « frère de recherche », plus de 15 ans de bureau commun et l'ensemble des sujets de recherche partagés. J'aurai tellement aimé que tu fasses partie du jury, ne serait-ce qu'en membre Invité, puisque malgré l'immensité de ton travail au service de la modélisation acoustique, tu n'as pas souhaité soutenir l'HDR que tu avais écrite.

Merci Emmanuel pour avoir accepté d'être mon garant pour cette HDR, merci pour ton accompagnement au cours de ces derniers mois, et merci pour avoir tenté l'aventure de la recherche en GBM¹ toi qui étais habitué au domaine des transports, ça valait le coup !

Merci Julien d'avoir accepté de faire partie du jury après le travail commun qui a permis cette ouverture de l'acoustique en GBM dans le domaine des microsystèmes.

Je remercie le Président de l'Université Abdelhakim Artiba, qui a cru en moi et m'a appelé en avril 2016 à devenir Vice-Présidente de l'Université. Presque 8 années, que je n'ai pas vu passer, pendant lesquelles j'ai essayé de donner le meilleur de moi-même au service de nos étudiants, avec sa confiance. Je le remercie également particulièrement pour m'avoir incitée à garder le cap de cette HDR.

A toute l'équipe de la gouvernance de l'université, de la direction de l'INSA, je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers chacun d'entre vous pour votre soutien inestimable tout au long de ce parcours académique vers l'Habilitation à Diriger les Recherches. Un merci particulier à Franck Barbier, avec qui je partage depuis 8 ans, les mêmes préoccupations pour la Réussite et la Vie Etudiante. Aux collègues de l'Institut Catholique de Lille, en particulier Catherine Demarey et Juliette Taisne avec lesquelles j'ai le plaisir de travailler dans le cadre des projets communs, particulièrement le NCU PrÉLUDE. A tous, vos encouragements, votre compréhension et votre amitié ont été des éléments cruciaux qui ont contribué à cet aboutissement.

Un immense merci à mes collègues François-Xavier, Françoise B., Françoise D. et Patrick pour l'amitié, le soutien et l'entraide depuis 1992.

Je remercie les directeurs successifs du laboratoire, les collègues du laboratoire et les enseignants et secrétaires pédagogiques de l'INSA Hauts-de-France avec lesquels j'ai plus particulièrement travaillé notamment en tant que Responsable Pédagogique.

Je remercie les collègues des différents services de l'Université. J'adresse des remerciements plus particuliers aux collègues du Pôle Formation et Vie Etudiante, de leur directeur actuel Ludovic Van Oost, que j'ai accompagnés pendant 4 ans en tant que Directrice et avec lesquels je traite toujours des questions de Réussite et de Vie Etudiante.

Vincent, Oscar, Honoré et Léon,

Je tiens à vous exprimer toute ma gratitude pour le soutien inestimable que vous m'avez apporté tout au long de mon parcours académique jusqu'à l'obtention de cette habilitation à diriger les recherches. Votre présence, votre compréhension et votre encouragement ont été des piliers essentiels sur lesquels je me suis appuyée et qui ont rendu cela possible.

Vos sacrifices et votre patience, lorsque j'étais absorbée le soir, les week-ends, dans le bureau, n'ont jamais été pris pour acquis. Votre soutien moral, vos mots d'encouragement et votre capacité à maintenir un équilibre entre nos vies familiales et mon engagement académique ont été la clé de ma réussite. Je tiens à vous remercier du fond du cœur pour votre soutien inconditionnel. Cette habilitation à diriger les recherches est autant un accomplissement pour moi que pour notre famille. Je suis honorée de partager ce succès avec vous, car il a été façonné par notre unité et notre amour.

Je vous aime profondément et je suis reconnaissante de vous avoir à mes côtés. J'espère que cela vous inspirera à poursuivre vos rêves et à continuer à persévérer dans tout ce que vous entreprenez. Mes 3 fils, vous êtes mes plus grandes motivations, et je suis fière de vous.

¹ Génie Biologique et Médical

À ma famille et mes amis, je veux vous remercier pour votre soutien moral et émotionnel. Votre présence dans ma vie a apporté équilibre et légèreté aux moments parfois intenses de mon parcours académique.

A mes parents, partis trop tôt, à qui je pense aujourd'hui, tellement heureux lors de ma soutenance de thèse, de l'obtention de mon poste de Maître de Conférence, qui n'ont malheureusement vu que cette étape de ma vie d'enseignant-chercheur. Vous m'avez guidée, là où vous êtes, pour tracer ma route et nous permettre d'élever Oscar, Honoré et Léon. Soyez assurés de ma reconnaissance.

INTRODUCTION GENERALE

Après l'obtention de mon DEA en 1993, j'ai poursuivi en thèse à l'université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis au sein de l'Equipe « Ultrasons pour l'Ingénierie de la Santé et de l'Agroalimentaire » du Département Opto-Acousto-Electronique de l'Institut d'Electronique, Microélectronique et de Nanotechnologies (UMR 8520) sous la direction de Bertrand Nongaillard et Philippe Pernod (Ecole Centrale de Lille). Après la soutenance en 1996, j'ai obtenu un demi-poste d'ATER, puis un poste de Maître de Conférences à partir de septembre 1997 à l'Université de Valenciennes. Au cours de ces années, j'ai mené des enseignements dans le domaine de la physique et de l'électronique et développé les thématiques de recherche pluridisciplinaires en acoustique physique, plus particulièrement sur l'utilisation des techniques ultrasonores pour la caractérisation d'interfaces dans les domaines du génie biologique et médical ou de l'agroalimentaires. J'ai également eu à cœur de prendre en charge de nombreuses responsabilités collectives au sein de l'Université.

Au fil de ces 30 années, depuis ma nomination en tant que Maître de Conférences à l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, je me suis consacrée à différents sujets qu'il n'est pas possible de détailler de manière exhaustive. Ainsi, ce mémoire se focalise sur un ensemble de faits principaux qui ont jalonné mon activité de recherche dans le domaine de la caractérisation ultrasonore, et plus particulièrement dans le domaine du Génie Biologique et Médical et de l'Agroalimentaire.

Les missions de l'enseignant-chercheur à l'université sont multiples, et s'articulent généralement autour de trois grands types d'activités : une activité de recherche, une activité d'enseignement et une activité administrative. Cette multiplicité offre donc un spectre très large et demande à chaque enseignant-chercheur de trouver un juste équilibre pour d'une part, assumer et organiser son temps autour de ces différentes activités et, d'autre part, participer à l'action collective de l'établissement.

Pour davantage de lisibilité, il m'est apparu intéressant de préciser le parcours emprunté au cours de ces années et le contexte dans lequel s'est déroulé le travail.

Par conséquent, au cours d'une première partie de ce mémoire, je détaillerai mon parcours professionnel, cela à travers un rapport d'activité. Plus qu'une simple notice individuelle présentant le Curriculum Vitae (CV) et un résumé des activités d'enseignement et de recherche, l'objectif poursuivi est de décrire et de montrer la cohérence des missions développées. Dans une seconde partie, consacrée au bilan de mes travaux de recherche, j'ai choisi de détailler mes apports dans trois axes de travaux antérieurs ou actuels pour lesquels j'ai pu apporter une contribution : **Caractérisation de l'adhérence cellulaire d'ostéoblastes par détachement ultrasonore basse fréquence, Conception et apport d'un laboratoire sur puce dédié à la caractérisation acoustique de cellules biologiques et Suivi en ligne des encrassements dans l'industrie agroalimentaire.** Bien évidemment, le travail de recherche est rarement un travail solitaire. J'ai eu la chance de pouvoir collaborer avec de nombreuses personnes : collègues, étudiants en DEA, Master Recherche, en thèse ou en post-doctorat, à la fois au sein du laboratoire mais également tout au long de ma carrière avec des collègues extérieurs à l'IEMN,

nationaux ou internationaux étant donné le caractère pluridisciplinaire des travaux. Tous ces travaux ont abouti à différentes publications :

je suis coauteur de 16 publications internationales dans des revues à comité de lecture. S'ajoutent à cela 28 communications internationales avec actes, 2 revues nationales avec comité de lecture, 7 communications nationales avec actes, 4 séminaires et 1 brevet.

La liste complète est donnée en annexe.

Dès ma nomination, j'ai participé en parallèle à l'organisation de congrès, de journées de recherche ou de sessions CNU sur le plan régional ou national.

Je suis membre des sociétés savantes, Société Française d'Acoustique (SFA) et membre du club EEA et membre élu du CNU 63 depuis 2015.

Parallèlement à mon activité de recherche, j'ai assuré des fonctions d'Enseignement à l'Institut des Sciences et Techniques de Valenciennes (ISTV), puis à l'INSA Hauts-de-France, de la première année de cycle préparatoire ingénieur jusqu'en bac +5 (DESS, DEA et Master 2). Depuis l'obtention de mon poste de Maître de Conférences à la rentrée 1997 à l'ISTV, j'ai effectué d'une façon générale des enseignements typiques de la section CNU 63 pour les niveaux Licence 2 à Master 2 : Physique (avec une dominante optique, physique des ondes et thermodynamique), Traitement de Signal. De manière récente, depuis la création de l'INSA Hauts-de-France, j'interviens également en 1ère année de cycle préparatoire et en 2ème année du Cycle Ingénieur pour la nouvelle spécialité Electronique et Systèmes Embarqués (ESE).

J'ai eu l'occasion de créer et d'assurer des enseignements pour les besoins de la création de nouveaux Masters (Télécommunications Optiques, Hyperfréquence, Ondes acoustiques) ou DESS (Ultrasons pour la Biologie).

J'ai par ailleurs assuré tout au long de ma carrière des tâches d'animation et des responsabilités collectives liées aux enseignements. J'ai notamment pris de nombreuses responsabilités pédagogiques et contribué de manière active au montage de formations en cycle licence (1 DU et 1 Licence Pro) et Master (1 DESS, 1 Master, 1 CMI). La prise de responsabilité a souvent fait suite à la création ou au remodelage de ces formations.

Outre la prise de responsabilité pédagogiques, je me suis également très largement impliquée à l'échelle de l'établissement et cela, très rapidement après ma nomination. En effet, dès 1999, j'ai été élue au Conseil d'Administration (CA) de l'ISTV, puis au CA de l'Université. Depuis 2016, je suis Vice-Présidente déléguée à la Réussite Etudiante et à la Vie Etudiante et j'ai été en charge de l'Administration d'un Service Commun de l'Université, regroupant l'ensemble des services à l'Etudiant (Scolarité, Orientation, Insertion Professionnelle, Réussite, Observatoire) d'avril 2016 à septembre 2020. Je cite ici, mes responsabilités principales, toutes seront détaillées par la suite.

Faire la synthèse de presque 30 années d'activité n'est pas un exercice aisé, c'est pourquoi, j'ai beaucoup tardé pour le faire, rendant cet exercice encore plus difficile.

Un parcours est fait d'opportunités, de rencontres et de choix. Tel a été jalonné mon parcours professionnel depuis le premier contact avec le monde de la recherche en juillet 1992. Ces années ont été extrêmement enrichissantes, je pense avoir exploré de nombreuses tâches pour lesquelles j'ai été nommée en 1997 à l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis en tant qu'enseignant chercheur, avec une grande diversité sur les 3 volets de missions (Enseignement/Recherche/Responsabilités transversales). Outre la diversité des missions, cela m'a permis de travailler avec un grand nombre d'acteurs de l'enseignement supérieur :

enseignants, enseignants-chercheurs, chargés de recherche, agents administratifs et étudiants, cela sur le plan local mais également sur le plan régional, national et international.

A travers la rédaction de ce mémoire, je tiens à remercier toutes les personnes que j'ai pu rencontrer sur le plan professionnel, qui m'ont permis de m'accomplir dans l'Enseignement Supérieur et de pouvoir proposer ma candidature à un poste de Professeur des Universités dans les prochaines années.

RAPPORT D'ACTIVITES

1 Notice individuelle et parcours académique

1.1 Curriculum Vitae

Nom d'usage : CALLENS épouse DEBAVELAERE

Prénom : Dorothée

Nationalité : française

Situation familiale : mariée, 3 enfants

Situation actuelle : Maître de conférences classe exceptionnelle à l'INSA Hauts-de-France

Discipline/section CNU: 63 Electronique

Adresse professionnelle :

Laboratoire IEMN – Université Polytechnique Hauts-de-France

INSA Hauts-de-France

Le Mont Houy 59304 Valenciennes Cedex

Tel : +33 (0)3027511682

Courriel : dorothee.callens@uphf.fr

Contexte professionnel :

Après l'obtention de mon DEA en 1993, j'ai poursuivi en thèse à l'université de Valenciennes au sein de l'Equipe « Ultrasons pour l'Ingénierie de la Santé et de l'Agroalimentaire » du Département Opto-Acousto-Electronique de l'Institut d'Electronique, Microélectronique et de Nanotechnologies (UMR 8520) sous la direction de Bertrand Nongaillard et Philippe Pernod (Ecole Centrale de Lille). Après la soutenance en 1996, j'ai obtenu un demi-poste d'ATER, puis un poste de Maître de Conférences à partir de septembre 1997 à l'Université de Valenciennes. Au cours de ces années, j'ai mené les enseignements et développé les thématiques de recherche détaillées ci-après. J'ai également eu à cœur de prendre en charge de nombreuses responsabilités collectives au sein de l'Université. Notre université a été refondée en 2019, sous l'impulsion de son Président : le Pr Abdelhakim Artiba, en un établissement expérimental : l'Université Polytechnique Hauts-de-France. En effet, en dehors de composantes classiques de formation et de recherche, elle accueille en son sein un EPSCP : l'INSA Hauts-de-France résultat de la fusion de l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs en Informatique, Automatique, Mécanique, Energétique et Electronique (ENSIAME), l'Institut des Sciences et Techniques de Valenciennes (ISTV) et la Faculté des Sciences et des Métiers du Sport (FSMS) ainsi que de l'École Supérieure d'Art et de Communication de Cambrai (ESAC).

Je suis, depuis le 01/09/2020, personnel de l'INSA Hauts-de France.

1.2 Parcours académique

1.2.1 Titres et Diplômes

1996 : Doctorat en Electronique, Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, Laboratoire IEMN

Titre de la thèse : Caractérisation de Progéniteurs Osseux en Culture. Développement d'une technique Ultrasonore d'Analyse Dynamique »

Rapporteurs : Pr Geneviève BERGER et Pr Bernard CRETIN
Examineurs : Pr Maurice CHIVE, Dr Frédéric PATAT, Dr Ph HERNIGOU
Encadrants : Pr Bertrand NONGAILLARD, Pr Philippe PERNOD, Dr Fabrice LEFEBVRE
1993 : DEA en Electronique, « Ultrasons et Imagerie », Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis.
1992 : Maitrise de Physique, Université de Lille.
1990 : Deug A, Faculté Catholique de Lille
1988 : Bac C

1.2.2 Expériences Professionnelles

Depuis le 01/09/2022 : Promotion à la classe exceptionnelle des MCF.
Depuis le 01/09/2020 : Transfert à l'INSA Hauts-de-France – CNU 63-Electronique.
Depuis le 26/04/2016 : Vice-Présidente déléguée à la Réussite Etudiante et à la Vie Etudiante de l'Université Polytechnique Hauts-de-France (Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis jusqu'au 09/09/2019).
26/04/2016-31/08/2020 : Administrateur Provisoire du Service Commun pour les Etudes et la Vie Etudiante
2013 : Promotion MCF HC.
1997-2020 : Maître de Conférences à l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis à l'Institut des Sciences et Techniques de Valenciennes (ISTV).
1996-1997 : ATER à l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (96 Heures d'enseignement).

2 Bilan des activités de Recherche

Depuis ma nomination en 1997, j'effectue mes travaux de recherche à l'Institut d'Electronique, Microélectronique et Nanotechnologies (IEMN), UMR CNRS 8520. Ce laboratoire est doté d'environ 130 enseignant-chercheurs, 45 chercheurs CNRS, 29 ITA, 137 doctorants, 34 post-doctorants. Mes activités de recherche sont plus précisément développées au sein du groupe MAMINA (Matériaux et Acoustique pour MICro et NAno systèmes intégrés), constitué de 11 enseignant-chercheurs permanents et une quinzaine de doctorants. Celui-ci est un des 22 groupes de recherche constitutif du département de recherche Micro et Nano systèmes de l'IEMN² et basé à l'IEMN-DOAE³ à Valenciennes. Je travaille actuellement de manière étroite avec le groupe de recherche TPIA⁴, appartenant au département Acoustique de l'IEMN. Le contexte général de mes travaux est la physique des ondes acoustiques (ultrasons), avec pour applications la caractérisation, le suivi et l'imagerie de milieux biologiques et agroalimentaires. Mes travaux portent principalement sur l'apport de différentes technologies ultrasonores sur la caractérisation de milieux biologiques (différentiation de cellules osseuses, adhérence de cellules sur biomatériaux) ou de milieux agroalimentaires (adhérence des encrassements laitiers, adhérence des biofilms).

² IEMN : Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologies

³ DOAE : Département Opto-Acousto-Electronique

⁴ TPIA : Transduction, Propagation et Imagerie Acoustique

J'ai dans un premier temps travaillé avec des équipes de biologistes, de médecins orthopédiques et des chimistes pour mes activités de caractérisation de biomatériaux utilisés en tant que substituts osseux. Je me suis ensuite tournée vers les chercheurs du génie des procédés en agroalimentaire au sein d'une équipe de l'INRAe pour les accompagner sur la caractérisation des encrassements agroalimentaires.

Dans ce contexte et depuis ma nomination, j'ai pu encadrer 5 doctorants (dont 4 ont obtenu le titre de Docteur) et 4 étudiants en master Recherche/DEA.

2.1 Thématiques de recherche

Dans ce mémoire, j'ai choisi de détailler mes apports dans trois axes de travaux antérieurs ou actuels pour lesquels j'ai apporté une contribution :

- **Caractérisation de l'adhérence cellulaire d'ostéoblastes par détachement ultrasonore basse fréquence,**
- **Conception et apport d'un laboratoire sur puce dédié à la caractérisation acoustique de cellules biologiques**
- **Suivi en ligne des encrassements dans l'industrie agroalimentaire.**

Vous trouverez ici une synthèse de chacun de ces axes, avec notamment, pour chacun la problématique et la contribution apportée au sujet ainsi que le contexte (projets/ thèse/événements). Toutes ces activités seront décrites en détail dans la seconde partie de ce mémoire.

Axe 1 : Caractérisation de l'adhérence cellulaire d'ostéoblastes par détachement ultrasonore basse fréquence

Problématique et Contribution

L'adhérence cellulaire sur un biomatériau est une phase importante des interactions cellule-matériau et la qualité de cette phase conditionne le succès de l'intégration des biomatériaux.

La caractérisation et le contrôle de l'adhérence jouent donc un rôle primordial sur le développement de nouveaux biomatériaux et leur biocompatibilité.

L'objectif de ces recherches est la mise au point d'une nouvelle méthode de caractérisation par ultrasons de l'adhérence cellulaire sur des substrats permettant de fournir une évaluation de l'effet de la fonctionnalisation sur les substrats.

Des ondes acoustiques longitudinales de fréquence 200 kHz sont appliquées sur la culture cellulaire afin d'imposer aux cellules adhérentes une contrainte longitudinale. L'idée est de corrélérer le taux de détachement cellulaire au seuil de déformation longitudinale supporté par les cellules. Seules les cellules soumises à un niveau de contrainte suffisant seront détachées du substrat. De ce résultat, on peut en déduire la force critique juste suffisante pour détacher la cellule. Cette méthode globale peut être adaptée pour différents types de cellules et pour différents substrats.

Apport :

Un insonificateur adapté à l'utilisation de boîtes de culture cellulaire a été développé et calibré. Des tests ont été effectués sur un substrat de verre avec ou sans conditionnement biologique, pour la lignée cellulaire ostéoblastique MC3T3-E1 ainsi que sur substrat d'hydroxyapatite.

La technique nous permet de quantifier la force longitudinale requise pour détacher une cellule de son substrat. C'est un test global qui donne des informations moyennes sur la réponse d'une population cellulaire dans diverses conditions de substrat.

Notre technique ultrasonore s'est montrée sensible aux paramètres biologiques des cultures : un temps de conditionnement de surface long induit une adhésion plus forte et la nécessité d'appliquer une force de détachement plus élevée.

Des mesures de viabilité cellulaire ont également été réalisées post détachement pour valider le caractère non destructif de la méthode.

Collaboration

Ce travail est le fruit d'une collaboration avec le Groupe de recherche sur les biomatériaux (GRB), équipe INSERM EA 1049, de la faculté de Médecine de Lille dans le cadre de la Fédération des Biommatériaux.

Projets

2000-2002 : Porteur de projet pour le contrat ACI (Actions Concertées Incitatives en Télé-médecines et Technologies pour la Santé) intitulé « *Mise au point de dispositifs pour le contrôle par ultrasons et mécanique des fluides de l'adhésion et de la minéralisation d'ostéoblastes sur biomatériaux implantés* » **J'étais la coordinatrice de ce contrat** associant le GRB et le laboratoire de Génie des Procédés d'Interactions Fluides Réactifs Matériaux de l'École de Chimie de Lille (ENSCL)

Participation à l'encadrement :

J'ai encadré la thèse d'Annie Myrdyc d'octobre 1998 jusqu'à son départ prématuré en 2000.

Le sujet a été repris lors du DEA de Ludovic Peyre en 2000/2001, puis lors de sa thèse soutenue le 01 mars 2006.

J'ai également pu encadrer le stage de DEA en biomatériaux de la faculté de Paris de Karine KOT, pour des études de l'influence des ultrasons l'adhésion et la minéralisation d'ostéoblaste en 2001.

Production scientifique :

Ces travaux ont donné lieu à **3 RICL et 4 CICL**

Axe 2 : Conception et apport d'un laboratoire sur puce (BioMEMS) dédié à la caractérisation acoustique de cellules biologiques

Problématique et Contribution

Ce second axe de recherche a été initié avec Pr B. Nongaillard, P. Campistron et J. Carlier suite à une réorientation des thématiques de recherche impulsée par la direction de l'IEMN, à l'issue d'une évaluation AERES, les thématiques du laboratoire ont été réorientées vers les microsystèmes. La thématique Acoustique Ultrasonore a été maintenue mais nous nous sommes réorientés vers une autre gamme de fréquence (1 GHz) pour une propagation en canal microfluidique.

Nous avons tiré parti des possibilités qu'offre la plateforme technologique du Laboratoire Central de l'IEMN pour concevoir des fonctions (détection, mesure d'adhérence, mesure d'élasticité à l'échelle de la cellule, micro-mélangeur...) en associant les couches piézo-électriques haute fréquence (autour du GHz) et la microfluidique.

Les travaux se sont portés essentiellement sur la conception d'un laboratoire sur puce dédié à la caractérisation acoustique de cellules biologiques et en particulier en amont sur le développement technologique de l'intégration hétérogène transducteur acoustique / microfluidique.

Apport :

Conception d'un Lab-On-Chip (1GHz) dédié à la caractérisation acoustique de cellules biologiques. Détections de particules de latex (30 μm), Mesure d'atténuations de solutions témoins. Mesures de dilutions de solutions sanguines

Collaborations

Période 2007 à 2010:

Ce travail est le fruit d'une collaboration avec le professeur ZHAO, Department of Physics Wuhan University, China.

Période 2009 à 2011 :

Reprise de la collaboration avec le Groupe de recherche sur les biomatériaux (GRB), équipe INSERM EA 1049, de la faculté de Médecine de Lille pour poursuivre le travail de caractérisation de l'adhérence de cellules biologiques en canal microfluidique.

Projets :

Ecriture de 3 projets ANR Matisse (PCV 2008, P3N 2009 et P2N 2011) pour lesquels j'ai été porteur en 2008 et 2009.

J'ai une interruption de 10 mois pour congé de maternité pathologique de mon 3^{ème} fils de mars 2010 à janvier 2011, raison pour laquelle je n'ai pas été porteur en 2011.

Participation à l'encadrement :

J'ai participé aux travaux de recherche de 2 doctorants en dessous de 30 % : J Gao et L Sizhe.

Production scientifique :

Ces travaux ont donné lieu à **1 Brevet avec extension internationale en 2010,2011 et 2014** (WO2010/072944 ; EP 2361383 A1 ; US8720274 B2), **6 RICL, 5 CICL.**

Axe 3 : Suivi en ligne des encrassements dans l'industrie agroalimentaire

Problématique et Contribution

Dans les industries laitières, les procédés de transformation du lait conduisent à la formation de dépôts indésirables sur les parois des équipements. En raison du manque de solutions pour minimiser ces dépôts et assurer la sécurité et la qualité des transformations, des procédures de nettoyage aux impacts économiques et environnementaux conséquents sont réalisées. Redéfinir les conditions optimales de transformation en amont afin de rendre éco-efficientes les procédures de nettoyage en aval représente aujourd'hui un enjeu important. Dans ce contexte, disposer d'outils capables de discriminer l'adhésion des dépôts en fonction des conditions d'expérience est une nécessité. Il existe néanmoins peu de dispositifs adéquats.

Apport :

Le travail présente deux nouvelles approches de quantification de l'adhésion de dépôts laitiers par ondes ultrasonores. La première méthode est basée sur l'étude du coefficient de réflexion des ondes transversales en incidence normale à l'interface substrat/dépôt à la fréquence de 25 MHz. Etant données les difficultés d'industrialisation de la technique et la recherche d'une plus forte sensibilité, une seconde méthode ultrasonore non invasive, dite "interférométrie d'ondes de coda", (CWI) a été mise en place et a permis la proposition d'un facteur d'encrassement. Cette technique donne également des résultats intéressants sur la détection à un stade précoce de la formation d'un biofilm sur inox, résultat attendu pour garantir l'hygiène des procédés dans l'industrie agroalimentaire.

Dans le cadre du projet Européen Interreg 2 Seas-SOCORRO, la technique a été employée dans le cadre du suivi de corrosion dans des coupons d'acier en environnement salin, ce qui permet d'identifier un marqueur d'endommagement révélant le taux de perte d'épaisseur dans un échantillon soumis à la corrosion.

Collaborations :

Période 2007 à 2023 :

Ce travail est le fruit d'une collaboration avec Guillaume Delaplace, de l'INRAE. Il a démarré dans le cadre d'une ARCIR⁵.

Participation à l'encadrement :

Encadrement du Master Recherche de N. Collier, à la suite, deux doctorats ont été coencadrés par l'IEMN et l'INRAE :

Période 2009 à 2014 : thèse de N. Collier, financement à 100 % INRAE intitulée « Etude de l'apport des ondes ultrasonores à la caractérisation en ligne des propriétés d'adhésion de milieux modèles avec application aux dépôts laitiers ».

Période 2015 à 2019 : thèse de B. Chen, financement (50 % UVHC et 50 % Région) intitulée « Apport des ondes de coda pour le suivi des encrassements et du nettoyage des conduites en agroalimentaire ».

Projets :

2009-2012 : Projet ARCIR intitulé: « *Constitution de dépôts alimentaires et bactériens sur les surfaces. Conséquences en termes d'hygiène des surfaces* ».

Entre 2013 et 2017 : Participation au montage et à la rédaction de 6 projets ANR qui n'ont pu aboutir.

01/03/2020 au 30/09/2022 :

Projet Européen Interreg 2 Seas-SOCORRO.

Production scientifique :

Ces travaux ont donné lieu à **4 RICL, 5 CICL**.

⁵ ARCIR : Action de Recherche Concertée Incitative Régionale

J'ai également participé entre 2014 et 2017 au développement d'un dispositif de reconnaissance de la parole avec pour objectif, l'application clinique pour les pathologies du larynx. J'ai participé à l'encadrement de la thèse de Dany ISHAK, thèse réalisée en cotutelle dans le cadre d'une collaboration avec le Liban, ces travaux ont donné lieu à **1 RICL et 2 CICL**.

2.2 Bilan quantitatif de la production scientifique

J'ai à mon actif la production suivante, le détail est joint en **Annexe 1**.

Revue Internationale (RICL)	16
Conférences Internationales (CICL)	28
Brevets	1
Articles dans revues nationales à comité de lecture (RN)	2
Conférences nationales avec actes et comité de lecture (CN)	7
Mémoires	2
Séminaires	4

2.3 Encadrements de thèses, master, DEA

2.3.1 *Encadrements de Thèses*

J'ai pu encadrer 5 thèses dont 4 ont été soutenues, le détail de chacune des thèses et situation du doctorant est joint en annexe 2.

Nom	Période	Financement	Coencadrants
Bowei CHEN	15/10/2015- 10/07/2019	50 % Région 50% UPHF	D.Callens 30%, P. Campistron 40% et E. Moulin 30%
Dany ISHAK	01/10/2014 - 19/12/2017	50% UPHF 50% Université Libanaise (Balamand University)	D.Callens 30%, G Nassar 70%
Nicolas COLLIER	01/11/2010 - 12/05/2014	100 % bourse INRA	D.Callens 40%, P. Campistron 40%, Bertrand Nongailard (20%)
Ludovic PEYRE	01/11/2001 - 01/03/2006	100 % bourse MESR	D.Callens 70%, JJ Fabre 30%
Annie MYRDYCZ	01/10/1998 à 30/04/2001 (stoppée pour suivi de conjoint)	100 % bourse MESR	D.Callens 70%, JJ Fabre 30%

2.3.2 Encadrements de DEA et Master Recherche :

Dès lors que mon enseignement n'a pu être réalisé dans des formations en lien avec mes activités de recherche, je n'ai eu que de rares opportunités d'encadrement de DEA ou de Master Recherche :

- Nicolas Collier

Stage Master Recherche en 2009/2010, qui a pu se poursuivre en thèse : Contribution au développement d'une méthode ultrasonore de quantification de l'adhésion entre un substrat et une couche viscoélastique.

- Cédric Pélissier

Stage Master Recherche en 2005/2006 : Etude de l'adaptation mécanique des Transducteurs Piézoélectriques à Ondes de Volume.

- Karine Kot

Stage DEA en 2000/2001: Détermination de l'influence d'ultrasons sur l'adhésion et la minéralisation d'ostéoblastes.

- Ludovic Peyre

Stage DEA en 2000/2001, qui a pu se poursuivre en thèse : Caractérisation ultrasonore de la minéralisation de cellules osseuses en culture.

2.4 Participation à la communauté scientifique et à la diffusion du savoir

2.4.1 Organisations scientifiques

J'ai participé à l'organisation de plusieurs conférences :

- 4 au 6 juillet 2012 : International Symposium on Signal, Image, Video and Communications, 6ème édition organisée à l'Université de Valenciennes, en charge de la partie Communication (site web, affiche, film souvenir, kit conférencier) et de la partie « Social Event » (organisation de 2 visites et du repas de gala pour 100 participants). J'ai également organisé une session spéciale intitulée « Signal Processing for Ultrasound ».
- 7 au 11 Avril 2002 : 6ème Congrès International de la Société Française d'Acoustique (SFA) organisé à Lille. Ce congrès a rassemblé 350 personnes, j'appartenais au Comité d'Organisation (10 personnes) en charge des Arrangements Locaux.

Ces deux dernières conférences ont été organisées avec une grande autonomie :

- 26 juin 2001 : Organisation à l'Université du Colloque intitulé « Biomatériaux Implantés : Problématique et Suivi ». Cette journée a été organisée dans le cadre de la Fédération des Biomatériaux du Nord Pas de Calais (80 chercheurs, cliniciens).
- 26 et 27 novembre 1998 : Organisation à l'Université des Secondes Journées d'Etudes de l'interaction des ultrasons avec les milieux biologiques intitulées : « Apport des techniques ultrasonores pour la caractérisation des tissus osseux » (50 chercheurs Français, belges et suisses).

2.4.2 Journées recherche

J'ai participé à différentes journées recherche. Le détail est donné en annexe 2.

2.4.3 Participations à des jurys, comités de sélection

Je participe de manière régulière à des Comités de Sélection (COS) ou jurys, plus précisément lors de la dernière décennie :

- J'ai été appelée à participer à un COS MCF 63 à l'Université d'Aix Marseille, en avril 2023, UFR de Sciences, Département de physique et Laboratoire d'Informatique et Systèmes, UMR 7020.
- J'ai participé à 2 jurys de thèse au sein du laboratoire en tant qu'examinateur non encadrant : Tahar KADI 2021 et Martin ROBIN 2019.
- J'ai participé à 2 COS MCF au sein du laboratoire en 2018 et 2019.
- J'ai également été Membre du jury de concours externe ITRF Ingénieur de Recherche (2016), Ingénieur d'étude (2017) à l'UVHC et Membre du jury de concours externe INRAE Technicien (2021) à l'INRAE Lille.

2.4.4 Implication dans la communauté nationale

- Membre du Club EEA⁶ : Je suis membre du club EEA depuis 2014 et élue membre titulaire au CNU 63 pour deux mandats depuis 2015.
- Membre de la SFA⁷ : Je me suis impliquée pendant plusieurs années au sein de la Société Française d'Acoustique (SFA). La SFA est une société savante de 900 adhérents. J'ai été membre du comité d'organisation du 6ème Congrès Français d'Acoustique qui s'est déroulé à Villeneuve d'Ascq en 2002. J'ai pris part à la création de la Section Régionale Grand Nord de la SFA en 2003 à laquelle j'ai contribué jusqu'en 2017. J'ai dans ce cadre organisé des manifestations de vulgarisation, notamment dans le cadre de la semaine du son.

2.4.5 Diffusion et vulgarisation des travaux de recherche

Dès mon arrivée au laboratoire, j'ai contribué :

- au Module « Découverte » en L1 durant plusieurs années : Organisation de la présentation des activités du laboratoire pour faire découvrir la mention Electronique aux étudiants de niveau L1 et présentation des activités Génie Biologique et Médical.
- à l'évènement national Sciences en Fête : Durant plus de 4 années, d'octobre 2011 à octobre 2015, j'ai participé à Sciences en Fête en réalisant des ateliers de 45 min sur le Son durant 2 journées pour les élèves de CM1 et CM2.
- En tant que chargée de communication du laboratoire, à l'instauration de la journée des doctorants, avec des présentations sous le format Pecha Kucha (20 diapos de 20 secondes) et la mise en place d'un concours de la présentation de thèse la mieux vulgarisée à la manière de Ma Thèse en 180s.

2.5 Valorisation de la recherche et contrats

2.5.1 Contrats

Mon activité de recherche a pu être réalisée grâce à l'obtention de contrats de recherche :

2000-2002 : Porteur de projet pour le contrat ACI (Actions Concertées Incitatives en Télémedecines et Technologies pour la Santé) intitulé « *Mise au point de dispositifs pour le contrôle par ultrasons et mécanique des fluides de l'adhésion et de la minéralisation* »

⁶ EEA : Electricité, Electronique et Automatique

⁷ SFA : Société Française d'Acoustique

d'ostéoblastes sur biomatériaux implantés » **J'étais la coordinatrice de ce contrat** associant le GRB et le laboratoire de Génie des Procédés d'Interactions Fluides Réactifs Matériaux de l'Ecole de Chimie de Lille (ENSCL).

Ce projet, en plus du financement, a permis d'instaurer une collaboration étroite avec le Groupe de Recherche sur les Biomateriaux, équipe INSERM située au CHR de Lille (au-delà des liens tissés dans la Fédération Biomateriaux) et surtout d'avoir la légitimité de poursuivre cette thématique au sein de l'équipe, malgré une réorganisation. Ce projet nous a permis d'obtenir la poursuite du DEA de L.Peyre vers la thèse grâce à l'obtention du financement Ministère alloué à l'IEMN DOAE et fléché vers cette thématique.

2000-2006 Financement dans le cadre CPER des actions réalisées au sein de la Fédération des Biomateriaux. J'étais **Responsable des actions** relatives à la mesure de l'adhérence des cellules biologiques sur biomateriaux.

2006-2007 : Les activités de la Fédération de Recherche « Biomateriaux et Dispositifs Médicaux Fonctionnalisés » ont ensuite bénéficié d'un financement **ANR**, il s'agissait du **Contrat Fansbamed** (*Fonctionnalisation, Activation et Nanostructuration des Surfaces de Biomateriaux pour Applications Médicales*) pour lequel j'ai gardé la responsabilité des actions relatives à la mesure de l'adhérence des cellules biologiques sur biomateriaux.

2009-2012 **Projet ARCIR** : « *Constitution de dépôts alimentaires et bactériens sur les surfaces. Conséquences en termes d'hygiène des surfaces* ». Projet associant 7 laboratoires partenaires régionaux pour un budget total de 500 k€. Ce projet a été porté par **l'INRA UR63**. J'ai été la responsable scientifique de ce projet pour le laboratoire. Le budget qui nous a été alloué en janvier 2009 était de 100 k€ dont 50 % de fonds propres. Malheureusement, cette convention a été dénoncée en mai 2010, lors de mon absence en congé maternité, par le nouveau directeur du laboratoire par manque de fonds propres. Nous avons poursuivi le travail grâce au support de thèse (financement 50 % région, 50 % INRA) obtenu pour Nicolas Collier, étudiant en master recherche sous ma responsabilité. La thèse a démarré en novembre 2010.

2.5.2 Collaborations nationales

Réalisant une thèse pluridisciplinaire nécessitant des cultures biologiques dans un laboratoire d'électronique qui n'avait aucune compétence et équipement en biologie et poursuivant ce type d'activité de recherche tout au long de ma carrière, les collaborations avec d'autres institutions nationales et régionales (Hôpital, laboratoires CNRS, INRAE, INSERM) ont été essentielles au bon déroulement de mes activités.

- Collaborations nationales et régionales :
 - Hôpital Henri Mondor de Créteil (Pr Ph Hernigou)
 - Centre de transfusion sanguine du Val de Marne (F.Beaujan).
 - GRB de Lille -UPRES INSERM EA 1049 (HF Hildebrand)
 - LCOM, UMR CNRS 8009 devenu UMET UMR CNRS 8207 de Lille (P. Woisel)
 - INRAE PIHM intégré depuis 2018 à UMET UMR CNRS 8207 (G. Delaplace, DR INRA)

Outre les collaborations lors de ma thèse avec des structures situées sur Créteil, j'ai pu travailler à partir de ma nomination de longues années avec le Groupe de Recherche sur les Biomateriaux, notamment sur l'encadrement de 2 thèses, 1 ACI et aboutir à la rédaction de 3 RICL et 6 CICL communes. Nous avons poursuivi ensemble une collaboration avec l'UMET (UMR

CNRS) notamment pour le dépôt de 3 projets ANR intitulés MATISSE (PCV 2008, P3N 2009 et P2N 2011) et la rédaction d'1 CN. J'ai été porteur de l'ensemble de ces 3 projets.

Les travaux réalisés sur cellules biologiques ont été transférés au domaine de l'encrassement laitier. J'ai pu collaborer avec l'INRAe à partir de 2007 sur un projet ARCIR, le co-encadrement de 2 thèses, la rédaction de 4 RICL et 3 CICL et le dépôt de 6 projets ANR. Les projets DEFICLEAN (2015), et SENSITIF (2016) ont tous deux été sélectionnés lors de la phase 1, les projets AMUSE (2013), INCITATIONCLEANING (2014) CLEANWALL (2015) et SENSITIF (2017) ont été refusés en phase 1.

2.5.3 Collaborations internationales

Dans le cadre d'une volonté au sein du laboratoire d'orienter les axes de recherche sur les microsystèmes, j'ai eu l'opportunité de travailler avec l'équipe du Professeur Zhao du Department of Physics Wuhan University, 430072 Wuhan, China. Un post Doc et deux doctorants successifs sont venus de 2010 à 2016, avec lesquels j'ai travaillé et pu collaborer sur 6 RICL et 4 CICL. J'ai participé à la thèse des deux doctorants J. Gao (2012) et L. Sizhe (2016) à moins de 30 %.) Ces collaborations ont permis le développement d'un microsystème permettant l'analyse ultrasonore haute fréquence (1GHz) de cellules biologiques en canal micro fluidique.

J'ai également pu collaborer avec le Liban en coencadrant avec Georges Nassar la thèse de doctorat de Dany Ishak, en cotutelle avec le Pr Antoine Abche de l'Université de Balamand, Tripoli, Liban, qui a donné lieu à 1 RICL et 2 CICL.

Cette thèse avait pour objectif de développer une technique d'analyse des vibrations des cordes vocales par un collier de transducteurs pour la détection de pathologies du larynx.

2.6 Synthèse des activités de recherche

Les activités de recherche évoquées dans les rubriques précédentes peuvent être synthétisées sous la forme d'un schéma chronologique qui suit (Figure 1).

Davantage de détails sur ces activités seront données dans la seconde partie du mémoire, à partir du chapitre 5.

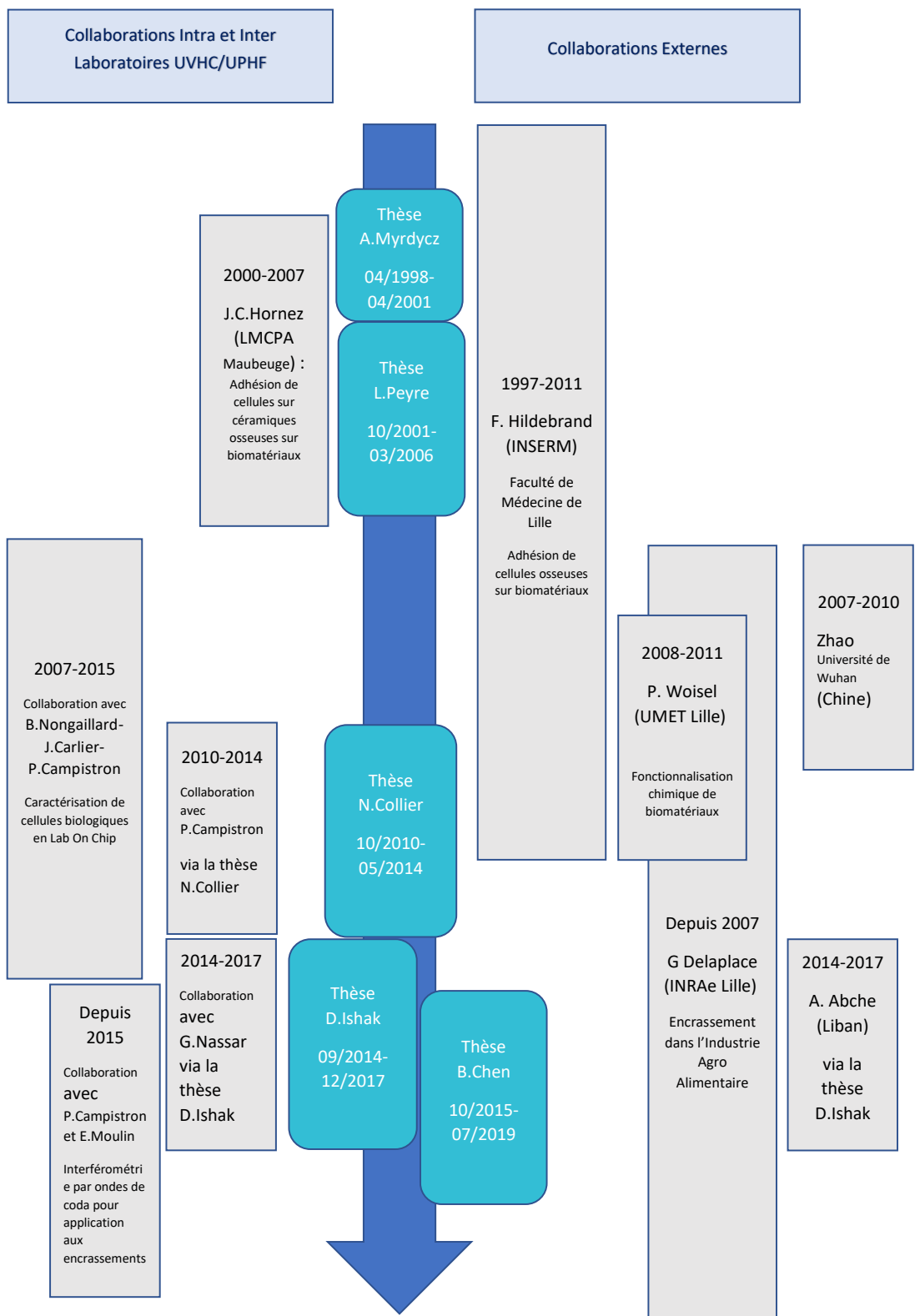


Figure 1 : Synthèse chronologique des activités de recherche et collaborations associées sur le plan national et international mais également en interne de l'Université.

3 Bilan des activités pédagogiques

3.1 Présentation synthétique de l'activité d'enseignement :

Mon activité d'enseignement a été en majeure partie réalisée à l'Institut de Sciences et Techniques de l'Université de Valenciennes (ISTV). Depuis 2020, les formations de l'ISTV sont intégrées au sein de l'INSA Hauts-de-France, né de la fusion de l'école d'Ingénieur ENSIAME, de l'Institut des Sciences et Techniques de Valenciennes ISTV et de la Faculté des Métiers du Sport. Au cours de ma carrière, mon activité d'enseignement a évolué et m'a permis de toucher un public d'étudiants varié, allant de bac +1 à bac +5, (L1 à M2) issus de l'Institut des Sciences et Techniques de l'Université de Valenciennes (ISTV) et également de 1^{ère} année et 4^{ème} année de formation Ingénieur de l'INSA Hauts de France.

Mon activité est scindée en 3 périodes, en raison des volumes statutaires qui ont évolué du fait de mes responsabilités collectives et pour lesquelles j'ai bénéficié de décharges.

Jusqu'en 2016, j'ai assuré un volume horaire en enseignement de 192 heures équivalent TD par an à l'Institut de Sciences et Techniques de l'Université de Valenciennes (ISTV). De façon très marginale, il m'est arrivé en fonction des fluctuations des besoins de l'Institut d'effectuer quelques heures complémentaires (rarement au-delà d'une vingtaine d'heures). Durant cette période, je suis également intervenue à l'Université de Lille, en DESS Technologie et Logistique en Biologie et Médecine durant 5 années à partir de 2001 pour enseigner un module de 16h de cours magistral, « Ultrasons et Biologie ». Par ailleurs, j'ai également bénéficié de 3 congés de maternité en 2004 (3 mois), 2006 (2 mois) et 2010 (9 mois, congé plus long pour raison pathologique).

De 2016 à 2019, j'ai bénéficié de deux décharges, pour les missions de Vice-Présidente et Administrateur Provisoire de Service Commun (128h + 36h), ce qui a fortement diminué le volume réalisé (32h).

Depuis septembre 2019, je bénéficie de la décharge de la Vice-Présidence (un minimum de 64h à réaliser).

Malgré la décharge, j'interviens dans un grand nombre de formations (de niveau 1^{ère} année jusqu'à la 4^{ème} année) dans le domaine de la Physique (Optique) et de l'Electronique (Circuits Hyperfréquences et Antennes).

3.2 Description générale des enseignements

Mes enseignements peuvent se résumer de la façon suivante (les détails des matières et volumes horaires sont donnés **dans l'annexe 3**). L'ensemble de l'enseignement est réalisé en formation initiale :

Cycle Licence : Physique Générale (Optique géométrique, Optique Ondulatoire Electromagnétisme, Thermodynamique, Ondes mécaniques), Télécommunications (Hyperfréquence de base, Propagation Espace Libre), Electronique (Vidéotransmission, Traitement de Signal, module découverte).

Cycle Master : Enseignements plus spécifiques en propagation par Fibre Optique, Hyperfréquence, Ultrasons pour la biologie.

Cycle Préparatoire Ingénieur : Optique géométrique

Cycle Ingénieur : Enseignements en Antennes et Transmissions Embarquées et Circuits Hyperfréquence et Télécoms Optiques aux étudiants de 4^{ème} année.

Capes Sciences Physiques : Optique

Parmi ces enseignements, j'ai créé spécifiquement un certain nombre de cours très spécialisés ainsi que les travaux dirigés et mis en place les travaux pratiques associés. Quelques détails sur ces enseignements sont donnés ci-dessous :

- *Certificat préparatoire en électromagnétisme* (10H CM, 10H TD) en 1998

Ce cours était destiné aux étudiants issus de BTS et DUT qui souhaitaient intégrer l'IUP GEII : électrostatique, magnétisme et équations de Maxwell.

- *Fibre Optique* (24 H CM, 16H TP) en 2001

Lors de la création du DESS Télécom et Automatisation Intégrée en 2001, j'ai mis en place le cours Fibre Optique. Contenu : introduction et historique de la fibre optique, propagation guidée, fabrication de la fibre, composants d'extrémités, bilan de liaison.

J'ai également créé 4 TP de 4 h associant la simulation de liaisons optiques (COMSIS), l'étude de composants d'extrémités, l'étude des jonctions et des pertes de couplage, la réalisation de différents types de modulation sur fibres pour transmission de divers types de signaux.

- *Ultrasons pour la biologie* (16 H CM) en 2001

Ce cours était destiné aux étudiants de DESS Technologie Logistique en Biologie et Médecine dont le public était inhomogène (Maitrise de biologie, biochimie, chimie, physique, ...) : génération des ultrasons, phénomènes de propagation dans les tissus, techniques d'imagerie. Ce cours était complètement réalisé sous format multimédia.

- *Hyperfréquence* (12H CM, 3H TD, 4H TP) en 2002

J'ai créé un cours d'Hyperfréquence destiné aux étudiants de Master 1 ISC (Ingénierie des Systèmes de Communication) : circuits passifs, adaptation d'amplificateurs HF, utilisation du double abaque.

Ce cours a servi de base, a été modifié et enrichi pour être enseigné en Master ISECOM et depuis la rentrée 2022-2023, il a été complété pour être adressé aux étudiants de la 4eme année de la nouvelle spécialité Ingénieur **ESE** (Electronique et Systèmes Embarqués), spécialité créée à l'INSA Hauts de France en 2021-2022.

- *Antennes et Transmissions Embarquées* en 2022-2023
- *Circuits Hyperfréquence et Télécoms Optiques* en 2022-2023

Ces cours ont été principalement dispensés à l'ISTV puis depuis 2020, pour certains d'entre eux à l'INSA dans les formations suivantes :

- Licence Sciences Pour l'Ingénieur (SPI) L1 (2015-2016)
- Licence SPI parcours GEII (L3 Génie Electrique et Informatique Industrielle) (2006-2016)
- Master EIT (M1 et M2 Electronique Instrumentation Télécommunications) (2005-2010)
- Master ISC (M1 Ingénierie des Systèmes de Communication) (2010-2015)
- Master INANTEC (M1 Ingénierie Acoustique et Nouvelles Technologies) (2010-2011)
- Master ISECOM (M1 Ingénierie des Systèmes Electroniques de Communication) (2015-2022)
- Licence L3 Physique Chimie depuis 1996
- Cycle Préparatoire Ingénieur INSA 1A depuis 2019
- Cycle Ingénieur 4A, spécialité ESE depuis 2022

L'ensemble des enseignements réalisés depuis ma nomination est synthétisé dans le tableau de l'annexe 3, ils sont réalisés en formation initiale. Les heures indiquées en bleu correspondent

au planning 2022-2023. Toutes les heures sont calculées en Eq TD pour le volume horaire annuel.

