



Abstracts

GROUPEMENT DE RECHERCHE CNRS-INRAE

DUMBIO

Session de printemps 2025

3 - 5 juin 2025

Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), Mines Paris,

Sophia Antipolis



MINES PARIS

| PSL

| Cemef



GDR DUMBIO Days 2025

June 3rd - June 5th 2025

CEMEF - MINES Paris, Sophia Antipolis



Program

Tuesday June 3rd

13:00	Registration open		Foyer
13:50-14:00	Welcome and introduction to the GDR DUMBIO Days 2025		Lecture room De Vinci
14:00-15:00	Oral session 1/Axe 1: Bulk bio-sourced materials and biopolymers		Lecture room De Vinci
14:00-14:40	Keynote lecture Sonia Molina-Boisseau CERMAV, Saint-Martin-d'Hères	<i>Modification de microfibrilles de cellulose en phase gaz et applications</i>	
14:40-15:00	Julien Bras INP, Grenoble	<i>Fonctionnalisation de la cellulose par mécanochimie au service du domaine de l'emballage</i>	
15:00-15:30	Oral session 2: Poster pitching session		Lecture room De Vinci
	Pitches by poster presenters (1 slide, 100 seconds)		
15:30-16:00	Coffee break & Poster session		Foyer
16:00-17:20	Oral session 3/Axe1: Bulk bio-sourced materials and biopolymers		Lecture room De Vinci
16:00-16:20	Sytze Buwalda CEMEF, Sophia Antipolis	<i>Hyaluronic acid aerogels: nanostructured, bio-based materials for biomedical applications</i>	
16:20-16:40	Christelle Bindang CERMAV, Saint-Martin-d'Hères	<i>Conception et étude des hydrogels dynamiques à base d'acide hyaluronique avec une rigidité modulable induite par des glycopolymères thermosensibles</i>	
16:40-17:00	Jordan Masurier Université Rouen Normandie	<i>Hydrogels thermosensibles à base d'acide hyaluronique pour l'élaboration de bio-encre</i>	
17:00-17:20	Nicolas Le Moigne IMT Mines Alès	<i>Development of long-scale interphases in biocomposites: a step towards bioinspired structures</i>	
17:20-18:00	GDR DUMBIO meeting		Lecture room De Vinci

Wednesday June 4th

09:00-10:20	Oral session 4/Axe 2: Solvated bio-sourced materials and biopolymers		Lecture room De Vinci
09:00-09:40	Keynote lecture Alexandra Montembault IMP, Villeurbanne	<i>Biomatériaux à base de chitosane et leur application dans le domaine de l'ingénierie tissulaire cardiaque</i>	
09:40-10:00	Bernard Cathala INRAE, Nantes	<i>Adsorption compétitive de fractions de xyloglucane sur des nanocristaux de cellulose</i>	
10:00-10:20	Gina Gomez Acero Université Jean Monnet, Saint-Étienne	<i>Brewers spent grain under deep eutectic solvent for biopolymer-protein film production</i>	
10:20-11:00	Coffee break & Poster session		Foyer
11:00-12:00	Oral session 5/Axe 2: Solvated bio-sourced materials and biopolymers		Lecture room De Vinci
11:00-11:20	François Boué Université de Paris-Saclay	<i>Cellulose in solution in Ionic Liquids: conformation and inter-chains correlations</i>	
11:20-11:40	Inès Elharar Université Jean Monnet, Saint-Étienne	<i>Chitosan-based microgels: elaboration of a model soft-colloid with controlled microstructure</i>	
11:40-12:00	Sarah Mamdouh INRAE, Nantes	<i>Comprendre la formation de complexes hemicellulose-polyphénols</i>	
12:00-14:00	Lunch break & Poster session		Foyer
14:00-15:20	Oral session 6/Axe 4: Environmental, economic and societal impacts		Lecture room De Vinci
14:00-14:40	Keynote lecture Hélène Angellier-Coussy IATE, Montpellier	<i>Écoconception et circularité des emballages alimentaires</i>	
14:40-15:00	Gisele Patricia Demgne Foubi Université Rouen Normandie	<i>Elaboration de surfaces antibactériennes intelligentes pH-sensibles par greffage de complexes de polyélectrolytes à base de polysaccharides</i>	
15:00-15:20	Alain Bourmaud Université Bretagne Sud, Lorient	<i>Bast from the past: learning from ancient plant fibres</i>	
15:20-16:00	Coffee break & Poster session		Foyer
16:00-17:40	Oral session 7/Axe 2: Solvated bio-sourced materials and biopolymers		Lecture room De Vinci
16:00-16:20	Hiba Bouras CEMEF, Sophia Antipolis	<i>Starch and starch-hydroxyapatite aerogels and xerogels: towards bio-based substitutes for cancellous bones</i>	
16:20-16:40	Lucie Perret IATE, Montpellier	<i>Formulation et impression 3D de gels d'alginate et de pectine</i>	
16:40-17:00	Adrien Covelli IMP, Villeurbanne	<i>Modifications Passerini de la carboxyméthylcellulose pour la génération d'hydrogels doublement réticulés</i>	