Pour un certain nombre de ces cours et travaux dirigés j'utilise les outils des Technologies de l'Information et de la Communication : présentations multimédia, cours en ligne (utilisation de la plateforme logicielle Moodle de l'université). En particulier, pour l'ensemble des enseignements, je rédige systématiquement un document écrit reprenant les éléments essentiels du cours et d'où je tire également une présentation support. Ces éléments, ainsi que les compléments vus en TD ou TP sont mis à disposition des étudiants par dossiers partagés. Je tenais également à ajouter qu'au fil du temps, avec les nouvelles accréditations, les diplômes évoluant, les enseignements ont nécessité des transformations conséquentes, même s'ils ont gardé pour certains les mêmes intitulés.

Pour conclure, sur l'ensemble de la carrière, j'ai le regret de n'avoir pu davantage réaliser des enseignements en lien avec la recherche. Je me suis beaucoup investie sur des nouveaux enseignements (fibre optique, hyperfréquence) qui n'avaient aucun lien direct avec ma recherche, ce qui a nécessité un travail intéressant mais conséquent. De plus, comme j'ai pu le dire précédemment les formations dans lesquelles j'interviens ne m'ont pas donné de liens directs avec des étudiants intéressés par une poursuite en master recherche ou thèse dans mon domaine d'activité.

3.3 Responsabilités pédagogiques

Dès ma prise de fonction et tout au long de ma carrière, je me suis impliquée de façon significative dans l'administration et l'organisation des enseignements en assurant les responsabilités que je détaille dans cette rubrique :

De 1997 à 2002 : Responsabilité de la **2^{ème} année d'IUP GEII** (mention Electronique, Télécommunication et Signaux)

De 2001 à 2006 : Responsabilité du **DESS Télécommunication et Automatisation Intégrée**, s'adossant à la formation IUP pour le parcours. Ce DESS est devenu Master SPI parcours Télécommunications et Automatisation Intégrée lors de la réforme LMD en 2002.

De 2010 à 2012 : Responsabilité du **Master INANTEC** Ingénierie Acoustique et Nouvelles Technologies des Capteurs.

De 2011 à 2016 : Responsabilité de la **Licence 3 Sciences de l'Information, Audiovisuel et Médias Numériques (SIAMN)** du département DREAM (Développement, Recherche et Innovation en Audiovisuel et Multimédia) de l'ISTV.

Pour l'ensemble de ces responsabilités, les missions ont été assez similaires : organisation des jurys d'entretien de recrutement (accueil de flux de nouveaux étudiants (en IUP 2, L3) issus de BTS ou de DUT, organisation des enseignements, planification des examens, gestion des notes, information et concertations des étudiants, concertations pédagogiques, organisation des réunions pédagogiques et des jurys, organisation des conseils de perfectionnement). A cela s'ajoutait, la participation aux conseils de filière et bien évidemment la communication aux Journées Portes Ouvertes ou salons.

J'ai également joué un rôle moteur dans la création d'un certain nombre de formations de niveau Master en phase avec les besoins socio-économiques locaux et nationaux et adossées aux activités de recherche :

- **DESS Télécommunication et Automatisation Intégrée** (2001), s'adossant à la formation IUP (Participation à la construction et mise en place, Rédaction du dossier d'habilitation, contact avec les industriels, mise en place de nouveaux modules) et prise de sa responsabilité en 2001. Ce DESS est devenu Master GEII parcours Télécommunications et Automatisation Intégrée. J'en ai été responsable jusqu'en juin 2006.
- **Master Ingénierie Acoustique et Nouvelles Technologies des Capteurs** (2010) : membre du comité pédagogique, j'ai participé à la construction du projet de formation et rédigé une grande partie du dossier d'habilitation. J'ai en ai pris la responsabilité durant 2 années dès son habilitation.

De 2014 à 2016 : Co-responsable du Coursus Master Ingénierie (CMI) Transport, Mobilité, Réseaux, Master organisé sur trois parcours Automatique, Mécanique et Electronique (Master ISECOM), j'étais en charge du Parcours Electronique, sur la spécialité ISECOM : Ingénierie des Systèmes Embarqués et Communications Mobiles.

Cette formation pluridisciplinaire basée sur le respect d'un référentiel national de qualité, a nécessité un pilotage efficace entre les 3 spécialités (Automatique, Mécanique et Electronique), les 2 laboratoires UMR CNRS, les 3 responsables et au sein de l'IEMN DOAE. Cette nouvelle voie vers le Métier d'Ingénieur a engendré également un gros travail de communication auprès du public (participation aux salons de l'étudiant, aux forums des Métiers, rédaction de plaquette de communication, ...). J'ai participé à la labellisation du diplôme, aux réunions du réseau national FIGURE, à la communication de ce tout nouveau diplôme, aux recrutements des étudiants. Cela a été une expérience très formatrice que j'ai dû interrompre à la prise de nouvelles responsabilités à la Présidence de l'Université.

Cette formation a été interrompue pour la création de l'INSA HdF.

Depuis la rentrée 2018, je suis :

- **Responsable Pédagogique du DU Tremplin** (75 à 100 étudiants répartis dans 3 à 4 groupes) :

Dans le cadre de la **Vice-Présidence** déléguée à la Réussite Etudiante et de la Vie Etudiante, j'ai travaillé à la refonte d'un Diplôme Universitaire, le DU Tremplin, financé par la Région Hauts-de-France dans le cadre du **PRREL** : Programme Régional de Réussite en Etudes Longues favorisant la réorientation des étudiants de 1^{ère} année universitaire. Ce diplôme, financé par la région et dispensé jusqu'en 2017 au sein de 3 composantes de l'UVHC : l'ISTV, la Faculté de Lettres et la Faculté de Droit n'était plus adapté aux profils des étudiants décrocheurs ou en demande de réorientation.

A l'occasion de l'écriture du nouveau programme avec la Région et son financement via les fonds FEDER FSE⁸ en 2017-2018, j'ai réorganisé ce DU et souhaité qu'il soit opéré au sein du Service commun dont j'avais l'administration jusqu'en 2020, service devenu, suite à la réorganisation des services centraux à la création de l'UPHF, Pôle Formation et Vie Etudiante. Il s'agit du premier diplôme de l'université organisé en dehors d'une composante de formation. Depuis, d'autres diplômes le sont également (DAEU/ DU Rebond/ Licence Pluridisciplinaire

⁸ FSE Fonds Social Européen

Projet Personnel (L3P du NCU⁹ PRéLUDE¹⁰). Cette réorganisation a permis davantage de mutualisation d'enseignements, de choix de modules par l'étudiant et davantage d'accompagnement par le personnel dédié administratif pour le Projet Personnel de l'étudiant (Psychologue Orientation/ Insertion Professionnelle/Entrepreneuriat). Les enseignants sont pour la plupart des enseignants du secondaire ou intervenants professionnels. Il est organisé en 2 temporalités (DU Long, d'octobre à juin et DU court, de janvier à juin). J'ai pris la responsabilité de ce **DU Tremplin** en octobre 2018 et le nombre d'étudiants est passé de 15 à 100 dès la première année de refonte en 2018-2019.

- **Responsable de la licence Professionnelle OPTIQUE PROFESSIONNELLE**, après avoir porté le dossier d'accréditation en 2018 et le dossier d'ouverture à l'apprentissage en 2021

Dans le cadre de ma délégation Réussite Etudiante, j'interagis avec l'ensemble des proviseurs et directeurs des lycées de la Région dans le cadre du continuum -3/+3. L'Ensemble Saint Luc de Cambrai, au sein duquel une filière optique était développée du BAC Pro au BTS, m'a contactée pour la création d'une nouvelle licence Professionnelle OPTIQUE Professionnelle. J'ai travaillé en collaboration avec le lycée à l'accréditation de cette nouvelle formation en 2018.

La **licence Professionnelle OPTIQUE PROFESSIONNELLE, parcours Optométrie**, a été accréditée par le CNESER en juillet 2018. Après 3 années d'existence, j'ai travaillé à l'ouverture de la Licence par Apprentissage pour la rentrée 2021. Cette licence est organisée exclusivement au sein du Lycée de Cambrai, j'en ai pris la Responsabilité. En tant que **Responsable Pédagogique**, mon implication a été importante sur les dossiers d'accréditations (initiale et demande d'ouverture à l'apprentissage auprès de Formasup). Chaque année, je suis en charge des conventions de partenariat avec le lycée, des jurys, du conseil de perfectionnement, de la communication.

Le nombre d'étudiant essentiellement en Contrat Professionnel est en croissance depuis la création 7, 13 puis 18 étudiants avant l'ouverture à l'apprentissage. A la rentrée 2021-2022, grâce à l'ouverture à l'apprentissage et aux incitations financières faites aux entreprises pour l'apprentissage, nous avons un effectif de 30 étudiants : 13 CPro et 17 CApp.

En 2022-2023, en raison du taux de réussite plus faible aux épreuves de BTS, le nombre d'étudiants a diminué pour passer à 18 étudiants (13 en CApp et 5 en CPro). A la rentrée 2023, les flux entrants sont à nouveau à la hausse avec plus de 30 étudiants en contrat (29 CApp et 2 CPro).

La synthèse et la chronologie de ces responsabilités sont présentées sur la figure 2.

⁹ NCU Nouveau Coursus Universitaire

¹⁰ Parcours de réussite en Licence universitaire à développement expérientiel (PRéLUDE)

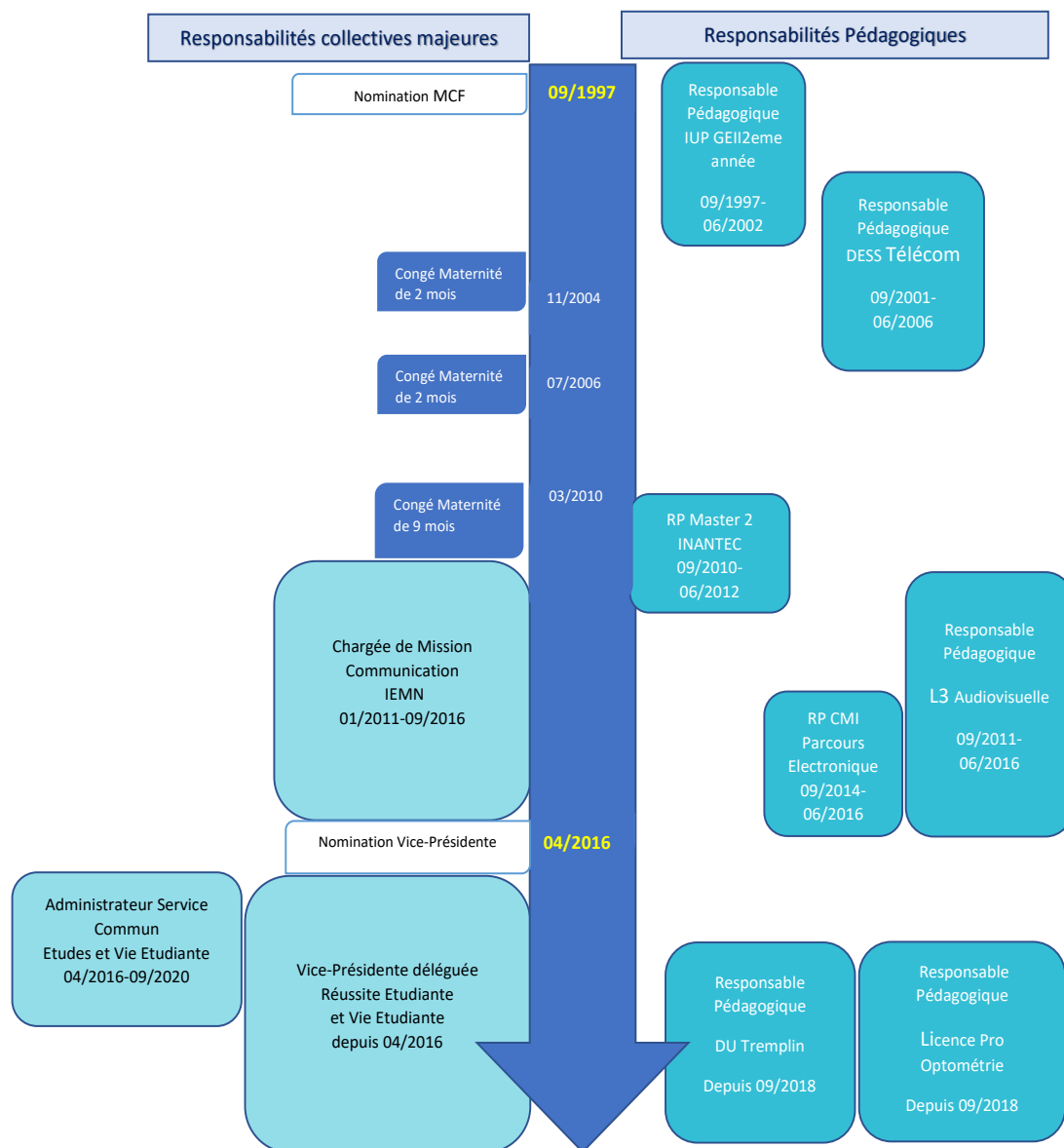


Figure 2 : Synthèse et Chronologie des responsabilités depuis ma nomination en 1997

3.4 Diffusion, rayonnement, activités internationales.

De manière régulière, depuis ma nomination, en tant que Responsable Pédagogique d'une formation ou enseignante au sein de la Filière Electronique, je contribue de façon régulière à la promotion de nos formations par ma participation à différents salons et forums organisés pour les étudiants ou les lycéens. Sans en dresser une liste exhaustive, je citerais : *Salons de l'Etudiant* (Lille Grand-Palais et Valenciennes), *Forums des Métiers* dans différents lycées du Valenciennois et au-delà (Cambrésis, Maubeugeois). Mon rôle dans ce cadre a consisté à être présente sur les stands de l'Institut, d'accueillir et présenter les plaquettes de formation à la demande des visiteurs (lycéens, étudiants ou parents). Dans certains de ces forums, j'ai également présenté les formations du département ainsi que le cursus CMI au cours de conférences à destination des lycéens.

Je participe également régulièrement aux *Journées Portes Ouvertes (JPO)* de l'université. Actuellement, en tant que Vice-Présidente déléguée à la Réussite, je suis invitée chaque année à donner une Conférence lors du Salon de l'Étudiant à Lille.

Outre ces manifestations de promotion assez classiques, nous avons proposé pour la promotion du CMI, des journées de découverte sous la forme d'immersions en ateliers/TP. En tant que responsable de la filière électronique du CMI jusqu'en septembre 2016, j'ai coordonné ces immersions et animé des ateliers autour de la Fibre Optique en mai 2015 et mai 2016.

Dans le cadre des Cordées de la Réussite, j'ai réalisé des ateliers autour de la fibre optique pour les collégiens en 2014 et 2015 pour la Cordée de l'université : Collégien Lycéen Aujourd'hui, Etudiant Demain (CLAED).

Depuis 2016, je suis désormais **Responsable de la Cordée de la Réussite** « Collégien Lycéen Aujourd'hui, Etudiant Demain » (CLAED) qui regroupe en 2023, plus de 400 élèves issus de 7 collèges et 7 lycées du territoire. Dans ce cadre, je travaille en collaboration avec l'AFEV (Association de la Fondation Etudiante pour la Ville, association loi 1901 créée en 1991 pour lutter contre les inégalités) pour laquelle je favorise l'engagement d'étudiants bénévoles, j'ai également mis en place une cérémonie de reconnaissance de l'engagement organisée chaque année en avril depuis 2018.

Dans le cadre des Cordées, outre la **responsabilité locale**, pour laquelle j'anime un comité de pilotage avec les collèges et lycées, pour définir les actions mises en place de la 4ème à la Terminale, je suis représentante des gouvernances des universités des Hauts de France auprès du **rectorat de Lille** au sein d'un **groupe de travail d'évaluation** des Cordées de la Réussite, groupe mis en place en 2022.

En 2019, dans le cadre de **l'année Thématique Afrique à l'UPHF**, j'ai organisé un concours sur le thème « Quel projet entrepreneurial souhaiterais tu développer au Maroc ? » dans le but d'organiser un voyage d'échanges autour des compétences entrepreneuriales et plus largement autour de l'engagement avec 2 universités marocaines (Kénitra et Casablanca). Ce voyage a pu s'organiser grâce à la collaboration que j'ai pu établir avec l'Université Ibn Tofail de Kenitra, plus particulièrement avec les Professeurs Karima Selmaoui, en charge des relations Internationales et Mariam Cherquaoui, Professeur à l'École Nationale de Commerce et de Gestion de Kenitra et Chargée de Mission Entrepreneuriat. Nous avons reçu plus de 50 candidatures d'étudiants volontaires issus de l'ensemble des cursus de l'université. Environ 25 étudiants ont été sélectionnés après présentation de leur projet devant un jury proposé par notre structure d'aide à l'entrepreneuriat, le Hubhouse. J'ai organisé un voyage de 7 jours fin juin 2019, offert à ce groupe de 25 étudiants que j'ai accompagné avec un autre collègue, Ludovic Van Oost, coordonnateur du Service Commun pour les Etudes et la Vie Etudiante. L'expérience a été très riche, les échanges entre pairs avec des étudiants marocains fructueux, de même que la découverte de la vie universitaire marocaine ainsi que la culture. Nous avions prévu de recevoir des étudiants marocains en juin 2020, bien évidemment, en raison de la pandémie, le projet a dû être abandonné et n'a pu être reprogrammé depuis 2020.

4 Responsabilités collectives et d'intérêt général

4.1 Présentation synthétique des responsabilités

Très rapidement après ma nomination, j'ai assuré avec continuité de multiples responsabilités collectives. Cela a commencé par l'élection aux conseils d'administration de composante puis de l'Université, j'ai ensuite été nommée au sein du laboratoire IEMN DOAE, chargée de mission

Communication et j'ai rejoint l'équipe de direction du laboratoire. J'ai dû abandonner cette mission très transversale pour rejoindre la Présidence de l'Université pour devenir Vice-Présidente déléguée à la Réussite et à la Vie Etudiante et assurer en parallèle pendant quatre années, l'administration provisoire du Service Commun pour les Etudes et la Vie Etudiante (SCEVE). Au fil des années, j'ai eu l'opportunité de prendre des responsabilités à différents niveaux sur l'ensemble des composantes et services de l'Université (conseil de composante, conseil de l'université, direction du laboratoire, bureau de la Présidence, administration d'un service commun). Je pense grâce à cela, bien connaître le fonctionnement des Universités Françaises. La présentation synthétique des responsabilités majeures est présentée sur la Figure 2.

4.2 Vice-Présidence déléguée à la Réussite Etudiante et à la Vie Etudiante

J'ai été élue le 28/04/2016, Vice-Présidente déléguée à la Réussite de l'Etudiant et Vie de l'Etudiant de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (réélection le 19/12/2019 par le nouveau CA de l'UPHF).

A ce titre, j'ai contribué à la construction du projet d'établissement expérimental (transformation de l'université de Valenciennes en Université Polytechnique Hauts-de-France (création sur décret du 09/09/2019). Je suis Membre du comité de direction de l'UPHF, Membre Invité Permanent de la CFVE¹¹ et j'ai été Membre représentant le Président au sein du CA de l'ISTV jusqu'à la création de l'INSA en 2020, je suis également Membre du Comité de Pilotage ainsi que du Comité d'Orientation Stratégique du PIA 4 NCU PRÉLUDE (PIA 3 NCU-ANR-186NCUN-0019) obtenu en juillet 2018 conjointement avec la Fédération Universitaire et Pluridisciplinaire de Lille (FUPL).

La Vie de l'Etudiant est intimement liée à sa Réussite, ces trois dernières années l'ont bien montré, comme en témoignent également les propos de Madame la Ministre Sylvie Retailleau, lors de son début de discours de rentrée 2022, « *Repousser les frontières de la connaissance et en garantir sa transmission est la mission première du ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche. Pour cela, nous devons garantir les conditions d'égal accès et de réussite des étudiantes et des étudiants, notamment en 1er cycle, et nous assurer que notre système d'enseignement supérieur est au rendez-vous des grands défis d'aujourd'hui et de demain. Tout cela ne peut se faire sans mettre la vie étudiante au cœur des missions des établissements d'enseignement supérieur. Je souhaite que la France prenne toujours mieux soin de ses étudiantes et de ses étudiants* »

Ma délégation de Vice-Présidente depuis 2016 est au cœur de cet objectif essentiel. J'ai par conséquent la charge d'assurer un grand nombre de missions que je vais scinder autour des 2 volets Réussite et Vie Etudiante :

4.2.1 Pour le volet Réussite :

Je travaille de manière étroite avec le VP CFVE, Franck Barbier et l'ensemble des Responsables de formation de niveau Bac+1. L'année 2018 a vu le vote de la loi ORE (Orientation Réussite Etudiante) que nous avons mise en place au sein de l'Université, ce qui a donné davantage de visibilité aux actions entamées jusque-là dans le cadre du Continuum bac-3/+3, dont j'ai la responsabilité sur 3 bassins de formation (Valenciennes, Hainaut et Cambrésis). En effet, l'orientation est un pilier important de la réussite.

¹¹ Commission de la Formation et de la Vie Etudiante

Sur **le plan orientation** : travail régulier avec l'ensemble des Proviseurs et directeurs de nos 3 bassins, organisation de Plans Académiques de Formation (PAF) chaque année avec le Rectorat, organisation des immersions pour les lycéens, organisation et animation de soirées de parents d'élèves de Terminale en lien avec Parcoursup et bien évidemment gros travail avec les collègues à partir de 2018 pour les informations à apporter dans la plateforme Parcoursup en termes d'attendus de chaque formation. Il faut ajouter l'animation du dispositif Cordées de la Réussite, avec lien avec le rectorat et les collèges et lycées. La volonté du gouvernement étant de déployer plus largement ce dispositif d'égalité des chances d'accès dans le supérieur. En tant que tête de Cordées, je suis responsable de son animation auprès des collèges et lycées et en charge du dossier de financement.

Sur **le plan réussite** : création d'une communauté Réussite en Licence à partir de 2018, réunion régulière pour la mise en place des remédiations en Licence (OUI SI). Grâce au travail réalisé au sein de cette communauté réunissant l'ensemble des Responsables de Licence 1 et IUT 1, l'Université a été reconnue de manière nationale dès 2018 pour sa proposition de remédiations dans chaque parcours de licence. Nous avons bénéficié d'un audit régulier des Inspecteurs de l'IGESR¹² au cours de la première année de mise en place de la loi ORE et j'ai été auditionnée en mars 2020 au MESRI, devant l'ensemble des Membres de l'IGESR. A cela s'ajoute, un suivi attentif et précoce des décrocheurs grâce à la création d'une application développée en collaboration avec la Direction du Numérique de l'université. Cette application met en lien les RP ainsi que des acteurs administratifs en central (Psychologue, Conseillère orientation, Assistante Sociale). Il faut ajouter le travail réalisé sur le DU Tremplin dont j'ai pris la responsabilité pédagogique depuis 2018, pour qu'il permette à plus de 80 étudiants décrocheurs d'avoir un semestre pour reconstruire leur Projet. Ce dispositif, identifié dans le PRREL (Programme Régional Réussite en Etudes Longues <https://guide-aides.hautsdefrance.fr/aide615>) est financé à hauteur de 500 k€ par la Région Hauts-de-France via les fonds FSE FEDER. Le programme PRREL (2018-2021) a été particulièrement lourd à écrire avec les 3 autres universités des Hauts de France, il s'agissait du premier programme FEDER pour un projet d'enseignement. Un nouveau programme a été proposé pour 2022-2024, en faisant évoluer le dispositif sur le volet accompagnement à l'Orientation en Master (Mise en place du Mentorat en Licence, d'ateliers de définition du projet personnel et professionnel en L1 et L2, promotion des stages facultatifs en Licence).

Depuis juin 2021, je contribue également largement aux projets PACTes HdF (Plateforme d'ACcompagnement et Tutorat pour l'Enseignement supérieur - Hauts-de-France - <https://pactes.u-hdf.fr>) et Corpus (Communauté apprenante pour la Réussite de son Parcours Universitaire en Santé) visant à faciliter l'intégration des étudiants de LAS¹³ dans les Facultés de Médecine, la formation des tuteurs par la création et l'animation d'une communauté ainsi que la création de modules de soutien pour les étudiants de LAS.

Ces deux projets vont permettre à partir de la rentrée 2023/2024 de dynamiser et déployer plus largement le tutorat par les pairs en Licence (Licence classique ou LAS). Des modifications majeures sont d'ores et déjà effectives : création de modules de formation au tutorat pour les tuteurs/ sensibilisation au recrutement précoce des

¹² IGESR : Inspection Générale de l'Éducation, du Sport et de la Recherche

¹³ LAS : Licence Accès Santé

tuteurs/ création de plateforme pour animer les communautés (tuteurs /tutorés/enseignants référents)/Mise en place de la reconnaissance d'engagement en tutorat). Je suis membre du Comité de Pilotage des projets PACTEs et CORPUS

Sur **le plan insertion professionnelle**, l'offre innovante de formation de l'Université Polytechnique Hauts-de-France permet de personnaliser les parcours dès le post-bac avec un module « polytechnique » semestriel pour acquérir des compétences complémentaires, et un module « d'ouverture » pour aider à développer et à valoriser des compétences spécifiques. Il s'agit d'une nouvelle offre de modules polytechniques et d'ouverture partagés par l'ensemble des étudiants, dont la mise en place et l'organisation sont gérés par un groupe de pilotage, au sein de la Présidence auquel j'appartiens.

4.2.2 Pour le volet Vie Etudiante,

La politique dont j'ai la charge est développée à l'échelle de l'ensemble de ses composantes et établissement composantes en favorisant les interactions entre l'ensemble des acteurs : étudiants, services de l'UPHF, CROUS, collectivités

Un schéma directeur de la Vie étudiante avait été mis en place en 2016 avec l'ensemble des acteurs de la COMUE Lille Nord de France, ce schéma a continué à être suivi à l'UPHF après la disparition de la COMUE en 2019. Pour lancer le chantier de l'écriture d'un nouveau schéma à l'horizon juillet 2023, pour l'UPHF, j'ai organisé des assises de la Vie Etudiante en juin 2021 et créé un comité de pilotage, animant des groupes de travail autour de cinq axes avec pour objectif la rédaction d'un nouveau schéma qui devra être validé par les CA INSA et UPHF en 2023/2024.

Sur le volet Vie Etudiante, je travaille plus particulièrement avec une équipe administrative, deux Vice-Présidents étudiants (UPHF et INSA) et rencontre de manière régulière le directeur de l'INSA, le CROUS, les associations étudiantes ainsi que les élus étudiants.

En tant que Vice-Présidente, je préside de nombreuses commissions que nous avons souhaité communes avec l'INSA HdF :

- la commission CVEC (Contribution Vie Etudiante et de Campus) : cette commission se réunit 3 fois par an et réunit plus de 30 membres (centre de santé, service sport, service culturel, SCD, bureau de vie étudiante, DG UPHF, DG INSA, étudiants, représentants Villes et Agglomérations, CROUS..) et arbitre les projets financés par la CVEC (budget de 800 k€ pour l'UPHF et l'INSA).
- la commission FSDIE (Fonds de Soutien et de Développement des Initiatives Etudiantes) : cette commission se réunit 4 fois par an pour étudier le financement de projets proposés par les associations étudiantes (100 k€ et environ 15 membres)
- la commission FDSIE solidarité (commissions sociales) : réunions bimensuelles autour des assistantes sociales (UPHF, CROUS)
- la commission d'exonération : réunions bimensuelles jusqu'en décembre chaque année
- la commission d'exonération des droits différenciés : commission créée en Juin 2021 pour étudier l'exonération sur critère d'excellence des étudiants internationaux assujettis aux droits différenciés.

Je suis également en charge du pilotage des Contrats Etudiants financés par la Région Hauts de France à hauteur de plus de 200 k€ chaque année.

Depuis ma nomination, j'ai pu monter un certain nombre de projets :

- 2018 : Instauration de la semaine du bien être en novembre et mois du bien être en mars
- 2018 : Instauration de la cérémonie d'accueil des étudiants internationaux « Welcome Everybody » en octobre
- 2019 : Mise en place de la Cellule Violences Sexistes et Sexuelles, animée par un chargé de mission
- 2019 : Création et organisation de la Cérémonie « Nos étudiants ont du Talent »
- 2019 : Bienvenue en France : réponse à un AAP, obtention d'un budget de 120 k€ pour la mise en place de parrainages des étudiants internationaux, la planification d'évènements réguliers de découverte et de détente (parrains-filleuls) et l'organisation d'un guichet unique étudiant.
- 2019 : Organisation d'un voyage de découverte au Maroc pour les étudiants sélectionnés par un concours « création d'entreprise », cela a été réalisé dans le cadre de l'année de l'Afrique,
- 2020 : Mise en place du prêt gratuit de PC longue durée
- 2020 : Création d'un Centre Restos du Cœur sur le campus principal Mont Houy
- 2021 : Création d'un Centre Restos du Cœur sur le campus de Cambrai
- 2021 : Création et organisation des journées Cap Campus à destination des primo entrants sur les 4 campus UPHF à la rentrée septembre pour une meilleure connaissance des services.
- 2023 : Création d'un nouvel espace de plus de 100 m² pour l'épicerie solidaire Agoraé, financement obtenu dans le cadre des dialogues de gestion avec le rectorat).
- 2023 : Travail avec la Direction du Numérique et les représentants étudiants pour la création d'une application mobile pour la Réussite et la Vie Etudiante.

4.3 Administratrice Provisoire d'un service commun de l'Université

Entre le 28/04/2016 et 31/08/2020 : j'ai été **Administratrice Provisoire du Service Commun pour les Etudes et la Vie Etudiante**. Les statuts de ce service imposant une direction par un enseignant-chercheur, j'ai été nommée administratrice provisoire de ce service en parallèle de la mission de Vice-Présidente déléguée à la Vie Etudiante et à la Réussite Etudiante dans l'attente de la réécriture des statuts. Ces statuts ont été modifiés au printemps 2020, en lien avec la création du nouvel établissement expérimental.

L'administration provisoire a donc duré 4 ans durant lesquels j'ai dirigé la totalité du service dont les attributions sont très diverses dans le périmètre de la Vie et Réussite de l'Etudiant. Le service hébergeait la Scolarité, le Bureau de Vie Etudiante, le Bureau d'Aide à l'Insertion Professionnelle, le Bureau Information-Orientation/ l'Observatoire de l'université et le Bureau de la Mobilité Internationale de l'Université. Le service comptait environ 20 agents temps plein. Cette mission a été lourde, il y avait une restructuration à apporter pour simplifier et apporter davantage de services à l'étudiant, ce qui a généré énormément de gestion RH. C'est une expérience formatrice, j'ai eu à réaliser les réunions de service, les entretiens de recrutement de permanents ou contractuels, les entretiens annuels, le dialogue budgétaire du service et

bien d'autres missions pour lesquelles je n'avais jamais été formée. Ces quatre années auront été très enrichissantes.

4.4 Chargée de mission au laboratoire

De 01/2011 au 31/08/2016 : j'ai été **Chargée de Mission Communication** du département Opto-Acousto-Electronique de l'IEMN et été membre du bureau du laboratoire. La mission a consisté à l'animation du site Web, la création de supports de communication et également le soutien à l'organisation de colloques. Je peux citer notamment l'organisation de la session CNU promotion en mai 2014, l'organisation du congrès ISIVC en 2012 mais également les 20 ans de l'IEMN (organisation conjointe avec le laboratoire central de Lille d'une semaine de manifestations pour les collègues, en particulier, j'ai organisé une journée de conférences et visites pour tous sur le site de Valenciennes). Ma mission m'engageait également à participer au club des communicants avec la direction de la communication de l'Université (Site web, 40 ans de l'Université, ...). J'ai créé et animé la journée des doctorants en format Pecha Kucha (20 diapos de 20s), elle concernait les étudiants de début de 3eme année du laboratoire qui s'adressaient à l'ensemble des membres du labo et d'un jury mixte (extérieurs + membres Labo) qui attribuait des prix de meilleure présentation, la plus vulgarisante, etc. **J'ai poursuivi la coordination de la journée des doctorants que j'avais créé dès octobre 2011 jusqu'en octobre 2018.**

4.5 Autres Responsabilités et mandats

4.5.1 Responsabilités et mandats locaux

Depuis ma nomination, j'ai toujours eu à cœur de m'investir dans les responsabilités collectives au sein des différentes instances de l'Université et à différents niveaux (conseils centraux, conseils de composantes, conseil disciplinaire) :

J'ai ainsi assuré les responsabilités locales suivantes :

- 2002-2008 : Membre élu du Conseil d'Administration de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis puis de nouveau de janvier 2009 à mars 2010 (changement de Corps d'un titulaire devenu Professeur).
- 2002-2008 : Membre élu du Conseil de Discipline de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis.
- 1999 à 2003 : Membre élu du Conseil d'Administration de l'Institut des Sciences et Techniques de Valenciennes
- 2003- 2008 : Membre titulaire et Vice-Présidente de la Commission de Spécialiste de l'Etablissement (CSE) en Section 63 de l'UVHC, réélue en 2007.
- Membre du COS 63 de manière régulière au sein du laboratoire.

4.5.2 Responsabilités et mandats nationaux ou internationaux

J'assume ou j'ai assuré les responsabilités nationales suivantes :

- Je suis **Membre titulaire élu du CNU 63** depuis décembre 2015 :

J'ai été élue à deux reprises, membre titulaire du CNU 63 pour les Maitres de Conférence.

A ce titre, je participe à l'examen de dossiers de futurs collègues (session de qualification) ou de collègues pour la promotion de carrières, le suivi de carrières ou la demande de Prime

(PEDR/ RIPEC). J'ai ainsi, depuis 2016, participé à 20 sessions dans plus de 18 universités différentes. Ce type de mandat est chronophage (plus de 10 dossiers à analyser en amont des sessions, une durée de chaque session d'environ 4 jours) mais extrêmement intéressant. En effet, cela permet d'avoir une bonne connaissance à la fois des activités de la Section Electronique sur le plan national et également du fonctionnement au sein d'autres établissements (Laboratoires/Universités), de rencontrer des collègues de thématiques multiples au sein de la section, de se déplacer sur les différentes universités du territoire national.

Cette expérience a été extrêmement enrichissante sur le plan personnel malgré la charge de travail importante.

- J'ai assuré à deux reprises la fonction de **Président général des jurys du baccalauréat** dans des lycées d'Arras en Juin 1998 et Juin 2013.

Les activités pédagogiques et collectives réalisées au cours de ces 25 dernières années m'ont permis de collaborer avec un grand nombre de personnes aux profils divers et m'ont permis de découvrir la richesse de ce métier, ce qui fait qu'à aucun moment je n'ai pu regretter la voie choisie en 1997. Après cet exposé détaillé, dans la suite de ce document, je vous propose de détailler dans la section suivante mes activités de recherche précédemment énoncées, tout aussi épanouissantes.

ACTIVITES DE RECHERCHE DETAILLEES

5 Introduction générale sur les activités de recherche

Depuis ma thèse en 1993, j'effectue mes travaux de recherche à l'Institut d'Electronique, Microélectronique et Nanotechnologies (IEMN), UMR CNRS 8520. Ce laboratoire est doté d'environ 130 enseignant-chercheurs, 45 chercheurs CNRS, 29 ITA, 137 doctorants, 34 post-doctorants. Plus précisément, mes activités de recherche sont développées au sein du groupe MAMINA (Matériaux et Acoustique pour MICro et NAno systèmes intégrés), constitué de 11 enseignant-chercheurs permanents et une quinzaine de doctorants. Celui-ci est un des 22 groupes de recherche constitutif du département de recherche Micro et Nano systèmes de l'IEMN et basé à l'IEMN-DOAE à Valenciennes. Je travaille actuellement de manière étroite avec le groupe de recherche TPIA, appartement au département Acoustique de l'IEMN.

Le contexte général de mes travaux est la physique des ondes acoustiques (ultrasons), avec pour applications la caractérisation et le suivi de milieux biologiques et agroalimentaires.

Mes travaux portent principalement sur l'apport de différentes technologies ultrasonores sur la caractérisation de milieux biologiques (différentiation de cellules osseuses, adhésion de cellules sur biomatériaux) ou de milieux agroalimentaires (adhérence des encrassements laitiers, adhérence des biofilms).

Mes travaux se sont organisés autour de trois grands axes :

- **Caractérisation de l'adhérence cellulaire d'ostéoblastes par détachement ultrasonore basse fréquence,**
- **Conception et apport d'un laboratoire sur puce dédié à la caractérisation acoustique de cellules biologiques**
- **Suivi en ligne des encrassements dans l'industrie agroalimentaire.**

L'objectif de mes travaux est d'apporter à différents problèmes posés dans le domaine de la biologie ou de l'agroalimentaire les atouts de caractérisation mécanique des techniques ultrasonores à différents types d'échelle. Je me suis particulièrement intéressée aux problématiques de caractérisation des interfaces et plus précisément, à savoir quels pourraient être les apports des techniques ultrasonores pour une meilleure caractérisation des phénomènes d'adhérence dans un premier temps en biologie, ensuite dans l'industrie agroalimentaire.

En effet, bien qu'ayant travaillé durant une décennie sur des problématiques de quantification dynamique de propriétés de cellules biologiques, je me suis assez naturellement penchée sur des problématiques issues de l'industrie agroalimentaire lorsque l'opportunité m'en a été donnée grâce à la rencontre avec Guillaume Delaplace, Directeur de Recherche à l'INRA (maintenant INRAe). J'y ai trouvé un grand nombre de similitudes (recherche de caractérisation non destructive d'adhésion de cellules ou de biofilm bactériologique ou plus largement d'encrassement sur une paroi).

Pour la plupart des études, la méthodologie a été la même, les différentes étapes réalisées ont été :

- ▶ Echanges nombreux avec les chercheurs de l'INSERM ou de l'INRAe pour cerner les problématiques ;
- ▶ Analyses des phénomènes physiques mis en jeu
- ▶ Recherche de modèles, permettant la modélisation du milieu biologique ou agroalimentaire et la simulation de l'interaction ultrasons-milieu ;

- ▶ Définition des paramètres du système ultrasonore (fréquence, technologie de capteurs, méthode de mesure, modes de propagation...)
- ▶ Mise au point de bancs de mesure adaptés, Développement de nouveaux dispositifs (capteurs/ insonificateurs) ;
- ▶ Validation de leurs performances sur des échantillons biologiques ou agroalimentaires.

Cette trajectoire m'a permis d'acquérir un profil dont les compétences majeures relèvent de la discipline électronique, ce qui m'a permis d'obtenir un doctorat en électronique. Néanmoins, dès le DEA, j'ai développé de manière autonome, par choix, des compétences en biologie cellulaire, en matériaux puis autour de la physique des interfaces. Cela m'a été indispensable pour la compréhension des problématiques des sujets pluridisciplinaires et la discussion avec les multiples partenaires (biologistes, spécialistes en génie des procédés, rhumatologues, chirurgiens orthopédiques, chimistes...). En effet, lors des travaux interdisciplinaires, il est difficile de parler le même langage, il y a une phase d'apprentissage importante pour apprendre à se comprendre.

Bien avant les prémices de l'Université Polytechnique, j'ai ainsi fait le choix d'enrichir mon profil des compétences issues d'autres disciplines pour créer de la porosité au sein des frontières interdisciplinaires et évoluer dans un environnement toujours plus vaste. Le choix des colloques, des journaux dans lesquels j'ai pu publier n'a pas été toujours simple mais malgré les difficultés de reconnaissance au long du parcours, je perçois la chance d'avoir pu développer de telles compétences et évoluer dans un contexte pluridisciplinaire.

Je vais préciser par la suite l'apport réalisé à la communauté scientifique depuis l'obtention de mon doctorat dans les trois grands axes précités, même si j'ai pu contribuer au-delà, sur d'autres sujets au sein du laboratoire.

6 Axe 1 : Caractérisation de l'adhérence cellulaire d'ostéoblastes par détachement ultrasonore basse fréquence

6.1 Contexte et objectifs

L'essor des prothèses implantables participe de façon significative au confort de vie et à l'amélioration de la santé de nombreux patients. Ces prothèses peuvent être cardiaques, oculaires, osseuses... (Park et Lee 2005) Quelle que soit l'application, les biomatériaux avec lesquels elles sont constituées, ces prothèses doivent bien sûr répondre à des critères biologiques (biocompatibilité). Outre la nécessaire biocompatibilité, une des clefs de la réussite d'un implant réside dans le contrôle des phénomènes se produisant à l'interface implant-tissu. L'intégration de biomatériaux dans le corps humain repose en effet sur les propriétés physico-chimiques de surface de ces matériaux qui conditionnent les interactions entre le biomatériau et biosystème.

L'attachement, l'adhésion et l'étalement cellulaires constituent la première phase des interactions biosystème (cellule, bactérie) / matériau. La qualité de cette phase va influencer la capacité du biosystème à proliférer au contact du matériau. L'adhésion cellulaire, et par conséquent sa caractérisation et son contrôle jouent un rôle primordial sur le développement de nouveaux biomatériaux (Kirpatrick, et al. 2005). La compréhension des phénomènes d'adhésion cellulaire et en particulier la compréhension de l'adhésion cellulaire sur les biomatériaux est d'une importance cruciale pour le développement de nouveaux biomatériaux avec une excellente biocompatibilité. De nombreux chercheurs ont entrepris des travaux pluridisciplinaires dans le but de mieux cerner les interactions cellulaires liées aux phénomènes d'adhésion. Au-delà des biomatériaux, l'intérêt scientifique pour la compréhension des phénomènes physiques et chimiques des interfaces s'est particulièrement développé au regard des enjeux industriels et médicaux des nouvelles applications technologiques, pour lesquelles les phénomènes physiques et biologiques en jeu aux interfaces jouent un rôle majeur.

En 1996, la Fédération des Biomateriaux du Nord Pas de Calais réunissant des chercheurs, biologistes, chimistes et praticiens hospitaliers, chirurgiens orthopédiques et rhumatologues, autour du développement de nouveaux biomatériaux ostéoarticulaires était alors en recherche de méthodes de caractérisation dynamique de ces nouveaux biomatériaux permettant de mieux comprendre et par la suite améliorer et contrôler l'intégration biologique et mécanique de ces biomatériaux (Anselme 2000)

Dans ce contexte, j'ai développé au cours de ma thèse finalisée en 1996, une première méthode de caractérisation de cultures de cellules souches sanguines qui devait être compatible avec la stérilité nécessaire aux cultures et permettre un suivi quantitatif du développement de cellules et notamment de leur différenciation en cours de culture. J'ai dans ce cadre pu collaborer avec le service de Chirurgie Orthopédique de l'Hôpital Henri Mondor de Créteil ainsi qu'avec le Centre de Transfusion Sanguine du Val de Marne. Si dans le laboratoire, il y avait eu auparavant des travaux autour de la biologie (comptage de cellules de type protozoaires (Lefebvre, et al. 1993), caractérisation du sang par techniques ultrasonores (Toubal, et al. 1992)), ces travaux de thèse ont été les premiers nécessitant la mise en culture de cellules par des biologistes. L'absence d'équipements dédiés à l'IEMN et la distance avec les

biologistes ont été un frein pour la collaboration. C'est pourquoi, lorsque l'opportunité m'a été donnée de créer une collaboration avec un laboratoire INSERM lillois, j'ai pu poursuivre les travaux dans le domaine de la biologie et exploiter les résultats de thèse, à savoir la sensibilité des ondes ultrasonores transversales aux propriétés d'adhérence d'un tissu cellulaire sur un substrat.

Ainsi, à ma nomination en octobre 1997 :

- la collaboration avec les chercheurs de la Fédération des Biomatériaux du Nord Pas de Calais créée en 1993 est devenue opérationnelle
- notre équipe de recherche « Ultrasons pour le Génie Biologique et Médical » a été intégrée à la Fédération des Biomatériaux du Nord Pas de Calais, devenue en 2009, Fédération des Biomatériaux et Dispositifs Médicaux Fonctionnalisés du Nord- Pas de Calais, FED 4123.
- Un nouvel axe de recherche autour de l'adhérence a été créé dans l'équipe.

La thèse m'a également permis de proposer, plusieurs années plus tard une nouvelle méthode d'adaptation mécanique de transducteurs ultrasonores qui fait référence parmi les techniques d'adaptation d'impédance acoustique pour les capteurs et transducteurs piézoélectriques notamment pour l'étude de milieux biologiques (Callens, Bruneel et Assaad 2004).

Aucune méthode globale ne permettant d'accéder à l'adhérence des cellules sur les biomatériaux en cours de développement, l'objectif de notre travail a visé par conséquent, le développement d'une nouvelle méthode de caractérisation par ultrasons. Ces travaux ont été réalisés dans le cadre des recherches de la Fédération des Biomatériaux du Nord Pas-de-Calais et financée par le programme CPER, en collaboration avec le groupe de recherche sur les biomatériaux (UPRES EA 1049), de la Faculté de Médecine de Lille. C'est au sein de ce laboratoire INSERM qu'ont été réalisées l'ensemble des applications sur cellules puisqu'aucun laboratoire de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (UVHC) ne possédait le niveau d'équipement requis pour la réalisation de cultures de cellules. L'équipe Biomatériaux du Laboratoire des Matériaux et Procédés de l'UVHC situé à Maubeuge nous a également accompagné dans cette étude en développant de nouveaux substrats de culture en biocéramique adaptés à notre dispositif de mesure selon un cahier des charges que nous avons établi. J'ai pu obtenir deux financements de thèse sur support ministériel.

L'adhésion cellulaire est un phénomène d'une grande complexité. Elle met en effet en jeu un nombre très important d'événements tant physiologiques que biochimiques et physiques. Afin de bien comprendre les mécanismes d'adhésion cellulaire et plus particulièrement les interactions mécaniques entre les cellules et leur substrat, les approches possibles sont nombreuses.

Différentes théories ont été proposées pour décrire les interactions qui peuvent se produire entre deux matériaux (ancrage mécanique, électrique, thermodynamique, chimique. . .), elles décrivent des phénomènes et des grandeurs qui s'étendent de l'échelle atomique à l'échelle macroscopique. L'adhésion est également fortement tributaire, entre autres paramètres, de la préparation de surface du substrat (nature chimique, charge, topographie), de la composition physicochimique du matériau (solide ou liquide) et des propriétés de mouillabilité lors de l'interaction fluide/substrat. Les théories de description du phénomène d'adhésion sont

nombreuses et traitent souvent l'adhésion selon un angle de vue unique. Il est, dans la pratique, très difficile d'appliquer ces concepts qui reposent sur des considérations à l'échelle moléculaire/microscopique pour prédire l'adhérence d'un macro-dépôt (quelques cm²) sur un substrat. Bien souvent, il est nécessaire de caractériser qualitativement ou quantitativement et de façon expérimentale l'adhérence. De plus, la méthode de caractérisation de l'adhérence doit être adaptée en fonction des matériaux en présence. Ainsi on trouve un nombre conséquent de techniques de caractérisation de l'adhérence (plus de 200 ! (Walhausser, Hussein et Becker 2012)). Ces techniques expérimentales sont basées sur des mesures à différentes échelles, de nanoscopique à macroscopique.

Un des paramètres physiques quantitatifs pour évaluer l'adhésion cellule-matériau est sa force. La détermination de la force des liaisons adhésives nécessite l'application de forces externes aux cellules. Ainsi, plusieurs méthodes ont été développées pour évaluer la force d'adhésion cellule-matériau grâce à l'utilisation de micropipette, microplaques ou microcantilever. Ces méthodes appliquent des forces de cisaillement sur les cellules adhérentes (O. Thoumine, et al. 1999); (Bowen, et al. 1998); (Missirlis et Spiliotis 2002); (Garrivier, et al. 2002); (Bongrand 1995), (Yamamoto, et al. 1998) (Décavé, et al. 2002). Le choix de la méthode que nous avons souhaité développer a été guidé par la constatation du manque de techniques permettant de quantifier la force longitudinale nécessaire au détachement cellulaire. Avec notre méthode, des ondes acoustiques longitudinales sont appliquées sur la culture cellulaire pour imposer une contrainte longitudinale aux cellules.

6.2 Proposition d'une technique ultrasonore de mesure de la force d'adhésion

L'originalité de nos travaux consiste à appliquer des contraintes ultrasonores préalablement quantifiées pour mesurer quantitativement la force longitudinale nécessaire pour détacher les cellules adhérentes. Un nouveau dispositif appelé insonificateur a été réalisé.

Ce dispositif est basé sur la production d'une perturbation mécanique quantifiée sur l'interface cellule-substrat pour induire la rupture de l'adhésion cellule-substrat et corrélérer les taux de détachement au seuil de contrainte longitudinale auquel sont soumises les cellules pour en déduire une valeur de la force nécessaire au détachement, ceci afin d'aboutir à un paramètre corrélé à l'adhérence des cellules. Des méthodes de micromanipulation précédemment indiquées (O. Thoumine, et al. 1999); (Bowen, et al. 1998); (Missirlis et Spiliotis 2002); (Garrivier, et al. 2002); (Bongrand 1995), (Yamamoto, et al. 1998) (Décavé, et al. 2002) ont pu mesurer la force longitudinale nécessaire au détachement cellulaire, elles se sont pour la plupart intéressées à cette force dans les premiers instants de l'adhésion afin d'étudier la cinétique d'adhésion. La phase cellulaire (état de la cellule au moment de l'expérimentation) n'est pas précisée. Il s'agit ici de mettre au point une méthode globale, le résultat obtenu intègre ce paramètre par le fait que les cellules se trouvent dans toutes les phases du cycle cellulaire.

Ainsi, dans le dispositif élaboré, des ondes acoustiques de puissance variable sont appliquées sur des cellules cultivées sur des substrats biologiquement conditionnés afin d'imposer une contrainte quantifiée sur un tapis cellulaire. Seules les cellules soumises à un niveau de contrainte suffisant seront détachées du substrat. Le principe est de corrélérer le taux de détachement cellulaire au seuil de déformation longitudinale supporté par les cellules.

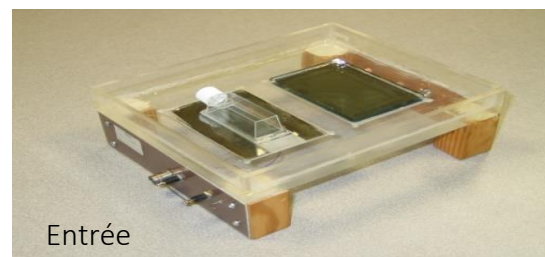
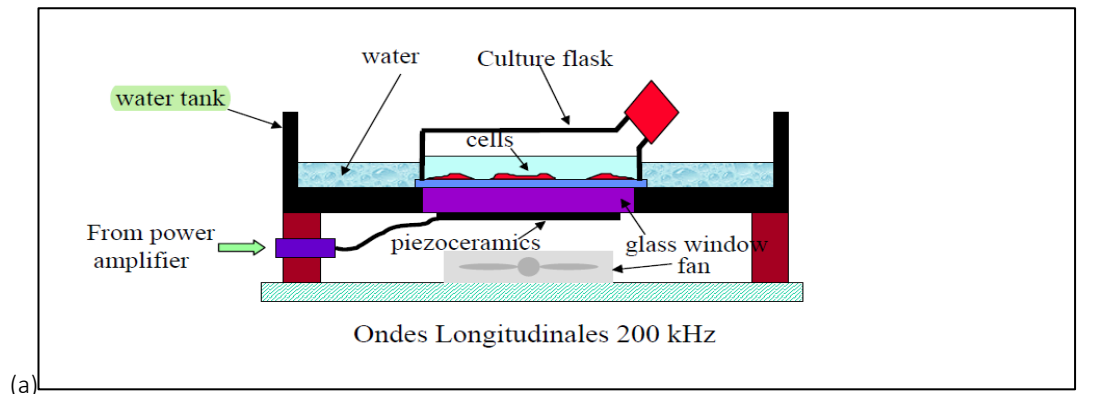
Une modélisation détaillée dans la thèse de Ludovic Peyre (Peyre 2006) a permis de décrire la densité de liaisons moléculaires entre une cellule et son substrat ainsi que l'élongation de ces liaisons moléculaires lors de l'application d'une excitation sinusoïdale extérieure (= insonification). Grâce à cette modélisation, il a été possible de déduire la force critique juste suffisante pour détacher la cellule d'un substrat.

Cette méthode globale pourrait être adaptée pour différents types de cellules, pour différents substrats et ainsi fournir une évaluation de l'effet de la fonctionnalisation sur les substrats.

6.2.1 Mise au point d'un insonificateur ultrasonore

La première étape du développement était le choix de la structure de l'insonificateur.

Le dispositif d'insonification est illustré sur les figures 3 a et b. Il est composé d'un transducteur piézoélectrique de polarisation longitudinale (PZT PZ27) collé sur une couche de verre d'épaisseur quart d'onde afin de réaliser l'adaptation acoustique ($\lambda/4$) sur laquelle le flacon de culture est placé au moyen d'un gel de couplage. Lorsqu'il est excité électriquement, le transducteur génère des ondes planes de compression qui se propagent à travers la lame de verre, le substrat de culture et le milieu cellulaire. La fréquence d'excitation donnée par le générateur est accordée en fonction de la fréquence de résonance du mode épaisseur de la piézoélectrique, la puissance délivrée est variable (de 250 à 2500 mW).



(b)

Figure 3 : a : Coupe schématique de l'insonificateur, b : Insonificateur vu de dessus avec une boîte de culture

Pour valider le choix de la fréquence de 205 kHz, plusieurs dispositifs ont été mis au point avec des fréquences allant de 148 kHz à 2 MHz. Les figures 3 (a) et (b) présentent l'insonificateur de 205 kHz, utilisé tout au long du projet.

Le système d'insonification est présenté dans sa globalité, on y distingue la partie émission (générateur, amplificateur, insonificateur), la partie mesure (voltmètre vectoriel, ordinateur) et la partie acquisition et traitement (Figure 4)

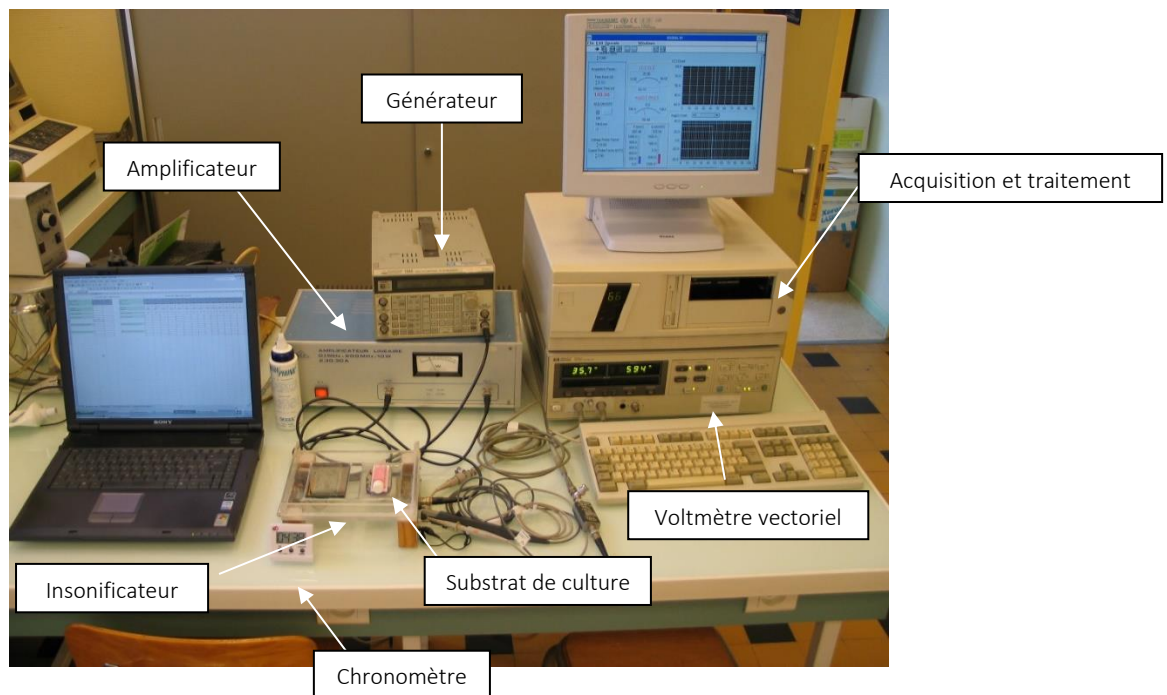


Figure 4 : Chaîne de mesure en fonctionnement comprenant un générateur, un amplificateur, le système d'insonification, le voltmètre vectoriel.

Les différents dispositifs ont été calibrés et l'influence que pouvaient avoir différents paramètres sur la contrainte appliquée aux cellules a été estimée. Une étude de l'élévation de la température du milieu de culture a permis de montrer que celle-ci ne modifiait pas les résultats de manière significative.

6.2.2 *Elaboration des substrats*

Deux types de substrats ont été testés, un substrat de verre et un substrat d'hydroxyapatite (HA) (Figure 5).

Si les mesures sur verre ont été essentielles pour mettre au point la méthode et obtenir des paramètres d'adhésion comparables à la littérature (Athanasίου et al, 1999; Cargill et al, 1999; Garcia et al, 1997), il nous était essentiel dans le cadre de la Fédération des biomatériaux, d'apporter davantage de connaissances sur le comportement adhésif des cellules osseuses à la surface des biomatériaux élaborés par le Laboratoire des Matériaux et Procédés (LMP) de Maubeuge en collaboration avec les chirurgiens orthopédiques.

Pour valider le dispositif de mesure sur des substrats développés dans le cadre fédératif, nous avons travaillé avec les collègues du LMP, à la réalisation d'un nouveau type de boîte de culture parfaitement stérile, étanche et aux propriétés de surface et épaisseurs maîtrisées. Si les

premiers paramètres sont assez aisés à saisir pour la réalisation des cultures, les derniers paramètres étaient essentiels pour la modélisation de l'application de la contrainte ultrasonore.

Les substrats d'HA ont été réalisés au LMP pour notre application selon un cahier des charges bien établi. Une vingtaine de substrats ont ainsi été mis au point et associés avec un silicone spécifique biocompatible avec les couvercles similaires aux flacons de substrat de verre (flaskette NUNC, Polylabo) comme l'illustre la Figure 5. Afin de garantir la stérilité des flacons, après utilisation, pour pouvoir être réexploités pour une nouvelle campagne de mesure, les substrats d'HA étaient envoyés pour stérilisation aux rayons gamma dans une société parisienne, contraintes s'ajoutant aux contraintes de planification des cultures et la distance entre les laboratoires (Maubeuge/Valenciennes et Lille).

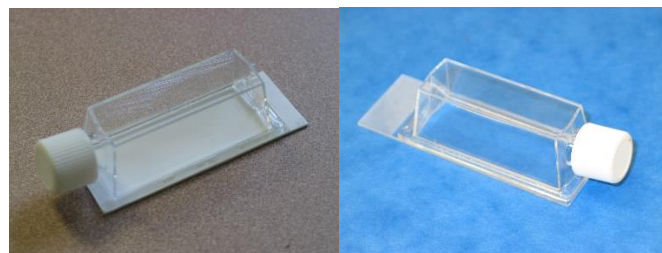


Figure 5 : Flaskettes de culture utilisées pour l'ensemble des expérimentations, à gauche, substrat en HA réalisé au LMP, à droite les substrats de verre commercialisés référencés par NUNC.

6.2.3 Mesure des taux de détachement et de la force de détachement

Afin de calculer la contrainte appliquée sur les cellules, il est nécessaire de mesurer le déplacement mécanique normal imposé par l'excitation des piézocéramiques. Ainsi, à l'aide d'une sonde interférométrique SH-130 (BM Industrie, Lisses, France), des mesures de ces déplacements mécaniques à l'interface entre la piézocéramique et la lame de verre ont été réalisées, pour six puissances variant de 250 à 2500 mW.

Pour chacune des puissances, une cartographie des amplitudes de vibration a été réalisée. Elles ont ensuite permis de calculer, pour chacune d'elle, la surface du substrat dont l'amplitude de vibration était supérieure à un seuil variable. Ces mesures ont ensuite permis de tracer le diagramme vibratoire de l'insonificateur (Figure 6 et Figure 7). Ce diagramme représente le pourcentage de la surface de culture qui est soumis à un niveau donné d'amplitude de vibration en fonction de la puissance électrique.

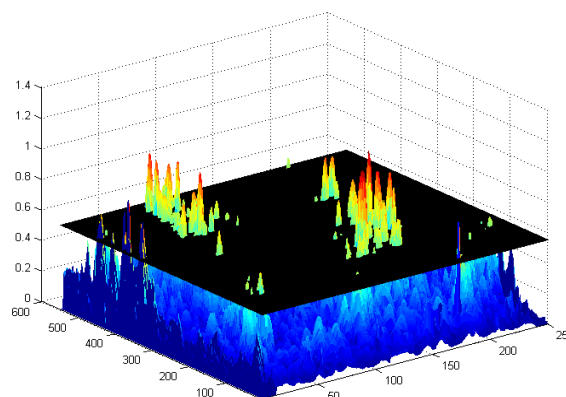


Figure 6 : Cartographie des amplitudes de vibration normalisées à l'interface PZT/verre, 205 kHz, puissance xx mW mesurées par une sonde interférométrique. A partir des cartographies, sont relevés les taux de surface supérieurs à un seuil variable (de 0 au maximum de vibration pour chaque puissance électrique).

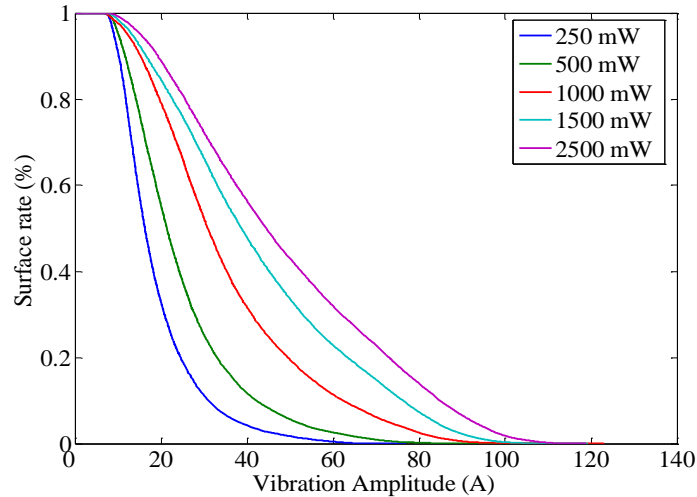


Figure 7 : Diagramme de vibration de l'insonificateur de fréquence 205 kHz. Chaque courbe est obtenue à partir des cartographies de vibration normalisées à l'interface PZT/verre mesurées par une sonde interférométrique (Figure 6).

Cependant, l'objectif étant d'obtenir une information quantitative sur l'adhésion cellulaire, connaître l'amplitude de vibration en un point de la surface ne suffit pas pour obtenir la valeur de la force subie par la cellule. Nous avons donc observé le comportement vibratoire du système et proposé une méthode permettant de quantifier ce comportement. Les observations faites à l'aide de la sonde interférométrique ont montré que la surface ne vibrait pas de façon homogène. Par conséquent, certaines cellules adhérentes subissent une contrainte importante alors que pour d'autres, la contrainte reste faible.

Nous avons défini la force de détachement comme étant la force la plus probable capable de détacher la cellule, cette force est notée F_{crit} .

Si une force F est appliquée sur une surface donnée, la surface cellulaire soumise à cette force devrait se détacher. On note $T_{F > F_{crit}}$ le taux de surface soumise à une force supérieure à F_{crit} et T_{cell} le taux de détachement cellulaire mesuré.

Dans l'hypothèse où les cellules sont réparties uniformément sur la surface insonifiée, la relation suivante sera vérifiée : $T_{cell} = T_{F > F_{crit}}$

C'est en se basant sur cette considération que nous avons calculé les forces F_{crit} pour différents cas.

Pour nous permettre d'utiliser le diagramme, il devait être converti en diagramme de force. La conversion a été effectuée à l'aide de la théorie de la propagation de Brekhovskikh (Brekhovskikh 1960) (Peyre 2006) et en estimant la surface moyenne des cellules ostéoblastiques égale à $600 \mu\text{m}^2$ comme l'a montré Sudo (Sudo, et al. 1983).

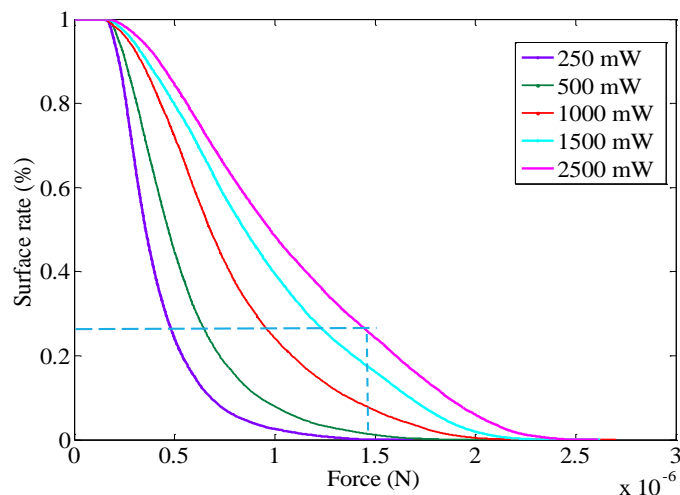


Figure 8: Le diagramme de la Figure 7 est converti à partir d'une modélisation de la propagation ultrasonore au sein d'un multicouche et en supposant que la surface d'une cellule est de $600 \mu\text{m}^2$, il permettra d'obtenir la force seuil provoquant le détachement. Abaque correspondant au substrat de verre

Pour connaître la force, il suffisait alors de projeter le taux de surface détachée par ultrasons à une puissance donnée sur la courbe correspondant à la même puissance électrique. Ainsi, comme le montre la Figure 8, un détachement de 22,8 % obtenu à la puissance de 2,5 W correspond à une force appliquée d'1,54 μN .

6.3 Résultats

A partir des considérations précédentes, nous avons choisi de tester la méthode en utilisant les cellules MC3T3-E1 (Sudo, et al. 1983) pour différentes conditions physiques et biologiques, en veillant à travailler sur un substrat plan d'épaisseur constante, sur laquelle la répartition des cellules est uniforme, sans atteindre la confluence. Nous avons en particulier étudié l'influence de la fréquence ultrasonore et de la puissance, mais également celle du temps de préparation de sa surface pour le substrat de verre ou de la nature du substrat (verre ou hydroxyapatite). Un temps d'exposition de 10 min est apparu nécessaire et suffisant pour obtenir des résultats intéressants et comparables à la littérature.

6.3.1 Etude du détachement sur verre en fonction de la fréquence

De nombreuses expériences ont été réalisées pour l'ensemble des insonificateurs, seules les fréquences inférieures à 500 kHz permettent d'obtenir un détachement cellulaire moyen significatif. Ce résultat est dû à la répartition surfacique des forces appliquées par les ultrasons. Seules les basses fréquences appliquent une amplitude de déplacement importante et une force suffisante pour provoquer le détachement sur des surfaces significatives.

Le Tableau 1 nous permet d'observer, pour les différents insonificateurs, les taux de détachement et la force provoquant le détachement et calculée à partir des abaques. La valeur des forces obtenues pour les fréquences 148, 187 et 205 kHz sont assez proches, nous avons fait le choix de la fréquence de 205 kHz pour comparer l'ensemble des expérimentations, (Debavelaere-Callens D 2007) car au terme de nombreuses itérations, les insonificateurs de fréquence plus basse se sont détériorés précocement, (décollement des lames d'adaptation) du fait des fortes amplitudes de vibrations.

Fréquence	Taux de détachement cellulaire TD (%)	Taux minimum (%)	Force provoquant le détachement F_{crit} ($10^{-6}N$)	Force maximum (N)
		Taux maximum (%)		Force minimum ($10^{-6}N$)
148 kHz	35,52	30,41	1,640	1,66
		40,64		1,62
187 kHz	14,77	14,00	1,575	1,59
		15,53		1,56
205 kHz	21,08	16,98	1,576	1,67
		25,17		1,47
592kHz	2,02	0,78	1,826	2,10
		3,26		1,62
1 MHz	0	0	>1,434	>1,43
		1,08		1,04
2 MHz	0	0	>1,648	>1,65
		0		>1,65

Tableau 1 : Utilisation de chacun des insonificateurs à la puissance de 2500 W pour détacher durant 10 min, les cellules adhérentes sur verre (n=6). Les taux de détachement sont reportés sur les abaques tels que celui de la Figure 8, pour calculer la force provoquant le détachement.

6.3.2 Etude du détachement en fonction de la puissance électrique et du substrat (205 kHz)

Les analyses ont été menées sur 6 échantillons cellulaires pour chacun des substrats. Sur le Tableau 2, on retrouve pour chacun des substrats, le taux de cellules détachées et la force de détachement déduite à partir des abaques de force

Substrat	Verre	HA
Durée de conditionnement (h)	48	48
Taux de détachement (%)	22.8 ± 3.1	15.3 ±0.9
Seuil de la force de détachement (μN)	1.54 ± 0.07	2.64 ± 0.03

Tableau 2 : Comparaison de deux substrats (verre et hydroxyapatite) pour une durée de conditionnement de 48H, taux de détachement obtenus à la fréquence de 205 KHz et la puissance de 2,5 W et calcul de la force de détachement à partir des abaques de force

Les résultats confirment que les cellules adhèrent avec une force supérieure sur l'hydroxyapatite que sur le verre (Chai, Blanchemain, et al. 2005) .

6.3.3 Mesure de la force de détachement en fonction du temps de conditionnement du substrat

Avant la mise en culture, les substrats subissent une préparation, c'est-à-dire qu'un volume de milieu de culture enrichi de sérum de veau foetal (20% au lieu des 10% habituels) est placé en contact avec la surface de culture durant une durée donnée. Cette préparation permet l'adsorption des molécules de la matrice extracellulaire, contenues dans le sérum, sur le substrat de culture. Un temps de conditionnement de 48 h a été utilisé pour toutes les cultures. Le milieu a ensuite été remplacé par un milieu frais pour ensemercer les cellules. Sachant que ce conditionnement peut influencer l'adhésion cellulaire (Chai, Blanchemain, et al. 2005), nous nous sommes intéressés à l'effet du temps de préparation des boîtes sur les résultats obtenus pour le détachement cellulaire sur substrat de verre.

Des tests ont été réalisés pour trois durées de préparation 24, 48h et 72h.

Nous avons travaillé à la fréquence de 205 kHz, dans les conditions habituelles d'insonification. Le temps d'insonification était toujours fixé à 10 min.

Substrat	Verre		
Durée de conditionnement (h)	24	48	72
Taux de détachement (%)	40.4 ±7	22.8 ± 3.1	6.0 ± 2
Seuil de la force de détachement (µN)	1.15 ± 0.13	1.54 ± 0.07	2.0 ± 0.07

Tableau 3 : Influence du temps de conditionnement du substrat de verre en amont de la mise en culture sur la force de détachement

Le Tableau 3 montre que le temps de préparation influence fortement le taux de détachement. Quelle que soit la puissance utilisée, plus le temps de préparation est élevé, plus le taux de détachement est faible. Ce phénomène a déjà été souligné (El-Ghannam, Ducheyne et Shapiro 1999). En effet, le conditionnement dépose un film de glycoprotéines provenant du sérum de veau qui facilite l'adhésion (Chai, Blanchemain, et al. 2005). Les protéines favorisant plus spécifiquement l'adhésion des cellules MC3T3-E1 semblent être la fibronectine et le collagène (Anselme 2000). Un long temps de préparation permet de déposer davantage de molécules d'adhésion sur le substrat ce qui multiplie le nombre d'attaches possibles pour chaque cellule, modifiant ainsi la densité de récepteurs sur le substrat. Il est bien évident que ce paramètre influence la valeur de force nécessaire pour détacher la cellule puisque la force appliquée, si elle est longitudinale, se répartit sur l'ensemble des liaisons existantes entre la cellule et le substrat. Cette modulation du temps de conditionnement du substrat s'apparente donc à une fonctionnalisation de la surface du substrat.

6.3.4 Analyse des résultats

Nous avons détaché les cellules par l'application d'une contrainte ultrasonore à l'interface cellules-substrat de culture. Grâce à la corrélation entre la contrainte appliquée et le taux de cellules détachées, nous avons obtenu une force d'adhérence de cellules osseuses en fonction de la fonctionnalisation chimique ou biologique du substrat de culture. Des mesures de viabilité cellulaire ont également été réalisées post détachement pour valider le caractère non destructif de la méthode, ainsi les cellules détachées ont été remises en culture.

Nous avons prouvé que, d'une part, les résultats obtenus sont cohérents quelle que soit la fréquence et quelle que soit la puissance. Cependant, il apparaît que l'utilisation de basses fréquences et des hautes puissances soit mieux adaptée : en effet, les faibles puissances et les hautes fréquences ne permettent pas d'atteindre un taux de détachement significatif du fait de la répartition et de la plus faible valeur des amplitudes de vibration, c'est pour cette raison que nous avons travaillé à 205 kHz et 2,5 W.

D'autre part, la méthode s'est montrée sensible au type de substrat utilisé et au conditionnement de ce substrat.

Il faut noter que pour la première fois, ces résultats ont été obtenus par une méthode globale capable de provoquer un détachement par l'application d'une force longitudinale. Ce nouveau type de méthode donne une information qui était jusqu'à présent inaccessible. Bien que des méthodes de micromanipulation aient mesuré la force longitudinale nécessaire au détachement cellulaire, elles se sont pour la plupart intéressées à cette force dans les premiers instants de l'adhésion afin d'étudier la cinétique d'adhésion. De plus, la phase cellulaire (état de la cellule au moment de l'expérimentation) n'était pas précisée. Dans une méthode globale, ce paramètre est intégré par le fait que les cellules se trouvent dans toutes les phases du cycle cellulaire et que le résultat tient compte, dans l'intervalle de précision, de ce paramètre.


Les résultats obtenus pour la force de détachement longitudinale de cellules MC3T3-E1 cultivées sur verre sont environ 3 fois supérieurs à celle mesurée par microscopie à force atomique (AFM) (Yamamoto, et al. 1998). Cette différence peut s'expliquer par ce qu'on pourrait appeler un effet velcro. La technique du microscope atomique pousse la cellule de façon tangentielle et le détachement cellulaire se fait donc par pelage (la force se répartit uniquement sur les liaisons ligands-récepteurs périphériques) (Garrivier, et al. 2002). Avec la technique ultrasonore, la force est répartie sur l'ensemble des liaisons au moment de l'application. De ce fait la force nécessaire à la disparition de l'ensemble des liens est plus importante. D'autre part, la lignée cellulaire ainsi que le conditionnement de la surface utilisée par Yamamoto et al sont différents de ceux que nous avons utilisés.

6.4 Encadrement et production associée

6.4.1 Encadrement


Ces travaux pluridisciplinaires ont été menés avec le soutien de deux doctorants (Annie Myrdycz (1997-2000) et Ludovic Peyre (2001-2006) pour lesquels j'ai obtenu des financements ministériels dans le cadre des thèses pour lesquelles j'ai été impliquée à 70 % dans un contexte où un nouveau Professeur, spécialiste RF et non Ultrasons avait rejoint l'équipe pour diriger les applications biomédicales. A ces thèses, ce sont ajoutés deux DEA (L. Peyre en électronique et K. Kot en biologie). La thèse d'Annie Myrdycz n'a pas été menée à son terme, le doctorat a été interrompu en troisième année de thèse, pour rejoindre l'entreprise SAGEM à Montluçon (Allier), profitant d'un rapprochement de conjoint et d'une opportunité d'embauche dans le domaine de l'armement. Le détail de ces thèses est donné en annexe3.

6.4.2 Publication majeure et bibliométrie associée




ELSEVIER

Available online at www.sciencedirect.com



ScienceDirect

Biomolecular Engineering 24 (2007) 521–525



Biomolecular
Engineering

www.elsevier.com/locate/genenabieng

On the use of ultrasounds to quantify the longitudinal threshold force to detach osteoblastic cells from a conditioned glass substrate

Dorothee Debavelaere-Callens^{a,*}, Ludovic Peyre^a, Pierre Campistron^a,
Hartmut F. Hildebrand^b

^a *Institut d'Electronique de Microelectronique et de Nanotechnologie, Département d'Opto-Acousto-Electronique, Université de Valenciennes Le Mont Houy, 59313 Valenciennes Cedex 9, France*
^b *Groupe de Recherche sur les Biomatériaux, Faculté de Médecine H. Warembourg Place de Verdun, 59405 Lille Cedex, France*

Abstract

Cell adhesion on a biomaterial is an important phase of the cell–material interactions and the quality of this phase governs the success of the biomaterial integration. Understanding of the phenomena of cell adhesion and in particular understanding of cell adhesion on biomaterials is of crucial importance for the development of new biomaterials with excellent biocompatibility. One of the physical quantitative indexes to evaluate the quality of cell–material adhesion is its strength. Determining the strength of adhesive bonds requires applying external forces to the cells. Thus, a few methods have been developed to evaluate the strength of cell–material adhesion (micropipette, microplates, microcantilever, ...). These methods apply shear forces on adherent cells.

The aim of our work is the development of a new ultrasonic characterization method of cellular adhesion on substrates. With our method, longitudinal acoustic waves are applied on cell culture to impose a longitudinal strain on cells. Only the cells subjected to a sufficient level of strain will be detached from the substrate. The idea is to correlate cell detachment rate to the longitudinal strain threshold supported by cells. From this result, we can deduce the critical force just sufficient to detach the cell. This global method can be adapted for different cell types and for different substrates. This method can provide an evaluation of the effect of functionalization on substrates. The technique is investigated for the 200 kHz ultrasound frequency. An insonicator adapted to the use of cell culture boxes was developed and calibrated. Tests were carried out on a glass substrate with or without biological conditioning. We used the MC3T3-E1 osteoblastic cell line. Our results to date provide the value of the necessary force to detach with reproducibility osteoblastic cells from glass.

© 2007 Elsevier B.V. All rights reserved.

Keywords: Ultrasounds; Cell adhesion; Detachment force; Surface conditioning

Outre cette publication majeure, ces travaux ont donné lieu à **2 autres** publications dans des revues internationales (RI13, RI15 , RI16), **5** communications dans des conférences internationales (CI19, CI20, CI21, CI22 , CI23) et **1** communication nationale (CN6).

6.5 Conclusion

En profitant de l'expérience de trois laboratoires, en alliant les compétences de la biologie et de la chimie à celle des ultrasons, nous avons proposé une méthode globale de détachement cellulaire par l'application d'une contrainte ultrasonore longitudinale. L'étude des contraintes ultrasonores, le développement et la fabrication d'un insonificateur s'inscrivent dans les thèmes de recherche du laboratoire, cependant, la validation de la méthode sur des cellules et le développement de supports en hydroxyapatite nécessitaient l'apport de nouvelles compétences. C'est pourquoi nous avons travaillé en collaboration avec le Groupe de Recherche sur les Biomatériaux de l'Université de Lille 2 et l'équipe Biomatériaux du Laboratoire des Matériaux et Procédés (LMP) de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis situé à Maubeuge.

Le choix de la méthode utilisée a été guidé par la constatation du manque de technique simple et globale permettant de quantifier la force longitudinale nécessaire au détachement cellulaire. Ce travail a nécessité à la fois d'allier des compétences dans le domaine de la physique de la propagation, de la mécanique et des compétences dans le domaine de la biologie cellulaire (compréhension de la cinétique de l'adhésion, connaissance des paramètres biologiques et des tests capables de les quantifier) sans oublier un travail d'ingénierie pour la réalisation et de l'optimisation sur le plan acoustique et électrique des insonificateurs.

A la suite, la démarche expérimentale a été extrêmement lourde, elle a nécessité des campagnes de mesures nombreuses, pour étudier l'influence de différents paramètres biologiques (type de substrat et effet de la fonctionnalisation des substrats). En amont, il a été nécessaire d'identifier les paramètres utiles de l'insonification (effet de la fréquence, de la puissance, durée utile de l'insonification). L'ensemble du travail expérimental a été effectué à l'INSERM. Si la mise en culture a été réalisée par un technicien en biologie, de même que certains tests de fluorescence pour identifier la répartition des protéines d'adhésion, l'ensemble des insonifications, quantifications de cellules détachées, de même que les changements de milieux de culture ont été réalisés par nos soins (doctorants et moi-même) à l'INSERM.

Les résultats obtenus grâce à ces nombreuses expérimentations sur cellules ont montré une bonne adéquation entre le comportement théorique des cellules et les résultats expérimentaux. La méthode proposée dans ce travail présente l'avantage de donner une information qui n'était accessible que par des méthodes de micromanipulation, sa facilité de mise en œuvre pouvant permettre de mener à bien des études à plus grande échelle et d'obtenir des comparaisons intéressantes entre les différentes conditions biologiques.

7 Axe 2 : Conception d'un laboratoire sur puce (BioMEMS) dédié à la caractérisation acoustique de cellules biologiques

7.1 Contexte et objectifs :

Suite à ces travaux et d'autres travaux réalisés au laboratoire depuis 1995 dans le domaine de la biologie, à la suite d'une expertise AERES en 2003-2004, il nous a été demandé de réfléchir à une nouvelle orientation de nos recherches dans le domaine de l'acoustique pour nous démarquer de l'état de l'art national dans le domaine, en profitant de notre appartenance à l'IEMN, de l'expertise en micro-technologies et des plateaux techniques (plateformes et salles blanches du laboratoire central). Lors d'une précédente évaluation, le CNRS nous avait déjà incité à davantage profiter de notre appartenance à l'IEMN pour distinguer nos activités dans le domaine de l'acoustique en recherchant davantage d'intégration de nos dispositifs. C'est ainsi qu'en 2005, l'équipe « Ultrasons pour l'Ingénierie de la Santé et de l'Agroalimentaire » dirigée par le Professeur Nongaillard s'est réorganisée, afin de poursuivre ses recherches en acoustique, dans le domaine biomédical, mais en les réorientant vers la thématique des microsystèmes. C'est également à cette période que l'IEMN a changé de nom, passant d'Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord à l'Institut d'Electronique et de Microélectronique et de Nanotechnologies.

Julien Carlier, spécialiste des développements technologiques de composants microfluidiques intégrés à base de résine SU-8 a obtenu un poste de MCF à Valenciennes en septembre 2005, et a rejoint l'équipe naissante « Microsystèmes Acoustiques » pour nous accompagner à la transition vers les microsystèmes. Notre activité s'est alors orientée autour de l'intégration de modules de caractérisation acoustique au sein de microsystèmes associant les progrès de la microfluidique.

En effet, depuis une vingtaine d'années, les systèmes d'analyse basés sur la microfluidique se sont montrés être des outils puissants, facilitant le développement de nouvelles expériences et permettant de nombreuses applications dans les domaines chimique et biologique (Bringer, et al. 2004) (Breslauer, Lee et Lee 2006), les analyses cellulaires et le dépistage biologique (Hong, Edel et de Mello 2009), (Sato, Mawatari et Kitamori 2008). Diverses technologies de détection ont été intégrées dans les systèmes microfluidiques (optique, RF, acoustique) et se sont montrées très efficaces pour la manipulation précise d'échantillons en biologie et la caractérisation à l'échelle moléculaire ou cellulaire. L'utilisation de petits volumes de réactifs, l'augmentation de la sensibilité et la possibilité d'effectuer de nombreuses analyses en parallèle ont largement contribué à l'immense intérêt des laboratoires sur puce (Weibel et Whitesides 2006) pour réaliser des diagnostics dépistages rapides, en temps réel, apportant une haute sensibilité, à faible coût.

C'est pourquoi, dans le contexte des évolutions suggérées par l'AERES, nous avons réorienté nos activités afin de transposer une parties des travaux déjà réalisés dans le domaine de la caractérisation biologique à une échelle plus macroscopique vers une échelle microscopique, dans des conditions réalistes d'écoulement, combinant ainsi les avantages de la caractérisation ultrasonore, la fluidique et la miniaturisation, permettant des analyses à l'échelle d'une cellule, dans un environnement dynamique et non destructif.

L'objectif était de pouvoir intégrer une méthode de caractérisation acoustique haute fréquence non invasive en laboratoire sur puce pour des applications de détection ou caractérisation de cellules biologiques. Plus précisément, nous nous sommes orientés vers la conception d'un dispositif intégrant des capteurs d'ondes acoustiques de volume en tirant partie des possibilités qu'offre la plateforme technologique du LCI-IEMN (Lille). Notre but étant de concevoir des fonctions (détection, mesure d'adhérence, mesure d'élasticité à l'échelle de la cellule, micro-mélangeur, tri...) en associant les couches piézo-électriques haute fréquence (1 à 2 GHz) et la microfluidique. L'environnement microfluidique permettant de modéliser si nécessaire un écoulement sur la cellule proche des conditions *in vivo* et la montée en fréquence, permettant de gagner en sensibilité de l'interaction onde/objet en diminuant ainsi la longueur d'onde. La montée en fréquence présentant, de plus, une réelle cohérence avec l'intention d'intégration. En effet, les problèmes d'atténuation des ondes ultrasonores dans les milieux de propagation étant croissants avec la montée en fréquence (loi quadratique d'augmentation de l'atténuation dans l'eau avec la fréquence), les distances de propagation doivent être limitées afin de rendre l'atténuation raisonnable dans les milieux liquides, biologiques ou polymères. Les méthodes que nous avons développées sont basées sur l'utilisation de transducteurs ultrasonores réalisés essentiellement à partir de couches minces piézoélectriques et intégrés dans des microsystèmes à base de silicium ainsi que sur l'optimisation de miroirs acoustiques intégrés permettant de guider les ondes ultrasonores, en s'affranchissant des problèmes de couplage. Nous avons donc développé des laboratoires sur puce intégrant des miroirs acoustiques à 45° permettant de guider l'onde dans une direction parallèle à celle du plan du substrat afin de réaliser une étude en transmission ou réflexion au travers d'un canal microfluidique. Dans cette configuration, des lentilles cylindriques permettant la focalisation peuvent également être intégrées.

Nous avons donc exploité ces structures pour réaliser des suivis de concentration et la détection de particules micrométriques.

Ces travaux ont été réalisés au sein de l'équipe Microsystèmes acoustiques, avec en particulier Bertrand Nongaillard, Julien Carlier, Pierre Campistron et Malika Toubal, en collaboration avec l'équipe du Professeur Zhao du Department of Physics Wuhan University, 430072 Wuhan, China dans le cadre d'un programme PICS du CNRS.

7.2 Technologie développée pour la caractérisation HF en canal microfluidique

7.2.1 Etat de l'art

L'état de l'art réalisé à la fin des années 2000 présenté sur le Tableau 4 montre le manque de capteurs intégrés permettant des analyses, à l'échelle intracellulaire, non invasive, sans l'utilisation de biomarqueurs. Cet état des lieux ainsi que l'expertise de l'équipe dans le domaine de la microscopie acoustique (Bridoux, Nongaillard et Rouvaen, et al. 1978), (Nongaillard, et al. 1979) plus précisément pour la biologie (Toubal, et al. 1992), (Lefebvre, et al. 1993), (Callens, Lefebvre, et al. 1997) ainsi que les nouvelles compétences au sein de l'équipe en micro technologies, nous ont orientés vers la réalisation d'un dispositif, permettant l'utilisation des ondes de volumes longitudinales en transmission ou réflexion générées par des transducteurs pulvérisés sur la face arrière d'un wafer de silicium, pour l'analyse de particules circulant en canal microfluidique. L'objectif étant d'accéder à l'étude des propriétés élastiques de cellules biologiques que l'on sait responsables de la division et de la mobilité cellulaires, de l'expression des gènes et par conséquent que leur altération peut provoquer de lourdes pathologies (Zhu 2000), (Pierres, Benoliel et Bongrand 1999), (Thoumine et Ott 1997).

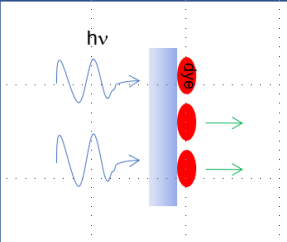
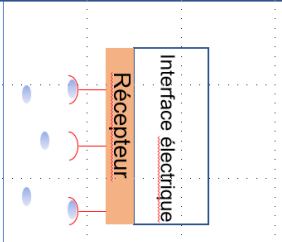
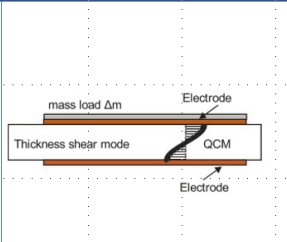
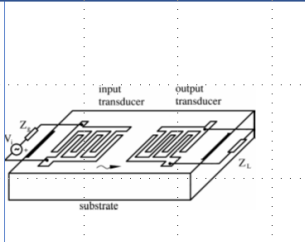
			
Méthode optique	Méthode électrochimique	Méthodes acoustiques	
Détecteur, coloration fluorescente	Interface électrique, enzymes	Transducteur piézoélectrique, électrode	Matériel Piézoélectrique, électrode interdigitée
Analyse du spectre	Analyse des propriétés électriques	Analyse de la fréquence acoustique, Sensibilité à la masse	Analyse de la fréquence acoustique, Mesure de l'atténuation
Analyse intracellulaire Méthode invasive Marquage	Analyse moléculaire Méthode invasive Marquage	Analyse extracellulaire Méthode Non-invasive Sans marquage	Analyse extracellulaire Méthode Non-invasive Sans marquage

Tableau 4 : Types de capteurs intégrés en laboratoire sur puce permettant la mesure de caractéristiques d'échantillons biologiques

La gamme de fréquence visée dans ces travaux est voisine du GHz, afin de s'approcher des études réalisées en microscopie acoustique, (Lemons et Quate 1974), (Bridoux, Nongaillard et Rouvaen, et al. 1978), (Yamada, Shimizu et Minakata 1986) (Khuri-Yacub 1993) et d'avoir une forte sensibilité et profiter des distances de propagations faibles dans les dispositifs microfluidiques, cela sans néanmoins dépasser le GHz pour limiter l'atténuation des ondes ultrasonores.

Dans de nombreux systèmes dédiés à l'utilisation d'ondes de volume, l'interaction entre l'élément à caractériser et l'onde acoustique résulte d'une propagation dans une direction normale au plan du substrat. L'utilisation de dispositifs de focalisation (permettant d'améliorer la sensibilité) réalisés sur la partie inférieure d'un canal microfluidique est possible, mais cette configuration nécessite un plan réflecteur parallèle en partie supérieure du canal. Concernant les systèmes à ondes de surface, celles-ci sont générées au moyen de peignes interdigités réalisés grâce aux microtechnologies classiques sur la face supérieure du substrat. Il est cependant difficile dans cette situation d'obtenir une information en volume. Notre étude a visé l'utilisation des ondes de volume, en réalisant les transducteurs piézoélectriques sur la face inférieure du substrat.

Afin d'atteindre nos objectifs de caractérisation aux échelles micrométriques et nanométriques, nous avons dû travailler au développement et à l'intégration de transducteurs ultrasonores hautes fréquences sur substrat silicium, notamment à partir des technologies couches minces. La montée en fréquence va nécessiter une réduction de sa surface active si l'on souhaite garder une partie réelle de cette impédance électrique proche de 50Ω afin de s'affranchir dans un premier temps de l'exercice de l'adaptation électrique du transducteur. L'intégration de couches d'adaptation mécanique, permettant de favoriser la transmission de l'énergie acoustique entre les différents matériaux de propagation, d'épaisseur $\lambda/4$ présente de plus une assez bonne cohérence dans la gamme du GHz avec les possibilités de réalisation de couche mince proposées par les micro/nanotechnologies. D'autre part, afin de limiter les problèmes de divergence des faisceaux acoustiques, il est important de prendre en

considération la longueur de la distance de propagation ainsi que celle du champ proche dans lequel on peut faire l'approximation d'un faisceau parallèle (cette longueur dépendant de la taille de la source ainsi que de la longueur d'onde). Des miroirs acoustiques permettent de guider l'onde dans une direction parallèle à la surface du substrat à travers un canal microfluidique ont également été réalisés.

Pour aboutir à la conception et à la réalisation d'un premier dispositif qui a fait l'objet d'un dépôt de brevet en 2008, les réunions, études et discussions ont été extrêmement nombreuses. En effet, les ordres de grandeur étant très différents de notre savoir-faire dans le domaine des ultrasons (jusqu'à, nous ne dépassons pas la fréquence de 300 MHz), l'étude a nécessité des modélisations et de nombreuses itérations technologiques.

7.2.2 Principe du dispositif proposé

Le principe du dispositif est présenté sur la Figure 9a, on y distingue les transducteurs piézoélectriques déposés sur la face arrière d'un wafer de silicium, des miroirs acoustiques à 45° qui permettent de guider l'onde dans une direction parallèle à la surface du substrat à travers un canal microfluidique, creusé dans la zone d'interaction, pour réaliser une mesure en transmission (Figure 9b).

L'onde étant guidée en incidence normale sur une des parois verticales du microcanal. Cette onde, après avoir traversé le canal, est guidée par le second miroir vers le transducteur récepteur.

Il est également possible de réaliser une étude en réflexion en utilisant un seul miroir et un seul transducteur.

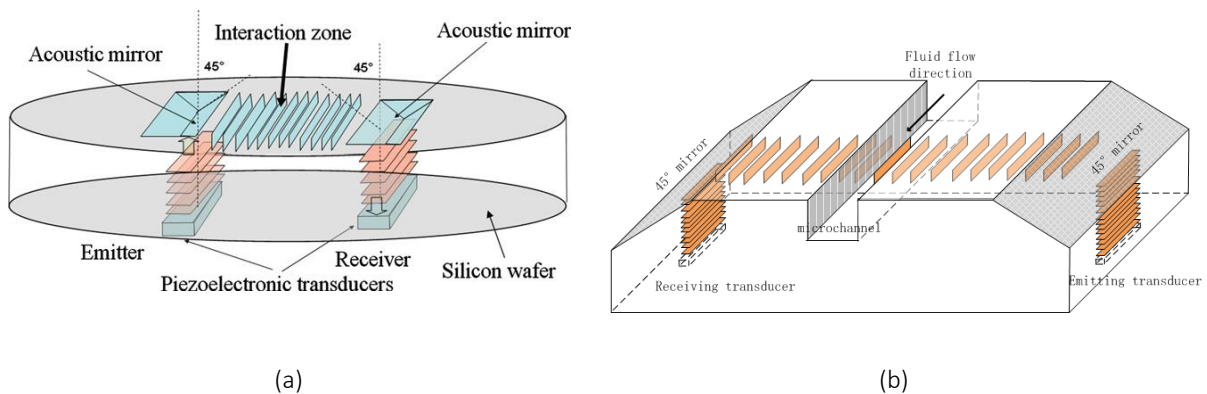


Figure 9 : a) Guidage de l'onde acoustique dans une direction parallèle à la surface du substrat pour une étude en transmission (b) Un canal microfluidique est creusé dans la zone d'interaction

Il est donc possible d'intégrer dans la zone d'interaction des microcanaux à section rectangulaire mais également une lentille cylindrique, par exemple, permettant de travailler en ondes focalisées. Ces lentilles peuvent être réalisées et intégrées simplement par gravure physique dans le silicium au niveau du microcanal (Figure 10).

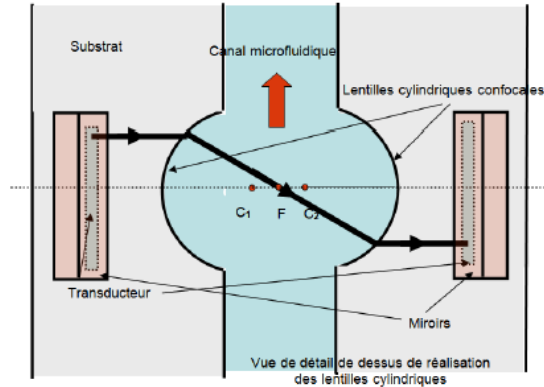


Figure 10 : Intégration de lentilles cylindriques autour du microcanal disposé entre les miroirs de Réflexion, dans la zone de transmission acoustique

7.2.3 Développements technologiques :

La fabrication de ces laboratoires sur puce, dans le cadre de la thèse de J Gao puis de S. Li a nécessité des développements technologiques spécifiques, notamment les fabrications :

- des transducteurs piézoélectriques (fréquence comprise entre à 0,65 et 1,5 GHz selon les expériences), constitués d'un film mince de ZnO, pulvérisé sur silicium.
- du microcanal, en utilisant les gravures ICP (Inductively Coupled Plasma), avec une vigilance extrême sur la perpendicularité des parois et la rugosité.
- des miroirs à 45° et des miroirs verticaux en utilisant les gravures humides, pour lesquels la rugosité de surface doit être contrôlée.
- des lentilles cylindriques.

- Fabrication des transducteurs :

L'objectif est de pouvoir générer des ondes de compression, longitudinales, permettant d'assurer une transmission au travers des fluides impliqués dans les caractérisations en Lab-On-Chip ou les caractérisations d'interfaces solide/liquide par étude en réflexion/transmission. Des transducteurs ont été réalisés au laboratoire dans des gammes de fréquence centrale allant de 500 MHz à 5 GHz grâce à l'expertise en microtechnologie de J Carlier et le concours de plusieurs doctorants (Assane NDiaguene, Jiaming Gao, Sizhe Li) et un Post doctorant (Sheng. Wang). Le laboratoire possède une expérience importante sur le développement de transducteurs piézoélectriques par amincissement de monocristaux de LiNbO3 permettant de générer des modes quasi pures longitudinal ou transversal en fonction de l'orientation cristalline choisie (jusqu'au GHz en onde longitudinale par report à l'indium sur ligne à retard de silice (Bridoux, Nongaillard et Rouvean, et al. 1978). Cependant la technologie de réalisation nécessitant le report et l'amincissement par polissage mécano-chimique est moins adaptée à l'intégration de transducteurs fonctionnant dans la gamme de fréquence visée (0,5-5 GHz) en raison de la fragilité du wafer au moment du report. Les technologies ZnO en couches minces sont largement développées que cela soit par pulvérisation cathodique ou sol-gel (Pearton, et al. 2005), (Muralt 2008) (Özgür, et al. 2005) (Takeuchi, et al. 2002) . Au regard de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans ce milieu, les épaisseurs à déposer sont comprises dans une gamme allant de 500 nm à 5 µm. Cette fourchette est accessible et facile à reproduire en particulier concernant les épaisseurs les plus faibles pour lesquelles les contraintes

mécaniques sont moins préjudiciables que pour les épaisseurs de plusieurs μm . Ce matériau possède des propriétés de conversion électromécanique ($k_L = 0,28$) moins élevées que le niobate de lithium LiNbO_3 monocristallin, par exemple, mais les possibilités d'intégration en couches minces sont plus favorables au regard des applications visées.

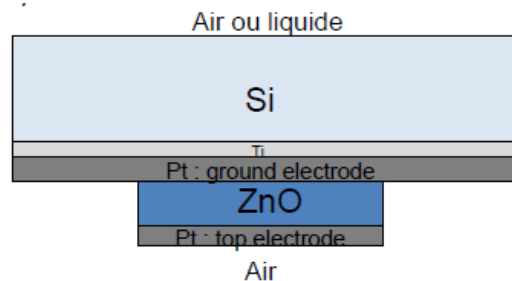


Figure 11 : Coupe schématique d'un transducteur ultrasonore HF développé pour les applications Lab on chip

Les transducteurs ont été réalisés à partir d'un multicouche métal / matériau piézoélectrique / métal déposé sur la face arrière du substrat. L'adhérence des couches de ZnO étant favorable sur le Platine (Pt), les électrodes ont été réalisées avec ce matériau en utilisant une couche d'accroche de Titane (Ti) à l'interface avec le Silicium. La couche de masse est réalisée en pleine plaque alors que la couche piézoélectrique ainsi que l'électrode supérieure de signal sont structurées lors de la même opération de lift-off afin de limiter le nombre d'étapes technologiques. L'électrode supérieure présente alors la même surface que la partie piézoélectrique située sous cette électrode (Figure 11).

L'accès au plan de masse est alors facilité pour prendre le contact de masse par des pointes de contact électrique de type signal /masse permettant la caractérisation hyperfréquence.

Ces transducteurs piézoélectriques sont également caractérisés à l'analyseur de réseau afin de déterminer leur impédance électrique (à partir de la mesure des paramètres S) dans le domaine spectral pour connaître leur fréquence centrale ainsi que leur bande passante (Wang, et al. 2009).

- Canal microfluidique :

Les technologies classiquement utilisées au laboratoire central de l'IEMN pour fabriquer les microcanaux ont été mises en œuvre. La gravure anisotrope ICP par procédé BOSCH a permis d'obtenir des parois verticales présentant un angle de 90° par rapport à la surface du wafer avec une rugosité de l'ordre de 200 nm, ce qui est suffisant au regard de la longueur d'onde acoustique dans le silicium. Cette technologie a également été exploitée dans le cadre de la fabrication des lentilles cylindriques.

- Intégration de miroirs à 45° et de miroirs verticaux :

Les miroirs de guidage obtenus par gravure humide ont pu être fabriqués avec des profondeurs de plus en plus importantes ($180 \mu\text{m}$) afin de donner de la souplesse à leur implémentation dans les laboratoires sur puce. Les contraintes de planéité et de rugosité ont été respectées pour pouvoir assurer une réflexion des ondes ayant des longueurs d'onde dans le substrat de quelques μm .

7.2.4 Amélioration de la transmission dans le dispositif

A partir de la configuration initiale, grâce à une méthode de modélisation numérique par éléments finis basée sur les équations aux dérivées partielles mise au point avec le soutien d'O. Bou Matar en utilisant le logiciel Comsol Multiphysics, une optimisation de la propagation a été réalisée.

- Couche d'adaptation :

Par étude des coefficients de réflexion en incidence oblique au niveau des miroirs de guidage ou en incidence normale au niveau de la transmission dans le canal microfluidique, nous avons pu estimer dans le cadre de la thèse d'A. Ndieguene, en collaboration avec Pierre Campistrion, les pertes dans ce type de système et optimiser également la transmission en incidence normale à l'interface silicium/eau au niveau du microcanal (Ndieguene 2011).

En effet, dans le cas d'une interface entre deux milieux d'impédances mécaniques respectives Z_0 et Z_2 excitée par une onde longitudinale en incidence normale dans le milieu 0, une partie de l'énergie sera réfléchi à l'interface dans ce même milieu 0 et une autre partie sera transmise dans le milieu 2. Nous avons estimé le coefficient de réflexion. A l'interface silicium / eau, celui-ci est de 0,86. Nous avons donc étudié la possibilité d'améliorer cette transmission en utilisant des couches d'adaptation mécanique à l'interface entre ces deux milieux. Comme pour les systèmes optiques, des couches antireflets peuvent être utilisées afin d'améliorer le coefficient de transmission à l'interface silicium/eau (Callens, Bruneel et Assaad 2004).