17:00-17:20	Lorelei Douard Université Jean Monnet, Saint-Étienne	<i>Rheological behaviour of α and β-chitin solutions in DMAc/LiCl, 5wt%</i>
17:20-17:40	Hugo Voisin INRAE, Nantes	<i>Etude du comportement colloïdal d'une enzyme dégradant la paroi cellulaire végétale en conditions modèles concentrées</i>

17:40-18:00	Benchmark	Lecture room De Vinci
Evening	Gala dinner	Antibes

Thursday June 5th

09:00-10:20	Oral session 8/Axe 3: Processes for advanced materials		Lecture room De Vinci
09:00-09:40	Keynote lecture Jean-François Sassi CEA Cadarache, Saint-Paul-lès-Durance	<i>Les algues-chimistes : les chlorophycées comme sources de glycopolymères pour la chimie et les biomatériaux</i>	
09:40-10:00	Sujie Yu CEMEF, Sophia Antipolis	<i>Additive-free 3D-printed nanostructured carboxymethyl cellulose aerogels</i>	
10:00-10:20	Guillaume Sudre IMP, Villeurbanne	<i>Chitosane et chitine comme supports d'interaction de surface avec les protéines : approche par microscopie et microbalance a quartz</i>	
10:20-11:00	Coffee break & Poster session		Foyer
11:00-12:00	Oral session 9/Axe 3: Processes for advanced materials		Lecture room De Vinci
11:00-11:20	Tatiana Budtova CEMEF, Sophia Antipolis	<i>Bad solutions are good to print? 3D printing of cellulose-ionic liquid solution and making aerogels</i>	
11:20-11:40	Issei Otsuka CERMAV, Grenoble	<i>Electrospinning of functional polysaccharide derivatives toward diverse applications</i>	
11:40-12:00	Frédéric Pignon INP, Grenoble	<i>Structuration orthotrope et propriétés rhéologiques de nanocomposites CNC/PEGDA pour l'ingénierie tissulaire du cartilage</i>	
12:00-12:15	Poster award & closing of GDR DUMBIO Days 2025		Lecture room De Vinci
12:15-14:00	Goodbye lunch		Foyer



Keynote lectures

Modification de microfibrilles de cellulose en phase gaz et Applications

F. Bru², M. Fumaggalli¹, E. Ressouche¹, K. Mazeau¹, Y. Nishiyama¹, P. Martinez², L. Heux¹, S. Molina-Boisseau¹

¹CERMAV, CNRS, Univ. Grenoble Alpes, UPR 5301, 38400, Saint-Martin-d'Hères, France;

² Centre technique du papier, 38400, Saint-Martin-d'Hères, France

sonia.boisseau@univ-grenoble-alpes.fr

Résumé

L'un des défis environnementaux actuels est de trouver des solutions alternatives au plastique. De nombreux travaux ont été réalisés en utilisant la cellulose et en particulier la cellulose microfibrillée ou nanofibrillée (MFC ou NFC) car ce matériau présente des caractéristiques intéressantes en vue du renforcement des nanocomposites (morphologie anisotrope, masse volumique faible, module d'Young élevé,...). Il possède aussi de bonnes propriétés barrière aux graisses et de perméabilité à l'air pour le secteur de l'emballage. Toutefois la nature polaire de la cellulose la rend faiblement compatible avec des matériaux hydrophobes et très sensible à la diffusion de l'eau ou de la vapeur d'eau. Une des clés de l'utilisation de la cellulose repose donc sur sa modification chimique. Mais la difficulté de cette technique réside dans le fait qu'en milieu aqueux, où ces objets fibrillaires sont préparés, ils sont peu réactifs aux modifications de surface et ont tendance à s'agréger fortement pendant le séchage.

Pour résoudre ce problème, nous avons développé au CERMAV des procédés de séchage et de greffage spécifiques qui permettent d'obtenir de la nanocellulose sèche présentant à la fois une surface accessible élevée et une chimie de surface contrôlée. Dans une première étape, un échange de solvant suivi d'une lyophilisation va permettre de produire des aérogels dont la surface spécifique dépend de la composition du mélange de solvant et de l'origine des microfibrilles. La seconde étape consiste à utiliser un procédé de greffage en phase gaz permettant au réactif de pénétrer à l'intérieur des matériaux cellulosiques.

Dans le cas de l'hydrophobisation des aérogels de cellulose par des chlorures d'acyles, il a été démontré que la réaction progressait de la surface vers le cœur du cristal et était proportionnelle à la surface spécifique exposée [1, 2]. Lors de l'utilisation d'un chlorure de diacycle tel que le chlorure de sébacoyl, l'estérification se restreint exclusivement à la surface des MFC, sans pénétrer le cœur [3]. Plus récemment, les relations structure-propriétés de films de MFC modifiés ont été étudiées à travers la mesure du degré de substitution par RMN de solide et la mesure des propriétés barrière à l'eau selon la méthode Cobb.

Un greffage avec du 3,3'-Dithiodipropionyl acid chloride (DTACl) a également été réalisé lors de la fonctionnalisation de la surface de la cellulose destinée au renfort d'élastomères [4]. Dans ce cas, lorsque l'interface de la charge crée des liaisons covalentes avec la matrice, le matériau obtenu présente une bonne dispersion de particules nanométriques et un renforcement mécanique important tout en conservant une grande extensibilité.