Nous avons donc cherché un matériau présentant une impédance mécanique comprise entre celle du silicium (environ 20 MRayls) et celle de l'eau (environ 1,5 MRayls). La silice présente une impédance caractéristique de 13 MRayls et peut être déposée en couche mince par synthèse sous vide (PECVD : Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition). Nous avons caractérisé les propriétés de ce matériau déposé en couche mince et obtenu la valeur de 12,4 MRayls) ainsi que celle de la résine époxy SU-8 qui présente une impédance mécanique de 3,3 MRayls . Nous avons ensuite calculé les pertes d'insertion liées à la présence ou non de ce type de couches d'adaptation entre le silicium et l'eau en fonction de la fréquence (Wang, et al. 2009). Les mesures de pertes sont présentées sur la Figure 12 et indiquent qu'il est possible d'annuler totalement les pertes d'insertion à la fréquence centrale en réalisant un bicouche SiO_2 / SU-8 sur les parois du microcanal.

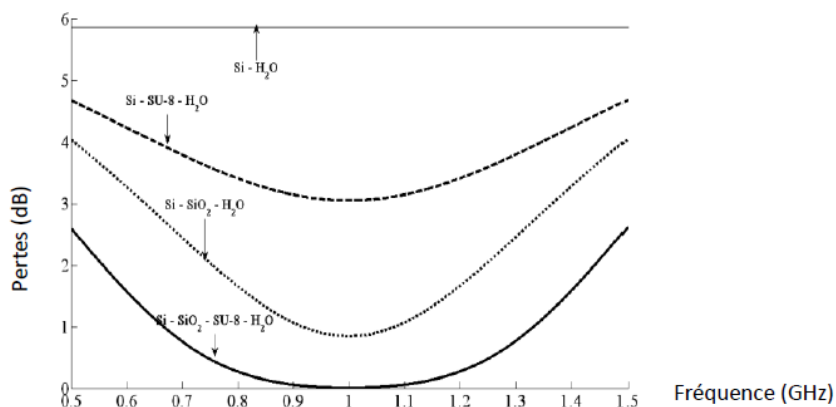


Figure 12 : Comparaison des pertes (en dB) à l'interface silicium/ eau pour 4 configurations : sans couche d'adaptation, avec une couche d'adaptation en SU-8, avec une couche d'adaptation en SiO₂ et avec un bicouche SiO₂/SU-8

Néanmoins, pour des questions de simplicité technologique, nous avons fait le choix de réaliser une couche d'adaptation de SiO₂ d'épaisseur $\lambda/4$ sur les parois du canal microfluidique, configuration moins idéale que celle du bicouche (SiO₂/SU8) qui permet cependant de gagner 5 dB à chaque transmission. Nous avons ensuite estimé globalement les pertes liées au design du système ainsi que les possibilités de limiter ces pertes de la génération de l'onde par l'émetteur jusqu'à la réception par le transducteur récepteur (Wang, et al. 2011).

Ces modélisations ont également permis de montrer l'intérêt d'un dépôt de silice sur les miroirs limitant la conversion de mode par réflexion et permettant d'augmenter l'amplitude de l'onde longitudinale d'un facteur supérieur à trois pour chaque réflexion.

- Ajouts de miroirs verticaux :

Comme le montre la Figure 13, les premières mesures des trajets acoustiques au sein du dispositif de la Figure 9b ont révélé des trajets acoustiques parasites dont l'origine est liée au fait que les deux transducteurs étaient sur le même axe et certaines ondes se propageaient sous le microcanal.

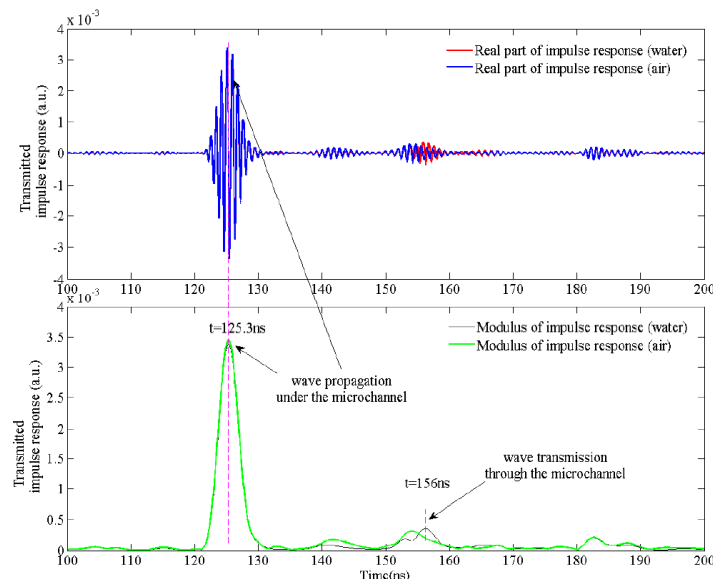


Figure 13 : Réponse impulsionnelle du signal transmis dans le microsystème de la Figure 9 incluant deux miroirs 45° et un canal. (a) Partie réelle du signal transmis lorsque le canal est rempli d'eau (rouge), lorsque le canal est vide, en présence d'air (bleu) (b) Module de la réponse impulsionnelle du signal transmis lorsque le canal est rempli d'eau (noir), lorsque le canal est vide, en présence d'air (vert)

En utilisant la loi de Snell-Descartes, nous pouvons calculer les directions des vecteurs d'ondes des ondes acoustiques et prédire les conversions de modes lors de la traversée des miroirs à 45°. Ainsi, nous avons pu interpréter que seules les ondes correspondant aux trajets LLLLLL et LLLLL peuvent se propager dans le microsystème de la Figure 9b, sachant que les ondes transversales ne peuvent circuler dans le canal microfluidique rempli d'eau. Il s'agit donc d'un parcours purement longitudinal (L) pour le premier trajet et d'un second trajet pour lequel, à l'issue du miroir et avant d'atteindre le transducteur, l'onde L a été convertie en onde transversale (S). Des calculs de temps de vol ont été réalisés et comparés aux mesures (Tableau 5), les différences sont de l'ordre de 2%.

	Predicted(ns)	Measured(ns)	Difference (%)
LLLL	159.3	156.3	1.8
LLLS	177.9	173.9	2.2

Tableau 5 : Temps de vol calculés et mesurés (en ns) des trajets de l'onde acoustique dans le microsystème constitué de deux miroirs 45° et d'un canal pour les deux types de trajets

On voit également sur cette Figure 13, que le rapport signal à bruit de l'écho utile est relativement faible, qu'il est difficile de différencier les deux situations (avec ou sans eau).

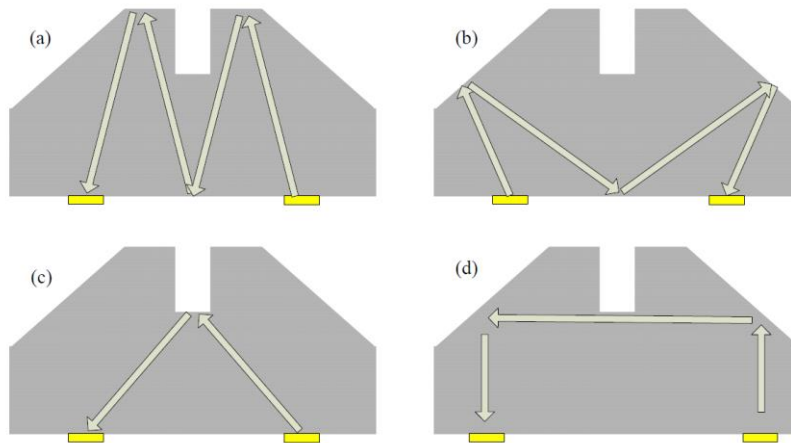


Figure 14 : Différents trajets parasites, du transducteur émetteur vers le transducteur récepteur.

Comme le montre cette dernière figure, le positionnement des transducteurs sur un même axe est source de nombreux échos parasites. Nous allons chercher à identifier et à supprimer ces échos, en particulier celui apparaissant à 125 ns.

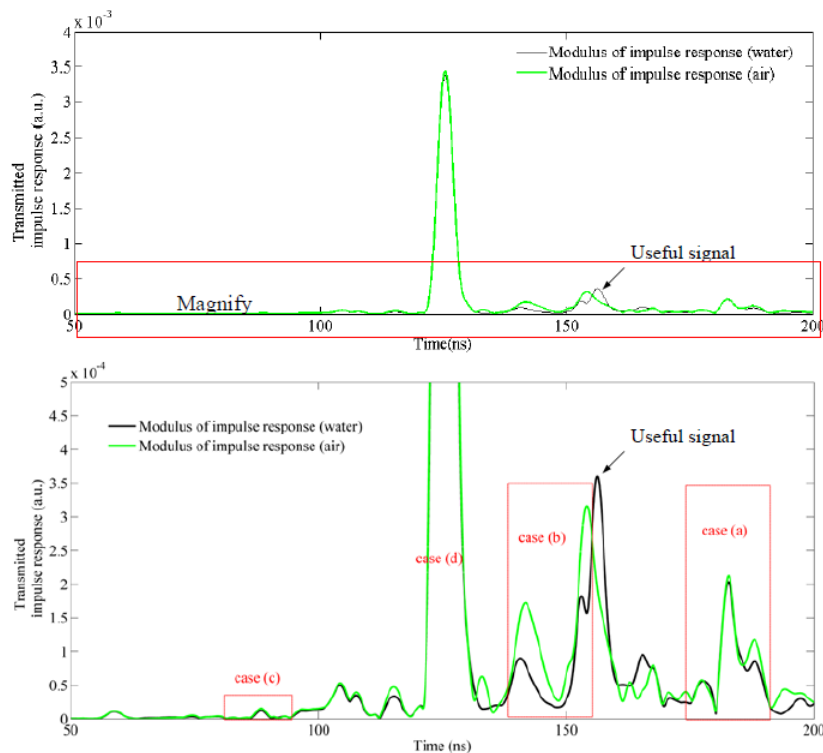


Figure 15 : Zoom effectué sur la Figure 13, afin d'identifier les contributions des trajets parasites de la Figure 14

Les différents temps de vol correspondants aux quatre parcours identifiés sur la Figure 14 ont été calculés et comparés à l'échogramme de la Figure 15 (Tableau 6).

	Predicted(ns)	Measured(ns)	Difference(%)
Case A	181.8	182.8	0.5
Case B	147-158	141 or 154	
Case C	85.5	88.5	3.4
Case D	128.1	125.3	2.2

Tableau 6 : Temps de vol calculés et mesurés (en ns) des trajets de l'onde acoustique dans le microsystème constitué de deux miroirs 45° et d'un canal pour les trajets de la Figure 14. Figure 14

L'écho parasite le plus important correspond à la situation D, il s'agit du trajet réalisé sous la canal, ce qui explique une arrivée plus rapide et d'amplitude plus conséquente avec moins de réfraction.

Afin d'éviter ces situations parasites et tenter d'améliorer le rapport signal à bruit, nous avons proposé un nouveau design: les deux transducteurs ne sont plus sur le même axe, deux miroirs verticaux de même profondeur que le microcanal ont été ajoutés pour éviter la réception des ondes parasites traversant sous le microcanal.

- Intégration de lentilles confocales

La technologie développée permettant de réaliser des microcanaux par gravure physique nous permet d'intégrer facilement des lentilles cylindriques.

Les avantages d'un système de lentilles confocales sont les suivants :

- 1) Comparé à la paroi parallèle du canal, le système confocal à lentilles cylindriques peut recueillir beaucoup plus d'énergie acoustique diffractée par les particules rencontrées, telles que les cellules sanguines.
- 2) Les lentilles confocales peuvent concentrer le faisceau acoustique dans une petite zone afin d'améliorer la résolution spatiale et la sensibilité du microsystème.

Ainsi afin d'augmenter la résolution spatiale ainsi que la sensibilité autour d'un axe de focalisation et limiter l'effet des défauts liés à la géométrie du dispositif, nous avons creusé sur le canal microfluidique deux lentilles cylindriques afin de former un système confocal et permettre de focaliser le signal acoustique sur un axe perpendiculaire à la direction de propagation du fluide dans le microcanal (Figure 16).

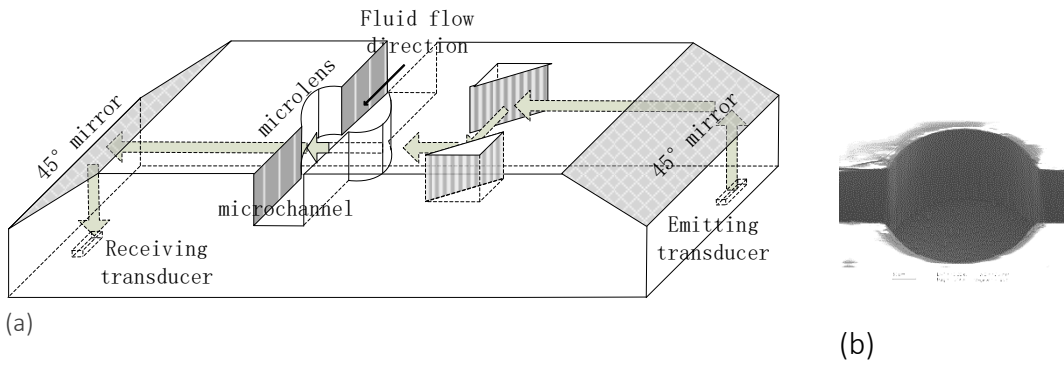


Figure 16 : Schéma de la structure intégrant des lentilles cylindriques : a) configuration globale ; b) Image au microscope électronique à balayage d'un système confocal constitué de deux lentilles cylindriques gravées dans le microcanal

Grâce aux lentilles confocales, nous espérons détecter de petites variations des propriétés élastiques des cellules biologiques, même pour une seule cellule.

7.3 Application à la caractérisation

7.3.1 Développement du banc de caractérisation et calibration

Nous avons pu utiliser ces laboratoires sur puce pour plusieurs applications de caractérisation intégrée en canal microfluidique. La Figure 17 illustre le microsystème réalisé à partir des briques technologiques précédemment détaillées. Plus particulièrement la Figure 17c, indique de manière schématique la trajectoire des ondes acoustiques de l'émetteur vers le récepteur.

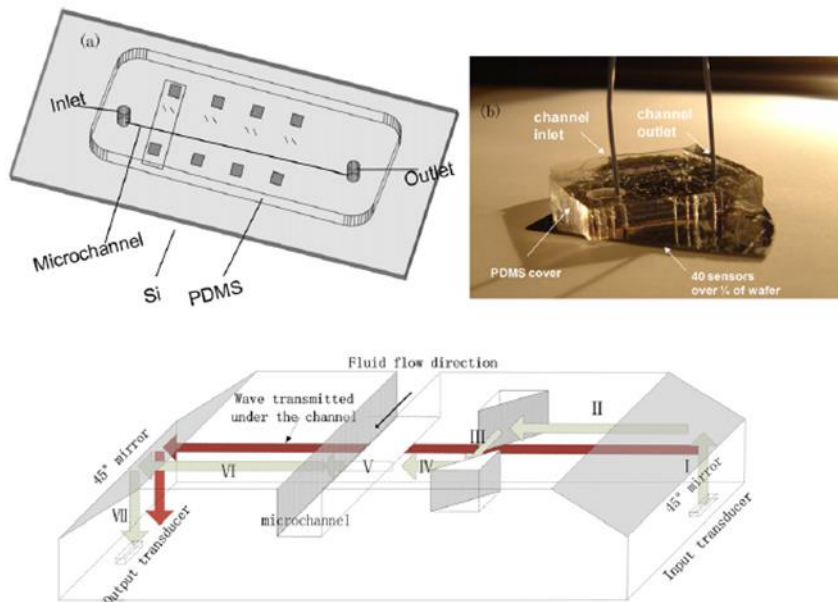
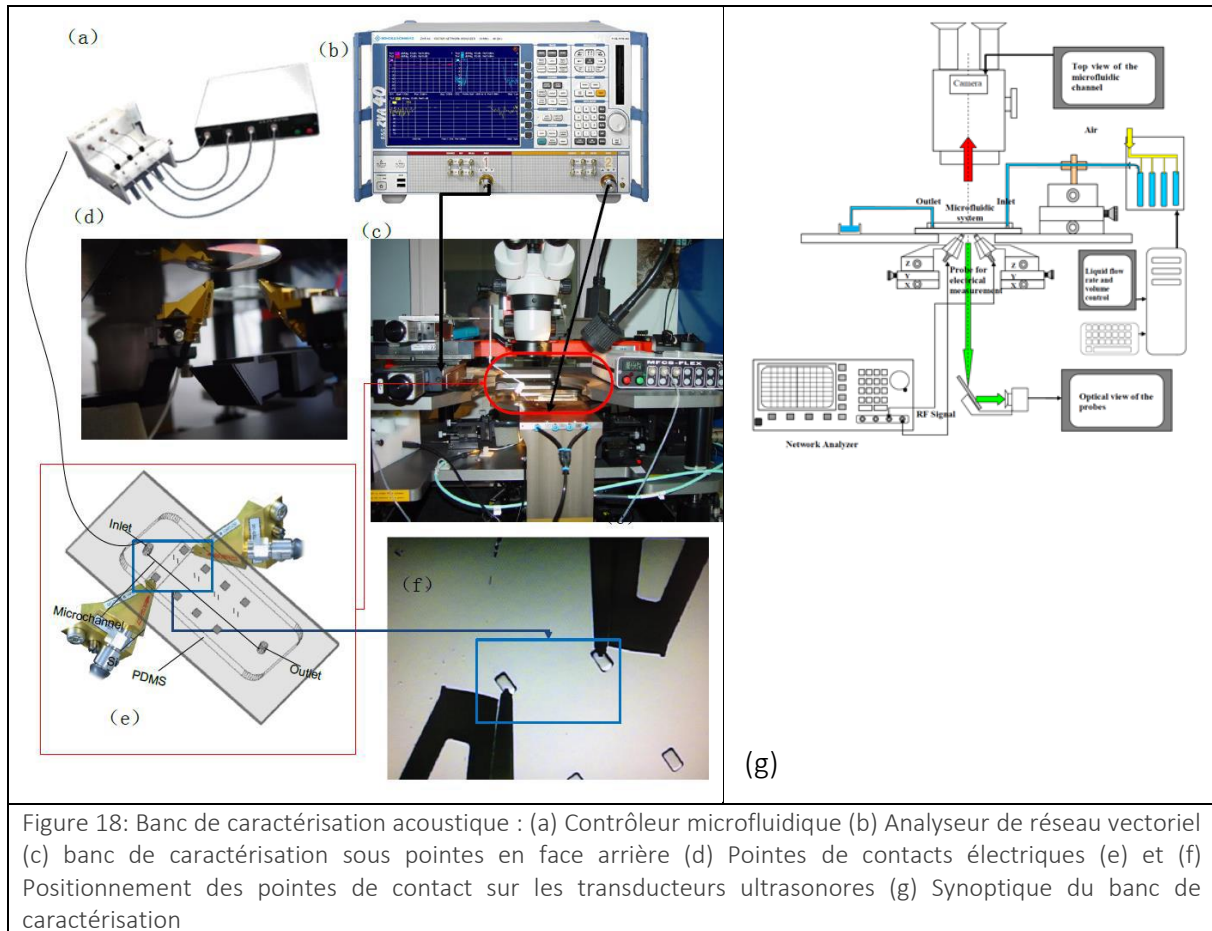


Figure 17 : : Illustration du microsystème réalisé (a) Illustration schématique (b) Photographie du microsystème réalisé (c) Illustration schématique permettant de visualiser la propagation des trajets ultrasonores de l'émetteur vers le récepteur.

L'ensemble de la propagation ultrasonore au sein du dispositif a été modélisée afin de prédire les trajectoires et conversions de modes et identifier les échos utiles en intégrant chacune des couches d'adaptation introduites au fur et à mesure pour améliorer le rapport signal à bruit.

Afin de caractériser les milieux circulant dans le canal microfluidique, nous avons utilisé le banc de mesure de la Figure 18, utilisant deux pointes de contact pour les systèmes comprenant deux transducteurs séparés pour l'émission et la réception et une seule pointe pour les systèmes en réflexion exploitant un seul transducteur utilisé à la fois en émission et en réception. Ce banc comprend un analyseur de réseau permettant de faire une étude via un balayage fréquentiel, permettant ensuite de se ramener dans le domaine temporel pour la caractérisation des échos par transformée de Fourier inverse.



Avec le laboratoire de la Figure 17b, avant toute utilisation sur cellules biologiques, nous avons cherché à calibrer le système et dans un premier temps à analyser la réponse impulsionnelle en mode transmission puis réflexion et étudier l'amplitude du signal reçu après traversée du dispositif pour deux configurations (canal vide (air) ou complété d'eau déminéralisée) (Figure 19).

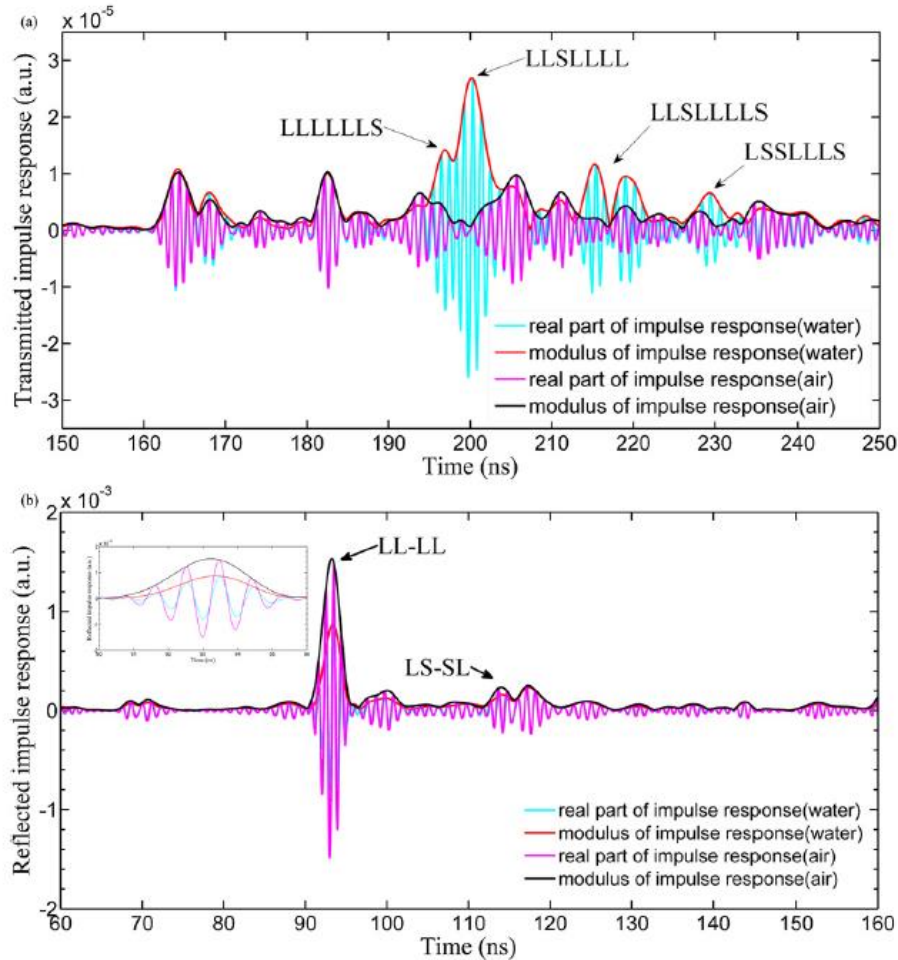


Figure 19 : Réponse impulsionnelle du système en fonction du temps (ns): (a) réponse impulsionnelle transmise et (b) réponse impulsionnelle réfléchi (courbe bleue: partie réelle de la réponse impulsionnelle sans eau déminéralisée; courbe verte: module de réponse impulsionnelle sans eau déminéralisée, courbe rouge: partie réelle de la réponse impulsionnelle avec eau déminéralisée, courbe noire: module d'impulsion réponse avec de l'eau déminéralisée).

L'échogramme de la Figure 19a présente un grand nombre d'échos relatif à la traversée de l'onde acoustique dans le microsystème de la Figure 17c , pouvant être classés selon leurs temps de vol. En raison des conversion de mode qui s'opèrent sur les interfaces des miroirs verticaux, la plupart des ondes longitudinales se convertissent en ondes transversales. Comme le montre la Figure 19, il n'y a aucun écho purement longitudinal , de type LLLLLLL.

LLSLLLL signifie que qu'une onde longitudinale (L) est émis par le transducteur, se réfléchit en onde L sur le premier miroir 45°. Elle est ensuite convertie en onde transversale (S) par le premier miroir vertical, elle est reconvertie en onde (L) par le second miroir vertical. A la suite, l'onde L traverse le canal microfluidique complété d'onde déminéralisée. L'onde transmise reste longitudinale après réflexion sur le second miroir 45°.

Les différences de temps de vol sont inférieures à 5% pour les différents parcours LLSLLLL, LLSLLLLS et LSSLLLLS comme le montre le Tableau 7.

	Predicted(ns)	Measured(ns)	Difference (%)
LLSLLLL	206.2	200.2	2.9
LLSLLLS	225.8	215.3	4.7
LSSLLLS	234.2	229.6	2.0

Tableau 7 : Temps de parcours estimé et mesuré selon les modes de propagation.

Néanmoins, comme l'onde acoustique doit traverser le canal microfluidique, seules les ondes longitudinales peuvent être observées sur les trajets IV à VI identifiés sur la Figure 17c.

Suite aux améliorations réalisées (ajouts de miroirs, couches d'adaptation), la Figure 19a montre l'augmentation du signal acoustique utile lors de l'introduction de l'eau déminéralisée dans le canal microfluidique initialement vide.

L'amplitude du signal transmis S_{21} dû aux signaux parasites est évalué à $9,3 \times 10^{-7}$ pour le canal vide pour l'onde LLSLLLL alors qu'il est d'amplitude $2,7 \times 10^{-5}$ pour la même onde après traversée du canal complété d'eau déminéralisée. Le rapport signal à bruit est de 29 dB, ce qui est de bonne augure pour l'utilisation de ce dispositif pour la caractérisation de milieux liquides ou la détection de particules.

L'échogramme de la Figure 19b correspond aux trajets de la l'onde acoustique sur le parcours VII-VI lorsque le transducteur récepteur est utilisé en émetteur-récepteur pour une utilisation du microsystème en mode réflexion.

En raison de la forte rupture d'impédance entre l'eau et le silicium, l'amplitude du signal transmis n'est seulement que de l'ordre de 10^{-5} .

7.4 Résultats obtenus

Avec le laboratoire de la Figure 18, avant toute utilisation sur cellules biologiques, après cette première étape de validation du protocole expérimental de mesure, nous avons cherché à calibrer le système. Nous avons dans un premier temps caractérisé les microsystèmes fabriqués en utilisant des solutions d'Iodure de Potassium (KI) à des concentrations différentes, en exploitant une propriété intrinsèque à ce composant : la vitesse de propagation acoustique reste inchangée lors des dilutions. Ainsi, ces solutions conservant une vitesse de propagation acoustique quasi constante malgré la variation de concentration, il est possible d'identifier la variation de l'atténuation avec la concentration (Attal et Quate 1976). Nous avons ainsi mesuré l'amplitude du signal transmis pour différentes solutions de concentrations molaires allant de 1 à 8 mol/L, et comparé à l'air et à de l'eau distillée, à une température de 20°C.

A partir du signal reçu correspondant à l'écho d'intérêt identifié lors du paragraphe précédent obtenu pour différentes concentrations de solutions de KI (Figure 20a), nous avons pu extraire la valeur de l'atténuation pour la présenter en Figure 20 b. On y retrouve le comportement exponentiel de l'atténuation des solutions de KI, comparable à l'étude réalisée dans les années 70 par J. Attal (Attal et Quate 1976). Ce résultat, nous permet de valider notre dispositif (Gao, et al. 2013).

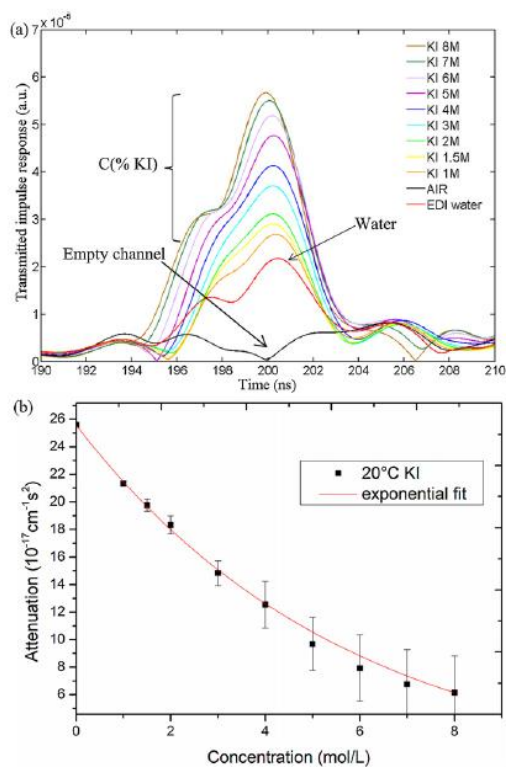


Figure 20 : Caractérisation acoustique de solution de KI de concentration différente (eau pure jusqu'à 8mol/L) en canal microfluidique (a) évolution de l'amplitude du signal acoustique transmis ; (b) mesure de l'atténuation acoustique dans les solutions en fonction de la concentration

Nous avons par la suite également expérimenté ce laboratoire sur puce dans une fonction de détection en utilisant une solution modèle de particules de latex de diamètre $30 \mu\text{m}$. A travers l'étude de l'amplitude du signal reçu après traversée du dispositif, dans un canal de largeur $50 \mu\text{m}$, la Figure 21 nous montre la capacité du système à identifier le passage des particules dans le canal. Ces caractérisations ont été réalisées dans un canal microfluidique à faces parallèles. Nous avons pu observer l'atténuation du signal transmis, son amplitude passant de 25 à $10 \mu\text{V}$ lors du passage de particules dans le champ acoustique.

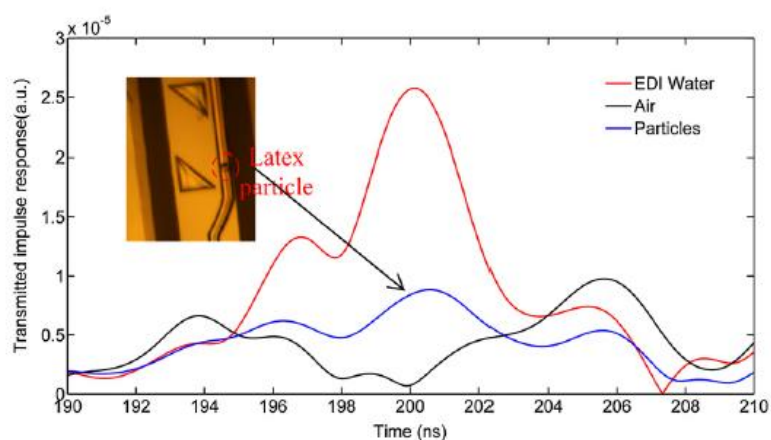


Figure 21 : Module de la réponse impulsionnelle du système en fonction du temps (ns): (rouge: canal rempli d'eau déminéralisée, bleu: concentration de 0,1% de particules de latex dans l'eau déminéralisée, noir: air).

Après calibration avec les différentes solutions de KI, nous avons utilisé ce dispositif pour mesurer l'atténuation de solutions sanguines de faible concentration.

Le choix de cette expérience était guidé par l'intérêt de connaître la valeur de ce paramètre, recherché depuis les années 50 (Carstensen, Li et Schwan, Determination of the acoustic properties of blood and its components 1953), (Carstensen et Schwan 1959), (O'Brien et Dunn 1972), (Treeby, et al. 2011)), dont la valeur s'avère très dépendante de la fréquence comme le montre la Figure 22 extraite de la publication de Treeby et al (Treeby, et al. 2011).

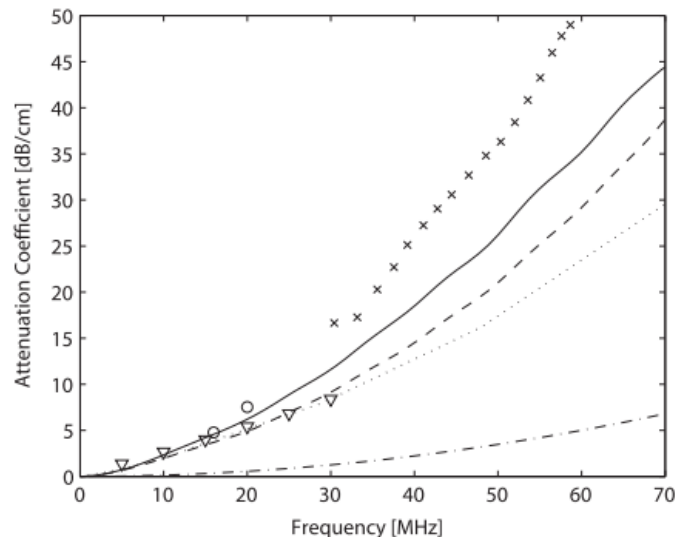


Figure 22 : Comparaison des mesures d'atténuation large bande du sang issues de la littérature
Croix : Globules rouges humains en solution saline (Lockwood et al. 1991) ; *ligne continue* : sang humain (Treeby et al 2011) ; *ligne pointillée* : globules rouges humain en solution saline (Treeby et al 2011), *ligne pointillée* : hémoglobine bovine dans l'eau (Edmonds et al 1970,. *Triangles* : globules rouges de porc dans une solution saline (Wang et Shung, 1997) ; *cercles ouverts* : sang total (Secomski et al. 2001) ; *lignes en pointillés* (absorption de l'eau).

Peu de mesures avaient été obtenues au-delà de 90 MHz. Avec notre dispositif de fréquence centrale 800 MHz, nous avons souhaité accéder à la valeur de ce paramètre pour différentes concentrations de sang humain à partir de la mesure de l'amplitude du signal transmis.

Malheureusement, les mesures n'ont pu être obtenues qu'avec de fortes dilutions (concentration de 0,1 à 1 %). En effet, au-delà, nous avons rencontré des problèmes d'obturation du canal.

Les résultats ont été obtenus au sein de deux dispositifs différents possédant une lentille acoustique de focale 30 et 36 μm , des ouvertures de 60 et 72 μm . Nous avons pu mesurer, de manière répétable, l'atténuation relative des cellules sanguines en fonction de la concentration initiale. Ces résultats ont montré le potentiel de notre dispositif pour caractériser des concentrations sanguines.

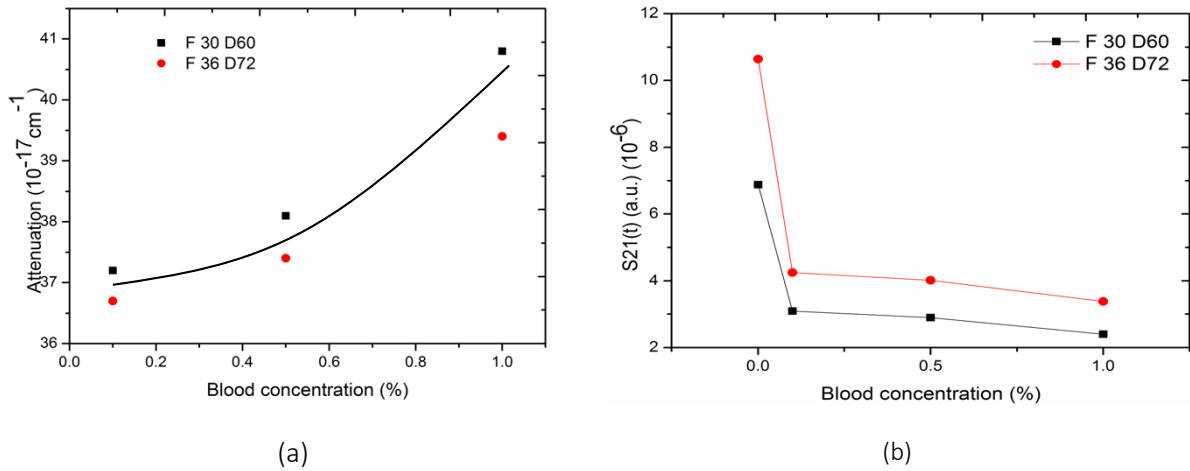


Figure 23 : Mesure de l'atténuation (a) et mesure de l'amplitude du signal transmis (b) pour des solutions de globules sanguins humains en solution saline pour des concentration variant entre 0,1 et 1% au sein de deux dispositifs possédant respectivement une lentille confocale de 30 et 36 μm et une ouverture de 60 et 72 μm .

Nous avons également réalisé ces tests de détection de particules dans un système en réflexion ne comprenant qu'une lentille cylindrique de rayon de courbure 150 μm dans le cadre de la thèse de S. Li (S. Li 2016). Il s'agit d'un système en réflexion qui présente un réflecteur dans le plan focal et fonctionnant à une fréquence centrale de 500 MHz permettant d'optimiser le rapport signal/bruit sans augmenter la distance de propagation de l'onde acoustique. Cette fréquence plus basse en comparaison aux systèmes développés à 1 GHz permet de réduire d'un facteur 4 l'atténuation de l'onde ultrasonore dans l'eau et donc d'agrandir la largeur des structures microfluidiques qui, si elles sont trop étroites, peuvent s'obstruer au regard du diamètre des particules étudiées. Cela a permis d'étendre la dynamique de mesure et donc la sensibilité. Il a alors été possible de distinguer la présence d'une, deux ou trois billes dans le champ acoustique focalisé comme on peut le voir sur la Figure 24. L'amplitude du signal étant de 115 μV dans l'eau sans bille, de 98 μV en présence d'une bille, de 87 μV en présence de 2 billes et de 77 μV en présence de 3 billes.

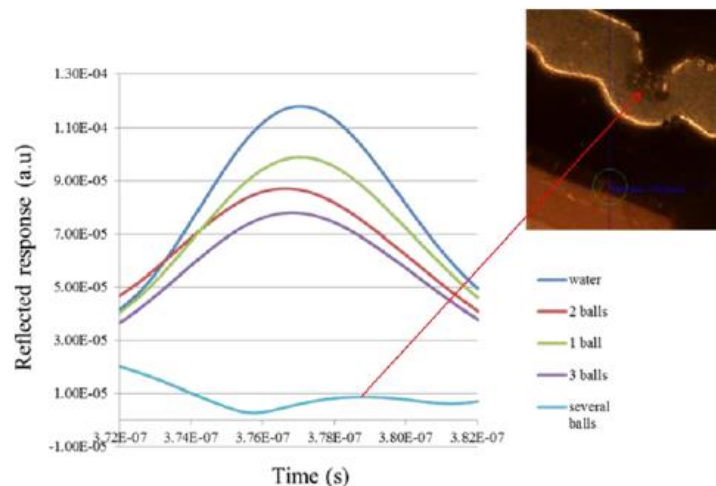


Figure 24 : Evolution de l'amplitude de l'écho acoustique traversant le canal en fonction de la présence de billes de polystyrène de latex dans le champ acoustique

7.5 Encadrement et production associée :

Ces travaux ont fait l'objet de 4 thèses, parmi lesquels 3 étudiants issus de la collaboration chinoise.

Parallèlement, dans le cadre de la Fédération des Biomatériaux du Nord-Pas de Calais, nous avons cherché à poursuivre nos engagements concernant la recherche de techniques de caractérisation dynamique de biomatériaux, cette fois à l'échelle de la cellule. De plus, le cadre fédératif étant favorable pour réfléchir à de nouveaux projets, des chirurgiens vasculaires, de nouvelles équipes de chimistes ont rejoint la Fédération, qui a modifié ses statuts et son nom pour devenir **Fédération de Recherche** en 2009 sous le nom : **Biomatériaux et dispositifs médicaux fonctionnalisés**. C'est ainsi, qu'entre 2008 et 2009, avec 3 laboratoires de la Fédération et différents consortiums, j'ai été porteuse de 2 projets ANR dans le programme Physique et Chimie du Vivant, projets intitulés MATISSE - Microfluidic microsystem for Acoustical characterization of cell adhesion on Titanium Surfaces grafted with bioactive agents for Stimulating Endothelialisation, autour de la mise au point de laboratoire sur puce permettant de caractériser l'interaction d'une cellule avec son environnement, dans une recherche d'optimisation de fonctionnalisation de surface de biomatériaux dans des conditions les plus proches des conditions in vivo.

Malheureusement malgré le temps et l'énergie utilisés pour la maturation et l'écriture des projets, aucun n'a pu obtenir de financements dans cet appel à projet très sélectif, les points forts étant pour le premier dépôt en 2008, la compétence du consortium, l'apport de solutions intéressantes à l'amélioration technologique des stents qui pourrait avoir de grandes retombées dans le domaine cardiovasculaire. Les experts ont apprécié l'originalité de la méthode de caractérisation par ondes acoustiques, mais ils ont perçu la nécessité de plus détailler certaines approches expérimentales. Hormis cette demande de précision, les points faibles étaient davantage sur la chimie des surfaces qui étaient proposées pour fonctionnaliser ces substrats de titane afin de limiter l'adhésion cellulaire pour une utilisation dans le domaine vasculaire. Il nous avait été conseillé de proposer ce projet à l'appel 'prise de risques CNRS' pour montrer la faisabilité et l'originalité de l'approche expérimentale envisagée (chimie des surfaces, méthode de mesures).

Un arrêt assez long lié à une grossesse pathologique ainsi qu'une nouvelle sollicitation de participer à un projet régional qui sera décrit dans la partie suivante, ne m'ont pas permis d'aller au-delà pour l'obtention de crédits.

Publication majeure :



Contents lists available at SciVerse ScienceDirect

Sensors and Actuators B: Chemical

journal homepage: www.elsevier.com/locate/snb



Lab-on-a-chip for high frequency acoustic characterization

Jiaming Gao^{a,b}, Julien Carlier^{a,*}, Shengxiang Wang^{c,**}, Pierre Campistron^a, Dorothee Callens^a, Shishang Guo^b, Xingzhong Zhao^b, Bertrand Nongaillard^a

^a Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologies (IEMN-DOAE-UMR CNRS 8520), Université de Valenciennes et du Hainaut Cambresis (UVHC), Université Lille Nord de France, F-59313 Valenciennes, France
^b Department of Physics, Wuhan University, Wuhan 430072, China
^c School of Electronic and Electrical Engineering, Wuhan Textile University, Wuhan 430073, China

ARTICLE INFO

Article history:
Received 25 July 2012
Received in revised form 28 September 2012
Accepted 13 November 2012
Available online 21 November 2012

Keywords:
Ultra high frequency transducer
Acoustical characterization
Lab-on-a-chip
Microfluidics
Bulk acoustic wave

ABSTRACT

This paper presents an acoustofluidics platform for elastic characterization of biological samples using ultra high frequency (~1 GHz) ultrasonic bulk acoustic waves (BAW). The propagation of bulk acoustic waves in a plane parallel to the surface of a silicon wafer was controlled using 45° acoustic mirrors, thus leading to the development of real time biosensing applications in a microchannel fabricated using ICP technology. To validate the design and technology of the silicon and PDMS-based platform, the propagation of bulk acoustic waves through the microfluidic channel was studied. This lab-on-a-chip platform was used to characterize different concentrations of chemical solutions in the microfluidic channel and detect latex particles passing through the channel.

© 2012 Elsevier B.V. All rights reserved.

Outre **6 publications** (RI6, RI8, RI9, RI10, RI11, RI12) dans des revues ou **5 communications** (CI7, CI8, CI9, CI14, CI15) **au sein des conférences internationales**, ces travaux et plus particulièrement le concept de ce dispositif ont fait l'objet **d'un brevet** déposé par le CNRS avec extension à l'International et aux USA.

Dispositif et procédé pour étudier une zone d'étude par onde acoustique

B. Nongaillard, P. Campistron, J. Carlier, D. Callens, G. Nassar, F. Lefebvre, Brevet déposé par le CNRS et l'UVHC le 22 décembre 2008 sous le numéro FR2940450 (A1) 2010-06-25. Extensions à l'international et aux USA obtenues respectivement le 31 /08/11 et le 29/12/11.

Ce brevet a été étendu à l'international en 2010, 2011 et 2014 sur le guidage d'ondes acoustiques par utilisation de miroirs. Brevet International PCT/SR2009/052546 ; publication number : WO2010/072944; EP 2361383 A1 ; US8720274 B2, 'Device And Method For Studying A Study Area By Means Of An Acoustic Wave', 2009-2014, CNRS / UVHC, Nongaillard B., Campistron P., Carlier J., Callens D., Nassar G. and Lefebvre F.

7.6 Conclusion

Ce travail nous a permis d'introduire les ondes acoustiques de volume au sein des microsystèmes et de coupler à la caractérisation en milieu microfluidique. Plusieurs technologies ont été développées, associant des miroirs et lentilles acoustiques, ainsi que la réalisation de couches adaptatives pour augmenter la sensibilité des mesures. En particulier, la configuration proposée permettant de guider les ondes ultrasonores dans une direction parallèle à la surface du substrat a rendu possible des caractérisations en transmission et en réflexion et a facilité l'intégration de lentilles cylindriques dans le microcanal par gravure physique du silicium. Cela a notamment permis d'améliorer la sensibilité de détection de particules dans un fluide grâce à une résolution de l'ordre de la longueur d'onde acoustique. Nos études ont montré la faisabilité du guidage des ondes acoustiques dans la gamme de fréquence du GHz et ont permis, en confrontant nos mesures aux modélisations sur des milieux modèles :

- La mesure d'atténuation et de concentration de solution de KI
- La détection de billes de polystyrène de taille 30 μm

Des applications sur cellules sanguines ont été réalisées pour la mesure d'atténuation de solutions sanguines en fonction de la concentration. Du fait de la contrainte de circulation des cellules sanguines dans le dispositif, cela a été opéré avec reproductibilité pour de très faibles dilutions.

D'un point de vue structurel, en l'absence de financements, à cela s'ajoutant, le fait que le laboratoire n'avait pas d'expertise en matière biologique pour l'expérimentation sur cellules, il nous a été difficile de poursuivre autour de la caractérisation de cellules biologiques. De plus, comme l'illustre la Figure 18, imaginer déplacer la technologie, notamment la mesure HF sous pointe pour la réaliser en laboratoire de biologie était tout aussi difficile. Malgré cela, la production scientifique a été conséquente et a permis, au sein du laboratoire de faire évoluer la caractérisation acoustique HF vers la caractérisation locale des propriétés de mouillabilité de surface. En effet, si j'ai assisté à l'écriture du sujet de thèse de Madame Nadine SAAD, en 2009, autour de la caractérisation des interfaces fonctionnalisées dans la gamme de fréquence du MHz vers le GHz pour les applications biologiques, en mon absence durant l'année 2010, le sujet a évolué vers la caractérisation ultrasonore de la mouillabilité en fonction de la micro texturation de la surface.

Les études ont été poursuivies dans ce domaine de la mouillabilité dans le cadre de collaboration avec l'IMEC, la mesure très locale de la mouillabilité étant un paramètre intéressant dans le domaine des micro et nanotechnologies.

Ces travaux ont également pu mettre en avant la possibilité de réaliser des fonctions d'actionnement ou de manipulation de micro-objets. Par augmentation de la puissance d'excitation des transducteurs ultrasonores jusqu'à 30 dBm, des travaux ultérieurs auxquels je n'ai pu que partiellement contribuer travaux ont permis des opérations de déflexion et mélange et sélection de microparticules (Li, et al. 2017)).

8 Axe 3 : Mise au point de dispositifs de suivi en ligne des encrassements dans l'industrie agroalimentaire –

8.1 Contexte et objectifs des travaux

En 2008, dans le cadre du programme régional ARciR « Maitrise des Interfaces dans les Agro-Industries et les Bioprocédés », l'unité INRAe de Villeneuve d'Ascq, nous a sollicités pour notre expertise autour de la caractérisation ultrasonore des interfaces, plus particulièrement suite à des résultats obtenus dans le cadre de mes travaux relatifs à la sensibilité des ondes transversales aux conditions d'adhérence de cellules biologiques et à la mesure de la force de détachement de cellules sur substrat (Myrdycz, et al. 1999). Si les techniques ultrasonores sont assez fréquemment utilisées dans le domaine industriel, dans le cadre du contrôle non destructif (CND) de matériaux, elles sont quasi inexistantes dans les industries agroalimentaires. Les études liées au développement et à l'implémentation de dispositifs ultrasonores pour l'agroalimentaire sont très peu nombreuses. C'est dans ce contexte que se sont inscrits nos travaux visant à mettre au point une nouvelle méthode de caractérisation des propriétés adhésives de dépôts.

Plus précisément, la problématique concernait la contamination de surface par des souillures alimentaires et des biofilms, entraînant des risques sanitaires non négligeables et des pertes financières très importantes dans les industries agroalimentaires. Il est important de signaler qu'aujourd'hui encore les conséquences en termes de santé publique restent à un niveau inacceptable puisque 25 % des intoxications alimentaires seraient liées à une contamination lors du procédé de transformation. Ces contaminations sont initiées suite à la présence d'un dépôt organique persistant (nommé souillure) dans l'équipement, ce qui favorise le développement de microorganismes. L'encrassement sur les surfaces des équipements est donc reconnu pour être un risque sanitaire sévère pour les industries agroalimentaires. En raison du manque de solutions satisfaisantes à ce jour pour minimiser ce risque, des procédures de nettoyage lourdes et coûteuses sont mises en place (Van Asselt, et al. 2005)

La redéfinition des conditions de nettoyage est ainsi devenue ces dernières années un enjeu considérable pour les industries agroalimentaires. En effet, les contraintes environnementales (coûts associés aux cycles de nettoyage, pollution engendrée par l'utilisation de détergents, traitement des eaux usées...) n'ont cessé de s'accroître. Dans ce contexte, la définition de conditions optimales de transformation permettant de minimiser les procédures de nettoyage, en garantissant un risque de contamination minimal est devenue une problématique essentielle. Dans le domaine de l'industrie laitière, il est nécessaire de prendre en compte une étape essentielle de transformation : le traitement thermique à température élevée. Les conditions opératoires de cette transformation (température de paroi, conditions hydrodynamiques, physico-chimiques...), ont des conséquences sur la formation de dépôts encrassant les parois des équipements. Les propriétés de cohésion et d'adhésion de ces dépôts sont essentielles et il apparaît nécessaire de les prendre en compte également pour appréhender la résistance à l'arrachement des souillures alimentaires ou microbiennes et optimiser les conditions de nettoyage. Pourtant, l'estimation, voire la quantification de ces forces est encore aujourd'hui difficile, faute de dispositifs dédiés adéquats. Les dispositifs utilisés sont destructifs et ne peuvent être utilisés en dynamique. Ceci constitue une sévère limitation à l'obtention d'une base de données étoffée des liens existants entre produit-procédé-adhésion.

Le projet ARciR auquel nous avons participé comptait 9 partenaires issus de multiples disciplines (génie des procédés, chimie, biologie cellulaire ...) et visait à étudier les interactions aux échelles macro à nanoscopique, les dépôts alimentaires et bactériens qui se forment sur des surfaces inertes.

Les résultats attendus étaient de plusieurs ordres :

- I. la mise au point/l'adaptation de méthodes pour l'estimation des forces de cohésion au sein de dépôts,
- II. la compréhension des mécanismes de structuration et de décrochement des dépôts,
- III. l'acquisition de données pour estimer le risque associé à la persistance de pathogènes en biofilms dans les industries agroalimentaires.

Ce projet a pu débuter en 2009/2010 et, comme pour chacun des sujets sur lesquels nous avons travaillé, à partir de nombreuses discussions avec les équipes partenaires du projet et la réalisation de l'état de l'art, nous avons pu appréhender qu'en l'état actuel, il n'existait pas de capteur quantifiant l'adhérence ou le caractère collant d'un dépôt laitier sur un substrat : les capteurs développés pour minimiser les encrassements laitiers avaient pour seuls buts de détecter la formation de dépôts et/ou d'obtenir une image du facteur d'encrassement.

Pour davantage d'exhaustivité sur les techniques utilisées dans l'industrie agroalimentaire, on se référera à la publication de Wallhausser et al (Walhausser, Hussein et Becker 2012). On peut distinguer les méthodes directes et les méthodes indirectes. Les premières mesurent la quantité de dépôt formé par une pesée et/ou quantifient l'épaisseur de dépôt à l'aide de jauges (Fryer, et al. 1996). Ces méthodes sont intrusives et ne permettent pas une mesure dans tout type d'équipement, ce qui limite leur pratique. Les méthodes indirectes de mesures de l'encrassement sont réalisées à partir de l'étude de la baisse de performance de l'échangeur thermique grâce à la mise en place de capteurs sur les lignes de production (température, pression, débit), pour mesurer notamment le coefficient de transfert thermique (Yoon et Lund 1994) ou la baisse des performances hydrodynamiques (Schreier, et al. 1994). On peut distinguer les méthodes intrusives, avec notamment l'introduction d'électrodes pour la mesure de conductivité électrique (Guérin, et al. 2007) ou les méthodes non intrusives telles que les techniques ultrasonores basse fréquence (Merheb, et al. 2007) ou le monitoring à l'aide d'un capteur de surface mécatronique MSS (Pereira, et al. 2006).

Méthode	Avantages	Limitations	Echelle d'application
Perte de charge	Pas d'instrumentation supplémentaire sur la ligne de transformation	Pas sensible à l'adhésion	Mesure globale du facteur d'encrassement et non invasive
Température	Pas d'instrumentation supplémentaire sur la ligne de transformation	Pas sensible à l'adhésion	Mesure globale du facteur d'encrassement et non invasive
Conductivité électrique dans le canal	Capteur peu onéreux	Pas sensible à l'adhésion, implantation nécessaire, mesure indirecte	Mesure locale et non invasive
Simulation numérique	Cartographie et distribution si emploi de paramètres appropriés	La validation nécessite des modèles de connaissances (réaction, constante de déposition= $f(\text{paramètres procédés})$)	Mesure locale et globale du facteur encrassement, non invasive
MSS	Détection/suivi de la présence d'un dépôt	Pas sensible à l'adhésion, interprétation des paramètres acoustiques	Mesure locale et off line
Acoustique basse fréquence	Détection/suivi du facteur d'encrassement moyenné sur chaque plaque d'échangeur	Implantation des capteurs, répétabilité, interprétation des paramètres acoustiques difficiles	Mesure globale et non invasive

Tableau 8 : Principales méthodes de suivi des encrassements dédiées à l'industrie agroalimentaire

Toutes ces techniques permettent de détecter ou de suivre la progression d'un facteur d'encrassement. Néanmoins, elles ne renseignent pas sur les propriétés d'adhérence du dépôt sur le substrat ou son caractère collant, grandeur physique essentielle pour optimiser les procédures de nettoyage.

Comme la compréhension de l'adhésion concerne de nombreux domaines (peintures et revêtements, matériaux composites, contact liquide/liquide et liquide/solide, bioadhésion...) ainsi que cela a pu être discuté dans notre première étude relative à la mise au point de la mesure de la force d'arrachement de cellules osseuses sur substrat, de nombreuses méthodes de caractérisation des propriétés d'interfaces ont été proposées dans la littérature. Les approches sont non seulement multidisciplinaires, mais également multi-échelles et multi-techniques. Peu d'entre elles conviennent pour la caractérisation de l'adhérence ou du pouvoir collant de dépôts laitiers sur un substrat. De plus, elles sont destructives, cela nécessite l'arrêt/démontage de l'installation pour collecter un coupon enduit de dépôt. Ces tests ne pourront être que des essais de laboratoire non transposables sur un équipement de transformation industriel. Dans ce contexte, les techniques ultrasonores connues pour être non invasives et applicables en ligne peuvent présenter un intérêt.

Par conséquent, notre objectif a été de tester la faisabilité du développement d'un capteur ultrasonore quantifiant l'adhérence ou le pouvoir collant d'un dépôt laitier sur une paroi. La mesure devait de plus être adaptée aux conditions de l'industrie agroalimentaire, capable d'être réalisée à terme sur ligne de production, dans un environnement potentiellement agressif et non invasive (capteur distant du produit à transformer, amovible et résistant à des températures élevées). Elle devait permettre une évaluation rapide du pouvoir collant d'un ensemble de couples dépôts/substrats aux propriétés différentes (viscoélasticité du fluide, topographie et revêtement antiadhésif du substrat. . .).

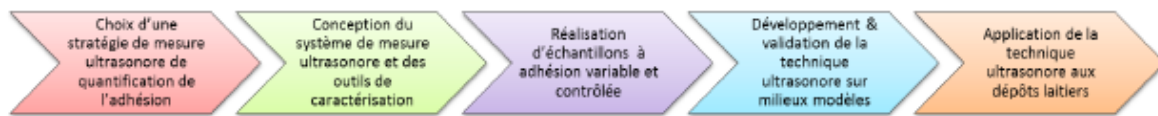
Ce type d'information était d'importance pour enrichir les connaissances et permettre aux chercheurs de l'INRAe de proposer d'emblée des traitements thermiques assurant la sécurité des aliments et limitant la difficulté de nettoyage des surfaces afin d'augmenter l'éco-efficience des procédés.

Pour mettre au point le dispositif ultrasonore mesurant l'adhérence ou le pouvoir collant de protéines lactiques sur de l'acier inoxydable, un certain nombre d'étapes intermédiaires ont été définies et atteintes au préalable :

- Le choix d'une stratégie ultrasonore et l'identification de paramètres acoustiques (directement ou indirectement extraits d'une mesure) pouvant être exploités pour rendre compte de l'adhérence. Il n'existe pas de dispositifs clé en main répondant d'emblée à nos contraintes : ils ne sont pas validés pour une large gamme de conditions d'adhérences et/ou ne donnent pas de mesure, ils se limitent souvent à un contrôle de la qualité de l'adhésion.
- La mise au point et l'utilisation d'échantillons calibrés pour tester le dispositif ultrasonore proposé. Le processus d'encrassement laitier qui conduit à la formation des dépôts de protéines lactiques est lourd à mettre en œuvre et difficile à maîtriser dans son intégralité car dépendant de nombreux facteurs (physico-chimie, paramètres de procédés. . .).

- La mise au point et la validation de la quantification de l'adhésion par notre dispositif ultrasonore nécessitent la confrontation de nos résultats à d'autres types de dispositifs susceptibles de fournir un indicateur d'adhérence.

Pour toutes ces raisons, nous avons étudié dans un premier temps l'adhésion de milieux modèles (milieux aux propriétés maîtrisées). La démarche entreprise fait l'objet de plusieurs phases de développement avant la mise en application de la technique ultrasonore aux dépôts laitiers. Celle-ci peut être décomposée en cinq étapes clés :



1. Le choix d'une stratégie ultrasonore de caractérisation de l'adhésion,
2. La conception du dispositif ultrasonore et des outils nécessaires à la caractérisation conventionnelle des échantillons.
3. La réalisation des échantillons modèles (assemblage entre un substrat et un milieu adhérent) dont nous sommes capables de contrôler l'adhésion, notamment pour obtenir plusieurs niveaux d'adhérence ou pouvoir collant de manière répétable.
4. La validation de la technique avec des milieux modèles (solide et fluide) :
5. L'« application aux dépôts laitiers »

8.2 Contribution de l'échographie pour la caractérisation d'interfaces substrat-dépôt

8.2.1 Choix de la stratégie acoustique et modélisation

L'application de la technique de caractérisation ultrasonore, à l'évaluation de dépôts laitiers sur substrat en acier inoxydable, nous impose un certain nombre de contraintes technologiques supplémentaires. En effet, l'utilisation du dispositif ultrasonore doit se faire de manière *non invasive* vis à vis des procédés industriels. Ainsi la présence de la sonde US ne doit pas perturber le traitement thermo-mécanique du produit et ne doit pas être un obstacle au nettoyage aisé des installations. De plus, le dispositif ultrasonore doit pouvoir être mis en œuvre pour caractériser l'adhésion d'une multitude de dérivés laitiers sur des surfaces de natures différentes (composition chimique, topographie. . .). L'emploi des ondes de surface, qui présentent une composante de cisaillement, ne semble pas envisageable. Ces types d'ondes nécessitent une génération de l'onde au niveau de la surface ; ce qui implique souvent des dispositifs spécifiques difficiles à mettre en œuvre dans notre étude (peignes interdigités, lasers, coins. . .). De même, les ondes de plaque ne semblent pas être adaptées à notre étude, en raison de la propagation de ces modes dans tout le volume de la paroi encrassée. Au vu des épaisseurs des parois de l'installation, la génération de ce type d'onde nécessiterait l'utilisation de basses fréquences, ce qui se traduirait par une baisse de la sensibilité de mesure. De plus l'excitation de l'ensemble de la structure donne un caractère global à la mesure. L'onde qui semble présenter les meilleurs atouts est l'onde transversale en incidence normale, il s'agit d'une technique utilisée pendant ma thèse qui avait indiqué une sensibilité au phénomène d'adhérence de cellules osseuses sur substrat. Les ondes sont capables d'induire un déplacement de particules parallèles à l'interface et sont donc les plus sensibles aux qualités d'adhérence (Ouaftouh, et al. 1992), (Myrdycz, et al. 1999). En générant cette onde en incidence normale, la composante de cisaillement à l'interface est maximale. C'est pour ces raisons que nous avons fait ce choix. Compte tenu des contraintes techniques, les mesures en transmission ne peuvent être envisagées. C'est pourquoi nous nous sommes intéressés à la réflexion des ondes transversales en incidence normale. Notre technique de quantification de l'adhésion entre deux milieux a été basée sur l'étude des réflexions acoustiques qui apparaissent à l'interface d'intérêt. Pour cela, un transducteur ultrasonore est utilisé en émission-réception. Il émet des ondes qui se propagent successivement dans les milieux dont on souhaite quantifier l'adhésion. Une partie des ondes émises se réfléchit à l'interface entre ces deux milieux. Ces ondes réfléchies seront analysées pour obtenir la caractérisation de l'adhésion (Figure 25)

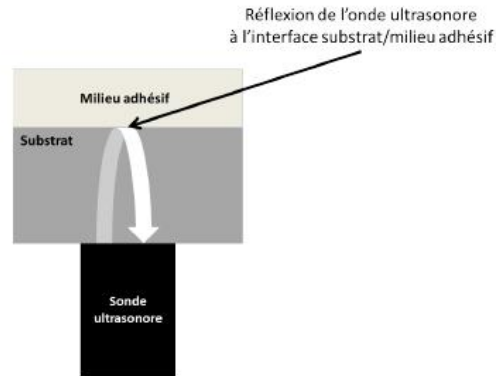


Figure 25 : Principe de la mesure ultrasonore de l'adhésion entre deux milieux

Avant toute expérience, nous avons souhaité modéliser l'interaction de l'onde acoustique dans un milieu multicouche et plus particulièrement la modélisation du coefficient de réflexion à l'interface d'intérêt. Ce modèle est essentiel pour décrire la possibilité d'évaluer la qualité de l'interface à travers la mesure de ce coefficient et par conséquent de quantifier la sensibilité de la méthode.

Le coefficient de réflexion d'une onde de cisaillement est fortement lié aux conditions aux limites à l'interface et à la désadaptation d'impédance de matériaux situés de part et d'autre de l'interface. D'un point de vue théorique, deux cas peuvent être différenciés : celui dans lequel les conditions aux limites à l'interface sont parfaites (les déplacements des particules et les contraintes sont identiques dans les deux médias) et celui dans lequel il peut y avoir un glissement (pour lequel il peut y avoir des différences entre les déplacements des particules dans les deux médias). Cette possibilité de glissement est connue en rhéologie pour introduire une erreur sur la mesure de la viscosité et a été étudiée par différents auteurs, tant dans le domaine de la rhéologie pure que dans celui des capteurs à ultrasons, (Blake 1990), (Ellis, et al. 2003).

Ainsi, le coefficient de réflexion peut varier dans la plage de 0 à 1 (0 pour une condition aux limites parfaite et lorsque les deux matériaux ont la même impédance, et 1 pour un glissement parfait ou lorsque l'interface est formée avec du vide ou de l'air). Ainsi, dans le cas où les conditions aux limites sont parfaites, plus le dépôt est visqueux et donc difficile à nettoyer, plus le coefficient de réflexion de l'onde de cisaillement est faible. Sinon, lorsque le dépôt risque de glisser à la surface du substrat et donc être facilement nettoyable, le coefficient de réflexion de l'onde de cisaillement augmente pour atteindre l'unité. Ainsi, pour un substrat donné, la valeur de ce coefficient de réflexion nous renseigne sur l'adhérence du dépôt.

Plusieurs étapes ont été réalisées avant d'aboutir à la simulation de la structure multicouche de la configuration de caractérisation d'un encrassement sur un substrat d'acier inoxydable.

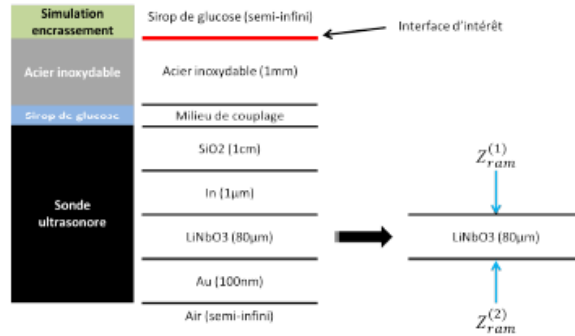


Figure 26 : Configuration d'une sonde ultrasonore couplée à un substrat d'acier encrassé. Identification de chacune des couches constituant le multicouche à partir desquelles sera réalisée la modélisation de la réflexion ultrasonore sur l'interface d'intérêt

Afin de justifier le choix de l'emploi des ondes transversales et des paramètres acoustiques susceptibles de rendre compte de la qualité de l'interface, nous avons donc développé une modélisation acoustique afin de décrire l'évolution du coefficient de réflexion en ondes transversales sous incidence normale en fonction des conditions d'interfaces pour les configurations de type solide/solide et solide/fluide. Celui-ci permet à l'aide d'un paramètre de glissement compris entre 0 et 1, de décrire la qualité d'adhésion de type solide/solide et solide/fluide à travers une même formulation.

Afin de simuler le système expérimental, dans le cadre de la thèse de N. Collier (Collier 2014) avec l'aide de P. Campistron nous avons modélisé l'émission et la réception des ondes acoustiques par la couche piézoélectrique à travers le multicouche de la Figure 26 représentant un transducteur couplé sur un substrat d'acier inoxydable d'épaisseur 1 mm sur lequel du sirop de glucose (épaisseur considérée semi infinie) crée une situation d'encrassement modèle. Nous avons simulé l'impédance électrique du transducteur par le modèle de Auld et avons calculé les impédances ramenées sur les deux faces de la couche piézoélectrique (Brekhovskikh 1960). Une fois l'impédance électrique calculée, nous en avons déduit le coefficient de réflexion du signal électrique sur le transducteur (paramètre S_{11}) et calculé sa transformée de Fourier inverse afin d'obtenir le diagramme d'échos temporel. Le résultat de la simulation, présenté sur la Figure 27, montre les échos successifs dans le multicouche. Plus particulièrement, deux échos à l'interface ligne à retard (LAR)/substrat d'inox d'amplitude supérieure à -80 dBm ainsi que sept échos à l'interface substrat/fluide visqueux (dépôt).

Six qualités d'interface ont été obtenues. L'observation d'un agrandissement au niveau d'un écho à l'interface substrat/fluide montre que différentes amplitudes sont obtenues selon la valeur du paramètre k .

Le modèle original de propagation d'ondes acoustiques, en incidence normale, ainsi que la simulation numérique mettent en évidence l'effet de la qualité d'interface à partir de l'analyse des ondes réfléchies. Ces résultats de simulation sont une étape nécessaire pour établir la faisabilité de la technique ultrasonore envisagée quant à la caractérisation de la qualité de l'interface. Nous avons montré sa pertinence pour la caractérisation d'interface dans une de nos situations expérimentales. L'effet de la qualité de l'interface sur le coefficient de réflexion des ondes acoustiques transversales a bien été mis en évidence de manière théorique.

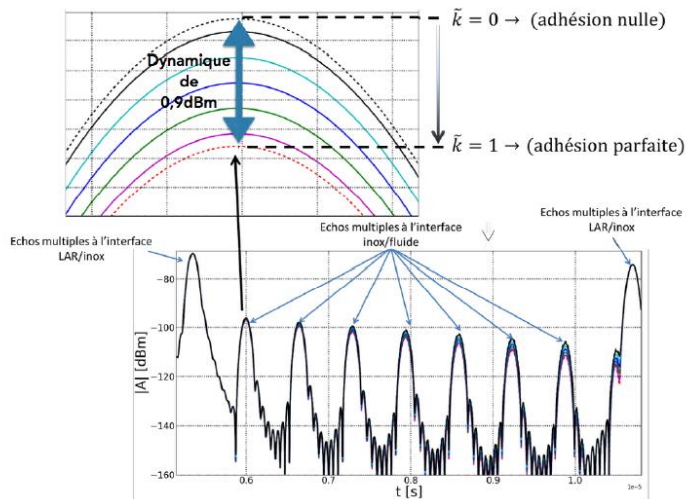


Figure 27 : Résultats de modélisation de la qualité de l'interface entre un substrat en acier inoxydable et un fluide visqueux par l'intermédiaire du paramètre de glissement k .

8.2.2 Conception du dispositif de caractérisation ultrasonore

Une fois la pertinence du choix de la caractérisation ultrasonore de l'interface d'intérêt par la mesure du coefficient de réflexion en ondes transversales identifiée, notre dispositif a nécessité différents choix :

- Transducteur : choix de la fréquence de l'onde ultrasonore et conception des transducteurs
- Chaîne de mesure et acquisition : étude des paramètres S et traitement du signal associé
- Problème du couplage du transducteur avec les échantillons : quel couplant, comment rendre la mesure reproductible, quelle influence selon le choix réalisé ?
- Méthodologie adoptée

En vue de caractériser de manière très localisée une interface entre un substrat et un milieu adhésif, notre choix s'est porté sur l'emploi d'ondes à haute fréquence (entre 20 MHz et 75 MHz). Un transducteur piézoélectrique en LiNbO₃ est utilisé pour générer des ondes transversales dans l'échantillon à caractériser. Ce type de dispositif permet à la fois l'émission et la réception des ondes et par conséquent permet l'utilisation d'un seul et unique dispositif pour la caractérisation des échantillons. La problématique du couplage de la sonde ultrasonore (transducteur + ligne à retard) avec les échantillons à analyser ainsi que la méthode de caractérisation retenue ont été largement explicitées dans la thèse de N. Collier (Collier 2014) afin de garantir une bonne reproductibilité des mesures.

La chaîne d'acquisition, schématisée sur la Figure 28, permet la mesure ultrasonore. Une sonde ultrasonore est connectée à un analyseur de réseau. Les signaux provenant de ce dernier sont ensuite traités afin d'obtenir les paramètres acoustiques souhaités. L'analyse effectuée est une analyse fréquentielle sur une bande de fréquences qu'on choisit autour de la fréquence de résonance du transducteur (dans notre cas 20 MHz, 25 MHz ou 75 MHz). Un générateur de signaux sinusoïdaux excite le transducteur pour le faire vibrer et donc générer l'onde ultrasonore. Le transducteur utilisé étant un matériau piézoélectrique, les ondes réfléchies sont reconverties en un signal électrique mesuré par l'analyseur de réseau. Ce signal contient les informations sur les ondes réfléchies aux interfaces entre chaque couche. La mesure du

paramètre S_{11} et par la suite, la transformée de Fourier inverse permettent d'accéder au diagramme temporel de l'onde et d'afficher des échos correspondant aux réflexions dans les différents milieux traversés (Figure 28).

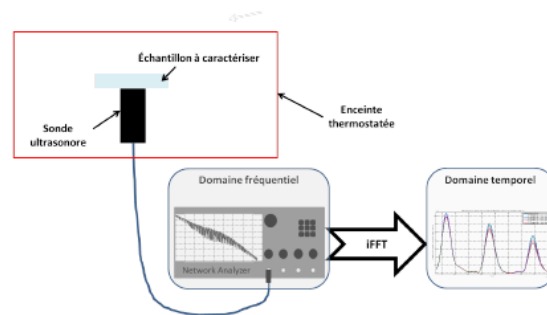


Figure 28 : Schéma de principe de la chaîne de mesure ultrasonore

8.2.3 Conception des échantillons à adhésion variable

Pour vérifier les performances de la technique sur la caractérisation du pouvoir collant, la réalisation d'échantillons modèles, présentant plusieurs qualités d'adhésion, s'est avérée obligatoire. Quatre exigences principales ont été identifiées :

- Le protocole de fabrication des échantillons doit pouvoir être maîtrisé et reproduit afin d'obtenir toujours les mêmes qualités d'adhésion.
- La qualité d'adhésion des échantillons doit pouvoir être caractérisée par une technique plus conventionnelle.
- Il est nécessaire d'obtenir au moins quatre ou cinq qualités d'adhésion différentes
- Enfin, des adhésions variables doivent être réalisées pour des interfaces de nature différente : « solide/solide » ou « solide/fluide ».

Ainsi, deux grandes catégories d'échantillons ont été réalisées :

- Solide/solide : un substrat solide (lame de verre), une éprouvette de traction en polydiméthylsiloxane (PDMS) pour lesquelles des fonctionnalisations de surface ont été apportées (Figure 29).
- Solide/fluide : un substrat solide, des fluides visqueux, de viscosité variable. Les fluides sont confinés entre une éprouvette de PDMS et le substrat solide. Différents fluides réputés newtoniens ont été utilisés (eau déionisée/ Sirop Teisseire/Huiles étalons et solutions de sirop de glucose). L'ensemble des viscosités ont pu être mesurées, les viscosités évoluent ainsi sur la bande 1mPa.s à 190 Pa.s(Figure 30).

Chacun des échantillons a été caractérisé de manière conventionnelle. Une presse de traction/compression a été employée pour caractériser les interfaces « solide/solide ». La caractérisation consiste à mesurer la force conduisant à la séparation des deux parties constituantes de l'échantillon.

Label	Type de traitement	Force ultime mesurée à 20 °C	Type de rupture
PDMS 1	Verre brut et PDMS brut	5 ± 0,5 N	Adhésive
PDMS 2	Verre brut et PDMS brut	4.3 ± 0,5 N	Adhésive
PDMS 3	Plasma réalisé sur la surface du verre	13,5 ± 0,5 N	Adhésive
PDMS 4	Plasma réalisé sur la surface du verre	7,46 ± 0,5 N	Adhésive
PDMS 5	Plasma réalisé sur la surface du verre	11,7 ± 0,5 N	Adhésive
PDMS 6	Plasma réalisé sur la surface du PDMS	67 ± 0,5 N	Cohésive
PDMS 7	Plasma réalisé sur la surface du PDMS	N.D.	Cohésive
PDMS 8	Plasma réalisé sur la surface du PDMS	17.9 ± 0,5 N	Cohésive
PDMS 9	Plasma réalisé sur la surface du verre et du PDMS	22,8 ± 0,5 N	Cohésive
PDMS 10	Plasma réalisé sur la surface du verre et du PDMS	50 ± 0,5 N	Cohésive
PDMS 11	Plasma réalisé sur la surface du verre et du PDMS	38,3 ± 0,5 N	Cohésive

N.D. : Non déterminée.

Figure 29 : Liste des échantillons de type « solide/solide » réalisés et soumis à la presse de traction pour caractériser l'interface solide/solide

La qualité des interfaces « solide/fluide » ont été évaluées par leurs propriétés rhéologiques.

Fluide	Label	η [Pa · s]	Gamme de validité de la loi de température [°C]	η [Pa · s] at 20.5 °C
Solutions de sirop de glucose	<i>G4</i>	$\eta = 3371573.8 \cdot \theta^{-3.24}$	19-22	189.56
	<i>G3</i>	$\eta = 303127 \cdot \theta^{-2.83}$	19-22	58.8
	<i>G2</i>	$\eta = 14166 \cdot \theta^{-2.4}$	19-22	10.07
	<i>G1</i>	$\eta = 26 \cdot \theta^{-0.61}$	19-22	4.12
	<i>T1</i>	$\eta = 5.2438 \cdot \theta^{-1.7207}$	19-24	$29.01 \cdot 10^{-3}$
Huiles étalons	<i>O2</i>	$\eta = 123.45 \cdot \theta^{-1.6526}$	19-24	$838 \cdot 10^{-3}$
	<i>O1</i>	$\eta = 4.7286 \cdot \theta^{-1.3673}$	19-24	$76 \cdot 10^{-3}$
Eau déionisée	<i>W</i>	$\eta = 0.0047 \cdot \theta^{-0.5173}$	19-24	$0.985 \cdot 10^{-3}$

Figure 30 : Liste des échantillons de type « solide/fluide » et viscosité associée mesurée par rhéométrie

Les derniers échantillons réalisés correspondent aux dépôts protéiques sur substrat d'acier. Dans l'objectif d'obtenir plusieurs qualités d'adhésion de dépôts de protéines laitières sur des lames d'acier inoxydable, différentes approches ont été envisagées :

- Une première approche qui permet d'obtenir des échantillons où seules les propriétés du dépôt se différencient (les substrats en acier inoxydable sont de même nature) en modulant la teneur en calcium des solutions de protéines. On peut alors obtenir différentes structures de dépôt sur les substrats selon différentes teneurs en calcium.
- Une seconde approche où seules les propriétés de surface des substrats diffèrent, les dépôts de protéines sont obtenus à partir d'une solution de protéines identique, différentes qualités d'interfaces sont obtenues par fonctionnalisation des substrats en acier inoxydable.

8.2.4 Validation de la technique sur matériaux modèles

La nature complexe des dépôts laitiers (milieux viscoélastiques aux propriétés acoustiques inconnues), nous a conduit à étudier, dans un premier temps, l'adhérence de matériaux modèles, simulant des cas d'adhésion de type solide/fluide et solide/solide.

D'un point de vue expérimental, comme le montre la Figure 31, deux types de configuration ont été utilisées, avec deux fréquences ultrasonores (75 MHz en configuration (a) puis 25 MHz en configuration (b), pour la transmission à travers le substrat, en nous assurant du maintien

de la sensibilité. Une attention particulière a été portée sur le couplant, sa nature, son épaisseur. Deux couplants ont été évalués (cire et sirop de glucose)
 Les tests ont également permis de vérifier que, quel que soit le type de couplant employé, la réalisation de mesures fiables et reproductibles nécessitait le contrôle précis du positionnement de la sonde US avec une épaisseur contrôlée du couplant.

Dans un premier temps nous avons déterminé, à partir de mesures expérimentales réalisées directement sur la ligne à retard du transducteur, le protocole garantissant la répétabilité de la mesure ultrasonore. Nous avons ainsi déterminé l'épaisseur minimale de fluide n'introduisant pas de biais de mesure. Celle-ci est d'ailleurs beaucoup plus faible que l'épaisseur des dépôts laitiers étudiés dans cette thèse. Par conséquent, l'application de la technique de mesure aux dépôts laitiers ne devrait pas entraîner de biais de mesure.

Des mesures préliminaires ont été réalisées avec des ondes transversales à 25 MHz et 75 MHz sur des matériaux modèles, aux propriétés connues. Après avoir mesuré le coefficient de réflexion en configuration directe (Figure 31a) des différents fluides à la fréquence de 75 MHz, nous avons fait les mêmes expériences en configuration indirecte à travers le substrat à 25 MHz afin de nous approcher de la situation in situ (traversée nécessaire du tube d'inoc pour mesurer l'encrassement) (Figure 32).

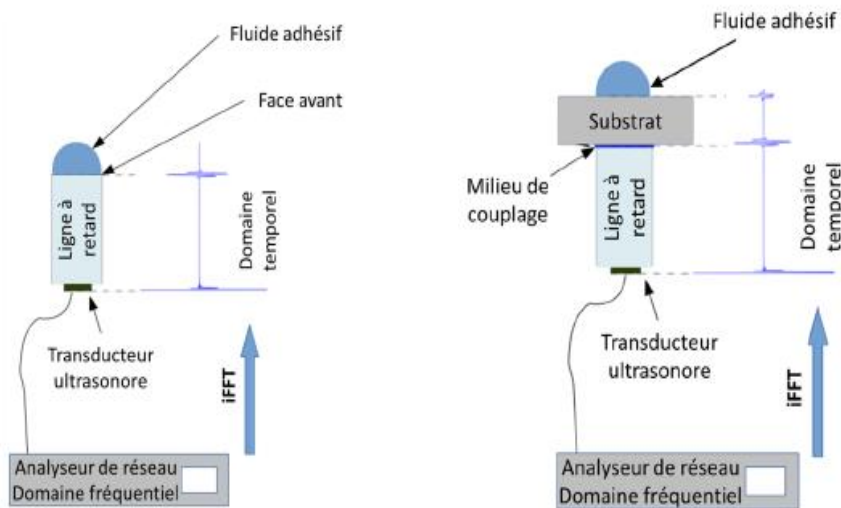


Figure 31 : Protocole expérimental de mesure du coefficient de réflexion (a) Mesure directe (dépôt sur la ligne à retard en silice du transducteur) (b) Mesure réalisée à travers le substrat couplé à la ligne à retard.

Cette étude nous a permis d'envisager l'emploi d'ondes à la fréquence plus basse de 25 MHz ce qui permet notamment la caractérisation de fluides à travers des substrats en verre ou en acier inoxydable. La Figure 33 montre pour les deux configurations (mesure directe ou à travers le substrat) la corrélation entre la mesure du coefficient de réflexion et la viscosité du fluide quel que soit le substrat, même si la sensibilité est moindre sur substrat d'acier.

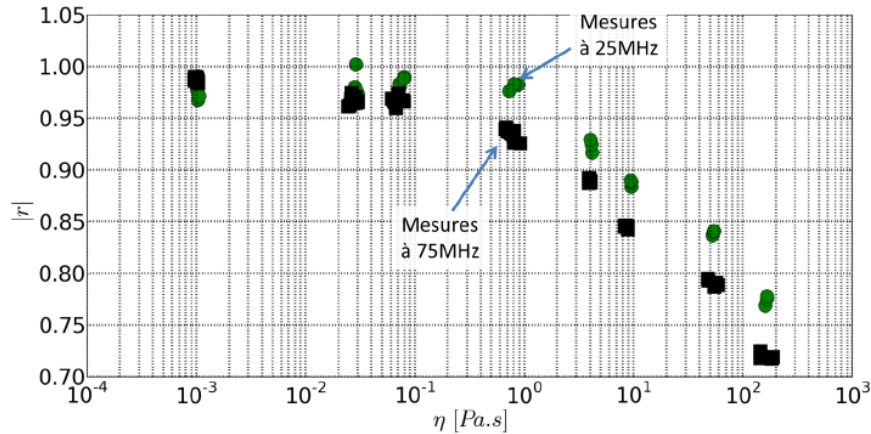


Figure 32 : Coefficient de réflexion en fonction de la viscosité des fluides mesuré en configuration directe à l'interface entre la ligne à retard du capteur ultrasonore et différents fluides (pour des ondes transversales 75 MHz (carrés noirs) et 25 MHz (disques verts)).

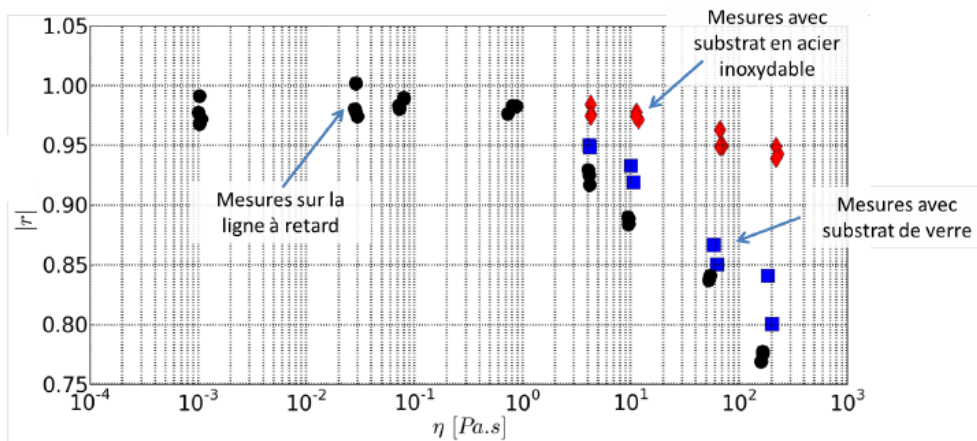


Figure 33 : Coefficient de réflexion en fonction de la viscosité des fluides pour des ondes transversales 25 MHz mesuré à l'interface entre la ligne à retard et différents fluides (points noirs), à l'interface entre une lame de verre et différents fluides (carrés bleus), à l'interface entre un coupon d'acier inoxydable et différents fluides (diamants rouges)

L'avantage majeur de la technique ultrasonore est qu'elle peut être utilisée lorsque les méthodes rhéologiques ne peuvent être envisagées pour évaluer l'adhérence. La méthode ultrasonore donne une information globale intégrant à la fois les propriétés de glissement à l'interface et les propriétés rhéologiques du fluide. Elle offre de nombreuses perspectives notamment en ce qui concerne la caractérisation de surfaces antiadhésives et la caractérisation de divers milieux fluides agroalimentaires. Cependant, dans ce qui précède, le coefficient de réflexion ne permet pas de découpler les propriétés d'interfaces de celles du milieu fluide. C'est pourquoi, dans un second temps, nous avons étudié l'adhérence entre deux milieux solides où seules les propriétés d'interface sont modifiées.

Ceci nous a conduits à évaluer d'autres interfaces, de type « solide/solide ».

L'adhésion de deux solides peut se faire par activation plasma des surfaces, sans interposition d'un milieu adhésif supplémentaire. Notre choix s'est porté sur l'évaluation de la qualité d'adhésion entre un polymère, le polydiméthylsiloxane (PDMS), et un substrat de verre. Différentes qualités d'adhésion peuvent être obtenues par fonctionnalisation de la surface.

Plusieurs études ont été réalisées, dans un premier temps, des mesures à 25 MHz de la réflexion à l'interface substrat de verre/PDMS pour trois configurations (sans traitement(stick)/ PDMS plasma/PDMS double plasma) : la caractérisation permet bien de discerner la configuration « PDMS stick » (adhésion faible) des configurations « PDMS plasma » et « PDMS double plasma » (adhésion forte) à partir de l'observation de l'amplitude réfléchie (Figure 34). En revanche nous ne pouvons vérifier sans une autre approche, que l'adhésion de type « PDMS double plasma » est plus élevée que celle de type « PDMS plasma ».

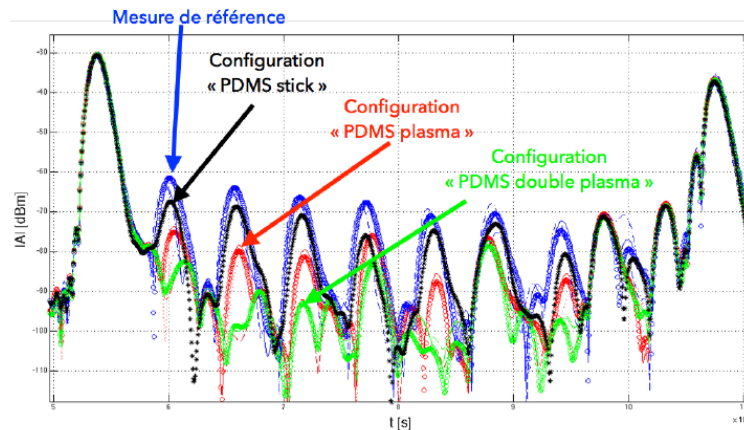


Figure 34 : Amplitude des réflexions à l'interface substrat de verre/PDMS pour trois configurations au cours du temps. La mesure de référence représente les réflexions à l'interface substrat de verre/air

Afin d'évaluer l'adhésion des différents échantillons, des mesures de force ultime d'arrachement ont été nécessaires. Celles-ci ont été employées pour définir et étalonner le protocole de mesure à l'aide d'une machine de traction. L'essai de traction avec l'échantillon de type « PDMS double plasma » a conduit à la rupture de l'éprouvette. La force d'adhésion est supérieure à la force de cohésion de l'éprouvette. Dans le cas de l'échantillon de type « PDMS plasma », l'essai s'est conclu par la séparation de l'éprouvette au niveau de l'interface : l'adhésion est donc plus faible. À partir de ces observations nous pouvons conclure que la technique ultrasonore permet de distinguer des qualités d'interfaces et de les classer en fonction de l'amplitude de l'onde réfléchie.

La qualification de la méthode ultrasonore dans son aptitude à quantifier les propriétés d'interface « solide/solide » nous a conduits à augmenter le nombre d'échantillons présentant différentes qualités d'adhésion et à comparer les tests destructifs aux résultats des mesures ultrasonores. Nous avons multiplié les échantillons, introduit un autre type d'éprouvette (verre traité plasma) afin d'obtenir 4 catégories d'éprouvettes et mesurer le coefficient de réflexion en fonction de la force d'arrachement mesurée par tests de traction.

Les résultats se sont avérés plus dispersifs. Ceci peut être dû, dans le cas de l'échantillon de type « PDMS stick » à la difficulté de reproduire la mise en contact de façon identique. Dans le cas des autres configurations ceci peut aussi s'expliquer par la difficulté de reproduire, pour chaque éprouvette, la qualité d'adhésion (nombres de points de contact et localisation. . .). En effet l'assemblage substrat/PDMS est manuel et nous ne pouvons apporter de garantie sur la reproductibilité de la mise en contact.

Quant aux résultats des tests de traction, ils n'ont pas toujours été conformes aux résultats attendus. Des ruptures cohésives ont eu lieu dans le cas des fortes liaisons (« PDMS plasma » et « PDMS double plasma »). Dans certains cas, le défaut de cohésion est intervenu au sein de l'éprouvette. Dans d'autres cas on a constaté un défaut de cohésion au niveau de l'interface

entre le substrat de verre et l'éprouvette. Ces deux types de défaut de cohésion sont apparus dans le cas des configurations de type « PDMS plasma » et « PDMS double plasma ». L'analyse des forces ultimes d'arrachement de l'éprouvette ne nous a pas permis d'affirmer que les liaisons obtenues avec la configuration « PDMS double plasma » étaient les plus fortes.

Ces résultats mitigés mettent quelque peu en doute la sensibilité de la sonde ultrasonore pour cette analyse, néanmoins, on sait également qu'il existe également un manque de reproductibilité induit par l'application des tests mécaniques de traction.

Des tests supplémentaires ont été réalisés pour caractériser l'adhésion d'une éprouvette de PDMS sur la ligne à retard et soumis à une force de compression normale, ainsi nous avons étudié le comportement du coefficient de réflexion à l'interface entre la ligne à retard et le PDMS lorsqu'est appliquée une force de compression croissante et contrôlée. Dans ce cas les surfaces n'ont pas été traitées avec un plasma oxygène.

À partir du comportement du coefficient de réflexion en fonction de la force de compression exercée, la Figure 35 permet de distinguer trois zones nommée P1, P2 et P3. Pour une force inférieure à 1,5 N, le coefficient de réflexion décroît linéairement avec la force appliquée sur le PDMS, la force croissante exercée sur le PDMS augmente la force de friction. L'adhérence entre le PDMS et la surface de la ligne à retard tend alors à augmenter. Pour l'acousticien, ceci se traduit par une transmission plus aisée de l'onde transversale à travers l'interface. Ainsi le comportement du coefficient de réflexion observé dans cette zone peut être associé à la caractérisation de l'adhérence. Le coefficient de réflexion reste constant dans la zone P2 pour des forces exercées comprises entre 1,4 N et 4,2 N. Ce plateau peut être attribué à une limite physique pour la configuration considérée ou encore à la sensibilité de la technique employée. L'adhérence obtenue dans cette zone est alors maximale, d'où la valeur constante du coefficient de réflexion. Elle croît ensuite linéairement avec une pente importante dans la zone P3. Ainsi pour une force exercée de 5,4 N, le coefficient de réflexion associé est $|r| = 0,915$. L'adhérence obtenue dans cette zone est alors maximale, d'où la valeur constante du coefficient de réflexion. En revanche une forte augmentation du coefficient de réflexion est observée dans la zone P3. Cette variation brutale traduit probablement la dégradation de la qualité de l'interface suite à la force de compression exercée. En effet les coefficients de Poisson du verre et du PDMS sont très différents (respectivement compris entre 0,2 à 0,3 et proche de 0,5). Toute force de compression appliquée va donc se traduire par une sollicitation de cisaillement de l'interface qui entraîne la dégradation de la qualité de l'interface.

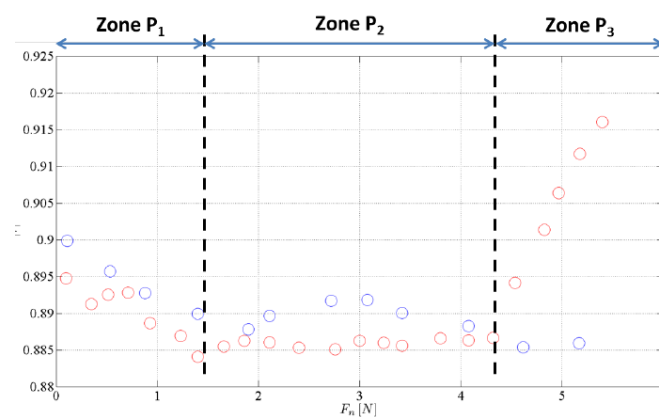


Figure 35 : Coefficient de réflexion à l'interface LAR/PDMS en fonction de la force de compression exercée sur l'éprouvette de PDMS. Deux séries de mesures sont présentées en bleu et en rouge

Les expérimentations conduites sur les fluides ont montré que les ondes transversales, à travers la mesure du coefficient de réflexion, étaient corrélées à la mesure de viscosité. Cette étude a été conduite sur des fluides de viscosités s'étalant sur une large gamme (de 1 mPa·s à 190 Pa·s). Nous avons considéré la mesure de viscosité d'un fluide comme un paramètre indicateur de l'adhérence. Nous avons montré que les phénomènes de glissement et de comportement viscoélastique peuvent intervenir conjointement ou individuellement et modifier le coefficient de réflexion. Le coefficient de réflexion est une mesure globale qui ne permet pas d'isoler la contribution du glissement et des milieux viscoélastiques. L'étude de l'adhésion entre deux milieux solides nous a conduit à caractériser l'adhésion entre un polymère, le polydiméthylsiloxane, et un substrat de verre. Différents types d'adhésion ont été réalisés par fonctionnalisation de surface (activation par plasma oxygène). Nous avons mis en évidence qu'à partir de l'analyse des ondes réfléchies, il était possible de distinguer des conditions d'interface « solide/solide » différentes. Notamment nous avons montré que la technique ultrasonore offrait des possibilités pour distinguer des qualités d'adhésion différentes (« PDMS stick », « double plasma »). Par ailleurs nous avons évoqué qu'il était très difficile de maîtriser toute la chaîne d'actions (du protocole de fabrication à la mise en contact) pour reproduire des cas d'adhésion parfaitement similaires. Ceci rend l'interprétation de nos résultats très délicate et nous empêche de conclure définitivement sur la possibilité de classer les interactions solide/solide à travers l'analyse du coefficient de réflexion. Nous avons cependant démontré que lorsque les forces de mise en contact peuvent être contrôlées, le coefficient de réflexion peut être employé pour la caractérisation de l'adhérence. Il est alors possible de distinguer de faibles variations de la qualité d'interface. Ces résultats découlent de l'étude du comportement du coefficient de réflexion lorsqu'on soumet le PDMS à une force de compression. Dans ce cas on montre que les forces de friction interviennent et contribuent à l'adhérence. Même si d'autres travaux complémentaires restent nécessaires pour étoffer ces interprétations, cette étude montre que la technique ultrasonore présente des possibilités quant à l'évaluation de la qualité d'une interface entre deux milieux.

Dans cette étude, nous avons ainsi pu valider que :

1. L'étude réalisée sur différents films fluides montre que le coefficient de réflexion est corrélé à la mesure de viscosité des fluides en contact avec les substrats et peut être employé pour caractériser le pouvoir collant de fluides. La technique proposée présente une bonne sensibilité et permet de discriminer des fluides au pouvoir collant varié (viscosité de 1mPas.s à 190 Pa.s).
2. Différentes qualités d'interfaces solide/solide extrêmes peuvent être distinguées à partir du coefficient de réflexion, néanmoins la reproductibilité des qualités d'adhésion est difficile à maîtriser afin de réaliser des échantillons aux propriétés d'interface contrôlées et modulées et permettre de valider la technique.
3. Le **coefficient de réflexion** est corrélé à l'**adhérence** quand la mise en contact est contrôlée.

Les résultats obtenus sur les matériaux modèles ont permis de mettre au point la technique ultrasonore et de révéler sa capacité à caractériser l'adhésion de type « solide/ fluide » mais également de « solide/solide ». Ceci ouvre des perspectives quant à la caractérisation de l'adhésion de milieux viscoélastiques que sont les dépôts laitiers.

8.2.5 Application aux dépôts laitiers

Dans un second temps, la mesure du coefficient de réflexion a pu être réalisée sur deux séries d'échantillons visant à moduler la qualité d'adhésion entre un dépôt laitier et son substrat (modification de la fonctionnalisation de la surface du substrat et modification des propriétés du dépôt).

- *Caractérisation ultrasonore de dépôts de β -Lactoglobuline sur surfaces fonctionnalisées d'acier inoxydable*

Nous avons étudié l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de l'angle de contact (mesure pour de l'eau). On observe un accroissement du coefficient de réflexion avec la valeur de l'angle de contact (Figure 36). D'après les résultats de caractérisation de milieux modèles, cela signifie que l'adhésion du dépôt diminue avec la valeur de l'angle de contact. Ces résultats sont cohérents avec la littérature. Il est largement admis que la résistance au nettoyage des dépôts augmente lorsque l'angle de contact diminue [85]. Dans l'industrie agroalimentaire, des modifications de propriétés de surface sont souvent effectuées (énergétique, topographique) pour réduire les encrassements de surfaces [20].

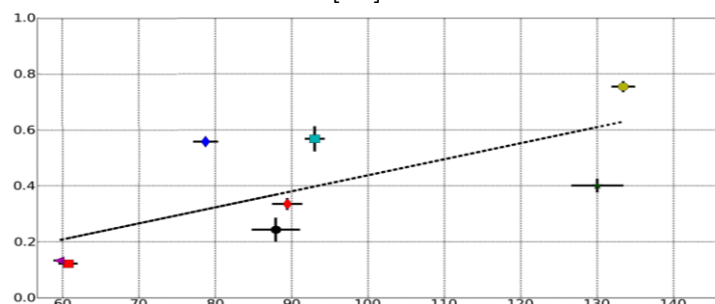


Figure 36 : Représentation du coefficient de réflexion en fonction de la valeur de l'angle de contact de la surface des coupons d'acier inoxydable en °. Un angle de contact faible caractérise une surface hydrophile

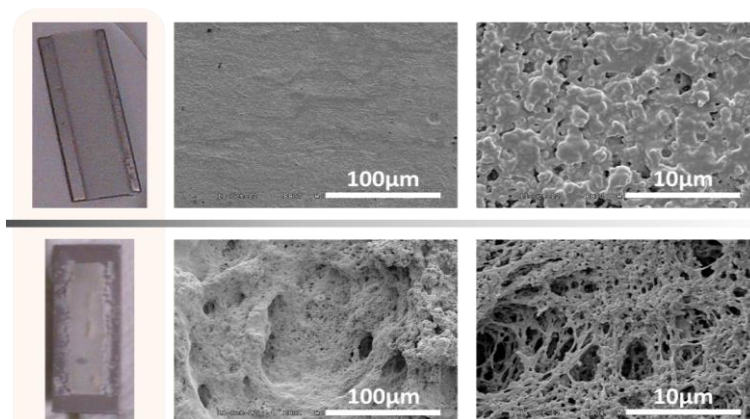


Figure 37 : Images MEB de dépôts de protéines laitiers, pour un substrat inox brut -sans traitement (en première ligne) et avec traitement visant à diminuer l'angle de contact (ligne inférieure).

À ce stade, il est difficile de conclure au regard de la dispersion des mesures expérimentales. En effet, les dépôts encrassants obtenus se sont révélés hétérogènes et très poreux, ce qui peut engendrer de la diffusion ultrasonore et des erreurs de mesures se traduisant par une dispersion de la valeur du coefficient de réflexion (Figure 37). De plus, les rugosités moyennes des surfaces des coupons d'acier inoxydable, induites par les différents procédés de traitement

de surface ne sont pas rigoureusement identiques, ce qui peut expliquer d'autres biais et engendrer la dispersion des mesures. Ceci est cohérent avec les travaux de Hamze et al (Hamze, et al. 2011) et Jimenez et al (Jimenez, et al. 2012), qui ont montré que la masse de dépôt formée est fonction de l'angle de contact mais aussi de la rugosité moyenne des substrats en acier inoxydable.

- *Caractérisation US de dépôts de β -Lactoglobuline suivant différentes teneurs en calcium, sur surface d'acier inoxydable*

Des études menées au laboratoire de l'INRAe par (Guérin, et al. 2007) et (Petit, et al. 2011) ont montré que la teneur en calcium d'une solution laitière peut avoir un impact important sur la dénaturation des espèces protéiques. Ce phénomène modifie l'agrégation des protéines et la cinétique de formation des dépôts ainsi que la masse de dépôt. De plus, il a été prouvé que la structure et l'apparence du dépôt dépend de la teneur en calcium.

Les images MEB des échantillons encrassés par les protéines, selon différentes teneurs en calcium, le confirment. Sur la Figure 38, quatre échantillons de teneur en calcium comprise entre 60 mg/L et 99 mg/L sont présentés. On remarque que le dépôt présentant la plus faible teneur en calcium apparait très dense et granuleux. Plus la teneur en calcium augmente, plus la structure du dépôt devient hétérogène et poreuse ce qui modifie les propriétés d'adhésion. Les résultats de la caractérisation ultrasonore sont présentés sur la Figure 39. Nous constatons que la dispersion des résultats est importante. Cependant la tendance générale montre un accroissement de la valeur du coefficient de réflexion (attribué à la diminution de l'adhérence du dépôt) avec l'augmentation de la teneur en calcium. Ces résultats sont cohérents avec ce qui était attendu (Boxler, Augustin et Scholl 2013). En effet, lorsque la teneur en calcium est forte, le dépôt est plus aéré dû à la présence de calcium imbriqué dans le dépôt et l'adhérence du dépôt diminue. La valeur du coefficient de réflexion est minimale dans le cas de l'échantillon présentant la teneur en calcium la plus faible ($|r| = 0,5$ pour *WCa1* : 60 mg/L). Cette dernière croit lorsque la teneur en calcium augmente pour atteindre la valeur $|r| = 0,7$ pour l'échantillon avec la teneur la plus élevée (*WCa6* : 99 mg/L).