Références

- [1] S. Berlioz, S. Molina-Boisseau, Y. Nishiyama, and L. Heux, *Biomacromolecules*, **2009**, vol. 10, no. 8, pp. 2144–2151
- [2] E. Ressouche, S. Molina-Boisseau, K. Mazeau, D. Guérin, M. Schelcher, L. Heux, *Cellulose* **2020**, 27 (14), 7979–7995.
- [3] M. Fumaggalli, D. Ouhab, D.; S. Molina-Boisseau, L. Heux, *Biomacromolecules*, **2013**, 3246–3255
- [4] M. Fumaggalli, J. Berriot, B. de Gaudemaris, A. Veyland, J.-L. Putaux, S. Molina-Boisseau, and L. Heux, *Soft Matter*, **2018**, vol. 14, pp. 2638–2648

Biomatériaux à base de chitosane et leur application dans le domaine de l'ingénierie tissulaire cardiaque

O. Domengé¹, H. Ragot², R. Deloux², G. Revet², S.E. Boitard²,
A. Simon², N. Mougenot³, N. Saulnier⁴, A. Crépet¹, O. Agbulut², A. Montembault¹

¹*Universite Claude Bernard Lyon 1, UMR 5223, CNRS, INSA Lyon, Universite Jean Monnet, Ingénierie des Matériaux Polymères, F-69622 Villeurbanne, France*

²*Sorbonne Universite, Institut de Biologie Paris-Seine (IBPS), CNRS UMR 8256, Inserm ERL U1164, Biological Adaptation and Ageing, 7 quai St-Bernard, F-75005 Paris, France*

³*Sorbonne Universite, UMS28 Plateforme d'Expérimentation Cœur, Muscles, Vaisseaux, 91 Bd de l'Hôpital, F-75013 Paris, France*

⁴*Vetbiobank, 1 Avenue Bourgelat, 69280 Marcy-l'Étoile, France*

alexandra.montembault@recherche.univ-lyon1.fr

Le chitosane est un polymère d'origine naturelle qui présente de nombreuses propriétés biologiques intéressantes. On peut citer entre autres sa cytocompatibilité, sa biodégradabilité, ses propriétés hémostatiques, ses propriétés antibactériennes... De ce fait, ce polymère est aujourd'hui largement étudié pour concevoir de nouveaux matériaux pour différentes applications médicales, d'autant plus que le chitosane peut être exploité sous différentes formes physiques : films, fibres, hydrogels, etc.

L'exposé portera plus particulièrement sur l'élaboration et l'optimisation de matériaux à base d'hydrogels physiques de chitosane pour des applications dans le domaine de l'ingénierie tissulaire. Ces matériaux sont conçus de façon à limiter les modifications chimiques sur la macromolécule de chitosane et/ou le recours à des agents de réticulation potentiellement toxiques. Les propriétés mécaniques et biologiques de ces hydrogels peuvent être modulées en fonction de différents paramètres : caractéristiques structurales du polymère, voie de gélification, concentration en polymère, etc. A titre d'illustration, la mise au point de patches hydrogel biofonctionnalisés sera présentée. Ces biomatériaux ont été développés pour favoriser la régénération tissulaire et la récupération fonctionnelle du myocarde après un infarctus (travail réalisé dans le cadre du projet ANR MYOCHITO (CE29-0021)).

Écoconception et circularité des emballages alimentaires

Hélène Angellier-Coussy

*IATE (Ingénierie des Agropolymères et Technologies Émergentes), Université de Montpellier,
INRAE, Institut Agro, 2 Place Pierre Viala, 34060 Montpellier, France*

helene.coussy@umontpellier.fr

Après avoir révolutionné notre vie quotidienne dans tous les secteurs, le plastique providentiel s'est transformé en bombe à retardement. Alors que la pollution plastique suscite de plus en plus d'inquiétudes, de nombreuses questions se posent sur les dernières étapes du cycle de vie des plastiques, qui ne se réintègrent pas dans l'un des cycles biogéochimiques des éléments de notre écosystème. Cette pollution est d'autant plus préoccupante que les effets à longs termes de la pollution plastique particulière sont actuellement peu connus et non pris en compte dans l'évaluation des impacts environnementaux. Cette problématique est majeure pour le secteur des emballages alimentaires, qui représente plus de 40% de la consommation de plastiques et plus de 70% des plastiques accumulés dans l'environnement, ce qui le place 1^{er} consommateur de matières plastiques et 1^{er} générateur de pollution plastique.

Dans ce contexte, l'équipe ePOP vise à développer des approches et des outils d'éco-conception de matériaux biosourcés et biodégradables répondant à des objectifs de circularité, capables de contribuer à la réduction des pertes et gaspillages alimentaires, mais aussi à la réduction de l'empreinte plastique. Nous avons ainsi affiné une stratégie de recherche qui vise à développer les connaissances et les procédés nécessaires pour mettre en place une hiérarchie du traitement des déchets plastiques, principe fondateur d'une économie circulaire. Cette hiérarchie est composée d'un socle d'efforts dédiés de réduction à la source puis d'un ensemble de boucles de recyclage prioritaires qui maintiennent la valeur et l'intégrité structurelle des polymères et leur sécurité sanitaire, quel que soit leur nature. Une fois cette priorité économique atteinte, la hiérarchie est fermée par un deuxième ensemble de boucles biologiques capables de capturer et valoriser le carbone par dépolymérisation et traitement microbien.

Ces activités reposent sur une analyse fine des relations structure/propriétés des matériaux. Il s'agit de décrire et de comprendre comment la nature moléculaire et la structure des matériaux polymériques biosourcés et biodégradables, étudiée à différentes échelles, influent sur leur comportement au cours des étapes de production, d'usage et des différentes boucles de post-usage. Un focus est porté sur l'élaboration de matériaux biocomposites en mélanges isotropes ou en structures multi-couches. Ces éléments de connaissance servent à nourrir les outils d'aide à la conception qui permettent de répondre aux demandes de notre société concernant la durabilité de nos systèmes aliments/emballages. Ce choix assisté par ordinateur de matériaux d'emballage plus respectueux de l'environnement repose sur l'optimisation de la balance bénéfice/risque à savoir, des matériaux assurant à la fois sécurité du consommateur et une réduction des pertes alimentaires et donc un impact environnemental positif tout en diminuant autant que possible l'impact environnemental négatif direct du matériau (ressources, procédés de transformation, traitement post-usage et persistance sur le long terme). Ces recherches résolument transdisciplinaires nécessitent la création d'une interface entre les sciences des aliments et le génie des procédés d'une part, les sciences économiques et sociales et l'ingénierie de la connaissance et intelligence artificielle d'autre part (équipe ICO de IATE) et sont alimentés, entre autres, par les résultats issus des deux axes décrits précédemment.



Oral presentations

**Fonctionnalisation de la Cellulose par mécano-chimie au service
du domaine de l'emballage**

Julien BRAS, Julia Pescheux-Sergienko, Mathilde Deville, Yotam Navon, Sonia Molina
Boisseau, Laurent Heux, Naceur Belgacem

University Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LGP2, 38000 Grenoble, France

University Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, 38000 Grenoble, France

Centre Technique du Papier, 38000 Grenoble, France

Julien.bras@grenoble-inp.fr

Résumé (1 page max)

Avec les directives européennes sur les single use plastic (SUP) en 2018 ou plus récemment la réglementation PPWR (Plastic packaging Waste Regulation) en 2024 ainsi que la loi AGECE en France, des alternatives aux emballages plastiques sont recherchées par tous les producteurs d'emballages et les donneurs d'ordre en Europe.

Parmi les solutions crédibles, les matériaux cellulosiques, notamment de type cellulose moulée ou thermo-compressée, apparaissent prometteurs. Toutefois leur utilisation est encore limitée à cause des faibles propriétés barrières qui forcent l'utilisation de produits toxiques et bientôt interdits comme revêtement de surface.

Depuis plus de 20 ans, le pôle grenoblois travaille sur le sujet des emballages barrières et la fonctionnalisation des celluloses. Cette étude détaillera une nouvelle approche développée au sein de la chaire Cellulose Valley. L'idée est de créer des revêtements de « celluloses modifiées thermopressables » en déposant des poudres de cellulose fonctionnalisées directement à la surface des emballages de cellulose moulée.

Une meilleure compréhension de la simultanéité des phénomènes sur la cellulose (fragmentation ou comminution, fonctionnalisation et déstructuration) lors du traitement de fonctionnalisation par mécano-chimie sera décrite en détail en prenant l'exemple du traitement de fibre de coton, avec un additif à chaîne grasse.

L'influence du type de fibres utilisées sera également détaillée.

Des travaux complémentaires détaillant le type de procédé de mécano-chimie ont eu lieu dans le cadre de l'institut Carnot Polynat.

Les premiers résultats de dépôt de poudre thermopresser ces matériaux sous forme de poudre sur des emballages cellulosiques de type cellulose moulée afin de répondre aux attentes sociétales et industrielles liées aux nouvelles directives sur les emballages à usage unique.

Hyaluronic acid aerogels: nanostructured, bio-based materials for biomedical applications

Laurianne Legay,¹ Tatiana Budtova,¹ Sytze Buwalda¹

¹ MINES Paris, PSL Research University, Center for Materials Forming (CEMEF), UMR CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis, France

sijtze.buwalda@minesparis.psl.eu

Introduction

Bio-aerogels are a special class of highly porous, dry, nanostructured polysaccharide materials with a low density and high internal surface area.¹ They can be prepared by removing the liquid from a polysaccharide gel by drying it with supercritical (sc) CO₂. Thanks to their unique properties, bio-aerogels have attracted interest as biomaterials in the last decade. Among the various polysaccharides, hyaluronic acid (HA) is an especially promising candidate for the preparation of biomedical aerogels. HA, a linear anionic polysaccharide, is part of the natural extracellular matrix and exhibits important functional and structural roles in the body, for example during tissue regeneration.² In this contribution, the preparation of physically crosslinked HA aerogels and processing-structure-properties correlations are highlighted.

Experimental methods

HA gels were prepared from HA solutions using the freeze-thaw (FT) induced gelation method. HA dry materials were then made via solvent exchange and drying with scCO₂. The properties of the materials (e.g. specific surface area, density, porosity and morphology) were investigated as a function of processing parameters (e.g. HA concentration in solution, solution pH, number of FT cycles and non-solvent).