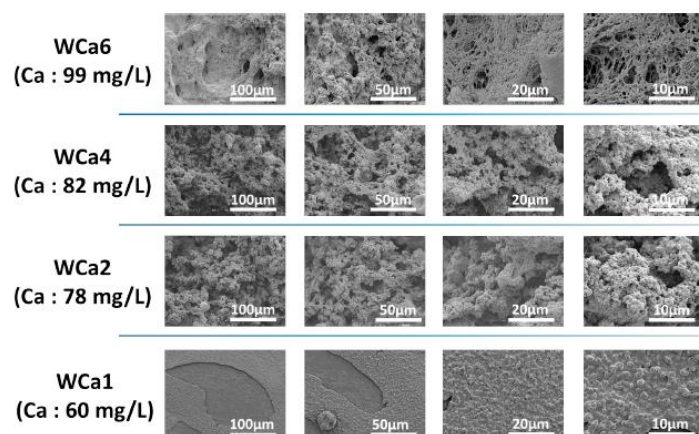


Figure 38 : Images MEB de dépôts de protéines de lactosérum obtenus avec différentes concentrations de calcium

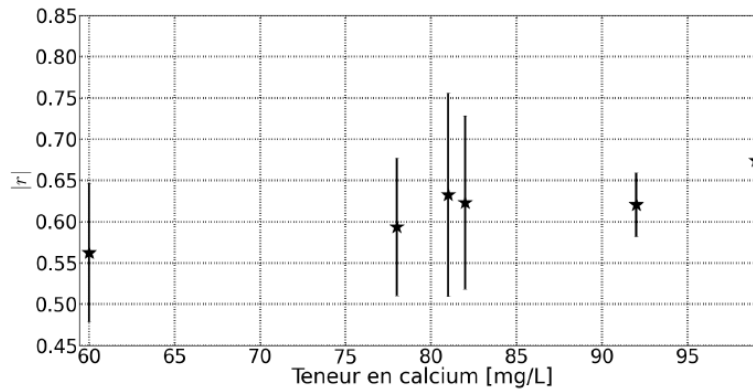


Figure 39 : Représentation du coefficient de réflexion en fonction de la concentration en calcium du dépôt de β -Lactoglobuline

Ainsi nous avons enfin pu appliquer la technique sur des dépôts laitiers. Les mesures ultrasonores ont donné des résultats cohérents, à savoir la diminution du pouvoir collant avec l'augmentation de l'angle de contact du substrat et avec l'augmentation de la teneur en calcium. Une tendance se dégage malgré la dispersion des mesures (Figure 39).

Nous avons montré la corrélation du coefficient de réflexion à des indicateurs traduisant la difficulté à éliminer un dépôt, il existe certes une forte dispersion liée à la difficulté à maîtriser simultanément la structure des dépôts et les propriétés de surface des substrats.

8.2.6 Conclusion

Ce travail de recherche, initié dans le cadre d'une action de recherche régionale consistait à évaluer le potentiel des méthodes ultrasonores pour le suivi et la caractérisation d'encrassement dans les procédés agroalimentaires. Ce travail pluridisciplinaire nous a conduit à rencontrer de nouvelles équipes, un environnement proche des conditions industrielles et à appréhender un nouveau vocabulaire propre à l'industrie laitière ainsi que de nouveaux phénomènes à caractériser. A l'issue de ce travail, plusieurs avancées importantes ont été acquises et notamment la pertinence de l'utilisation des ondes ultrasonores pour caractériser le suivi des encrassements. Cette étude a permis, d'un point de vue théorique, le développement d'un modèle unifié permettant de décrire l'évolution du coefficient de réflexion en ondes transversales suivant les conditions d'interfaces solide/solide et solide/fluide et d'un point de vue technologique, le développement d'un test d'adhésion ultrasonore en onde transversale haute fréquence pouvant s'adapter à la caractérisation de différents types d'interfaces. Les conditions expérimentales à appliquer pour effectuer une telle mesure ont largement été posées. Des validations avec des interfaces modèles de nature différente (solide/fluide et solide/solide) ont été réalisées. Le test d'adhésion ultrasonore a été appliqué à la caractérisation de dépôts laitiers sur substrats en acier inoxydable, en révélant des limites de sensibilité, à cela s'ajoutant des difficultés liées aux fortes sensibilités des conditions de couplage du capteur ultrasonore sur le substrat inox de l'incubateur. C'est pourquoi, étant données les difficultés de contrôle et exigences de reproductibilité du couplage de la sonde ultrasonore utilisée et les contraintes industrielles, nous avons décidé de poursuivre nos recherches aux côtés de l'INRA et avons choisi d'aller au-delà de l'analyse échographique du coefficient de réflexion à l'interface substrat-dépôt pour orienter nos recherches vers une technique ayant apporté des résultats dans le domaine du Contrôle Santé des matériaux en industrie.

C'est ainsi que face à ces difficultés, nous nous sommes rapprochés de l'équipe d'Emmanuel Moulin, au sein du groupe TPIA de l'IEMN, pour son travail et son expertise autour de l'imagerie par capteurs acoustiques répartis, pour détecter des endommagements en milieux réverbérant et complexes. La technique visée est basée sur l'exploitation des signaux acoustiques dans toute leur complexité et l'extraction d'un maximum d'informations, à partir d'un nombre limité de capteurs acoustiques à bas coût. Le traitement des codas de réverbération ultrasonores, issues des trajets de propagation multiples et entrelacées dans les structures a permis d'obtenir une caractérisation économe en ressources dans le domaine du Contrôle Santé des Matériaux. C'est donc cette dernière technique, plus précisément l'interférométrie des ondes de réverbération de coda (Coda Wave Interferometry = CWI) que nous avons cherché à exploiter pour étudier son potentiel pour caractériser les encrassements dans le domaine de l'industrie agroalimentaire.

8.3 Apport de l'Interférométrie par ondes de Coda pour le suivi de l'encrassement et la détection de biofilms

Dans un milieu fini à faible atténuation, les signaux acoustiques peuvent être divisés en deux groupes à savoir les ondes directes, se propageant directement de la source vers le capteur récepteur et par conséquent les premières arrivées et les ondes de coda (Figure 40). Les ondes de coda correspondent à de multiples trajets dans l'échantillon sous analyse, c'est pourquoi, leur temps de trajet est supérieur aux ondes directes et il devient difficile d'analyser les trajets de chaque onde. Très longtemps, ces ondes n'étaient pas étudiées et étaient associées au bruit. Néanmoins, en raison des trajets multiples, l'information qu'elles transportent est beaucoup plus sensible que celle des ondes directes.

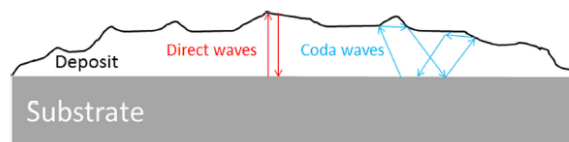


Figure 40 : Schéma représentant les trajectoires des ondes directes et des ondes de coda

La première utilisation de la coda, s'est faite dans le domaine de la sismique, elle a été réalisée par Aki dans les années 60 pour évaluer les contraintes dans les sols (Aki 1969), (Aki et Chouet 1975, 3322-3342). Dans cette première étude, l'analyse n'a été appliquée que sur l'amplitude de la coda. Ensuite, une étude sur la phase de la coda sismique est réalisée et présentée par Poupinet et al. (Poupinet, Ellsworth et Fréchet 1984). Dans cette étude, la coda sismique montre sa haute sensibilité et est utilisée pour évaluer la variation de la vitesse de propagation. L'idée principale de l'évaluation de la vitesse est de comparer deux sismogrammes dans une fenêtre temporelle glissante en temps. Cette idée est utilisée ultérieurement par Snieder (Snieder, Grêt, et al. 2002) pour déterminer un changement de la vitesse de propagation suite à une perturbation du milieu de propagation.

Au sein de l'IEMN, les codas ont dans un premier temps été utilisées pour le contrôle santé des matériaux utilisés dans le domaine des transports (Achdjan, et al. 2016), (Achdjan, et al. 2014). Etant donné les résultats encourageants obtenus pour d'autres applications et notamment la grande sensibilité aux variations du milieu, c'est cette méthode que nous avons choisi de tester pour réaliser un suivi d'encrassement. Comme pour l'étude précédente, nous avons travaillé dans un premier temps sur un matériau modèle (dépôt de cire) puis sur un dépôt protéique avant de l'utiliser pour détecter au stade précoce la formation de biofilms.

8.3.1 Principe de la méthode

Les ondes de coda sont une combinaison d'ondes qui se propagent sur de multiples trajets et sont difficiles à séparer. Cependant, les trajets ne sont pas aléatoires. En l'absence de changement dans le milieu, il n'y aura pas de changement dans le chemin de chaque onde diffusée. A l'inverse, si le milieu est perturbé, les trajectoires des ondes diffusées seront modifiées. Expérimentalement, un signal de référence, qui correspond généralement à un état initial, est mesuré. Le signal est alors mesuré après perturbation dans le milieu et comparé au signal de référence. De légers changements dans le milieu entraînent peu de différences dans les ondes directes (Figure 41 (b)). Cependant, les différences dans les ondes de coda sont évidentes (Figure 41 (c)).

Par conséquent, l'analyse de l'évolution des ondes de coda à différents instants devrait permettre de réaliser un suivi dynamique avec une bonne sensibilité.

Cependant, comme la plupart des paramètres acoustiques fréquemment utilisés tels que le temps de vol ou le coefficient de réflexion sont difficiles à extraire des ondes de coda, il est nécessaire de définir un indicateur caractérisant les modifications globales entre deux états, et permettant de représenter le degré de dissimilarité entre deux signaux, cet indicateur est appelé coefficient de décorrélation. Il est défini comme tel :

$$D_{1,2} = 1 - \frac{\int_{t_0}^{t_1} s_1(t)s_2(t)dt}{\sqrt{\int_{t_0}^{t_1} s_1^2(t)dt \int_{t_0}^{t_1} s_2^2(t)dt}}$$

où s_1 est le signal de référence dans un état donné de l'échantillon; s_2 est le signal d'un état perturbé ultérieur.

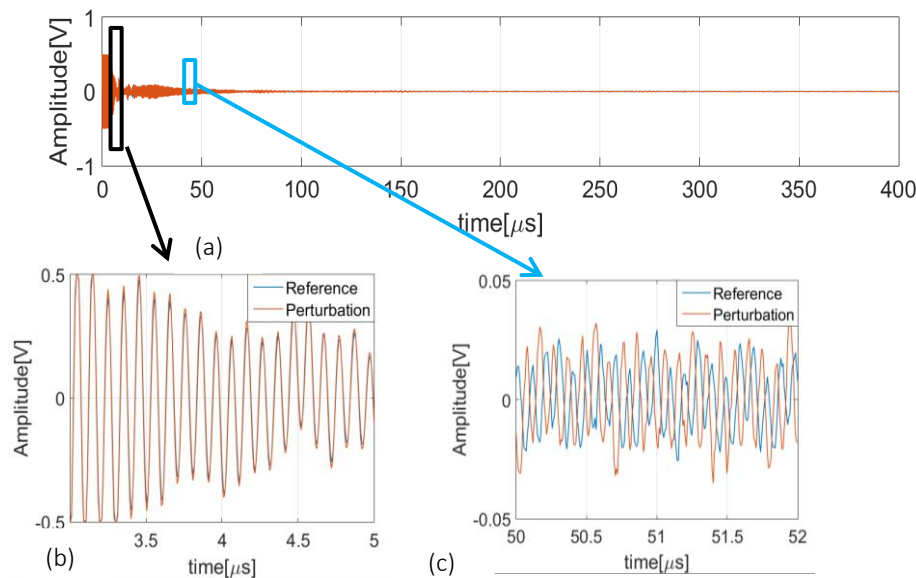


Figure 41 : Evolution au cours du temps de l'amplitude de deux signaux ultrasonores (a) et zoom sur deux fenêtres temporelles spécifiques (b) et (c). (a) Signal relatif à la perturbation du milieu d'analyse (rouge) et signal de référence (bleu), masqué derrière le signal correspondant à la perturbation. (b) Zoom sur la fenêtre (3–5 μs) correspondant aux ondes directes (le signal de référence et le signal de perturbation coïncident) ; (c) La partie des ondes coda dans le signal (50–52 μs) où la différence entre le signal de référence et le signal de perturbation est évident.

Dans notre application, s_1 et s_2 sont spécifiques à la fenêtre temporelle. Il est communément admis qu'une fenêtre de largeur temporelle ΔT au moins égale à 10 fois la période correspondant à la fréquence d'excitation est appropriée (Payan, et al. 2009). Afin de décrire correctement le contenu fréquentiel de ces signaux à fenêtre temporelle, la gamme de fréquence de filtrage Δf doit satisfaire la condition classique $\Delta f > 1/\Delta T$ (Snieder 2004)

Le but du dénominateur est de normaliser le coefficient d'intercorrélation entre -1 et 1 , donc le coefficient de décorrélation est compris dans l'intervalle $[0, 2]$. Un coefficient de décorrélation faible, indique que peu de changements apparaissent dans le milieu. Inversement, des coefficients de décorrélation plus élevés correspondent à des changements substantiels.

8.3.2 Suivi de l'évolution des encrassements

Dans un premier temps, nous proposons de réaliser les mesures sur un dépôt bien contrôlable en laboratoire (cire) avant l'application de notre technique sur des cas plus réalistes (encrassements laitiers).

- *Protocole de mesure*

Dans un premier temps, une couche d'épaisseur contrôlée de cire (6 mm) a été utilisée pour représenter un encrassement dans une boucle de nettoyage, qui permet la circulation d'eau chaude (70°C) durant 3H, à la vitesse de 18 mm/s. Le processus de nettoyage est suivi à l'aide de deux capteurs ultrasonores pour évaluer la faisabilité du CWI (Figure 42).

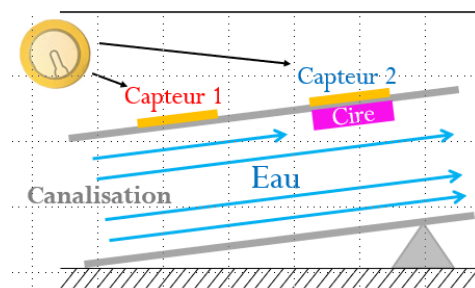


Figure 42 : Schéma détaillant l'intérieur et l'extérieur du canal de mesure. Un flux circulant d'eau chaude traverse de la gauche vers la droite, le dispositif est légèrement incliné. Le capteur 2 mesure l'évolution de l'épaisseur de cire dans la boucle de nettoyage tandis que le capteur 1 enregistre le signal de référence.

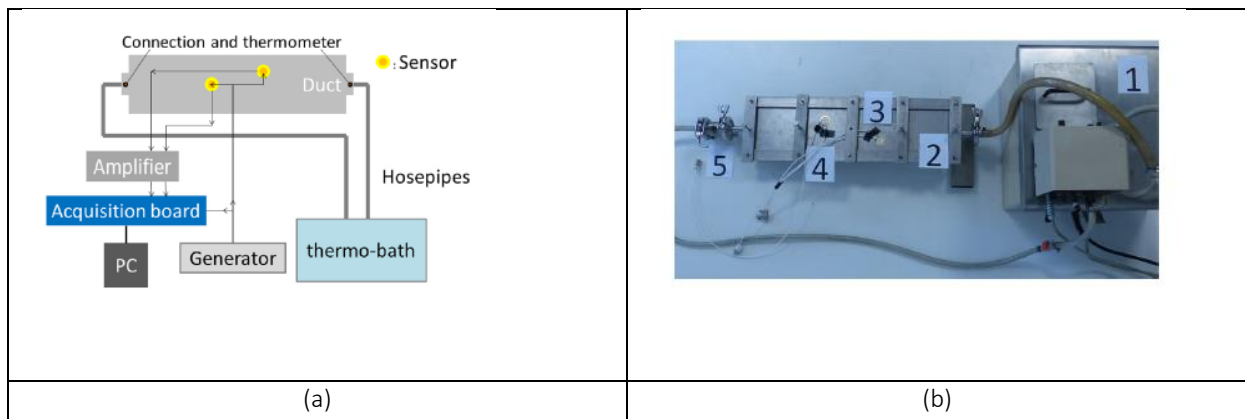


Figure 43 : Dispositif de suivi de l'encrassement (a) schéma de principe (b) photographie du dispositif (1) bain thermostaté (2) canal (3) capteur de mesure de la cire (4) capteur de référence (sans cire) (5) connexions aux deux extrémités du canal vers le bain avec prise de température

Les transducteurs utilisés dans cette étude sont des transducteurs piézoélectriques de type patch bon marché, ils sont constitués de deux parties actives concentriques (Figure 44). La partie interne active étant destinée à l'émission ultrasonore (source), l'autre partie est destinée à l'acquisition (récepteur). Le générateur envoie un pulse sinusoïdal d'une période sur les transducteurs d'émission. Les transducteurs source convertissent le signal électrique en signal acoustique, les ondes acoustiques se propagent, se réfléchissent et se diffusent dans le substrat et le dépôt, le cas échéant. Une partie de ces ondes est interceptée par le transducteur récepteur et enregistré à l'aide d'une carte d'acquisition. Nous avons utilisé 3 canaux sur la carte d'acquisition : l'un a été utilisé pour surveiller le signal source du générateur et les deux autres pour recevoir les signaux des capteurs. La fréquence d'échantillonnage était 125 MHz. L'amplificateur était connecté entre la carte d'acquisition et les capteurs pour amplifier les signaux reçus et filtrer toute composante basse fréquence causée par la vibration du support. Les données du signal dans la carte d'acquisition a été transmis au PC pour un traitement ultérieur (Figure 43 a). Le délai entre deux acquisitions était de 15s. Le cycle de nettoyage a duré 3 heures.

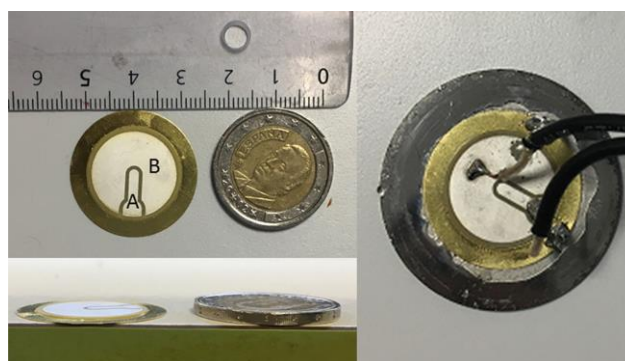


Figure 44 : Transducteur piézoélectrique (A) Récepteur (B) Emetteur

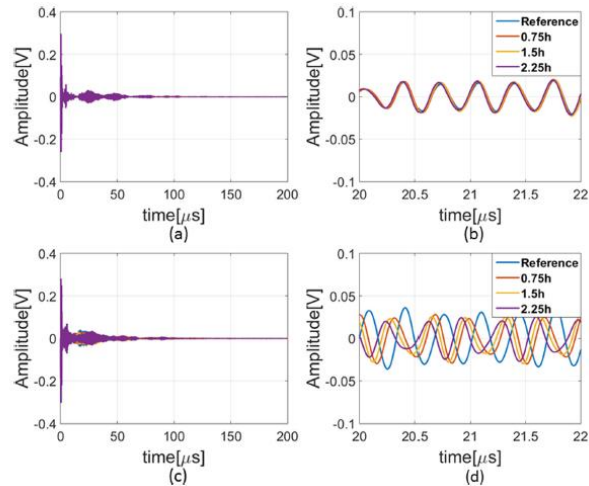


Figure 45 : Signaux expérimentaux (filtre 2 MHz –5 MHz) : signaux entiers de l'échantillon témoin (a) ; signaux de l'échantillon de contrôle sur l'intervalle (20–22 μ s) (b) ; signaux entiers du processus de nettoyage à la cire (c); signaux du processus de nettoyage à la cire sur l'intervalle (20–22 μ s) (d). Sur les figures (b) et (d) les couleurs correspondent à différents instants de mesure durant l'intervalle de temps d'expérience 0-3h.

Parallèlement une vidéo a été réalisée, à travers un hublot placé face à l'insert de cire pour visualiser la fonte de la cire. A l'instant 2,2h, la totalité de la cire avait disparu.

- *Résultats obtenus sur de la cire*

La Figure 45 (a,c) montre les échogrammes typiques reçus par les capteurs 1 et 2 respectivement. Pour les deux capteurs, la partie coda est visualisée sur la fenêtre temporelle [20 –22 μ s]. Chaque courbe colorée de la Figure 45(b)et(d) correspond à un échogramme obtenu à différents instants du cycle de nettoyage : 0 h (immédiatement après le début de l'acquisition du signal), 0,75 h, 1,5 h et 2,25 h. Une moyenne de 10 signaux mesurés en continu a été utilisée pour réduire le niveau de bruit pour tous les autres signaux enregistrés. Pour tous les graphiques de la Figure 45, la fréquence du signal source était de 3 MHz. Après avoir testé plusieurs fréquences, la sensibilité de décorrélation la plus optimale a été obtenue pour la bande [2–5 MHz].

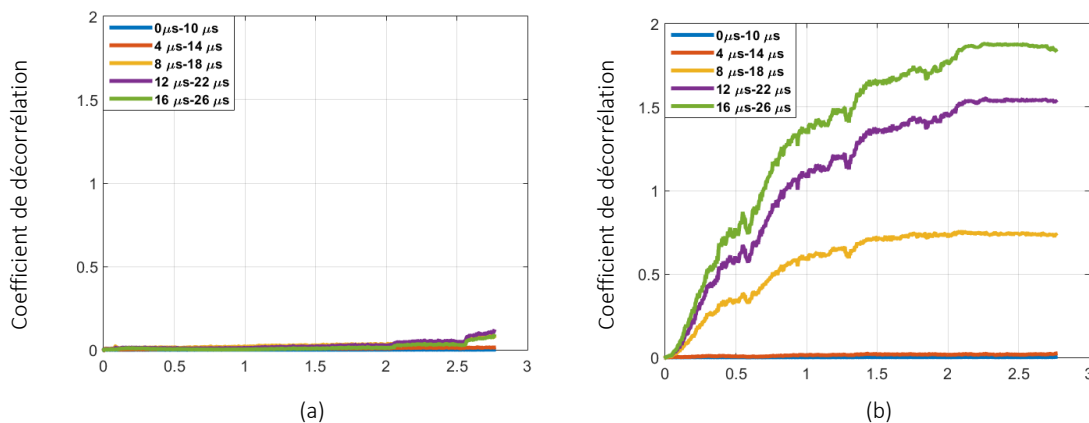


Figure 46 : Coefficients de décorrélation en fonction de l'instant d'acquisition durant le processus de nettoyage en heures, les différentes couleurs correspondent à 5 fenêtres de largeur 10 μ s, pour la partie coda des signaux du capteur de référence (a), pour la partie coda des signaux du capteur de mesure du nettoyage (b).

Seule une partie des signaux de coda a été utilisée pour calculer le coefficient de décorrélation. Cinq fenêtres temporelles différentes de 10 μs de large ont été testées ([0–10 μs], [4–14 μs], [8–18 μs], [12–22 μs], [16–26 μs]) pour identifier les parties de l'échogramme les plus sensibles au degré d'encrassement. Dans notre cas, la largeur de la fenêtre temporelle correspondait à 30 fois la période du signal d'excitation et le filtre passe-bande choisi était tel que $\Delta f \cdot \Delta t > 1$, ce qui permet de satisfaire pleinement les conditions mentionnées précédemment. La Figure 46 montre l'évolution du coefficient de décorrélation pour les capteurs 1 et 2 pour les cinq fenêtres temporelles différentes. Pour le capteur 2, l'évolution du coefficient de décorrélation est dépendante de la fenêtre temporelle utilisée pour l'analyse. Pour les trois dernières fenêtres temporelles ([8–18 μs], [12–22 μs], [16–26 μs]), le coefficient de décorrélation augmente avec le temps de nettoyage avant d'atteindre un plateau. Cette augmentation est corrélée à la diminution de l'encrassement de la cire. En outre, le plateau pourrait être expliqué par la disparition de la cire à la surface du substrat, toute la cire est éliminée par la circulation d'eau chaude dans le conduit. A l'inverse, pour les deux premières fenêtres temporelles choisies ([0–10 μs], [4–14 μs]), aucune augmentation du coefficient de décorrélation n'a été observée pendant le processus de nettoyage.

Théoriquement, la sensibilité des différentes parties des ondes coda varie en raison des différences de distance de propagation globale dans le spécimen. Dans notre cas, il est clair que la fenêtre temporelle [16–26 μs] est plus sensible et susceptible de nous informer de tout changement de l'état d'encrassement. Inversement, les deux premières fenêtres temporelles ([0–10 μs], [4–14 μs]) ne sont pas adaptées pour détecter tout changement de l'état d'encrassement. Pour les deux premières fenêtres temporelles choisies ([0–10 μs], [4–14 μs]), les signaux analysés étant très similaires aux ondes directes, il est logique que la sensibilité ne soit pas remarquable et que le coefficient de décorrélation n'évolue pas.

Pour le capteur 1 (témoin), le coefficient de décorrélation est resté relativement stable quelle que soit la fenêtre temporelle, comme attendu.

La sélection de la fenêtre correspond à un compromis entre sensibilité et rapport signal sur bruit (SNR). En effet, les dernières parties de la coda devraient théoriquement correspondre à une meilleure sensibilité de décorrélation. Cependant, comme les amplitudes sont plus faibles, le SNR est également plus faible, ce qui entraîne une diminution de la sensibilité lors de l'utilisation de coda ultérieures. La Figure 46 montre les sensibilités des différentes parties des signaux. La largeur des fenêtres constante de 10 μs , le centre des fenêtres passe de 5 μs à 45 μs . Le coefficient de décorrélation maximal après 2,25 h a été choisi comme indicateur de sensibilité. De la Figure 47, il apparaît que la fenêtre temporelle [16–26 μs] correspond au meilleur compromis.

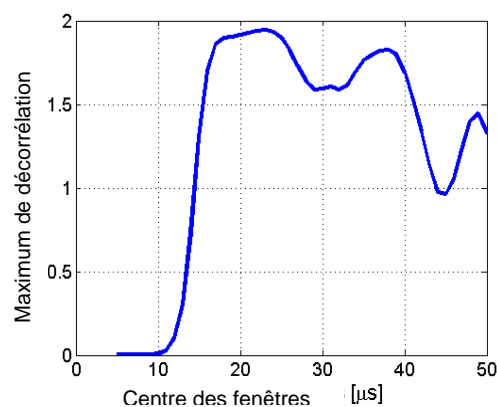


Figure 47 : Valeur maximale des coefficients de décorrélation en fonction de la valeur centrale des fenêtres de largeur 10 μs

Par la suite, les coefficients de décorrélation des capteurs 1 et 2 ont été tracés simultanément sur le même graphique (Figure 48). De plus, plusieurs images extraites de la vidéo à différentes étapes du processus de nettoyage sont également présentées pour montrer l'évolution de l'encrassement au fil du temps. Ces images confirment que l'évolution du coefficient de décorrélation est directement lié à l'état de propreté.

La Figure 48 illustre clairement la capacité du dispositif de surveillance à suivre l'évolution de l'état d'encrassement.

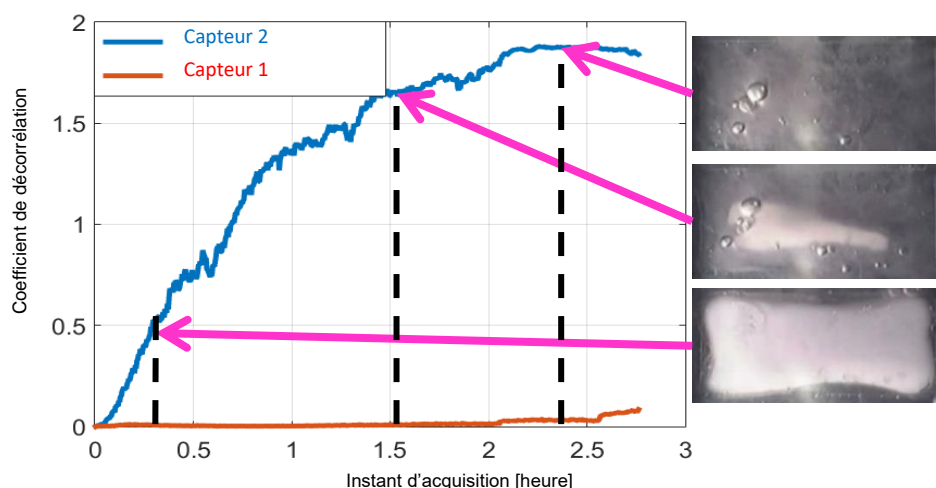


Figure 48 : Courbes de coefficient de décorrélation : témoin (rouge) et durant le processus de nettoyage à la cire (bleu) pour la fenêtre 16-26 μ s. Photos de l'insert de cire à différents moments du processus de nettoyage (à droite, de bas en haut) : état de référence, état à 0,8 h, état à 1,8 h, état à 2,5 h

Néanmoins, les propriétés des dépôts protéiques sont significativement différentes de celles de la cire qui ne contient que des composés organiques, c'est pourquoi des essais complémentaires ont été nécessaires pour convaincre l'industrie laitière de l'intérêt d'utiliser l'interférométrie d'onde de coda pour optimiser le nettoyage d'une surface encrassée.

- *Résultats obtenus sur un encrassement laitier*

Afin de tester la performance de la méthode CWI pour le suivi de nettoyage des encrassements laitiers et mesurer les difficultés de réaliser le suivi en conditions proches de celles de l'industrie, nous avons configuré une boucle d'essai spécifique à l'INRAe (Figure 49). Le dépôt d'encrassement est constitué de protéines de lactosérum construit hors ligne sur un substrat dans un premier temps, les tests de nettoyage des substrats encrassés de protéines laitières ont été mis en place dans la boucle dans un second temps et suivis par interférométrie à onde de coda.

Les conditions de nettoyage sont totalement différentes des conditions précédentes pour le dépôt de cire (circulation d'eau à 70 °C pour créer la fusion de la cire). Ici, pour permettre une durée de nettoyage inférieure à 30 minutes, le nettoyage a consisté en trois étapes : un rinçage à l'eau (50°C), un nettoyage avec une solution de soude (1 %) et un dernier rinçage à l'eau.

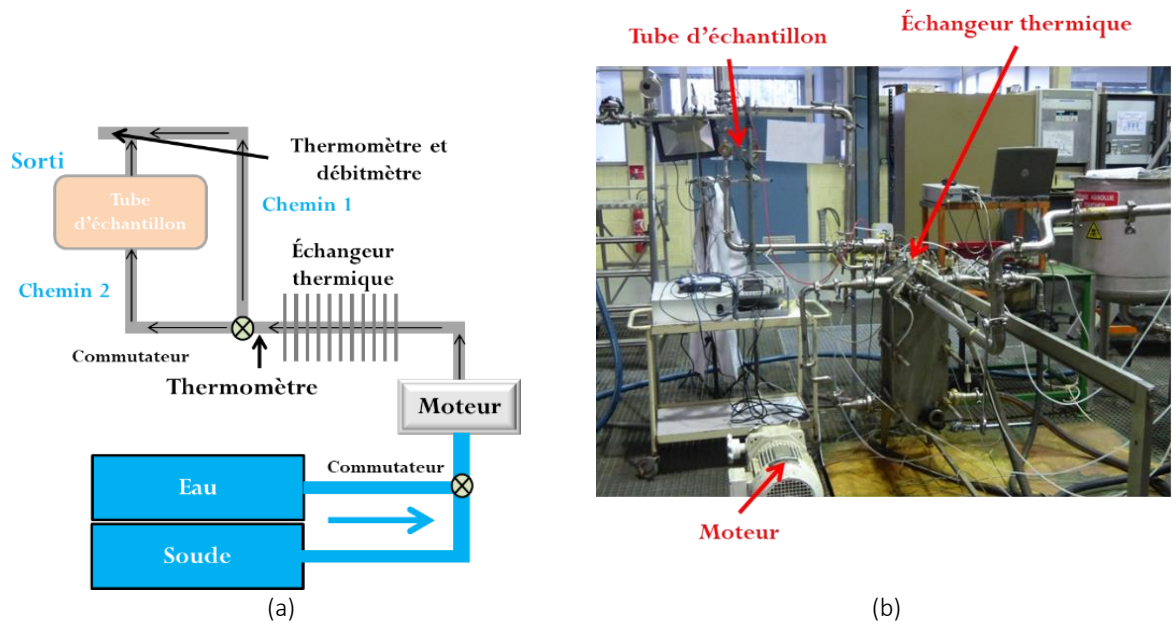


Figure 49 : Schéma de la boucle d'essai pour réaliser le nettoyage d'un encrassement laitier sur pilote (a) photographie du dispositif pilote (b)

Le même type de capteur ultrasonore que précédemment a été utilisé, avec une fréquence de 10 MHz et collé sur la face externe du tube d'inox, au même niveau que le dépôt. Afin de suivre la procédure de nettoyage à l'intérieur du tube, nous avons placé face au dépôt, une caméra synchronisée à la mesure acoustique (Figure 50). Les vidéos obtenues sont quantifiées en niveau de gris pour chaque image. Les mesures de températures à l'entrée et la sortie de la chambre de mesure sont réalisées, de même que le flux afin de vérifier que les variations mesurées par le capteur ultrasonore puissent être attribuées aux seules variations de l'encrassement laitier lors du nettoyage.

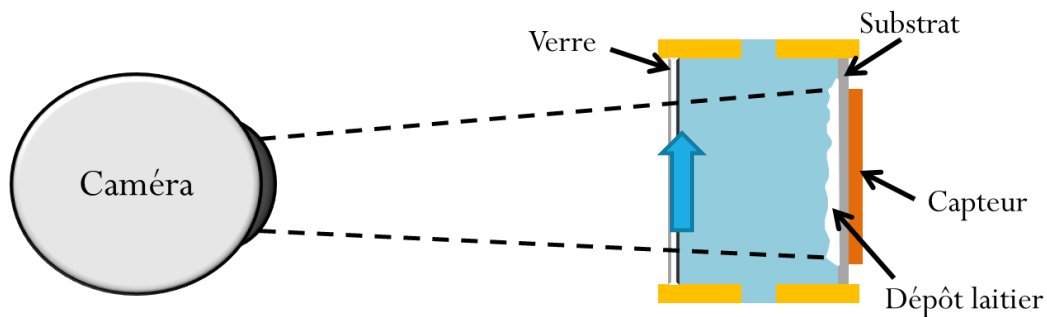


Figure 50 : Système de visualisation mis en place pour suivre le nettoyage du dépôt laitier

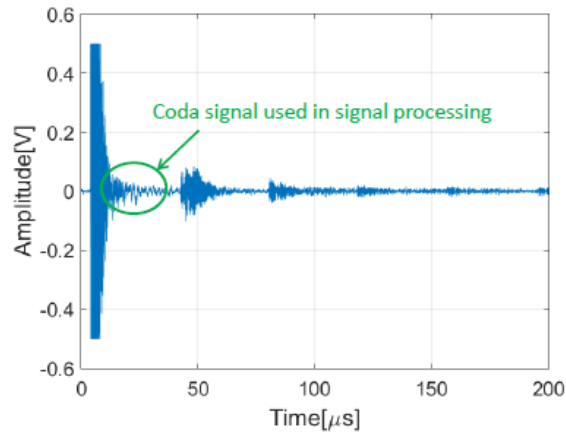


Figure 51 : Signal acoustique mesuré par le système d'acquisition

Les signaux mesurés par le système d'acquisition acoustique sont présentés sur la Figure 51. Les ondes directes sont reçues à environ 5 μs , les ondes de coda qui seront analysées sont comprises entre 10 μs et 30 μs du train d'onde. On visualise également les ondes réfléchies sur la face opposée (vitre), plusieurs échos apparaissent à 40 μs ; 80 μs , ...

Pour faire le choix de la fenêtre temporelle pour le traitement du signal, il faut s'assurer que les ondes se sont propagées plusieurs fois dans la couche d'encrassement, la fenêtre [20 μs -25 μs] est utilisée ici pour calculer le coefficient de décorrélation.

La bande de fréquence est choisie pour être [9 MHz 11 MHz]. Une fois la fenêtre temporelle et la bande de fréquence choisies, il nous est possible de calculer le coefficient de décorrélation. Parallèlement, avec l'observation optique, nous pouvons nous assurer que la surface du substrat en acier inoxydable est propre après les trois étapes de nettoyage. Cet état final est défini comme l'état de référence et toute la série de signaux est comparée à ce signal de référence.

La Figure 52 (Courbe bleue) montre l'évolution du coefficient de décorrélation au cours du cycle de nettoyage. Le coefficient de décorrélation reste stable à 0.15 pour les 10 premières minutes, qui correspondent à l'étape de rinçage pré-nettoyage. Pour l'étape de nettoyage de l'encrassement (10-35 minutes), le coefficient de décorrélation diminue à 0 en 4 minutes. Ensuite, il reste nul jusqu'à la fin de la troisième étape.

Selon l'observation optique, l'état d'encrassement ne change pas lors de la première étape correspondant à la simple circulation d'eau. Pendant l'étape de nettoyage, la vidéo montre que la couche d'encrassement est éliminée rapidement et que le substrat devient propre après environ 3,5 minutes. Durant la troisième étape, comme la couche d'encrassement a déjà été totalement éliminée, il n'y a plus de changement dans la zone de détection.

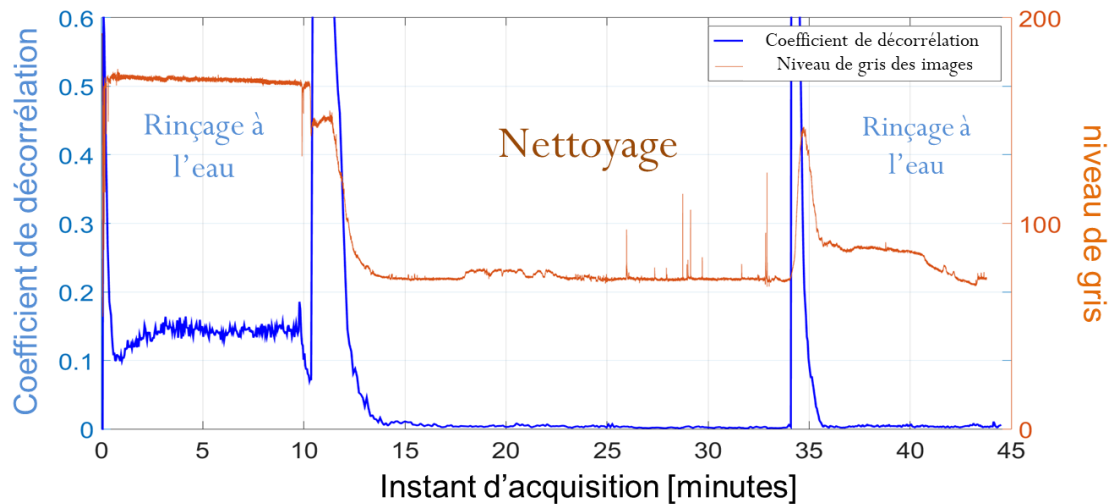


Figure 52 : Evolution du Coefficient de décorrélation (en bleu) et du niveau de gris des images optiques durant la phase de nettoyage de l'encrassement laitier (en rouge).

L'enregistrement de la température et du débit sont effectués dans le pilote pendant les 3 étapes de nettoyage. Si la température d'entrée est toujours constante à 50°C, la température de sortie change brusquement au début de chaque étape, en raison des changements de la circulation des fluides dans l'échantillon. De même, le débit est mesuré pendant tout le cycle de nettoyage. Seule une petite augmentation du débit d'environ 5 % est observé à l'étape 3. A chaque étape, dans la zone de détection, les changements de température mettent un certain temps à revenir à une valeur d'équilibre. C'est la raison pour laquelle, on visualise des hausses anormales du coefficient de décorrélation (pics à 10 minutes et 35 minutes) car ces variations de température influencent la propagation des ondes (Figure 52). La température redevient stable pendant les autres parties du processus de nettoyage.

La couleur des vidéos est quantifiée en niveaux de gris et présentée avec la décorrélation sur la Figure 52. Ce paramètre donne une tendance similaire au coefficient de décorrélation. La couleur de la surface du substrat est d'abord constante (167) (étape 1 : lorsque l'état d'encrassement est stable), puis passe à une autre valeur (étape 2) et se stabilise à une nouvelle valeur (80). Dans la dernière partie de l'étape 2, il y a plusieurs pics qui ne sont pas censés exister, en raison de l'apparition imprévisible de bulles d'air. A l'étape 3, La valeur de la couleur est un peu plus élevée que la valeur attendue. En fait, ce phénomène est dû à la différence de luminosité ambiante. Pour des raisons inattendues, la luminosité s'est modifiée pendant un certain temps. Mais visuellement, la surface du substrat dans la vidéo est intacte et propre.

Dans cette section, la faisabilité du contrôle du nettoyage par CWI est évaluée pour les applications agroalimentaires, en particulier pour l'industrie laitière (nettoyage des dépôts de protéines de lactosérum). Les résultats de cette expérience sont relativement bons. En effet, lors des 3 étapes du cycle de nettoyage, seule l'étape relative à circulation de la solution d'hydroxyde de sodium semble pouvoir modifier le coefficient de décorrélation et par conséquent, ce coefficient permet de décrire la diminution du facteur d'encrassement. L'observation optique effectuée pendant toute la durée des mesures par une caméra permet de corréler, le résultat acoustique.

Ce travail montre clairement que le coefficient de décorrélation évolue avec l'état d'encrassement, ce qui confirme la faisabilité de l'application de la méthode acoustique pour surveiller l'état du facteur d'encrassement.

Les résultats obtenus montrent que la méthode choisie est capable de détecter un léger changement du facteur d'encrassement. En particulier, l'évolution du coefficient de décorrélation pour chaque application montre une bonne concordance avec l'état d'encrassement réel de la surface. Étant donné que le coût de cette technique est assez faible, qu'elle présente des résultats intéressants dans des conditions semi-industrielles (Figure 52), son potentiel dans les applications industrielles nous semble prometteur.

8.3.3 Application à la détection des biofilms

Ces résultats nous ont également permis de nous intéresser à la formation de biofilms sur les surfaces de type inox utilisées dans le domaine de l'agroalimentaire, biofilms bactériens qui sont un véritable fléau d'un point de vue sanitaire, générateurs de lourds coûts de nettoyage (Fluides/Energie/Immobilisation des installations). Notre étude s'est donc portée sur la détection à un stade précoce de *Staphylococcus aureus* sur substrat d'inox. Cette étude est largement décrite dans la référence suivante (Chen, et al. 2021).

L'épaisseur du biofilm est généralement très faible, l'épaisseur moyenne après 30h est d'environ 50 μm (Abdallah, et al. 2015). La sensibilité de la méthode de détection doit par conséquent être suffisamment élevée pour détecter la présence du biofilm. La sensibilité étant liée à la longueur d'onde, les techniques de détection acoustique classiques, utilisant les ondes ne pourront atteindre cette sensibilité à la fréquence de 10 MHz. Sans modifier la fréquence des signaux (10 MHz), nous avons testé la sensibilité du CWI pour surveiller la formation de biofilms.

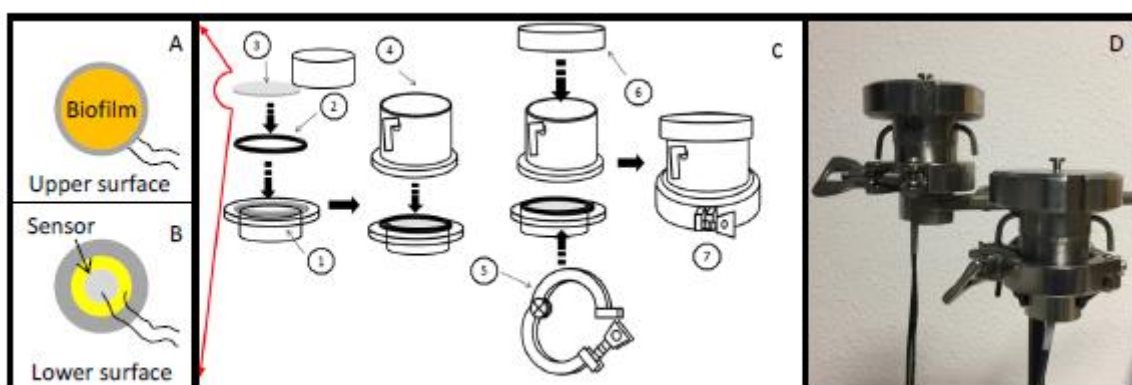


Figure 53 : Configuration des réacteurs utilisés pour la formation et le suivi des biofilms (A) Surface supérieure du substrat (B) Surface inférieure du substrat (C) Assemblage du réacteur (D) Photo des réacteurs assemblés

Des réacteurs permettant d'intégrer la mesure par interférométrie Coda de la croissance de biofilms ont été développés au sein de l'INRAE. Le réacteur est constitué de plusieurs pièces d'acier inoxydable assemblées et d'un joint torique en caoutchouc comme décrit

précédemment par (Abdallah, et al. 2015) (Figure 53). La formation du biofilm est réalisée sur la face supérieure des substrats circulaires en acier inoxydable (diamètre : 4,1 cm). Le capteur de type patch est fixé sur la face inférieure des substrats en acier inoxydable afin de détecter la formation du biofilm. Deux réacteurs similaires sont utilisés pour évaluer la capacité du capteur à détecter la formation de dépôts (Figure 53-(D)). Le premier sert à surveiller la formation du biofilm (réacteur 1), et le second est utilisé comme témoin de la formation du biofilm (réacteur 2).

Pendant les différentes étapes de la formation du biofilm, les deux réacteurs (référéncés 1 et 2 respectivement) sont analysés par le transducteur collé en face arrière du substrat (fréquence de résonance d'environ 10 MHz). L'acquisition des signaux acoustiques et le traitement de signal sont très similaires à l'étude précédente. Le système d'acquisition des signaux est composé de 5 éléments : un PC portable avec un logiciel d'acquisition (Matlab, instruments d'acquisition (Matlab, pilotes d'instruments), un générateur de forme d'onde (Keysight 33600A Series), une carte d'acquisition (PicoScope 5000 Series), un amplificateur avec des filtres passe-haut internes et deux transducteurs. Le signal d'excitation est un sinus d'une période à 10 MHz. Les signaux reçus sont introduits dans la carte d'acquisition avec une fréquence d'échantillonnage de 125 MHz et enregistrés dans le PC après avoir calculé la moyenne de 100 signaux. Ce processus d'acquisition est ensuite répété toutes les cinq minutes, à partir du début de la formation du biofilm et pour une durée totale de surveillance de trente heures.

Deux séries de signaux sont obtenues dans les réacteurs 1 et 2 et sont enregistrées à partir de 2 heures d'incubation (prises comme référence) et toutes les 5 minutes. Dans un premier temps, tous ces signaux sont filtrés numériquement en passe-bande entre 9 et 11 MHz (largeur de bande relative de 20%) et ensuite les coefficients de décorrélation entre le signal de référence et tous les signaux suivants sont calculés à l'aide de l'équation 1 pour des fenêtres temporelles glissantes d'une durée $T = 5 \mu s$. Ce qui permet de satisfaire aux conditions susmentionnées relatives à la largeur de bande de fréquence et à la durée de la fenêtre temporelle.

Les Figure 54(a) et (b) montrent l'évolution du coefficient de décorrélation en fonction du temps d'incubation pour les échantillons de contrôle et de biofilm, respectivement.

Dans le réacteur de contrôle (Figure 54-(a)), les coefficients de décorrélation sont toujours proches de 0 quel que soit le temps d'incubation, quelle que soit la fenêtre temporelle sélectionnée. Ceci indique l'absence de tout changement significatif par rapport à l'état initial des propriétés de la surface. Ceci est cohérent avec l'absence de formation de biofilm, observée à l'œil nu, sur le substrat du réacteur 1. En outre, ces résultats confirment qu'aucun facteur variable apparent autre que la formation de biofilm sur le substrat n'influence la propagation des ondes acoustiques.

Au contraire, les résultats de la Figure 54-(b) montrent que les coefficients de décorrélation de l'échantillon de surveillance du biofilm augmentent de manière significative à mesure que le temps d'incubation augmente. Ils montrent également que la sensibilité de la détection des changements d'état dépend des fenêtres temporelles.

Comme lors des études précédentes, la première fenêtre ($0 \mu s - 5 \mu s$) n'est pas du tout sensible puisque les coefficients de décorrélation sont proches de 0. Au contraire, pour les autres

fenêtres temporelles, correspondant aux parties ultérieures de la coda, des augmentations significatives des coefficients de décorrélation peuvent être observées. Enfin, les coefficients de décorrélation deviennent stables après environ 22 heures, ce qui est probablement dû à l'atteinte d'un état quasi stable de la formation du biofilm.

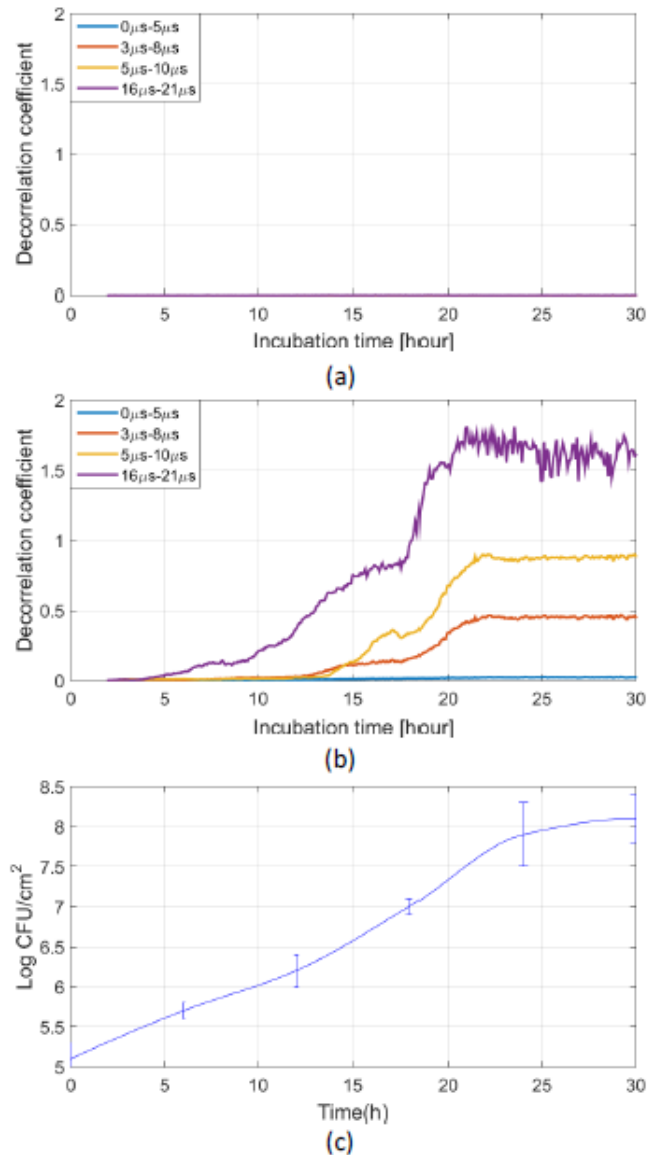


Figure 54 : Evolution du coefficient de décorrélation en fonction du temps d'incubation pour : (a) l'échantillon de contrôle, (b) l'échantillon de formation de biofilm, avec différentes fenêtres de temps (bande de fréquence 9 MHz-11 MHz) ; (c) Cinétique de la formation d'un biofilm de *S. aureus* sur un substrat en acier inoxydable

Afin de vérifier la corrélation entre les courbes d'évolution de la Figure 54-(b) et la formation du biofilm sur le substrat, la cinétique de la formation du biofilm de *S. aureus* sur l'acier inoxydable a été étudiée par dénombrement des cellules du biofilm sur des plaques d'agar. Les résultats ont montré que la numération des bactéries adhérentes initiales était de l'ordre de 5 log CFU/cm² et que les biomasses du biofilm augmentaient avec l'augmentation du temps

d'incubation et atteignaient l'état d'équilibre vers 24 h d'incubation (Figure 54 (c)). Les biomasses du biofilm deviennent stables et se situent dans une fourchette de 8 log CFU/cm² (Figure 54-(c)). L'évolution de la biomasse a pu être comparée au coefficient de décorrélation (Figure 54-(b)). On peut observer que l'évolution du coefficient de décorrélation permet de décrire le dénombrement des cellules bactériennes sur le substrat. Ces données prouvent que cette méthode a le potentiel de détecter et de surveiller la formation d'un biofilm sur un substrat de manière non invasive de manière très précoce.