Results and discussion

It was found that the HA solution pH plays a key role in the aerogel formation, as not all pH values resulted in materials with a high specific surface area.³ A pH value of 2.5, the HA isoelectric point, allowed for the formation of aerogels at all of the conditions assessed. HA aerogels were obtained with a low density (< 0.2 g/cm³), a high specific surface area (up to 600 m²/g) and a high porosity (> 85%). SEM images demonstrated the presence of meso- and macroporosity. The variation of other parameters (e.g. HA concentration) also had an effect on final material properties, but less pronounced. Thanks to their high porosity and hydrophilicity, HA aerogels rapidly absorbed PBS with the maximum absorption (four times the polymer mass) reached after 15 minutes.

Conclusion

HA aerogels are promising biomaterials with tunable properties and internal structure that may find application as e.g. wound dressings.

Acknowledgments

This work was performed in the frame of the ANR project '3D-AER-HYAL'. We are grateful to Dr. Julien Jaxel (PERSEE, MINES Paris) for supercritical drying and to Suzanne Jacomet (CEMEF, MINES Paris) for help with SEM imaging.

References

- [1] T. Budtova, S. Buwalda et al., Biorefinery approach for aerogels. *Polymers* 2020, 12, 2779.
- [2] M.F.P. Graça, S.P. Miguel, C.S.D. Cabral, I.J. Correia, Hyaluronic acid - based wound dressings: a review. *Carbohydrate Polymers* 2020, 241, 116364.
- [3] L. Legay, T. Budtova, S.J. Buwalda, Hyaluronic acid aerogels made via freeze-thaw induced gelation, *Biomacromolecules* 2023, 24, 4502-4509.

Conception et étude des hydrogels dynamiques à base d'acide hyaluronique avec une rigidité modulable induite par des glycopolymères thermosensibles

Christelle Bindang, Rachel Auzély-Velty

Centre de recherche sur les macromolécules végétales

Chritselle.bindang@cermav.cnrs.fr

Résumé

Certains polysaccharides naturels, comme l'agarose et les carraghénanes, présentent une gélification thermosensible, passant de l'état gel à solution en raison de la dissociation d'agrégats ordonnés de doubles hélices. Transférer cette propriété à l'acide hyaluronique (HA), un biopolymère largement utilisé en médecine pour sa biocompatibilité et sa biodégradabilité, représente une approche prometteuse. Un hydrogel thermoréversible à base d'HA pourrait permettre une libération spatio-temporelle de médicaments contrôlée par la température via l'utilisation d'ultrasons focalisés ou servir d'encre pour la bio-impression 3D de modèles tissulaires.

Cette étude vise à développer une nouvelle classe d'hydrogels thermoréversibles dérivés de l'HA, en combinant un glycopolymère synthétique thermosensible, présentant une température critique inférieure de démixtion (LCST) de $\sim 41^{\circ}\text{C}$ permettant une transition gel-sol sous hyperthermie douce et des liaisons covalentes dynamiques de type ester-boronate pour réticuler l'HA.

Des précurseurs d'HA, de masses molaires de 40, 72 et 100 kg/mol, ont été modifiés par amidation avec des groupements acide phénylboronique (PBA), donnant des dérivés HA-PBA avec un degré de substitution de 15 %. En parallèle, le *N*-isopropylacrylamide (NIPAM) et l'acide méthacrylique (MAA) ont été copolymérisés par polymérisation RAFT (*Reversible Addition-Fragmentation Chain Transfer*), garantissant une distribution étroite des masses molaires et une composition maîtrisée. Le poly(NIPAM-co-MAA) obtenu a ensuite été fonctionnalisé par une amidation avec la fructosamine, conduisant au glycopolymère cible avec une LCST ajustable à 41°C . L'introduction de résidus de fructose a pour but d'augmenter l'hydrophilie du polymère, élevant ainsi la LCST par rapport à celle du poly(NIPAM) (32°C), la densité en motifs sucrés permettant de moduler cette température de transition.

L'hydrogel thermosensible à base d'HA développé dans cette étude présente des propriétés mécaniques ajustables en fonction de la structure du dérivé HA-PBA et de la composition du glycopolymère. Son comportement de gélification réversible et sa conception biocompatible en font un candidat prometteur pour des applications en libération contrôlée de médicaments et en bio-impression 3D.

Références

- (1) D'Este, M.; Eglin, D.; Alini, M. A Systematic Analysis of DMTMM vs EDC/NHS for Ligation of Amines to Hyaluronan in Water. *Carbohydrate Polymers* **2014**, *108*, 239–246. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.02.070>.
- (2) Figueiredo, T.; Cosenza, V.; Ogawa, Y.; Jeacomine, I.; Vallet, A.; Ortega, S.; Michel, R.; Olsson, J. D. M.; Gerfaud, T.; Boiteau, J.-G.; Jing, J.; Harris, C.; Auzély-Velty, R. Boronic Acid and Diol-Containing Polymers: How to Choose the Correct Couple to Form “Strong” Hydrogels at Physiological pH. *Soft Matter* **2020**, *16* (15), 3628–3641. <https://doi.org/10.1039/D0SM00178C>.
- (3) Hiruta, Y.; Nagumo, Y.; Miki, A.; Okano, T.; Kanazawa, H. Effects of Terminal Group and Chain Length on Temperature-Responsive Chromatography Utilizing Poly(N-Isopropylacrylamide) Synthesized via RAFT Polymerization. *RSC Adv.* **2015**, *5* (89), 73217–73224. <https://doi.org/10.1039/C5RA15906G>.
- (4) Lanza-laco, S.; Armelin, E. Poly(N-Isopropylacrylamide) and Copolymers: A Review on Recent Progresses in Biomedical Applications. *Gels* **2017**, *3* (4), 36. <https://doi.org/10.3390/gels3040036>.

Hydrogels thermosensibles à base d'acide hyaluronique pour l'élaboration de bio-encres

Jordan Masurier¹, Mathieu Madau¹, Didier Le Cerf¹, Christophe Egles¹

¹ Normandie Univ., UNIROUEN, INSA Rouen, CNRS, PBS, F-7600 Rouen, France

Jordan.masurier1@univ-rouen.fr

La biocompatibilité des hydrogels permet leur utilisation dans des domaines tels que l'industrie cosmétique (gels douche, shampoings)¹ ou l'industrie médicale (cicatrisation de plaies, substrats de culture cellulaire tridimensionnel)². La forte teneur en eau des hydrogels permet à ces matériaux d'avoir des propriétés mécaniques et de surfaces semblables à celles des tissus biologiques. Ces propriétés permettent d'utiliser les hydrogels pour de l'ingénierie tissulaire² en envisageant l'impression 3D³. L'élaboration de bio-encres nécessite cependant à la fois de pouvoir extruder l'hydrogel, mais également que ce dernier puisse maintenir une forme stable après impression. Une solution envisagée à ce problème est l'utilisation d'un hydrogel stimuli-sensible dont la gélification sera induite par un changement de température.

Le laboratoire PBS a développé des hydrogels thermosensibles à base de chaînes d'acide hyaluronique sur lesquelles sont greffés des copolymères à LCST (*'Lower Critical Solution Temperature'*) qui deviennent associatifs par élévation de la température, permettant ainsi la formation d'un hydrogel⁴. Les copolymères LCST sont composés de 2-isopropyl-2-oxazoline (iPrOx), qui confère le caractère LCST, et de 2-n-butyl-2-oxazoline (nBuOx), qui augmente le caractère hydrophobe du copolymère, permettant ainsi de diminuer sa température de point trouble. La transition sol/gel en milieu aqueux de l'acide hyaluronique ainsi fonctionnalisé (HA-g-POx) peut alors être ajustée par la composition en monomère et le degré de polymérisation des greffons POx, mais également par leur taux de greffage sur les chaînes de HA (Figure 1). Les propriétés de gélification du HA-g-POx permettent alors l'utilisation de ce dernier comme bio-encre (Figure 2). Une étude de la cytocompatibilité du matériau est également entreprise afin de justifier son utilisation en ingénierie tissulaire.

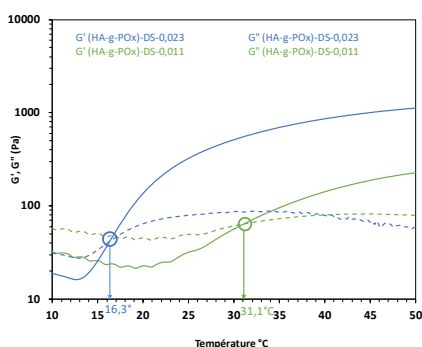


Figure 1. Rampe en température de deux HA-g-POx (solutions à 30g.L⁻¹ en tampon PBS) DP_{POx} : 50 ; DS : 2,3% (bleu) et 1,1% (vert) ; M_n (HA) : 990 000 g.mol⁻¹

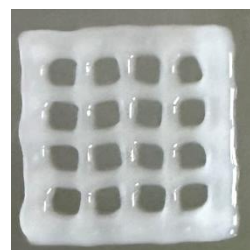


Figure 2. Impression 3D d'un hydrogel HA-g-POx (solution 30g.L⁻¹ en tampon PBS) DP : 50 ; DS : 2,3% ; M_n (HA) : 990 000 g.mol⁻¹

Remerciements : Remerciement à la région Normandie pour le financement de ce projet.

Références :

1. S. Mitura et al J Mater Sci: Mater Med 31, 50 (2020)
2. A. Sannino, Materials 2 (2009) 353-373.
3. Matti Kesti et al. Acta Biomaterialia 11 (2015) 162-172
4. M. Madau et al. Polymer 244 (2022) 124643.