8.4 Encadrement et production associée

J'ai pu associer, dès le démarrage de ces travaux Nicolas Collier, un de mes étudiants de M1 qui souhaitait poursuivre en Master Recherche en électronique, ultrasons et télécommunications. Nicolas Collier a pu poursuivre ses travaux à la suite de son M2 dans le cadre d'une thèse réalisée en cotutelle et financée par l'INRAe pour la première étude relative à l'apport de l'échographie en ondes transversales. J'ai pu ainsi travailler avec Pierre Campistron (IEMN) et Guillaume Delaplace (INRAe). Par la suite, Bowei CHEN a pu nous rejoindre, dans le cadre d'une thèse financée par la Région Hauts de France et l'Université réalisée en cotutelle avec G. Delaplace de l'INRAe, Emmanuel Moulin, en était le directeur de thèse et je l'ai coencadré avec Pierre Campistron.

Ces travaux nous ont permis de produire ces deux publications majeures.

Ultrasonics 89 (2018) 187–194




ELSEVIER

Contents lists available at [ScienceDirect](#)

Ultrasonics

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ultras




Contribution of the shear wave ultrasonic reflectometry to the stickiness measurements

N. Collier^a, P. Debreyne^a, G. Delaplace^a, B. Chen^b, D. Callens^b, P. Campistron^{b,*}, B. Nongaillard^b

^a INRA UR638, Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux, BP 20039, 59651 Villeneuve d'Ascq, France

^b IEMN UMR-CNRS 8520, Département Opto-Acoustique Electronique, 59313 Valenciennes, France



ARTICLE INFO

Keywords:
Fouling/cleaning
Ultrasonic shear waves
Adhesion
Reflectometry

ABSTRACT

Today, non-invasive quantification of the adhesion of a deposit to a surface is always a challenge and, unfortunately, few tools are available in this area. This is an obstacle, in several industrial processes, to the identification of conditions limiting the fouling and to the establishment of eco-efficient cleaning strategies.

In this paper, a non-invasive ultrasonic technique was developed in the aim of characterizing the adhesion of viscoelastic fluids or solid deposited on a substrate. We adopted the idea that the more a deposit is difficult to clean the more adherent it is. From this point of view the value of the reflection coefficient of an ultrasonic shear wave informs us about the adhesion of the deposit on a surface.

A large bibliography on the adhesion measurement is given. Then the principle of ultrasonic test is presented and cares required for the measurement of the reflection coefficient are widely discussed. The ultrasonic reflection coefficients obtained with different controlled samples covering a wide range of interfaces (liquid/substrate, solid/substrate) are presented and compared with other indicators of adhesion. All the data on various samples showed that the ultrasonic test is a tool to discriminate non-destructively a large range of interface quality, allowing ranking according to the adhesive strength.



Monitoring cleaning cycles of fouled ducts using ultrasonic coda wave interferometry (CWI)



B. Chen^a, D. Callens^a, P. Campistron^a, E. Moulin^{a,*}, P. Debreyne^b, G. Delaplace^b

^a IEMN UMR-CNRS 8520, Département Opto-Acousto-Electronique, 59313 Valenciennes, France

^b INRA UR638, Processus aux Interfaces et Hygiène des Matériaux, BP 20039, 59651 Villeneuve d'Ascq, France

ARTICLE INFO

Keywords:

Ultrasonic
Coda wave interferometry
Fouling
Cleaning

ABSTRACT

Fouling in heat exchangers is the buildup of deposits on the solid surfaces. These deposits reduce the eco-efficiency of the processing equipment and increase the risk of subsequent surface contamination with the formation of biofilms. In the agro-food and water supplier sectors, which are our main concern, fouling on the hot walls of processing heat exchangers is a common occurrence and requires frequent cleaning cycles to ensure hygiene requirements are met. This results in a considerable ecological footprint. Sensors and diagnostic tools for monitoring fouling are thus of utmost importance to ensure the rational validation of the cleaning end-point and to decrease the environmental impact of the cleaning cycles.

In this paper, a non-destructive ultrasonic monitoring technique using coda waves and the associated signal processing was tested to monitor the evolution over time of a deposit layer on a solid wall during cleaning. To ascertain the feasibility of the method, a piece of wax of controlled thickness was deposited to simulate the initial fouling state and a cleaning cycle was launched. The decorrelation coefficient was used as an indicator to monitor fouling. This article presents the principle of this unprecedented technique for measuring the degree of fouling.

The results of the experiments show that this non-destructive monitoring technology is sensitive to changes in fouling and that the decorrelation coefficient curves are in agreement with the cleaning kinetics captured using a video camera, thus ascertaining the pertinence of the diagnostic tool proposed.

Outre ces publications (RI2 et RI4) et , cette étude a donné lieu à 1 autre publication (RI1) dans des revues internationales et 6 communications internationales (CI1, CI2, CI10, CI11, CI12, CI13).

8.5 Conclusion

Cet axe de recherche a été initié dans le cadre d'une action de recherche régionale. Son objectif initial consistait à évaluer le potentiel des méthodes ultrasonores pour le suivi et la caractérisation d'encrassement dans les procédés agroalimentaires. En particulier l'encrassement des outils de production de l'industrie agroalimentaire se caractérise par une grande variabilité de la nature du dépôt et de son adhésion en paroi. La nature du dépôt peut varier d'un fluide viscoélastique à un solide texturé. Dans ces conditions les phénomènes physiques mis en jeu sont eux aussi très différents. De nombreuses approches ont déjà été proposées mais sont souvent difficiles à mettre en œuvre, notamment dans le cadre d'applications industrielles. Tous ces éléments nous ont conduits à imaginer une technique de mesure non invasive qui pourrait répondre aux exigences de la quantification de l'adhésion de dépôts encrassants dans les installations. Ce travail pluridisciplinaire nous a conduit à rencontrer de nouvelles équipes, un environnement proche des conditions industrielles, un nouveau vocabulaire propre à l'industrie laitière, de nouveaux phénomènes à caractériser.

Nous avons étudié la problématique et tenté de développer une nouvelle technique ultrasonore adaptée à la caractérisation du phénomène et des contraintes industrielles.

A l'issue d'un premier travail de thèse, plusieurs avancées importantes ont été acquises. D'un point de vue théorique, le développement d'un modèle unifié permettant de décrire l'évolution du coefficient de réflexion en ondes transversales suivant les conditions d'interfaces solide/solide et solide/fluide. D'un point de vue technologique, le développement d'un test d'adhésion ultrasonore en onde transversale haute fréquence pouvant s'adapter à la caractérisation de différents types d'interfaces. Les conditions expérimentales à appliquer pour effectuer une telle mesure ont largement été posées. Des validations avec des interfaces modèles de nature différente (solide/fluide et solide/solide) ont été réalisées. Le test d'adhésion ultrasonore a commencé à être appliqué à la caractérisation de dépôts laitiers sur substrats en acier inoxydable. La transposition de cette méthode sur site pilote, en incubateur a néanmoins révélé des difficultés liées aux fortes sensibilités des conditions de couplage du capteur ultrasonore sur le substrat inox de l'incubateur.

C'est pourquoi, à la suite de ce travail, nous avons souhaité investiguer une nouvelle voie.

Ainsi, dans le cadre d'une nouvelle thèse (B. Chen 2019), financée par la Région Hauts de France et l'Université réalisée en cotutelle avec G. Delaplace de l'INRAe, nous avons ainsi pu quantifier un facteur d'encrassement, indicateur des changements d'état basé sur la mesure du coefficient de décorrélation de réflexions multiples ou d'ondes diffusées (ondes de coda) au cours du processus de nettoyage ou de dépôts in situ.

La méthode dite « interférométrie de coda » appliquée dans un premier au suivi de nettoyage des encrassements dans l'industrie agroalimentaire, a pu être appliquée à la mesure de croissance de biofilms en conditions dynamique, cela à un stade précoce.

Dans l'ensemble, les travaux fournissent un ensemble de preuves montrant que l'interférométrie par ondes de coda, appliquée au suivi du facteur d'encrassement de dépôts sur des surfaces solides est une méthode non destructive, très sensible, peu onéreuse et exploitable sur pilote industriel. Cette technique est plus précise que les autres méthodes ultrasonores qui sont basées sur des fronts d'onde de première arrivée qui ne sondent qu'une seule fois la perte d'épaisseur au cours de leur propagation.

En outre, cette méthode est très sensible dans la détection du stade précoce de la croissance du biofilm. En effet, une biomasse bactérienne de 5 log CFU/cm² semble suffisante pour déclencher une évolution significative du coefficient de décorrélation

Nos résultats montrent que cette technique a le potentiel d'effectuer la détection et la surveillance continues et en temps réel des biofilms dans les équipements scellés et opaques. Cette technique présente quelques limites qui peuvent être facilement résolues. Premièrement, elle ne permet qu'une surveillance locale de la formation du biofilm, c'est-à-dire une petite zone de surveillance de la surface en contact avec les aliments (un seul capteur a permis d'analyser une surface de 12cm²). L'utilisation de plusieurs capteurs judicieusement répartis pourrait permettre de résoudre ce problème. Deuxièmement, la technique est sensible aux changements de température, qui affectent les propriétés de la coda ultrasonore. Bien que cela ne soit pas un problème dans les applications où le contrôle thermostatique est assuré, cet aspect pourrait limiter l'extension du champ d'application dans les cas où la température est importante.

Ces travaux ont de plus permis au laboratoire de s'inscrire dans le projet Européen Interreg 2 Seas-SOCORRO [01/03/2020 au 30/09/2022], pour le suivi de corrosion dans des coupons d'acier en environnement salin, notre méthode a été utilisée comme marqueur d'endommagement révélant le taux de perte d'épaisseur dans un échantillon soumis à la corrosion. Ainsi, la perte d'épaisseur causée par la corrosion saline a pu être quantifiée par la CWI. Le facteur d'étirement de la coda corrigé en température est en effet en corrélation avec un paramètre de corrosion indépendant calculé à partir d'images de l'apparition de la corrosion sur l'échantillon.

Le prolongement de ces travaux dans un contexte européen est en cours d'étude. Je souhaite désormais m'impliquer dans ce projet puisque mon implication sur le plan administratif et collectif s'allège au fur et à mesure grâce à une connaissance approfondie des dossiers.

PERSPECTIVES

En préambule de ce paragraphe indiquant les perspectives de mes travaux, j'aimerais présenter l'évolution du contexte d'exercice au sein de notre Université.

Si la pluridisciplinarité était peu répandue dans les laboratoires au début de ma carrière de chercheur, elle est désormais facilitée et en particulier très encouragée au sein de notre université. En effet, depuis 2020, l'université a été refondée pour devenir l'Université Polytechnique Hauts de France. L'UPHF est également associée à la Fédération Universitaire Pluridisciplinaire de Lille dans le cadre de l'Alliance Universitaire Polytechnique et Pluridisciplinaire des Hauts-de-France depuis le 1 mars 2022. Dans ce contexte, une école doctorale Polytechnique a été créée dès 2020. L'École doctorale polytechnique des Hauts-de-France est une école doctorale innovante et structurante, à l'image de la stratégie de recherche du site. En phase avec la perspective polytechnique de l'UPHF et la pluridisciplinarité de la FUPL¹⁴, l'école doctorale est organisée en deux pôles scientifiques : Sciences et Technologies (ST) et Sociétés et Humanités (SH), appelés à s'irriguer mutuellement, créant ainsi de nouveaux espaces de savoirs qui s'inscrivent dans la continuité de la stratégie de recherche du site. Cette école doctorale délivre des diplômes de doctorat avec des mentions majeures et mineures.

Sur le plan International, l'Université a été membre fondateur de l'Alliance Européenne EUNICE depuis septembre 2020. EUNICE, constituée désormais de 10 partenaires, universités de taille identique à celle de l'UPHF est multicentrique, interculturelle, ouverte et centrée sur les personnes, liée à des questions sociétales et abordant les thèmes suivants : villes intelligentes, santé, environnement et énergie, transport et mobilité.

Dans ce cadre, notamment, l'Université Polytechnique Hauts-de-France a été lauréate, avec la Fédération Universitaire Pluridisciplinaire de Lille (FUPL) de l'appel à projet « ExcellenceS sous toutes ses formes » avec le projet EURO-TELL, déposé avec le soutien des partenaires de l'Université Européenne EUNICE.

Ce projet EURO-TELL, New EUROpean Experiential and Transition based Learning ModEL a pour objectif de développer une réponse globale pour agir de manière responsable et efficace sur des sujets de transition de notre société. Les partenaires du projet veulent en faire le cœur de leur stratégie d'excellence à travers leur enseignement, leur recherche et leur impact sur les dynamiques locales avec un ancrage européen.

L'excellence envisagée ici implique de former des apprenants qui sont les acteurs et les moteurs de la transition, ce qui signifie que l'enseignement doit être redéfini par la recherche pour développer de nouvelles compétences chez les individus, les équipes et les régions afin qu'ils puissent agir au cœur de la transition, de manière éthique et responsable. Dans ce projet, trois

¹⁴ Fédération Universitaire Pluridisciplinaire de Lille

Hubs ont été choisis ("Santé et soins du futur", "Ville, région et mobilité humainement intelligentes", "Industrie du futur pour un impact positif sur l'environnement et l'humanité"), chacun mobilisant des approches issues de la science et de la technologie.

C'est dans ce contexte très favorable à la pluridisciplinarité que j'évolue désormais, contexte au sein duquel je peux projeter des perspectives aux résultats extrêmement encourageants décrits dans ce mémoire, afin de poursuivre nos recherches autour de l'apport des techniques ultrasonores pour la caractérisation d'interface dans le domaine de la biologie et de l'agroalimentaire.

A l'échelle de l'Université, nous nous sommes rapprochés du laboratoire Céramaths récemment créé à l'UPHF, et plus spécifiquement du département Matériaux et Procédés afin d'envisager des perspectives sur les applications biologiques. Un des axes de recherche de ce laboratoire est en effet relatif aux matériaux pour la santé, à savoir les biocéramiques et les bio-verres, dont les applications cliniques concernent essentiellement la substitution osseuse.

Une partie des membres de cette équipe avait travaillé, dans le cadre de la Fédération de recherche des Biomatériaux, entre 2004 et 2006, dans le cadre de la Thèse de Ludovic Peyre autour de la mesure de l'adhérence de cellules osseuses sur hydroxyapatite en fonction de différents types de fonctionnalisation de surfaces (voir Chapitre 7).

Parmi les recherches visant l'amélioration de la bio-intégration des matériaux, la fonctionnalisation de surface reste un vrai challenge. Différentes approches sont développées afin de favoriser ce comportement :

1. Modifier la chimie de surface du matériau afin que celui-ci puisse stimuler les activités d'adhérence cellulaire ou assurer son auto-défense vis-à-vis d'une agressivité bactérienne potentielle du milieu ;
2. Rendre la céramique réactive par sa capacité d'accueillir, grâce à ses propriétés micro et macro-architecturales, différentes substances biologiquement actives (antibiotiques, phages...),
3. Stimuler la colonisation par les cellules ostéoblastiques et endothéliales du patient par le biais de biomolécules chimères greffées sur les matériaux.

L'évaluation de l'efficacité des propriétés biologiques spécifiques de ces matériaux fonctionnalisés (antibactériens, pro-ostéogéniques) doit être validée par différentes techniques. La majeure partie de ces évaluations ne peut se faire de manière dynamique et pour évaluer la dynamique de croissance cellulaire ou bactérienne ou de relargage d'antibiotique, il est nécessaire de multiplier les échantillons et de les sacrifier de manière périodique. Pour y parvenir, étant donnés les résultats obtenus sur la mesure de croissance de biofilm, la méthode d'interférométrie des ondes de coda pourrait apporter un nouvel éclairage sur l'évaluation physique de paramètres représentatifs de l'efficacité des propriétés de ces nouveaux matériaux, en complément des évaluations biologiques réalisées jusqu'alors. Disposer au sein de la même université de toutes les compétences et équipements nécessaires à ces développement conjoints, biologiques et ultrasonores, représente un atout précieux pour mener à bien ces recherches.

De même, les études de caractérisation de l'adhésion cellulaire sur différents types de biomatériaux pourraient être poursuivies à l'aune de nos avancées technologiques et de cette collaboration.

Plus spécifiquement, un travail commun autour de la lutte contre les biofilms homogènes et hétérogènes est envisagé. Plus précisément, il traitera de l'utilisation des biomatériaux en phagothérapie. La phagothérapie est une stratégie de lutte contre les infections bactériennes, jetée aux oubliettes avec la découverte des antibiotiques. La phagothérapie a une action rapide, quasi immédiate, dès que l'agent étiologique est identifié, les phages sont administrés sans effet néfaste sur la flore intestinale.

Actuellement, la phagothérapie n'est pas autorisée en pratique traditionnelle mais connaît un regain d'intérêt en vue de remplacer ou de compléter les antibiotiques dont l'utilisation intensive a engendré l'apparition de bactéries multi-résistantes. En France, sont décomptés 750 000 infections nosocomiales avec une prévalence estimée à 5,6% durant les hospitalisations. 158 000 d'entre elles sont causées par des bactéries multi-résistantes, ce qui complique considérablement le traitement curatif par les antibiotiques connus (Colomb-Cotinat, et al. 2017). Ces infections nosocomiales engendrent la formation de biofilms denses et complexes hétérogènes au sein du site infectieux et accolé, par exemple, aux prothèses. Ces biofilms sont très souvent constitués en grande partie de *S. aureus* mais également de multiples bacilles.

L'objectif est ici d'optimiser le dispositif matériaux/phage dans la lutte contre les biofilms homogènes et hétérogènes, à la fois en identifiant les conditions de relargage, le ciblage d'un couple phage/bactérie et l'adsorption du phage dans le biomatériau. Des résultats encourageants ont d'ores et déjà été publiés par l'équipe dédiée aux Matériaux pour la Santé du Céramaths (Ismail, et al. 2020), (Bouchart, et al. 2020), (Meurice, et al. 2012). Actuellement, la difficulté rencontrée dans l'étude de la formation des biofilms est leur suivi en temps réel. L'application de méthodes d'analyses non invasives, telle que notre méthode par interférométrie Coda serait optimale pour permettre d'obtenir une meilleure compréhension de la cinétique d'installation d'un biofilm mais également pour suivre son élimination par de nouveaux dispositifs : agents anti-infectieux/biomatériaux. Actuellement, au sein du laboratoire Céramaths, l'étude des biofilms est réalisée au contact de poudre phosphocalcique en dénombrant le nombre de bactéries fixées sur le polystyrène des microplaques de culture. Ces bactéries sont récupérées par écouvillonnage. Cette méthode implique une perte de cellules et entraîne également un arrêt du développement microbien (Figure 55).

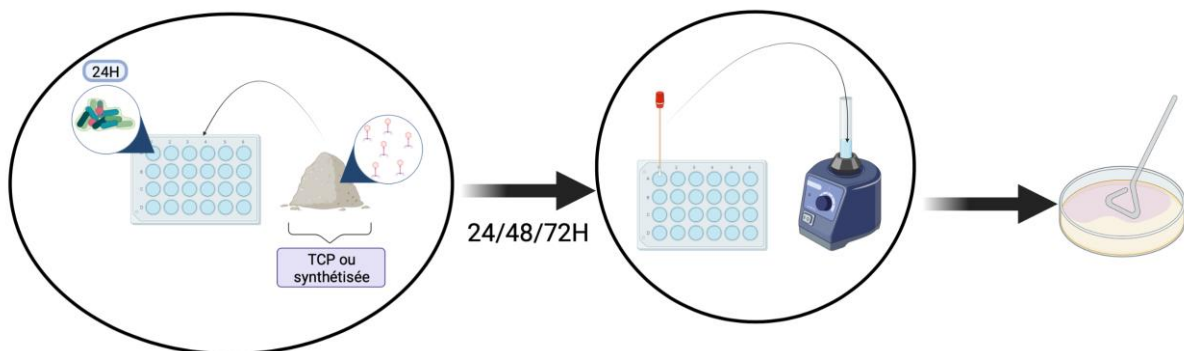


Figure 55 : Protocole d'analyse des biofilms

Nos études développées dans le cadre de l'axe 3, et plus particulièrement l'interférométrie à ondes Coda, ont démontré les possibilités de suivre en temps réel le dépôt d'encrassement sur surface solide. Ainsi, nous nous proposons de suivre l'encrassement du support solide avec installation de biofilm à *pseudomonas aeruginosa* puis son éradication avec des dispositifs de poudre céramique chargés en bactériophages pour estimer les meilleures conditions de nettoyage et de désinfection par traitement curatif à bactériophages et tout cela de manière non invasive. La bactérie *pseudomonas aeruginosa* est une bactérie non tolérée dans le secteur des industries laitières et peut provenir du lait cru lors de mammite à *pseudomonas*.

Ces travaux seront par conséquent très utiles dans la compréhension de la cinétique de destruction du biofilm par ces nouveaux dispositifs anti-infectieux. En corollaire, il faut noter qu'un dispositif de caractérisation et de détection de biofilms in situ permettra de limiter les quantités d'eau et de détergents relargués par les industries agroalimentaires.

Deux projets de recherche sont envisagés dans ce cadre :

- Etude par ondes Coda de la destruction d'un biofilm hétérogène mature par l'utilisation de poudre apatitique fonctionnalisée par un cocktail de bactériophages ;
- Etude du relargage des bactériophages d'un support TCP par technique ultrasonore en système microfluidique.

Ces projets s'inscrivent pleinement à la fois dans le Hub « Santé et soins du futur » et le Hub « Industrie du futur pour un impact positif sur l'environnement et l'humanité » du projet EURO-TELL précédemment cité.

CONCLUSION GENERALE

En conclusion de ce mémoire, je souhaite indiquer combien ces travaux de recherche ainsi que l'exercice de responsabilités quelque fois lourdes administratives et/ou pédagogiques sur de longues périodes ont forgé un savoir-faire dans la co-construction et la gestion de projets collectifs. L'ensemble de mon engagement s'appuie sur la mobilisation de l'intelligence collective afin de porter des projets d'établissement qu'ils soient administratifs, pédagogique ou de recherche.

Plus précisément, mes contributions scientifiques principales, s'appuient sur le développement de thèses, de projets et de collaborations nationales et internationales. Elles ont participé à une meilleure compréhension des défis et des solutions potentielles autour de l'analyse des interfaces par l'apport des techniques ultrasonores.

Je retire un certain nombre d'enseignements suite à ces trente années d'activités. En premier lieu, compte tenu de la nature pluridisciplinaire de mes recherches leurs réussites sont avant tout inhérentes à une démarche collaborative, avec les équipes au sein de mon laboratoire et ceux de l'UPHF, mais aussi, avec des collaborations construites sur le long terme avec des partenaires publics ou privés, régionaux, nationaux ou internationaux.

Mes travaux sont majoritairement pluridisciplinaires. Ces recherches à l'interface de la biologie m'ont intéressée dès l'obtention de ma maîtrise de physique et je souhaite continuer à les développer. Cela n'a pas été la voie la plus simple, leur reconnaissance étant particulièrement difficile. En effet, à l'aube des années 2000, il était assez complexe de faire reconnaître ce type de travaux dans les journaux ou congrès.

Je n'ai jamais souhaité renoncer malgré la complexité et la difficulté d'être reconnue dans ma section. En effet, j'ai toujours beaucoup apprécié l'ouverture et l'enrichissement des échanges avec les équipes de biologistes et de chimistes nécessaire à la bonne compréhension du problème d'une part et la bonne conduite des travaux expérimentaux d'autre part.

Ces travaux pluridisciplinaires m'ont aussi donné l'occasion d'élargir mon champ de compétences. Outre les compétences en électronique pour la réalisation des dispositifs, des compétences en acoustique pour la modélisation des propagations des ondes ultrasonores, ces travaux ont nécessité une formation conséquente en biologie, génie des procédés, physique des interfaces pour explorer de nouvelles pistes aux frontières de ces disciplines.

La rédaction de mon mémoire d'Habilitation à Diriger les Recherches constitue une étape personnelle qui m'a permis de faire un bilan et de prendre du recul par rapport à mes recherches afin de mieux appréhender les projets en cours et à venir, en qualité de Directrice de thèse, dans le cadre de l'école doctorale polytechnique Hauts-de-France, avec notamment des thèses en majeure électronique et mineure biologie, et de m'investir pleinement dans le grand projet structurant ExcellenceS qu'est EURO-TELL.

BIBLIOGRAPHIE

- Abdallah, M, et al. «Impact of growth temperature and surface type on the resistance of pseudomonas aeruginosa and staphylococcus aureus biofilms to disinfectants.» *Journal of Food Microbiology* 214 (2015): 38-47.
- Achdjan, H, E Moulin, F Benmeddour, J Assaad, L Dupont, et L Chehami. «Reverberation of flexural waves scattered by a local heterogeneity in a plate.» *J. Acoust. Soc. Am* 140, n° 1 (2016): 157-164.
- Achdjian, H, E Moulin, F Benmeddour, J Assaad, et L Chehami. «Source localisation in a reverberant plate using average coda properties and early signal strength.» *Acta Acust. United Acust.* 100, n° 5 (2014): 834-841.
- Aki, K. «Analysis of the seismic coda of local earthquakes as scattered waves.» *Journal of Geophysical Research*, 74 (1969): 615-631.
- Aki, K, et B Chouet. «Origin of coda waves : Source, attenuation, and scatter.» *Journal of Geophysical Research* 80, n° 23 (1975): 3322-3342.
- Anselme, K. «Osteoblast Adhesion on Biomaterials.» *Biomaterials* 7 (2000): 667-681.
- Attal, J., et C.F. Quate. «Investigation of some low ultrasonic absorption liquid.» *Acoust. Soc. Am.*, 59, n° 1 (1976): 69-73.
- Blake, T.D. «Slip between a liquid and a solid : D.M. Tolstoi's (1952) theory reconsidered.» *Colloids and surfaces*, 47 (1990): 135-145.
- Bongrand, P. *Handbook of Biological Physics*,. Vol. 1. Lipowsky, R., Sackman, E. (Eds.), 1995.
- Bouchart, F, O Vidal, J.M. Lacroix, S Chamary, A Brutel, et J.C. Hornez. «3D printed bioceramics for phage therapy against bone nosocomial infections.» *Materials Science and Engineering C, Materials for Biological Applications* 111 (2020): 110840.
- Bowen, W R, N Hilal, R W Lovitt, et C J Wright. «Direct measurement of the force of adhesion of a single biological cell using an atomic force microscope.» *Colloids Surf* 136 (1998): 231-234.
- Boxler, C, W Augustin, et S Scholl. «Cleaning of whey protein and milk salts soiled on dlc coated surfaces at high-temperature.» *J. Food Eng* 114 (2013): 29-38.
- Brekhovskikh, L M. "*Waves in Layered Media*". Academic Press, New York/London., 1960.
- Breslauer, D N, P J Lee, et L P Lee. «Microfluidis-based systems biology.» *Molecular Biosystems* 2, 2006: 97-112.
- Bridoux, E, B Nongaillard, J.M. Rouvaen, C Bruneel, G Thomin, et R Torguet. «Optimization of a transmission acoustic microscope.» *J. Appl. Phys.* 49 (1978): 574-579.
- Bridoux, E, B Nongaillard, J.M. Rouvean, C Bruneel, G Thomin, et R Torguet. «Optimization of a transmission acoustic microscope.» *J. Appl. Phys* 49 (1978): 574.
- Bringer, M R, C J Gerdts, H Song, J D Tice, et R F Ismagilov. «Microfluidic systems for Chemical kinetics that rely on chaotic mixing in droplets.» *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 362, 2004: 1087-1104.
- Callens, D, C Bruneel, et J Assaad. «Matching ultrasonic transducer using two matching layers.» *NDT & E International* 37 (2004): 591-596.
- Callens, D, F Lefebvre, Ph Pernod, et B Nongaillard. «Acoustical Characterization of bone marrow cell cultures.» *1997 IEEE Ultrasonics Symposium*. Toronto, 1997. 11051108.
- Carstensen, E.L., et H.P. Schwan. «Acoustic properties of hemoglobin solutions.» *J Acoust Soc Am* 31 (1959): 305-311.
- Carstensen, E.L., K Li, et H.P. Schwan. «Determination of the acoustic properties of blood and its components.» *J Acoust Soc Am* 25 (1953): 286-289.

- Chai, F, N Blanchemain, A Lefevre, et H F Hildebrand . «In vitro studies of the influence of precultural conditioning method on osteoblast reactions of new type of injectable calcium cement material.» *J Biomed Material Research*, 2005: 104-113.
- Chai, F, N Blanchemain, A Lefevre, et H F Hildebrand. «In vitro studies of the influence of precultural conditioning method on osteoblast reactions of new type of injectable calcium cement material.» *J.Biomed.Mater.Res.*, 2005.
- Chen , Bowei. «Detection of fouling factor by ultrasonic coda wave during contamination and cleaning of solid substrate.» Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, 2019.
- Chen, B, et al. «Detection of biofilm formation by ultrasonic Coda Wave Interferometry.» *Journal of Food Engineering* 290 (2021): 110219-1102225.
- Collier, Nicolas. «Développement d'un outil ultrasonore de caractérisation des propriétés d'adhésion de milieux modèles avec application aux dépôts laitiers.» Thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, 2014.
- Colomb-Cotinat, M, J Lacoste , B Coignard, S Vaux, C Brun-Buisson, et V Jarlier. «Morbidity and mortality of infections with multi-resistant bacteria in France in 2012 : Etude Burden-BMR.» *Zemes Rencontres de Santé Publique France*. Paris, 2017.
- Debavelaere-Callens D, Peyre L, Campistron P, Hildebrand H.F. «On the use of ultrasounds to quantify the longitudinal threshold force to detach osteoblastic cells from a conditioned glass substrate.» *Biomolecular Engineering* 24 (2007): 521-525.
- Décavé, E, D Garrivier, Y Brechet, F Bruckert, et B Fourcade. «Peeling process in living cell movement under shear flow.» *Phys. Rev. Lett* 89 (2002): 108101-1–108101-4.
- El-Ghannam, A, P Ducheyne, et J M Shapiro. «Effect of serum proteins on osteoblast adhesion to surface-modified bioactive glass and hydroxyapatite.» *J Orthop.Res* 3 (1999): 340-345.
- Ellis, J.S., G Mc Hale, G Hayward, et M Thompson. «Contact angle-based predictive model for slip at the solid–liquid interface of a transverse-shear mode acoustic wave device.» 94, n° 9 (2003): 6201-6207.
- Fryer, P J, et al. «A statistical model for fouling of a plate heat exchanger by whey protein solution at UHT conditions.» *Food Bioprod. Process* 74, n° 4 (1996): 189-199.
- Gao, J., et al. «Lab-on-Chip for high frequency acoustic characterization.» *Sensors and Actuators B: Chemical* 177 (2013): 753-760.
- Garrivier, D, E Décavé, Y Brechet, F Bruckert, et B Fourcade. «Peeling model for cell detachment.» *Eur Phys J E* 8 (2002): 79-97.
- Guérin, R, G Ronse, L Bouvier, P Debreyne, et G Delaplace. «Structure and rate of growth of whey protein deposit from in situ electrical conductivity during fouling in a plate heat exchanger.» *Chem. Eng. Sci.* 62 (2007): 1948-1957.
- Hamze, H, M Jimenez, G Ronse, G Delaplace, M Traisnel, et A Allion. «Mise en évidence de la compétition entre les effets de la rugosité et de l'énergie de surface dans les phénomènes d'encrassement de conduites en acier inoxydable.» *XVIIème Congrès de la Société Française de Génie des Procédés*. 2011.
- Hong, J, J B Edel, et J A de Mello. «Micro and nanofluidic systems for high-throughput biological screening.» *Drug Discovery Today* 4, 2009: 134-146.
- Ismail, R, N Dorighello Carareto, J.C. Hornez, et F Bouchart. «A Localized Phage-Based Antimicrobial System : Effect of Alginate on Phage Desorption form B-TCP Ceramic Bone Substitutes.» *Antibiotics* 9 (2020): 560.
- Jimenez, M, H Hamze, A Allion, G Ronse, G Delaplace, et M Traisnel. «Antifouling stainless steel surface : Competition between roughness and surface energy.» *Materials Science Forum* 706-709 (2012): 2523-2528.
- Khuri-Yacub, B T. «Scanning acoustic microscopy.» *Ultrasonics* 31 (5) (1993): 361-372.
- Kirpatrick, C J, K Peters, M I Hermanns, F Bittinger, V Krump-Konvalinkova, et S Fuchs. «In vitro methodologies to evaluate biocompatibility: status quo and perspectives.» *ITBM RBM* 3 (2005): 192-199.

- Lefebvre, F, M Toubal, E Radziszewski, Y Deblock, et B Nongaillard. «Counting biological cells with high frequency focused ultrasounds.» *Acoustical Imaging* (Springer US) 20 (1993): 535-541.
- Lemons, R A, et C F Quate. «Acoustic microscopy-scanning vesrsion.» *Appl Phys Lett* 24 (4) (1974): 163-165.
- Li, S. «Optimisation technologique d'un laboratoire sur puce intégrant des fonctions acoustiques hautes fréquences : premières applications à l'actionnement en canal microfluidique.» Thèse de Doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, 2016.
- Li, Sizhe, et al. «High Frequency Acoustic On-Chip Integration for Particle Characterization and Manipulation in Microfluidics.» *Applied Physics Letters* 111 (2017): 163503.
- Merheb, B, G Nassar, B Nongaillard, G Delaplace, et J.C. Leuliet. «Design and performance of a low-frequency non-intrusive acoustic technique for monitoring fouling in plate heat exchangers.» *J. Food Eng.* 82 (2007): 518-527.
- Meurice, E, M Rguitti, A Brutel, J.C. Hornez , et F Bouchart. «New antibacterial microporous CaP materials loaded with phages for prophylactic tretment in bone surgery.» *Journal of Materials Science : Materials in Medecine* 23, n° 10 (2012): 2445-2452.
- Missirlis, Y F, et A D Spiliotis. «Assessment of techniques used in calculating cell–material interactions.» *Biomol Eng* 19 (2002): 287-294.
- Muralt, P. «Recent progress in materials issues for piezoelectric MEMS.» *Journal of the American Ceramiv Society* 91, n° 5 (2008): 1385-1396.
- Myrdycz, A, F Lefebvre, M Ouaftouh, F Monchau, D Callens, et H.F Hildebrand. «Potentialities of Ultrasounds for the Nondestructive Evaluation of cell adhesion.» *Bone* 25 (1999): 75S-79S.
- Ndieguene, Assane. «Contribution au développement de microcomposants pour la caracterisation ultrasonore en canal microfluidique sur silicium: modelisation de la propagation.» Thèse de Doctorat, Universite de Valenciennes et du Hainaut Cambresis,, 2011.
- Nongaillard, B, J.M. Rouvaen, E Bridoux, R Torguet, et C Bruneel. «Visualisation of thick specimens using a reflection acoustic microscope.» *Journal of Applied Physics* 50, n° 3 (1979): 1245-1249.
- O'Brien, W.D., et F Dunn. «Ultrasonic absorption mechanisms in aqueous solutions of bovine hemoglobin.» *J Phys Chem* 76 (1972): 528–533.
- Ouaftouh, M, W J Xu, M Ourak, et B Nongaillard. «Evaluation de l'adhérencepar ultrasons haute fréquence.» *Journal de physique IV*, 1992: 835-838.
- Özgür, U, et al. «A comprehensive review of ZnO materials and devices.,» *Journal of Applied Physics* 98, n° 4 (2005): 041301–041301–103.
- Park, J K, et D H Lee. «Bioartificial Liver Systems: Current Status and Future Perspectives.» 4 (2005): 311-319.
- Payan, C, V Garnier, J Moysan, et P.A. Johnson. «Determination of third order elastic constants in a complax solid applying Coda Wave Interferometry.» *Appl. Phys. Lett* 94, n° 1 (2009): 011904.
- Pearnton, S.J., D.P. Norton, K.Y. Ip, W Heo, et T Steiner. «Recent progress in processing and properties of ZnO.» *Progress in Materials Science* 50, n° 3 (2005): 293-340.
- Pereira, A, R Rosmaninho, J Mendes, et L.F. Melo. «Monitoring deposit build-up using a novel mechatronic surface sensor (MSS).» *Food and Bioproducts Processing* 84 (2006): 366-370.
- Petit, J, A-L Herbig, A Moreau, et G Delaplace. «Influence of calcium on β -lactoglobulin denaturation kinetics : Implications in unfolding and aggregation mechanisms.» *J. Dairy Sci* 94 (2011): 5794–5810.
- Peyre, L. «Contribution au développement d'une méthode quantitative de détachement de cellules adhérentes par ultrasons: application à la caractérisation de l'adhésion cellulaire sur biomatériaux.» Thèse de doctorat, 2006.
- Pierres, A, A.M. Benoliel, et P Bongrand. «Les molécules d'adhésion en cancérologie.» *Revue de médecine interne*, 1999: 1099-1113.
- Poupinet, G, W.L. Ellsworth, et J Fréchet. «Monitoring velocity variations in the crust using earthquake doublets : an application to the Calaveras fault, California.» *Journal of Geophysical Research* 89 (1984): 5719–5731.

- Sato, K, K Mawatari, et T Kitamori. «Microchip-based cell analysis and clinical diagnosis system.» *Lab on a chip* 8, 2008: 1992-1998.
- Schreier, P.J.R, C Green, A.M. Pritchard, et P.J. Fryer. «Heat exchanger fouling by whey protein solutions.» *Fouling and Cleaning in Food Processing Congress*, Cambridge, 1994.
- Snieder, R. «Extracting the Green's function from the correlation of coda waves : a derivation based on stationary phase.» *Phys Rev E* 69, n° 4 (2004): 046610.
- Snieder, R, A Grêt, H Douma, et J Scales. «Coda wave interferometry for estimating nonlinear behavior in seismic velocity.» *Science* 295, n° 5563 (2002): 2253–2255.
- Sudo, H, H A Kodama, Y Amagai, S Yamamoto, et S Kasai. «In vitro differentiation and calcification in a new clonal osteogenic cell line derived from newborn mouse calvaria.» *The Journal of Cell Biology*, 1 (1983): 191-198.
- Takeuchi, M, H Yamada, Y Yoshino, T Makino, et S Arai. «Effective electromechanical coupling coefficient (k_{t2}) for fundamental mode of thickness extensional mode thin film bulk acoustic wave resonator fabricated by ZnO thin film.» *Vacuum* 66, n° 34 (2002): 463-466.
- Thoumine, O, A Ott, O Cardoso, et J J Meister. «Microplates: a new tool for manipulation and mechanical perturbation of individual cells.» *J. Biochem Biophys. Methods* 39 (1999): 47-62.
- Thoumine, O., et A. Ott. «Comparison of the mechanical properties of normal and transformed fibroblasts.» *Biorheology* 4, n° 5 (1997): 309-326.
- Toubal, M, E Radziszewski, M Asmani, M Ourak, et B Nongailard. «Caractérisation du sang par ultrasons hautes fréquences.» Édité par J. Phys. IV France. *Deuxième Congrès Français d'Acoustique*. EDP Sciences, 1992. C1-771- C1-774.
- Treeby, B.E., E.Z. Zhang, A.S. Thomas, et B.T. Cox. «Measurement of the Ultrasound attenuation and dispersion in whole human blood and its component from 0-70 MHz.» *Ultrasound in Medicine & Biology* 37, n° 2 (2011): 289-300.
- Van Asselt, A J, M M Vissers, F Smit, et P De Jong. «In line Control of fouling proceedings of heat exchanger fouling and cleaning-challenges and opportunities.» *Engineering Conferences International*, June 2005.
- Walhausser, E, M A Hussein, et T Becker. «Detection methods of fouling in heat exchangers in the food industry.» *Food Control*, n° 27 (2012): 1-10.
- Wang, S, et al. «SU-8 Based Nanocomposites for Acoustical Matching Layer.» *IEEE Trans. Ultras. Ferroelectr. Freq. Control* 56, n° 7 (2009): 1483-1489.
- Wang, S., et al. «Controlling the transmission of ultrahigh frequency bulk acoustic waves in silicon by 45° mirrors.» *Ultrasonics* 51 (2011): 532-538.
- Weibel, D B, et G M Whitesides. «Applications of microfluidics in chemical biology.» *Current Opinion in Chemical Biology* 10, 2006: 584-591.
- Yamada, K, H Shimizu, et M Minakata. «Planer structure focusing lens for operation at 200 MHz and its application to the reflection-mode acoustic microscope.» *IEEE Trans Ultrason Symp*, 1986: 745-748.
- Yamamoto, A, S Mishima, N Maruyama, et M Sumita. «A new technique for direct measurement of the shear force necessary to detach a cell from a material.» *Biomaterials* 19 (1998): 871-879.
- Yoon, J, et D.B. Lund. «Comparison of two operating methods of a plate heat exchanger under constant heat flux condition and their effect on the temperature profile during milk fouling.» *J. Food Proc. Eng* 17, n° 3 (1994): 243-261.
- Zhu, C. «Kinetics and mechanics of cell adhesion.» *Journal of Biomechanics*, 2000: 23-33.

ANNEXES

ANNEXE 1 : PRODUCTION SCIENTIFIQUE

Revue internationale (RICL)

J'ai à mon actif 16 publications dans des revues internationales à comité de lecture (RI) :

- RI1. BOWEI CHEN, Marwan Abdallah, Pierre Campistron, Emmanuel Moulin, Dorothee Debavelaere-Callens, Simon Khelissa, Pascal Debreyne, Nour-Eddine Chihib, and Guillaume Delaplace. Detection of biofilm formation by ultrasonic Coda Wave Interferometry. *Journal of Food Engineering*, 290:110219, February 2021. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2020.110219.
- RI2. BOWEI CHEN, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Emmanuel Moulin, Guillaume Delaplace, and Pascal Debreyne. Monitoring cleaning cycles of fouled ducts using ultrasonic coda wave interferometry (CWI). *Ultrasonics*, 96:253-260, 2019. doi: 10.1016/j.ultras.2018.12.011.
- RI3. KARL HOURANY, Farouk Benmeddour, Emmanuel Moulin, Jamal Assaad, Dorothee Debavelaere-Callens, and Y. Zaatar. Exploitation of the ambient noise for the structural health monitoring of bars and tubes. *Analog Integrated Circuits and Signal Processing*, 96(2):293-302, 2018. doi:10.1007/s10470-018-1195-4..
- RI4. Nicolas Collier, Pascal Debreyne, Guillaume Delaplace, Chen BOWEI, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, and Bertrand Nongaillard. Contribution of the shear wave ultrasonic reflectometry to the stickiness measurements. *Ultrasonics*, 89:187-194, 2018. doi: 10.1016/j.ultras.2018.05.001..
- RI5. Dany Ishac, Antoine Abche, Elie Karam, Georges Nassar, Dorothee Debavelaere-Callens. Speaker Identification Based On Vocal Cords Vibrations signal : Effect Of The Window. *International journal of digital information and wireless communications (IJDIWC)*, Hong Kong : Society of Digital Information and Wireless Communications, 2018, 8 (1), pp.58-62. {doi : 10.17781/P002406}
- RI6. Sizhe Li, Julien Carlier, Malika Toubal, Huiqin Liu, Pierre Campistron, Dorothee Callens, Georges Nassar, Bertrand Nongaillard, and Shishang Guo. High Frequency Acoustic On-Chip Integration for Particle Characterization and Manipulation in Microfluidics. *Applied Physics Letters*, 111:163503, 2017. doi: 10.1063/1.5003414..
- RI7. Nicolas Collier, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Bertrand Nongaillard, Maude Jimenez, Ghassan Alogaili, Pascal Debreyne, and Guillaume Delaplace. Ultrasonic Adhesion Measurement of Whey Protein Fouling. *Heat Transfer Engineering*, 36(7-8):771-779, 2015. doi:10.1080/01457632.2015.954963.
- RI8. J. Gao, Julien Carlier, S.X. Wang, Pierre Campistron, Dorothee Debavelaere-Callens, S.H. GUO, X.Z. Zhao, and Bertrand Nongaillard. Lab-on-a-chip for high frequency acoustic characterization. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 177:753-760, 2013. doi: 10.1016/j.snb.2012.11.037.
- RI9. S. Wang, J. Gao, Julien Carlier, Pierre Campistron, Assane Ndieguene, S. Guo, Olivier Bou Matar, Dorothee Debavelaere-Callens, and Bertrand Nongaillard. Controlling the transmission of ultra-high frequency bulk acoustic waves in silicon by 45° mirrors. *Ultrasonics*, 51:532-538, 2011a. doi:10.1016/j.ultras.2011.01.003..
- RI10. S. Wang, Julien Carlier, Pierre Campistron, Wei-Jiang Xu, Dorothee Debavelaere-Callens, Bertrand Nongaillard, Assane Ndieguene, and X. Zhao. A 45° silicon mirror for acoustic propagation parallel to the plane of the substrate. *Journal of Physics: Conference Series*, 269:012009{1-10, 2011b. doi:10.1088/1742-6596/269/1/012009.
- RI11. S. Wang, Pierre Campistron, Julien Carlier, Dorothee Debavelaere-Callens, Bertrand Nongaillard, Assane Ndieguene, Georges Nassar, Caroline Soyer, and X. Zhao. SU-8-based nanocomposites for

- acoustical matching layer. IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, 56:1483-1489, 2009. doi: 10.1109/TUFFC.2009.1204
- RI12. Assane Ndieguene, Pierre Campistron, Julien Carlier, S. Wang, Dorothee Debavelaere-Callens, and Bertrand Nongaillard. SU-8 photoresist and SU-8 based nanocomposites for broadband acoustical matching at 1 GHz. Journal of Physics: Conference Series, 195:012005{1-8}, 2009. doi: 10.1088/1742-6596/195/1/012005.
- RI13. Dorothee Debavelaere-Callens, L. Peyre, Pierre Campistron, and H.F. Hildebrand. On the use of ultrasounds to quantify the longitudinal threshold force to detach osteoblastic cells from a conditioned glass substrate. Biomolecular Engineering, 24:521-525, 2007. doi: 10.1016/j.bioeng.2007.08.016.
- RI14. Dorothee Debavelaere-Callens, C. Bruneel, and Jamal Assaad. Matching ultrasonic transducer using two matching layers where one of them is glue. NDTE International, 37:591-596, 2004.
- RI15. A. Myrdycz, Dorothee Debavelaere-Callens, K. Kot, F. Monchau, E. Radiszewski, A. Lefebvre, and F. Hildebrand. Cells under stress : a non destructive evaluation of adhesion by ultrasounds. Biomolecular Engineering, 19:219-225, 2002.
- RI16. Myrdycz A., Lefebvre F., Ouaftouh M., Monchau F., Callens D., Hildebrand HF. Potentialities of Ultrasounds for the Nondestructive Evaluation of Cell Adhesion, Bone, 25, pp75S-79S, 1999

Conférences Internationales (CICL)

J'ai à mon actif 28 conférences internationales :

- CI1. Guillaume Delaplace, Pierre Campistron, Marwan Abdallah, A. Boutignon, T. Danel, et al.. Ultrasonic coda wave interferometry (CWI) for detecting a change at interface of a solid surface - Applications for monitoring fouling, biofilm growth, cleaning and corrosion. Heat Exchanger Fouling and Cleaning XIV, Jun 2022, Wagrain, Austria. (hal-03866991)
- CI2. Bowei Chen, Pascal Debreyne, Marwan Abdallah, Nour-Eddine Chihib, Simon Khelissa, Dorothee Callens, Pierre Campistron, Guillaume Delaplace, and Emmanuel Moulin. Detection of attachment/detachment of deposits on solid substrate by coda waves interometry. In Fouling and Cleaning in Food Processing 2018, Lund, Sweden, April 2018b.
- CI3. Ishak D., Abche A., Matta S., Karam E., Nassar G., Callens D. Detection of the vocal cords' vibrations: effect of the transducer's position Proceedings of 2018 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference, I2MTC 2018, Houston, TX, USA, may 14-17, 2018, 6 pages, ISBN 978-1-5386-2223-0 ; e-ISBN 978-1-5386-2222-3 doi: 10.1109/I2MTC.2018.8409742
- CI4. Karl Hourany, Y. Zaatar, Farouk Benmeddour, Emmanuel Moulin, Dorothee Debavelaere-Callens and Jamal Assaad. Acoustic source localization based on the similarity rate between frequency-time images. In 1st International Conference on Sensors, Networks, Smart and Emerging Technologies (SENSET), Beirut, Lebanon, September 2017a. IEEE.
- CI5. Karl Hourany, Y. Zaatar, Farouk Benmeddour, Emmanuel Moulin, Dorothee Debavelaere-Callens, and Jamal Assaad. The influence of the presence of a defect in a structure on the cross-correlation, application to the tubular structure. In 1st International Conference on Sensors, Networks, Smart and Emerging Technologies (SENSET), Beirut, Lebanon, September 2017b. IEEE.
- CI6. Dany Ishac, Antoine Abche, Elie Karam, Georges Nassar, and Dorothee Debavelaere-Callens. A text-dependent speaker-recognition system. In IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), Proceedings of 2017 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference, IEEE I2MTC 2017, pages 147{152, Torino, Italy, May 2017. IEEE.
- CI7. Julien Carlier, Malika Toubal, Sizhe Li, Pierre Campistron, Dorothee Debavelaere-Callens, Vincent Thomy, Vincent Senez, and Bertrand Nongaillard. High Frequency Acoustic Reflectometry for Solid/Liquid Interface Characterization: Application to Droplet Evaporation. In NF Declercq, editor,

- Proceedings of the 2015 ICU International Congress on Ultrasonics, Georgia Tech Lorraine, France, May 2015. ELSEVIER SCIENCE BV. doi:10.1016/j.phpro.2015.08.285.
- CI8. Sizhe Li, Julien Carlier, Fabrice Lefebvre, Pierre Campistron, Dorothee Debavelaere-Callens, Georges Nassar, and Bertrand Nongaillard. Optimization of high frequency 45 degrees acoustic mirrors for lab on chip applications. In NF Declercq, editor, Proceedings of the 2015 ICU International Congress on Ultrasonics, volume 70 of Phys. Procedia, pages 918-922, Metz, France, May 2015. ELSEVIER SCIENCE BV. doi: 10.1016/j.phpro.2015.08.190.
- CI9. S.Z. Li, S. Lamant, Julien Carlier, Pierre Campistron, Malika Toubal, et al. Acoustic sensors for high sensitivity wetting characterization. Symposium on Piezoelectric Micro and Nano Structures and their Applications, Sep 2014, Blois, France. {hal-04086633}
- CI10. Nicolas Collier, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Bertrand Nongaillard, Maude Jimenez et al. Ultrasonic Adhesion Measurement of Whey Protein Fouling 10th International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning, Jun 2013, Budapest, Hungary. pp. 771 - 779, {10.1080/01457632.2015.954963} Communication dans un congrès hal-03657940v1
- CI11. Nicolas Collier, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Julien Carlier, Bertrand Nongaillard, and Guillaume Delaplace. Analysis of ultrasonic reflection coefficient: application to adhesion measurement at solid/fluid or solid/solid interfaces. In IEEE International Ultrasonics Symposium, IUS2013, Prague, Czech Republic, 2013.
- CI12. Pierre Campistron and Dorothee Debavelaere-Callens. Causality and phase sheet ambiguity in ultrasonic spectrometry. In 6th International Symposium on Signal, Image, Video and Communications, ISIVC 2012, pages paper ID 74, 259-262, Valenciennes, France, 2012.
- CI13. Nicolas Collier, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Julien Carlier, Bertrand Nongaillard and Guillaume Delaplace. Analysis of ultrasonic reflection coefficient : application to adhesion measurement at solid/liquid interface. In 6th International Symposium on Signal, Image, Video and Communications, ISIVC 2012, Valenciennes, France, 2012.
- CI14. Julien Carlier, Pierre Campistron, Dorothee Debavelaere-Callens, Caroline Soyer, Bertrand Nongaillard, S. Wang, and X. Zhao. Acoustical properties characterization of a composite made of SU-8 and nanoparticules for BioMEMS application. In Second ASA-EAA Joint Conference, ACOUSTICS'08, pages 4979{4983, Paris, France, 2008. . doi: 10.1121/1.2934923.
- CI15. S.X. Wang, Julien Carlier, Assane Ndieguene, Pierre Campistron, Dorothee Debavelaere-Callens, Bertrand Nongaillard, and X.Z. Zhao. Stiffness controlled SU8-based nanocomposites : application for 1 GHz matching layer conception. In IEEE International Ultrasonics Symposium, 2008 IEEE IUS, pages 678{681, Beijing, China, 2008. . doi: 10.1109/ULTSYM.2008.0163.
- CI16. Ludovic Peyre, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, and H.F. Hildebrand. On the use of ultrasounds to quantify cellular adhesion on biomaterials. In 2007 International Congress on Ultrasonics, ICU 2007, page 69, Austria, 2007. Vienna University of Technology, Austria. doi:10.3728/ICUltrasonics.2007.Vienna.1671 debavelaere-callens.
- CI17. Pierre Campistron, Malika Toubal, Fabrice Lefebvre, Julien Carlier, Dorothee Debavelaere-Callens, Bertrand Nongaillard, and Y. Dubois. High frequency ultrasonic spectrometry of viscoelastic liquids. In International Congress on Ultrasonics, ICU 2007, pages paper ID 1683, session R25, Vienne, Austria, 2007a. Vienna University of Technology. doi: 10.3728/ICUltrasonics.2007.Vienna.1683 campistron.
- CI18. Pierre Campistron, Julien Carlier, Malika Toubal, and Dorothee Debavelaere-Callens. Estimation of attenuation parameters of ultrasound propagation in lossy media obeying a frequency power law. In 6th Anglo-French Physical Acoustics Conference, AFPAC'07, Frejus, France, 2007b.
- CI19. L. Peyre, Dorothee Debavelaere-Callens, A. Lefebvre, and H.F. Hildebrand. Quantification of the longitudinal force necessary to detach osteoblastic cells from a glass substrate using ultrasounds. In European Materials Research Society Fall Meeting, Symposium on Surface Functionalization and Activation of Biomaterials, pages 221-222, Poland, 2006a. European Materials Research Society.
- CI20. L. Peyre, Dorothee Debavelaere-Callens, A. Lefebvre, Edouard Radziszewski, H.F. Hildebrand, and Jean-Jacques Fabre. How to use ultrasounds to quantify cellular adhesion on biomaterials. In Anglo-French Physical Acoustics Conference, AFPAC'06, Wye, United Kingdom, 2006b.