Development of long-scale interphases in biocomposites: a step towards bioinspired structures

Estelle Doineau^{1, 2, 3}, Youssef El Moussi¹, Monica Pucci⁴, Belkacem Otazaghine¹, Aurelie Taguet¹, Jean-Charles Benezet¹, Bernard Cathala³, Julien Bras², Nicolas Le Moigne¹

¹ *Polymers, Composites and Hybrids (PCH), IMT Mines Ales, Ales, France*

² *Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LGP2, F-38000 Grenoble, France*

³ *INRAE, UR BIA, F-44316, Nantes, France*

⁴ *LMGC, IMT Mines Ales, Univ Montpellier, CNRS, Ales, France*

nicolas.le-moigne@mines-ales.fr

Since the 90s, bio-based polymers and composites have undergone significant development. For example, the automotive industry is seeking to develop ever lighter structures and increase the bio-based fraction of its composites, which could be achieved by using plant fibres as reinforcements. Beyond the interesting intrinsic properties of plant fibres, the thermo-mechanical properties of biocomposite materials are highly dependent on the fibre / matrix interface. However, most polymer matrices are apolar and hydrophobic, which implies weak interactions, and therefore low interfacial adhesion with plant fibres, and is not easy to overcome. Inspired by natural biological systems that feature hierarchical nanostructured architectures and achieve high strength and toughness [1], the goal of this work is to develop long-scale interphases in polymer biocomposites. Two strategies are explored: (i) a polymer engineering approach based on radiation-induced cross-linked interphases in LDPE-based biocomposites reinforced by aliphatic phosphonic acid modified flax fibres [2], and (ii) a nanotechnology approach based on nanostructured interphases in PP and epoxy-based biocomposites reinforced by Cellulose NanoCrystals (CNC) modified flax fibres [3, 4]. A multi-scale analysis of the resulting interphases is carried out, from the nano & micrometric scale with the characterization of fibre surface topography, work of adhesion and interfacial shear strength (IFSS) between flax fibres and matrices, to the macroscopic scale with the mechanical properties of biocomposites.

Remerciements

IMT Mines Alès (projet FERIA, Prix André Lefebvre), Sophie ROUÏF (Ionisos, Dagneux, France) for Gamma radiation treatment. CNRS-INRA' Symbiose' SYnthon et Matériaux BIOSourcés for mission funding, and by Glyco@alps (ANR-15-IDEX-02), Idex UGA. LGP2 is part of the LabEx Tec 21 (Investissements d'Avenir – grant agreement n°ANR-11-LABX-0030) and of PolyNat Carnot Institute (Investissements d'Avenir – grant agreement n°ANR-16-CARN-0025-01).

Références

1. Doineau et al. (2021). Development of bio-inspired hierarchical fibres to tailor the fibre/matrix interphase in (bio) composites. *Polymers*, 13(5), 804.
2. El Moussi et al. (2020). Controlling interfacial interactions in LDPE/flax fibre biocomposites by a combined chemical and radiation-induced grafting approach. *Cellulose*, 27, 6333-6351.
3. Doineau et al. (2021). Hierarchical thermoplastic biocomposites reinforced with flax fibres modified by xyloglucan and cellulose nanocrystals. *Carbohydrate Polymers*, 254, 117403.
4. Doineau et al. (2024). Multiscale analysis of hierarchical flax-epoxy biocomposites with nanostructured interphase by xyloglucan and cellulose nanocrystals. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 184, 108270.

Adsorption compétitive de fractions de xyloglucane sur des nanocristaux de cellulose

G. Rangel¹, M. Grelier¹, A. Villares¹, C. Chassenieux², B. Cathala¹

1 Unité de recherche sur les Biopolymères, Interactions Assemblages UR1268, INRAE, 44300 Nantes,

2 IMMM UMR CNRS6283, Le Mans University Avenue Olivier Messiaen, 72085 Le Mans, France

Bernard.cathala@inrae.fr

Le développement d'hydrogels entièrement biosourcés à l'aide de procédés simples et respectueux de l'environnement est un défi majeur pour répondre aux nouvelles exigences environnementales et sociétales. Ces matériaux doivent également avoir des propriétés performantes et adaptables. Un moyen simple d'atteindre cet objectif est de formuler des mélanges de polymères et de nanoparticules dans l'eau pour former des matériaux nanocomposites, permettant d'ajuster les propriétés fonctionnelles telles que les propriétés mécaniques, la porosité, la rétention d'eau, et autres. La connaissance des mécanismes par lesquels les polymères s'adsorbent sur les surfaces des nanoparticules est donc importante pour contrôler et ajuster les propriétés finales des hydrogels. [1] Afin d'étudier plus finement les mécanismes régissant la structuration de l'interface, nous proposons d'étudier la compétition entre des polymères de masses molaires différentes. Le xyloglucane (XG) est une hémicellulose possédant une forte interaction avec la cellulose. [2, 3] Ce polysaccharide peut être fractionné par voie enzymatique ou physique pour obtenir des fractions de différents poids moléculaires. [4, 5] Dans un premier temps, nous avons étudié l'adsorption des fractions sur des nanocristaux de cellulose (CNC), et notamment l'évolution de la conformation des polymères adsorbés. Après adsorption d'une fraction de masse molaire déterminée, le déplacement par une fraction de masse molaire différente sera étudié en fonction de la couverture de la surface des nanoparticules et des conformations des polymères. Les cinétiques de déplacement indiquent la formation d'interfaces mixtes reliées aux conformations d'adsorption.

Remerciements

Ce travail est une contribution au programme HOBIT financé par la région Pays de la Loire. Ce travail est alimenté par le projet AMETHYST du PEPR DIADEM, avec le soutien financier du programme France 2030 (numéro de projet ANR-22-PEXD-0015).