- CI21. L. Peyre, Dorothee Debavelaere-Callens, A. Lefebvre, E. Radiszewski, H.F. Hildebrand, and Jean-Jacques Fabre. Frequency effect on the cell detachment by ultrasound. In Joint 7th CFA Congress and 30th DAGA Congress, CFA/DAGA 2004, pages 285-287, France, 2004. Société Française d'Acoustique, Paris, France.
- CI22. Dorothee Debavelaere-Callens, C. Bruneel, and Jamal Assaad. Matching of ultrasonic transducer: interest of the glue layer. page 2408. Acoustical Society of America, NY, USA, 2002.
- CI23. A. Myrdycz, Dorothee Debavelaere-Callens, K. Kot, F. Monchau, E. Radiszewski, A. Lefebvre, and F. Hildebrand. Non destructive evaluation of cell adhesion by ultrasounds. pages GIV.2. European Material Research Society, Strasbourg, France, 2001.
- CI24. D. Callens, F. Lefebvre, P. Pernod, B. Nongaillard Non destructive evaluation of osteoprogenitor cell cultures using high frequency acoustical imaging and image processing , 23rd International Symposium on Acoustical Imaging, BOSTON, April, 13-16, 1997. Acoustical Imaging, vol 23, pp 151-156, 1997.
- CI25. D. Callens, F. Lefebvre, Ph. Pernod, B. Nongaillard Acoustical characterization of bone marrow cell cultures 1997 IEEE Ultrasonics Symposium TORONTO, Proceedings 1997 IEEE Ultrasonics Symposium, pp 1105-1108, 1997
- CI26. D. Callens, F. Lefebvre, Ph. Pernod, B. Nongaillard, Acoustical evaluation of bone marrow osteogenic capacity World Congress on Medical Physics and Biomedical Engineering, Nice, 14-19 septembre 97, Abstracts books, p.387, 1997.
- CI27. F. Lefebvre, D. Callens, Ph. Pernod, B. Nongaillard
Quantitative acoustical images analysis of bone marrow cultures , World Congress on Medical Physics and Biomedical Engineering, Nice, 14-19 septembre 97, Abstracts books, p.728,
- CI28. D. Callens, Ph. Pernod, F. Lefebvre, B. Nongaillard, Ph. Hernigou Ultrasonic characterization of osteoblastic cell cultures Forum Acusticum, Antwerpen, 1-4 April 1996, Acta Acustica, Vol 82, suppl 1, p S241, 1996

Brevets

- B1. Dispositif et procédé pour étudier une zone d'étude par onde acoustique
B. Nongaillard, P. Campistron, J. Carlier, D. Callens, G. Nassar, F. Lefebvre, Brevet déposé par le CNRS et l'UVHC le 22 décembre 2008 sous le numéro FR2940450 (A1) 2010-06-25. Extensions à l'international et aux USA obtenues respectivement le 31 /08/11 et le 29/12/11.

Un brevet a été étendu à l'international en 2010, 2011 et 2014 sur le guidage d'ondes acoustiques par utilisation de miroirs. Brevet International PCT/SR2009/052546 ; publication number : WO2010/072944; EP 2361383 A1 ; US8720274 B2, 'Device And Method For Studying A Study Area By Means Of An Acoustic Wave', 2009-2014, CNRS / UVHC, Nongaillard B., Campistron P., Carlier J., Callens D., Nassar G. and Lefebvre F.

Autres productions

- Articles dans revues nationales à comité de lecture (RN) :
- RN1. Hernigou Ph., Pernod P., Callens D., Radiszewski E., Beaujean F., Progéniteurs de la moelle osseuse dans le traitement des pseudarthroses. Evaluations clinique in vivo, biologique et physicochimique in vitro ITBM 1995 vol:16, N°:Spécial : 194-200.
- RN2. Callens D., Pernod P, Radiszewski E, Nongaillard B., Dauphin J.-Y, Hernigou P. Caractérisation des cultures de progéniteurs osseux par ultrasons haute fréquence. Evaluation de la technique échographique, ITBM, 1994, vol15 n°4, 391-402

- Conférences nationales avec actes et comité de lecture (CN) :

- CN1. Bowei Chen, Pascal Debreyne, Marwan Abdallah, Nour-Eddine Chihib, Simon Khelissa, Dorothee Callens, Pierre Campistron, Guillaume Delaplace, and Emmanuel Moulin. Detection de formation/élimination de dépôt sur un substrat solide par interférométrie de coda ultrasonore (CWI). In 14e Congrès Français d'Acoustique (CFA'18), Actes du 14e Congrès Français d'Acoustique (CFA'18), Le Havre, France, April 2018a. Laboratoire Ondes et Milieux Complexes (UMR 6294).
- CN2. J. Gao, Julien Carlier, S. Wang, Pierre Campistron, Dorothee Debavelaere-Callens, S. Guo, X. Zhao, and Bertrand Nongaillard. Integration of high frequency piezoelectric transducer for lab-on-chip. In Société Française d'Acoustique, editor, Acoustics 2012, pages paper 000480, 3323-3328, Nantes, France, April 2012.
- CN3. N. Collier, N. Saad, Pierre Campistron, Dorothee Debavelaere-Callens, Julien Carlier, Guillaume Delaplace, and Bertrand Nongaillard. Caractérisation par ondes ultrasonores d'interfaces (défaut d'adhérence et/ou propriétés de surface liquide/substrat). In XIII^{eme} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés, SFGP 2011, Lille, France, 2011.
- CN4. Assane Ndieguene, Shengxiang Wang, Julien Carlier, Pierre Campistron, Wei-Jiang Xu, Dorothee Debavelaere-Callens, Bertrand Nongaillard, and Xingzhong Zhao. Conception d'un microsystème acoustique permettant la caractérisation ultrasonore haute fréquence en transmission. In Société Française d'Acoustique SFA, editor, 10^{eme} Congrès Français d'Acoustique, Lyon, France, April 2010a.
- CN5. Dorothee Debavelaere-Callens, Julien Carlier, Pierre Campistron, Bertrand Nongaillard, J. Lyskawa, P. Woisel, F. Chai, and H.F. Hildebrand. Microsystème de caractérisation acoustique de l'adhésion cellulaire sur titane fonctionnalisé stimulant l'endothéliation. In Journée thématique FANSBAMed, Fonctionnalisation, Activation et Nanostructuration des Surfaces de Biomatériaux pour Applications Médicales, Lille, France, 2009.
- CN6. Dorothee Debavelaere-Callens and F. Hildebrand. Mise au point de dispositifs pour le contrôle par ultrasons et mécanique des fluides de l'adhésion et de la minéralisation d'ostéoblastes sur biomatériaux implantables. In Colloque Technologies pour la Santé, Paris, France, 2002.
- CN7. Fabrice Lefebvre, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, and Jean-Jacques Fabre. Apport des techniques ultrasonores à la caractérisation du tissu osseux. In Journée de la Fédération des Biomatériaux, Valenciennes, France, 2001.

- Mémoires(M)

- M1. D. Callens, Mémoire de DEA, Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, Laboratoire IEMN, Juillet 1993.
- M2. D. Callens, « Caractérisation de Progéniteurs Osseux en Culture. Développement d'une technique Ultrasonore d'Analyse Dynamique », thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, Laboratoire IEMN, décembre 1996.

- Séminaires(S)

- S1. Caractérisation des changements d'état d'un milieu agroalimentaire par mesures de décorrélation de coda ultrasonore
Chen B., Moulin E., Campistron P., Callens D.
8^{ème} Edition Franco-Belge du Mardi des Chercheurs, MdC 2017, Mons, Belgique, 7 mars, 2017
- S2. Le bruit dans tous ses états
Callens-Debavelaere D., Gallo Y., Moulin E.
13^{ème} Semaine du Son, Valenciennes, France, 2 février, 2016

- S3. High frequency piezoelectric transducer integration on silicon for lab-on-chip application
Gao J., Carlier J., Wang S., Campistron P., Ndieguene A., Guo S., Callens-Debavelaere D., Nongaillard B.
3rd Franco-Chinese Workshop on Functional Materials and Applications,
Valenciennes, France, december 5-6, 2011
- S4. BioMAEMS HF pour la caractérisation de fluides et de cellules
Campistron P., Carlier J., Callens-Debavelaere D., Nongaillard B.
Université Pierre et Marie Curie, Paris, France, 27 juin, 2008

ANNEXE 2 : PARTICIPATION A DES JOURNEES RECHERCHE

- Participation à la Journée des Chercheurs « Mardi des Chercheurs : Caractérisation des changements d'état d'un milieu agroalimentaire par mesures de décorrélation de coda ultrasonore
Chen B., Moulin E., Campistron P., Callens D.
8ème Edition Franco-Belge du Mardi des Chercheurs, MdC 2017, Mons, Belgique, 7 mars, 2017
- Réalisation d'une conférence grand public lors de la semaine du son :
Le bruit dans tous ses états
Callens-Debavelaere D., Gallo Y., Moulin E.
13ème Semaine du Son, Valenciennes, France, 2 février, 2016
- Participation au 3rd Franco-Chinese Workshop on Functional Materials and Applications
High frequency piezoelectric transducer integration on silicon for lab-on-chip application Gao J., Carlier J., Wang S., Campistron P., Ndieguene A., Guo S., Callens-Debavelaere D., Nongaillard B. 3rd Franco-Chinese Workshop on Functional Materials and Applications, Valenciennes, France, december 5-6, 2011
- Participation à une journée d'étude sur l'apport des techniques ultrasonore à la biologie
BioMAEMS HF pour la caractérisation de fluides et de cellules
Campistron P., Carlier J., Callens-Debavelaere D., Nongaillard B.
Université Pierre et Marie Curie, Paris, France, 27 juin, 2008
- Participation au Colloque des porteurs de projet de l'Action Concertée Incitative :
Dorothee Debavelaere-Callens and F. Hildebrand. Mise au point de dispositifs pour le contrôle par ultrasons et mécanique des fluides de l'adhésion et de la minéralisation d'ostéoblastes sur biomatériaux implantables. Colloque Technologies pour la Santé, Hopital Georges Pompidou, Paris, France, juin 2002
- Participation aux journées de recherche de la Fédération des Biomateriaux du Nord Pas de Calais :
 - Dorothee Debavelaere-Callens, Julien Carlier, Pierre Campistron, Bertrand Nongaillard, J. Lyskawa, P. Woisel, F. Chai, and H.F. Hildebrand. Microsystème de caractérisation acoustique de l'adhésion cellulaire sur titane fonctionnalisé stimulant l'endothéliation. In Journée thématique FANSBAMed, Fonctionnalisation, Activation et Nanostructuration des Surfaces de Biomateriaux pour Applications Médicales, Lille, France, 2009.
 - Fabrice Lefebvre, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, and Jean-Jacques Fabre. Apport des techniques ultrasonores à la caractérisation du tissu osseux. In Journée de la Fédération des Biomateriaux, Valenciennes, France, 2001.

ANNEXE 3 : LISTE DES ENCADREMENTS

Doctorants :

Bowei CHEN (15/10/2015-10/07/2019)

Titre : Detection of fouling cleaning and fouling formation on solid substrate by ultrasonic coda wave.

Thèse de doctorat en Electronique, spécialité ultrasons. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis réalisée en collaboration avec l'INRAE.

Financement : 50 % Région 50% UPHF

Taux d'encadrement IEMN : **D.Callens 30%**, P. Campistron 40% et E. Moulin 30%

Devenir du docteur : Enseignant chercheur dans son université d'origine en Chine

Production scientifique associée à cette thèse :

- Bowei Chen, Marwan Abdallah, Pierre Campistron, Emmanuel Moulin, Dorothee Debavelaere-Callens, Simon Khelissa, Pascal Debreyne, Nour-Eddine Chihib, and Guillaume Delaplace. Detection of biofilm formation by ultrasonic Coda Wave Interferometry. Journal of Food Engineering, 290:110219, February 2021. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2020.110219.
- Bowei Chen, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Emmanuel Moulin, Guillaume Delaplace, and Pascal Debreyne. Monitoring cleaning cycles of fouled ducts using ultrasonic coda wave interferometry (CWI). Ultrasonics, 96:253-260, 2019. doi: 10.1016/j.ultras.2018.12.011.
- Guillaume Delaplace, Pierre Campistron, Marwan Abdallah, A. Boutignon, T. Danel, et al.. Ultrasonic coda wave interferometry (CWI) for detecting a change at interface of a solid surface - Applications for monitoring fouling, biofilm growth, cleaning and corrosion. Heat Exchanger Fouling and Cleaning XIV, Jun 2022, Wagrain, Austria. {hal-03866991}
- Bowei Chen, Pascal Debreyne, Marwan Abdallah, Nour-Eddine Chihib, Simon Khelissa, Dorothee Callens, Pierre Campistron, Guillaume Delaplace, and Emmanuel Moulin. Detection of attachment/detachment of deposits on solid substrate by coda waves interometry. In Fouling and Cleaning in Food Processing 2018, Lund, Sweden, April

Dany ISHAK (01/10/2014 -19/12/2017)

Titre : A Speaker Recognition System based on Vocal Cords' Vibrations: Clinical Application for Larynx Pathologies.

Thèse de doctorat en co-tutelle entre Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis et l'Université Balamand (Tripoli, LIBAN) (co-directeur libanais A. Abche).

Financement : 50% UPHF 50% Université Libanaise (Balamand University)

Taux d'encadrement IEMN : en France **D.Callens 30%**, G Nassar 70%

Devenir du docteur : Enseignant chercheur dans son université d'origine au Liban

Production scientifique associée à cette thèse:

- Dany Ishac, Antoine Abche, Elie Karam, Georges Nassar, Dorothee Debavelaere-Callens. Speaker Identification Based On Vocal Cords Vibrations signal: Effect Of The Window. International journal of digital information and wireless communications (IJDWC), Hong Kong : Society of Digital Information and Wireless Communications, 2018, 8 (1), pp.58-62. {doi : 10.17781/P002406}

- Ishak D., Abche A., Matta S., Karam E., Nassar G., Callens D. Detection of the vocal cords' vibrations: effect of the transducer's position Proceedings of 2018 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference, I2MTC 2018, Houston, TX, USA, may 14-17, 2018, 6 pages, ISBN 978-1-5386-2223-0 ; e-ISBN 978-1-5386-2222-3 doi: 10.1109/I2MTC.2018.8409742
- Dany Ishac, Antoine Abche, Elie Karam, Georges Nassar, and Dorothee Debavelaere-Callens. A text-dependent speaker-recognition system. In IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC), Proceedings of 2017 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference, IEEE I2MTC 2017, pages 147{152, Torino, Italy, May 2017. IEEE.

Nicolas COLLIER (01/11/2010 -12/05/2014)

Titre : Développement d'un outil ultrasonore de caractérisation des propriétés d'adhésion de milieux modèles avec application aux dépôts laitiers.

Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille 1, École Doctorale SMRE réalisée en collaboration avec l'INRA

Financement : 100 % bourse INRA

Taux d'encadrement IEMN : D.Callens 40%, P. Campistron 40%, Bertrand Nongaillard (20%)

Devenir du docteur : Post doc 13 mois au Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (Aix Marseille Université), en 2021, cofondateur d'une start up en Radiofréquence (RFence)

Production scientifique associée à cette thèse:

- Nicolas Collier, Pascal Debreyne, Guillaume Delaplace, Chen Bowei, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, and Bertrand Nongaillard. Contribution of the shear wave ultrasonic reflectometry to the stickiness measurements. Ultrasonics, 89:187-194, 2018. doi: 10.1016/j.ultras.2018.05.001.
- Nicolas Collier, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Bertrand Nongaillard, Maude Jimenez, Ghassan Alogaili, Pascal Debreyne, and Guillaume Delaplace. Ultrasonic Adhesion Measurement of Whey Protein Fouling. Heat Transfer Engineering, 36(7-8):771-779, 2015. doi:10.1080/01457632.2015.954963
- Nicolas Collier, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Julien Carlier, Bertrand Nongaillard, and Guillaume Delaplace. Analysis of ultrasonic reflection coefficient : application to adhesion measurement at solid/fluid or solid/solid interfaces. In IEEE International Ultrasonics Symposium, IUS2013, Prague, Czech Republic, 2013.
- Nicolas Collier, Dorothee Debavelaere-Callens, Pierre Campistron, Julien Carlier, Bertrand Nongaillard and Guillaume Delaplace. Analysis of ultrasonic reflection coefficient : application to adhesion measurement at solid/liquid interface. In 6th International Symposium on Signal, Image, Video and Communications, ISIVC 2012, Valenciennes, France, 2012.

Ludovic PEYRE (01/11/2001 -01/03/2006)

Titre : Contribution au développement d'une méthode quantitative de détachement de cellules adhérentes par ultrasons: application à la caractérisation de l'adhésion cellulaire sur biomatériaux .

Thèse de doctorat en Electronique, spécialité ultrasons. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis réalisée en collaboration avec l'INSERM.

Financement : 100 % bourse MESR

Taux d'encadrement IEMN : D.Callens 70%, JJ Fabre 30%

Devenir du docteur : Ingénieur biomédical radiothérapie chez Elekta à Barcelone depuis 2006.

Production scientifique associée à cette thèse:

- Dorothee Debavelaere-Callens, L. Peyre, Pierre Campistron, and H.F. Hildebrand. On the use of ultrasounds to quantify the longitudinal threshold force to detach osteoblastic cells from a conditioned glass substrate. *Biomolecular Engineering*, 24:521-525, 2007. doi: 10.1016/j.bioeng.2007.08.016.
- L. Peyre, Dorothee Debavelaere-Callens, A. Lefebvre, and H.F. Hildebrand. Quantification of the longitudinal force necessary to detach osteoblastic cells from a glass substrate using ultrasounds. In *European Materials Research Society Fall Meeting, Symposium on Surface Functionalization and Activation of Biomaterials*, pages 221-222, Poland, 2006a. European Materials Research Society.
- L. Peyre, Dorothee Debavelaere-Callens, A. Lefebvre, Edouard Radziszewski, H.F. Hildebrand, and Jean-Jacques Fabre. How to use ultrasounds to quantify cellular adhesion on biomaterials. In *Anglo-French Physical Acoustics Conference, AFPAC'06*, Wye, United Kingdom, 2006b.
- L. Peyre, Dorothee Debavelaere-Callens, A. Lefebvre, E. Radziszewski, H.F. Hildebrand, and Jean-Jacques Fabre. Frequency effect on the cell detachment by ultrasound. In *Joint 7th CFA Congress and 30th DAGA Congress, CFA/DAGA 2004*, pages 285-287, France, 2004. Société Française d'Acoustique, Paris, France.

Annie MYRDYCYZ (01/10/1998 à 30/04/2001)

Titre : Etude de l'adhésion de cellules ostéoblastiques soumises à des microexcitations ultrasonores.

Thèse de doctorat en Electronique, spécialité ultrasons. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis réalisée en collaboration avec l'INSERM.

Financement : 100 % bourse MESR

Taux d'encadrement IEMN : D.Callens 70%, JJ Fabre 30%

Devenir du docteur : le doctorat a été interrompu en troisième année de thèse, pour rejoindre l'entreprise SAGEM à Montluçon (Allier), profitant d'un rapprochement de conjoint et d'une opportunité d'embauche dans le domaine de l'armement.

Production scientifique associée à ce travail :

- Myrdycz, Dorothee Debavelaere-Callens, K. Kot, F. Monchau, E. Radziszewski, A. Lefebvre, and F. Hildebrand. Cells under stress : a non destructive evaluation of adhesion by ultrasounds. *Biomolecular Engineering*, 19:219-225, 2002.
- Myrdycz A., Lefebvre F., Ouaftouh M., Monchau F., Callens D., Hildebrand HF. Potentialities of Ultrasounds for the Nondestructive Evaluation of Cell Adhesion, *Bone*, 25, pp75S-79S, 1999.

- A. Myrdycz, Dorothee Debavelaere-Callens, K. Kot, F. Monchau, E. Radiszewski, A. Lefebvre, and F. Hildebrand. Non destructive evaluation of cell adhesion by ultrasounds. GIV.2. European Material Research Society, Strasbourg, France, 2001.

Grade Master :

- Nicolas Collier

Stage Master Recherche en 2009/2010, qui a pu se poursuivre en thèse : Contribution au développement d'une méthode ultrasonore de quantification de l'adhésion entre un substrat et une couche viscoélastique

- Cédric Pélissier

Stage Master Recherche en 2005/2006 : Etude de l'adaptation mécanique des Transducteurs Piézoélectriques à Ondes de Volume

- Karine Kot

Stage DEA en 2000/2001: Détermination de l'influence d'ultrasons sur l'adhésion et la minéralisation d'ostéoblastes

- Ludovic Peyre

Stage DEA en 2000/2001, qui a pu se poursuivre en thèse : Caractérisation ultrasonore de la minéralisation de cellules osseuses en culture.

ANNEXE 4 : SYNTHÈSE DES ENSEIGNEMENTS

Niveau	Diplôme	Intitulé de l'enseignement	Nature			Effectifs	Volume Horaire annuel	Années
			CM	TD	TP			
L1	Cycle préparatoire ingénieur	Optique Géométrique		10,5		De 3 gr de 30 étudiants à 1 gr actuellement	31,5, 10,5 actuellement	Depuis 2019
L1	Licence GEII	Découverte de l'électronique			2	60 étudiants	8	2011 à 2016
L2	Licence GEII et Licence Sciences Physiques	Electromagnétisme			6	4 groupes TP	16	2014
L2	Deug 2 puis L2 GEII et Sciences Physiques	Electromagnétisme		28			28	1996 à 2000
L2	Deug 2 puis L2 Licence Sciences Physiques	Thermodynamique		30	8		35,3	1996 à 2016
L3	L3 GEII venant de DUT	Certificat Préparatoire en Electromagnétisme	10	10			25	1997-2007
L3	Licence Sciences Physiques	Optique Géométrique	15	12		Entre 60 et 30 étudiants actuellement	46.5 (2grTP) 34.5 actuellement	1997 à 2016 Depuis 2019
L3	Licence Sciences Physiques	Optique Ondulatoire	12	12			30	1997 à 2016
L3	IUP GEII ou Licence GEII	Hyperfréquence de base	18	18		20 étudiants	45	1997 à 2011 et 2012 à 2016 2011 à 2012
L3	Licence Audiovisuelle	Analyse et Modulation		16		60 étudiants	32	2011 à 2016
L3	Licence Audiovisuelle	Vidéo transmission		12		60 étudiants	24	2011 à 2016

M1	INSA 4 spécialité ESE	Circuits Hyperfréquence	3	4,5		15 étudiants	9	Depuis 2022
M1	INSA 4 spécialité ESE	Antennes	4,5	4,5		15 étudiants	11,25	Depuis 2022
M1	CAPES Sciences Physiques	Optique	16			15 à 20	24	1993 à 1997
M1	IUP 3 puis Master ISECOM	Circuits Hyperfréquence	9	9		Entre 15 et 20 étudiants	22.5	1999 à 2016
M1	Master ISECOM	Circuits Hyperfréquence	4	6		Entre 15 et 20 étudiants	12	2017-2022
M1	Master ISECOM	Propagation Espace libre	9	9		Entre 15 et 20 étudiants	22.5	2012 -2019
M1	Master MCS	Contrôle des Matériaux	6	6	6	20 étudiants	21	2014 à 2016
M2	DESS TAI, puis Master 2 TAI devenu Master ISC	Fibre optique dans les télécoms	24		1 6	Entre 15 et 22 étudiants	Entre 15 et 57 selon nombre groupe TP et congés maternité	2001-2013
M2	Master Ingénierie des Systèmes Embarqués	Compression d'images			1 2	20 étudiants	12	2011 à 2016
M2	DEA Ultrasons	Imagerie Ultrasonore	4			5 à 10	6	2002 à 2004
M2	DESS TLBM Université de Lille 1	Imagerie médicale par ultrasons	16			25 à 30 étudiants	24	2001 à 2004

ANNEXE 5 : LISTE DES FIGURES

FIGURE 1 : SYNTHÈSE CHRONOLOGIQUE DES ACTIVITÉS DE RECHERCHE ET COLLABORATIONS ASSOCIÉES SUR LE PLAN NATIONAL ET INTERNATIONAL MAIS ÉGALEMENT EN INTERNE DE L'UNIVERSITÉ	24
FIGURE 2 : SYNTHÈSE ET CHRONOLOGIE DES RESPONSABILITÉS DEPUIS MA NOMINATION EN 1997	30
FIGURE 3 : A : COUPE SCHEMATIQUE DE L'INSONIFICATEUR, B : INSONIFICATEUR VU DE DESSUS AVEC UNE BOÎTE DE CULTURE	45
FIGURE 4 : CHAÎNE DE MESURE EN FONCTIONNEMENT COMPRENANT UN GÉNÉRATEUR, UN AMPLIFICATEUR, LE SYSTÈME D'INSONIFICATION, LE VOLTMÈTRE VECTORIEL.....	46
FIGURE 5 : FLASKETTES DE CULTURE UTILISÉES POUR L'ENSEMBLE DES EXPÉRIMENTATIONS, A GAUCHE, SUBSTRAT EN HA RÉALISÉ AU LMPCA, A DROITE LES SUBSTRATS DE VERRE COMMERCIALISÉS RÉFÉRENCÉS PAR NUNC.	47
FIGURE 6 : CARTOGRAPHIE DES AMPLITUDES DE VIBRATION NORMALISÉES À L'INTERFACE PZT/VERRE, 205 KHz, PUISSANCE XX MW MESURÉES PAR UNE SONDE INTERFEROMETRIQUE. À PARTIR DES CARTOGRAPHIES, SONT RELEVÉS LES TAUX DE SURFACE SUPÉRIEURS À UN SEUIL VARIABLE (DE 0 AU MAXIMUM DE VIBRATION POUR CHAQUE PUISSANCE ÉLECTRIQUE).....	47
FIGURE 7 : DIAGRAMME DE VIBRATION DE L'INSONIFICATEUR DE FRÉQUENCE 205 KHz. CHAQUE COURBE EST OBTENUE À PARTIR DES CARTOGRAPHIES DES AMPLITUDES DE VIBRATION NORMALISÉES À L'INTERFACE PZT/VERRE MESURÉES PAR UNE SONDE INTERFEROMETRIQUE (FIGURE 6).....	48
FIGURE 8 : LE DIAGRAMME DE LA FIGURE 7 EST CONVERTI À PARTIR D'UNE MODÉLISATION DE LA PROPAGATION ULTRASONORE AU SEIN D'UN MULTICOUCHE ET EN SUPPOSANT QUE LA SURFACE D'UNE CELLULE EST DE 600 μm^2 , IL PERMETTRA D'OBTENIR LA FORCE SEUIL PROVOQUANT LE DÉTACHEMENT. ABAQUE CORRESPONDANT AU SUBSTRAT DE VERRE	49
FIGURE 9 : A) GUIDAGE DE L'ONDE ACOUSTIQUE DANS UNE DIRECTION PARALLÈLE À LA SURFACE DU SUBSTRAT POUR UNE ÉTUDE EN TRANSMISSION (B) UN CANAL MICROFLUIDIQUE EST CREUSÉ DANS LA ZONE D'INTERACTION	58
FIGURE 10 : INTÉGRATION DE LENTILLES CYLINDRIQUES AUTOUR DU MICROCANAL DISPOSÉ ENTRE LES MIROIRS DE.....	59
FIGURE 11 : COUPE SCHEMATIQUE D'UN TRANSDUCTEUR ULTRASONORE HF DÉVELOPPÉ POUR LES APPLICATIONS LAB ON CHIP.....	60
FIGURE 12 : COMPARAISON DES PERTES (EN DB) À L'INTERFACE SILICIUM/ EAU POUR 4 CONFIGURATIONS : SANS COUCHE D'ADAPTATION, AVEC UNE COUCHE D'ADAPTATION EN SU-8, AVEC UNE COUCHE D'ADAPTATION EN SiO ₂ ET AVEC UN BICOUCHE SiO ₂ /SU-8	61
FIGURE 13 : RÉPONSE IMPULSIONNELLE DU SIGNAL TRANSMIS DANS LE MICROSYSTÈME DE LA FIGURE 9 INCLUANT DEUX MIROIRS 45° ET UN CANAL. (A) PARTIE RÉELLE DU SIGNAL TRANSMIS LORSQUE LE CANAL EST REMPLI D'EAU (ROUGE), LORSQUE LE CANAL EST VIDE, EN PRÉSENCE D'AIR (BLEU) (B) MODULE DE LA RÉPONSE IMPULSIONNELLE DU SIGNAL TRANSMIS LORSQUE LE CANAL EST REMPLI D'EAU (NOIR), LORSQUE LE CANAL EST VIDE, EN PRÉSENCE D'AIR (VERT)	62
FIGURE 14 : DIFFÉRENTS TRAJETS PARASITES, DU TRANSDUCTEUR ÉMETTEUR VERS LE TRANSDUCTEUR RÉCEPTEUR.	63
FIGURE 15 : ZOOM EFFECTUÉ SUR LA FIGURE 13, AFIN D'IDENTIFIER LES CONTRIBUTIONS DES TRAJETS PARASITES DE LA FIGURE 14 .	63
FIGURE 16 : SCHEMA DE LA STRUCTURE INTÉGRANT DES LENTILLES CYLINDRIQUES : A) CONFIGURATION GLOBALE ;	65
FIGURE 17 : : ILLUSTRATION DU MICROSYSTÈME RÉALISÉ (A) ILLUSTRATION SCHEMATIQUE (B) PHOTOGRAPHIE DU MICROSYSTÈME RÉALISÉ (C) ILLUSTRATION SCHEMATIQUE PERMETTANT DE VISUALISER LA PROPAGATION DES TRAJETS ULTRASONORES DE L'ÉMETTEUR VERS LE RÉCEPTEUR.....	65
FIGURE 18 : BANC DE CARACTÉRISATION ACOUSTIQUE : (A) CONTRÔLEUR MICROFLUIDIQUE (B) ANALYSEUR DE RÉSEAU VECTORIEL (C) BANC DE CARACTÉRISATION SOUS POINTES EN FACE ARRIÈRE (D) POINTES DE CONTACTS ÉLECTRIQUES (E) ET (F) POSITIONNEMENT DES POINTES DE CONTACT SUR LES TRANSDUCTEURS ULTRASONORES (G) SYNOPTIQUE DU BANC DE CARACTÉRISATION	66
FIGURE 19 : RÉPONSE IMPULSIONNELLE DU SYSTÈME EN FONCTION DU TEMPS (NS): (A) RÉPONSE IMPULSIONNELLE TRANSMISE ET (B) RÉPONSE IMPULSIONNELLE RÉFLÉCHIE (COURBE BLEUE: PARTIE RÉELLE DE LA RÉPONSE IMPULSIONNELLE SANS EAU DÉMINÉRALISÉE; COURBE VERTE: MODULE DE RÉPONSE IMPULSIONNELLE SANS EAU DÉMINÉRALISÉE, COURBE ROUGE: PARTIE RÉELLE DE LA RÉPONSE IMPULSIONNELLE AVEC EAU DÉMINÉRALISÉE, COURBE NOIRE: MODULE D'IMPULSION.....	67
FIGURE 20 : CARACTÉRISATION ACOUSTIQUE DE SOLUTION DE KI DE CONCENTRATION DIFFÉRENTE (EAU PURE JUSQU'À 8 MOL/L) EN CANAL MICROFLUIDIQUE (A) ÉVOLUTION DE L'AMPLITUDE DU SIGNAL ACOUSTIQUE TRANSMIS ; (B) MESURE DE L'ATTÉNUATION ACOUSTIQUE DANS LES SOLUTIONS EN FONCTION DE LA CONCENTRATION.....	69
FIGURE 21 : MODULE DE LA RÉPONSE IMPULSIONNELLE DU SYSTÈME EN FONCTION DU TEMPS (NS): (ROUGE: CANAL REMPLI D'EAU DÉMINÉRALISÉE, BLEU: CONCENTRATION DE 0,1% DE PARTICULES DE LATEX DANS L'EAU DÉMINÉRALISÉE, NOIR: AIR).	69
FIGURE 22 : COMPARAISON DES MESURES D'ATTÉNUATION LARGE BANDE DU SANG ISSUES DE LA LITTÉRATURE	70

FIGURE 23 : MESURE DE L'ATTENUATION (A) ET MESURE DE L'AMPLITUDE DU SIGNAL TRANSMIS (B) POUR DES SOLUTIONS DE GLOBULES SANGUINS HUMAINS EN SOLUTION SALINE POUR DES CONCENTRATION VARIANT ENTRE 0,1 ET 1% AU SEIN DE DEUX DISPOSITIFS POSSEDANT RESPECTIVEMENT UNE LENTILLE CONFOCALE DE 30 ET 36 μm ET UNE OUVERTURE DE 60 ET 72 μm ...	71
FIGURE 24 : EVOLUTION DE L'AMPLITUDE DE L'ECHO ACOUSTIQUE TRAVERSANT LE CANAL EN FONCTION DE LA PRESENCE DE BILLES DE POLYSTYRENE DE LATEX DANS LE CHAMP ACOUSTIQUE	71
FIGURE 25 : PRINCIPE DE LA MESURE ULTRASONORE DE L'ADHESION ENTRE DEUX MILIEUX	80
FIGURE 26 : CONFIGURATION D'UNE SONDE ULTRASONORE COUPLEE A UN SUBSTRAT D'ACIER ENCRASSE. IDENTIFICATION DE CHACUNE DES COUCHES CONSTITUANT LE MULTICOUCHE A PARTIR DESQUELLES SERA REALISEE LA MODELISATION DE LA REFLEXION ULTRASONORE SUR L'INTERFACE D'INTERET	81
FIGURE 27 : RESULTATS DE MODELISATION DE LA QUALITE DE L'INTERFACE ENTRE UN SUBSTRAT EN ACIER INOXYDABLE ET UN FLUIDE VISQUEUX PAR L'INTERMEDIAIRE DU PARAMETRE DE GLISSEMENT K.....	82
FIGURE 28 : SCHEMA DE PRINCIPE DE LA CHAINE DE MESURE ULTRASONORE.....	83
FIGURE 29 : LISTE DES ECHANTILLONS DE TYPE « SOLIDE/SOLIDE » REALISES ET SOUMIS A LA PRESSE DE TRACTION POUR CARACTERISER L'INTERFACE SOLIDE/SOLIDE.....	84
FIGURE 30 : LISTE DES ECHANTILLONS DE TYPE « SOLIDE/FLUIDE » ET VISCOSITE ASSOCIEE MESUREE PAR RHEOMETRIE	84
FIGURE 31 : PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE MESURE DU COEFFICIENT DE REFLEXION (A)MESURE DIRECTE (DEPOT SUR LA LIGNE A RETARD EN SILICE DU TRANSDUCTEUR) (B) MESURE REALISEE A TRAVERS LE SUBSTRAT COUPLE A LA LIGNE A RETARD.	85
FIGURE 32 : COEFFICIENT DE REFLEXION EN FONCTION DE LA VISCOSITE DES FLUIDES MESURE EN CONFIGURATION DIRECTE A L'INTERFACE ENTRE LA LIGNE A RETARD DU CAPTEUR ULTRASONORE ET DIFFERENTS FLUIDES (POUR DES ONDES TRANSVERSALES 75 MHZ (CARRÉS NOIRS) ET 25 MHZ (DISQUES VERTS)).	86
FIGURE 33 : COEFFICIENT DE REFLEXION EN FONCTION DE LA VISCOSITE DES FLUIDES POUR DES ONDES TRANSVERSALES 25 MHZ MESURE A L'INTERFACE ENTRE LA LIGNE A RETARD ET DIFFERENTS FLUIDES (POINTS NOIRS), A L'INTERFACE ENTRE UNE LAME DE VERRE ET DIFFERENTS FLUIDES (CARRÉS BLEUS), A L'INTERFACE ENTRE UN COUPON D'ACIER INOXYDABLE ET DIFFERENTS FLUIDES (DIAMANTS ROUGES)	86
FIGURE 34 : AMPLITUDE DES REFLEXIONS A L'INTERFACE SUBSTRAT DE VERRE/PDMS POUR TROIS CONFIGURATIONS AU COURS DU TEMPS. LA MESURE DE REFERENCE REPRESENTE LES REFLEXIONS A L'INTERFACE SUBSTRAT DE VERRE/AIR.....	87
FIGURE 35 : COEFFICIENT DE REFLEXION A L'INTERFACE LAR/PDMS EN FONCTION DE LA FORCE DE COMPRESSION EXERCEE SUR L'EPROUVETTE DE PDMS. DEUX SERIES DE MESURES SONT PRESENTEES EN BLEU ET EN ROUGE	88
FIGURE 36 : REPRESENTATION DU COEFFICIENT DE REFLEXION EN FONCTION DE LA VALEUR DE L'ANGLE DE CONTACT DE LA SURFACE DES COUPONS D'ACIER INOXYDABLE EN °. UN ANGLE DE CONTACT FAIBLE CARACTERISE UNE SURFACE HYDROPHILE	90
FIGURE 37 : IMAGES MEB DE DEPOTS DE PROTEINES LAITIERES, POUR UN SUBSTRAT INOX BRUT -SANS TRAITEMENT (EN PREMIERE LIGNE) ET AVEC TRAITEMENT VISANT A DIMINUER L'ANGLE DE CONTACT (LIGNE INFERIEURE).....	90
FIGURE 38 : IMAGES MEB DE DEPOTS DE PROTEINES DE LACTOSERUM OBTENUS AVEC DIFFERENTES	91
FIGURE 39 : REPRESENTATION DU COEFFICIENT DE REFLEXION EN FONCTION DE LA CONCENTRATION EN CALCIUM DU DEPOT DE β -LACTOGLOBULINE	92
FIGURE 40 : SCHEMA REPRESENTANT LES TRAJECTOIRES DES ONDES DIRECTES ET DES ONDES DE CODA.....	93
FIGURE 41 : EVOLUTION AU COURS DU TEMPS DE L'AMPLITUDE DE DEUX SIGNAUX ULTRASONORES (A) ET ZOOM SUR DEUX FENETRES TEMPORELLES SPECIFIQUES (B) ET (C). (A) SIGNAL RELATIF A LA PERTURBATION DU MILIEU D'ANALYSE (ROUGE) ET SIGNAL DE REFERENCE (BLEU), MASQUE DERRIERE LE SIGNAL CORRESPONDANT A LA PERTURBATION. (B) ZOOM SUR LA FENETRE (3–5 MS) CORRESPONDANT AUX ONDES DIRECTES (LE SIGNAL DE REFERENCE ET LE SIGNAL DE PERTURBATION COINCIDENT) ; (C) LA PARTIE DES ONDES CODA DANS LE SIGNAL (50–52 MS) OU LA DIFFERENCE ENTRE LE SIGNAL DE REFERENCE ET LE SIGNAL DE PERTURBATION EST EVIDENT.	94
FIGURE 42 : SCHEMA DETAILLANT L'INTERIEUR ET L'EXTERIEUR DU CANAL DE MESURE. UN FLUX CIRCULANT D'EAU CHAUDE TRAVERSE DE LA GAUCHE VERS LA DROITE, LE DISPOSITIF EST LEGEREMENT INCLINE. LE CAPTEUR 2 MESURE L'EVOLUTION DE L'EPAISSEUR DE CIRE DANS LA BOUCLE DE NETTOYAGE TANDIS QUE LE CAPTEUR 1 ENREGISTRE LE SIGNAL DE REFERENCE.	95
FIGURE 43 : DISPOSITIF DE SUIVI DE L'ENCRASSEMENT (A) SCHEMA DE PRINCIPE (B) PHOTOGRAPHIE DU DISPOSITIF (1) BAIN THERMOSTATE (2)CANAL (3)CAPTEUR DE MESURE DE LA CIRE(4) CAPTEUR DE REFERENCE (SANS CIRE) (5) CONNEXIONS AUX DEUX EXTREMITES DU CANAL VERS LE BAIN AVEC PRISE DE TEMPERATURE	96
FIGURE 44 : TRANSDUCTEUR PIEZOELECTRIQUE (A) RECEPTEUR (B) EMETTEUR	96
FIGURE 45 : SIGNAUX EXPERIMENTAUX (FILTRE 2 MHZ –5 MHZ) : SIGNAUX ENTIERS DE L'ECHANTILLON TEMOIN (A) ; SIGNAUX DE L'ECHANTILLON DE CONTROLE SUR L'INTERVALLE (20–22 MS) (B) ; SIGNAUX ENTIERS DU PROCESSUS DE NETTOYAGE A LA CIRE (C); SIGNAUX DU PROCESSUS DE NETTOYAGE A LA CIRE SUR L'INTERVALLE (20–22 MS) (D). SUR LES FIGURES (B) ET (D) LES COULEURS CORRESPONDENT A DIFFERENTS INSTANTS DE MESURE DURANT L'INTERVALLE DE TEMPS D'EXPERIENCE 0-3H.	97
FIGURE 46 : COEFFICIENTS DE DECORRELATION EN FONCTION DE L'INSTANT D'ACQUISITION DURANT LE PROCESSUS DE NETTOYAGE EN HEURES, LES DIFFERENTES COULEURS CORRESPONDENT A 5 FENETRES DE LARGEUR 10 μs , POUR LA PARTIE CODA DES SIGNAUX DU CAPTEUR DE REFERENCE (A), POUR LA PARTIE CODA DES SIGNAUX DU CAPTEUR DE MESURE DU NETTOYAGE (B).....	97

FIGURE 47 : VALEUR MAXIMALE DES COEFFICIENTS DE DECORRELATION EN FONCTION DE LA VALEUR CENTRALE DES FENETRES DE LARGEUR 10 μ S	98
FIGURE 48 : COURBES DE COEFFICIENT DE DECORRELATION : TEMOIN (ROUGE) ET DURANT LE PROCESSUS DE NETTOYAGE A LA CIRE (BLEU) POUR LA FENETRE 16-26 MS. PHOTOS DE L'INSERT DE CIRE A DIFFERENTS MOMENTS DU PROCESSUS DE NETTOYAGE (A DROITE, DE BAS EN HAUT) : ETAT DE REFERENCE, ETAT A 0,8 H, ETAT A 1,8 H, ETAT A 2,5 H	99
FIGURE 49 : SCHEMA DE LA BOUCLE D'ESSAI POUR REALISER LE NETTOYAGE D'UN ENCRASSEMENT LAITIER SUR PILOTE (A) PHOTOGRAPHIE DU DISPOSITIF PILOTE (B)	100
FIGURE 50 : SYSTEME DE VISUALISATION MIS EN PLACE POUR SUIVRE LE NETTOYAGE DU DEPOT LAITIER	100
FIGURE 51 : SIGNAL ACOUSTIQUE MESURE PAR LE SYSTEME D'ACQUISITION.....	101
FIGURE 52 : EVOLUTION DU COEFFICIENT DE DECORRELATION (EN BLEU) ET DU NIVEAU DE GRIS DES IMAGES OPTIQUES DURANT LA PHASE DE NETTOYAGE DE L'ENCRASSEMENT LAITIER (EN ROUGE).	102
FIGURE 53 : CONFIGURATION DES REACTEURS UTILISES POUR LA FORMATION ET LE SUIVI DES BIOFILMS (A)SURFACE SUPERIEURE DU SUBSTRAT (B) SURFACE INFERIEURE DU SUBSTRAT (C) ASSEMBLAGE DU REACTEUR (D) PHOTO DES REACTEURS ASSEMBLES	103
FIGURE 54 : EVOLUTION DU COEFFICIENT DE DECORRELATION EN FONCTION DU TEMPS D'INCUBATION POUR : (A) L'ECHANTILLON DE CONTROLE, (B) L'ECHANTILLON DE FORMATION DE BIOFILM, AVEC DIFFERENTES FENETRES DE TEMPS (BANDE DE FREQUENCE 9 MHZ-11 MHZ) ; (c) CINETIQUE DE LA FORMATION D'UN BIOFILM DE S. AUREUS SUR UN SUBSTRAT EN ACIER INOXYDABLE.	105
FIGURE 55 : PROTOCOLE D'ANALYSE DES BIOFILMS.....	113

ANNEXE 6 : LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU 1 : UTILISATION DE CHACUN DES INSONIFICATEURS A LA PUISSANCE DE 2500 W POUR DETACHER DURANT 10 MIN, LES CELLULES ADHERENTES SUR VERRE (N=6). LES TAUX DE DETACHEMENT SONT REPORTES SUR LES ABAQUES TELS QUE CELUI DE LA FIGURE 8, POUR CALCULER LA FORCE PROVOQUANT LE DETACHEMENT.	50
TABLEAU 2 : COMPARAISON DE DEUX SUBSTRATS (VERRE ET HYDROXYAPATITE) POUR UNE DUREE DE CONDITIONNEMENT DE 48H, TAUX DE DETACHEMENT OBTENUS A LA FREQUENCE DE 205 KHZ ET LA PUISSANCE DE 2,5 W ET CALCUL DE LA FORCE DE DETACHEMENT A PARTIR DES ABAQUES DE FORCE	50
TABLEAU 3 : INFLUENCE DU TEMPS DE CONDITIONNEMENT DU SUBSTRAT DE VERRE EN AMONT DE LA MISE EN CULTURE SUR LA FORCE DE DETACHEMENT.....	51
TABLEAU 4 : TYPES DE CAPTEURS INTEGRES EN LABORATOIRE SUR PUCE PERMETTANT LA MESURE DE CARACTERISTIQUES D'ECHANTILLONS BIOLOGIQUES	57
TABLEAU 5 : TEMPS DE VOL CALCULES ET MESURES (EN NS) DES TRAJETS DE L'ONDE ACOUSTIQUE DANS LE MICROSYSTEME CONSTITUE DE DEUX MIROIRS 45° ET D'UN CANAL POUR LES DEUX TYPES DE TRAJETS.....	63
TABLEAU 6 : TEMPS DE VOL CALCULES ET MESURES (EN NS) DES TRAJETS DE L'ONDE ACOUSTIQUE DANS LE MICROSYSTEME CONSTITUE DE DEUX MIROIRS 45° ET D'UN CANAL POUR LES TRAJETS DE LA FIGURE 14. FIGURE 14	64
TABLEAU 7 : TEMPS DE PARCOURS ESTIME ET MESURE SELON LES MODES DE PROPAGATION.	68
TABLEAU 8 : PRINCIPALES METHODES DE SUIVI DES ENCRASSEMENTS DEDIEES A L'INDUSTRIE AGROALIMENTAIRE	76