Références

1. Rangel, G., et al., *Xyloglucan–Cellulose Nanocrystals Mixtures: A Case Study of Nanocolloidal Hydrogels and Levers for Tuning Functional Properties*. Gels, 2024. **10**(5): p. 334.
2. Villares, A., et al., *Kinetic aspects of the adsorption of xyloglucan onto cellulose nanocrystals*. Soft Matter, 2015. **11**(32): p. 6472-6481.
3. Dammak, A., et al., *Exploring Architecture of Xyloglucan Cellulose Nanocrystal Complexes through Enzyme Susceptibility at Different Adsorption Regimes*. Biomacromolecules, 2015. **16**(2): p. 589-596.
4. Villares, A., et al., *Effect of xyloglucan molar mass on its assembly onto the cellulose surface and its enzymatic susceptibility*. Carbohydrate Polymers, 2017. **157**: p. 1105-1112.
5. Talantikite, M., et al., *Influence of Xyloglucan Molar Mass on Rheological Properties of Cellulose Nanocrystal/Xyloglucan Hydrogels*. Journal of Renewable Materials, 2019. **7**(12): p. 1381-1390.

BREWERS SPENT GRAIN UNDER DEEP EUTECTIC SOLVENT FOR BIOPOLYMER- PROTEIN FILM PRODUCTION

Gina GOMEZ ACERO, Frédéric PROCHAZKA, Melinda DESSE

Ingénierie des matériaux polymères IMP – Université Jean Monnet

gina.gomez.acero@univ-st-etienne.fr

Nowadays, several research studies aim to replace crude oil as the principal element in plastics, chemistry and energy. Lignocellulosic materials have been recognized as an alternative to multiple petroleum products. Hence, its transformation into building blocks for green chemistry and biopolymer production is crucial. Waste biomass lignocellulose material is abundant (500 million tons of dry matter per year in EU) and cheap (1 to 4 €/kg) and therefore of interest to valorize.

The objective of the work presented today, is to transform Brewer's Spent Grain (BSG), the lignocellulosic residue from brewing industries into a biopolymer film. The effect of deep eutectic solvent (DES) coupled with ultrasound assisted treatment, followed by sodium hydroxide reaction under mild conditions were evaluated.

To understand the reaction between solvents and biomass, TGA, FTIR, NMR, HPLC, and microscopy analysis were carried out. The benefit of using ultrasound assisted treatment with deep eutectic solvent reaction was confirmed by FTIR spectra, with an increase in the intensity of hydroxyl stretching vibration band which could be correlated to higher polymers and protein dissolution. HPLC results also confirmed the increase of lignin removal when deep eutectic solvent reaction took place under ultrasound conditions.

Additional results showed the advantage of sodium hydroxide to dissolve residual lignin, hemicelluloses and protein. The high pH upgraded the protein interaction with polymer, since the alkaline media was far from the isoelectric point of protein. Finally, the casting and drying process of final solution resulted in a biopolymeric protein film easy to peel off at 50°C.

Remerciements

We thank all the members of the IMP laboratory at Jean Monnet University. We also express our gratitude to Claude Bernard Lyon 1 University, especially to Dr. Carlos Fernandez de Alba, for assisting us with the NMR protocol. Finally, we thank Agnès Crepet for her guidance during HPLC analysis.

Références

Alessandra Procentese, Francesca Raganati, Giuseppe Olivieri, Maria Elena Russo, Lars Rehmann, Antonio Marzocchella. Biotechnology for biofuels. (11 :37). 2018.

Ancuta Chettrariu and Adriana Dabjija. Applied sciences (10). 2020.

Suling Liu, Qing Zhang, Shaheng Gou, Lili Zhang, Zhiguo Wang. Carbohydrate polymers. (251). 2021.

Wang Shuizhong , Li Helong , Xiao Ling-Ping , Song Guoyong. Frontiers in Energy research. (8) 2020.

Cellulose in solution in Ionic Liquids: conformation and inter-chains correlations.

Qiang Zhang^a, Javier Perez^b, Patrick Judeinstein^a, Yoshiharu Nishiyama^c, Doru Constantin^d,
François Boué^a

a Laboratoire Léon Brillouin, UMR12 CEA-CNRS, U. Paris-Saclay, F-91191 Gif sur Yvette,

b SWING, Synchrotron SOLEIL, Saint-Aubin – BP 48, 91192 Gif sur Yvette, France.

c CERMAV-CNRS, CS40700, 38041 Grenoble Cedex 9, France.

d Institut Charles Sadron, CNRS and Université de Strasbourg, 67034 Strasbourg, France.

francois.boue@cea.fr

Ionic liquids (ILs) emerged as a non-polluting solvent that can dissolve cellulose effectively. The solvation mechanism is slightly controversial. In studies of such solutions using SAXS, in spite of low contrast and thin chain conformation giving very low intensity,

- we extracted a **form factor of core-shell semiflexible chain**.
- increasing concentration on a wide range (0.0005 - 0.3 g/g), we unveiled interchain effects:
 - in well dissolved cases, a **structure factor** can be proposed for independent softly aligned cellulose chains
 - at higher concentration, or in presence of a small percentage of water, a stronger scattering is observed suggesting **biphasic structures**, which can be useful to understand the first stages of the “regeneration”
 - analysis of **bacterial cellulose** scattering evidences identical chain whereas aggregates additional low q scattering can be subtracted. This widens the way to neutron scattering experiments using deuteriated bacterial chains.

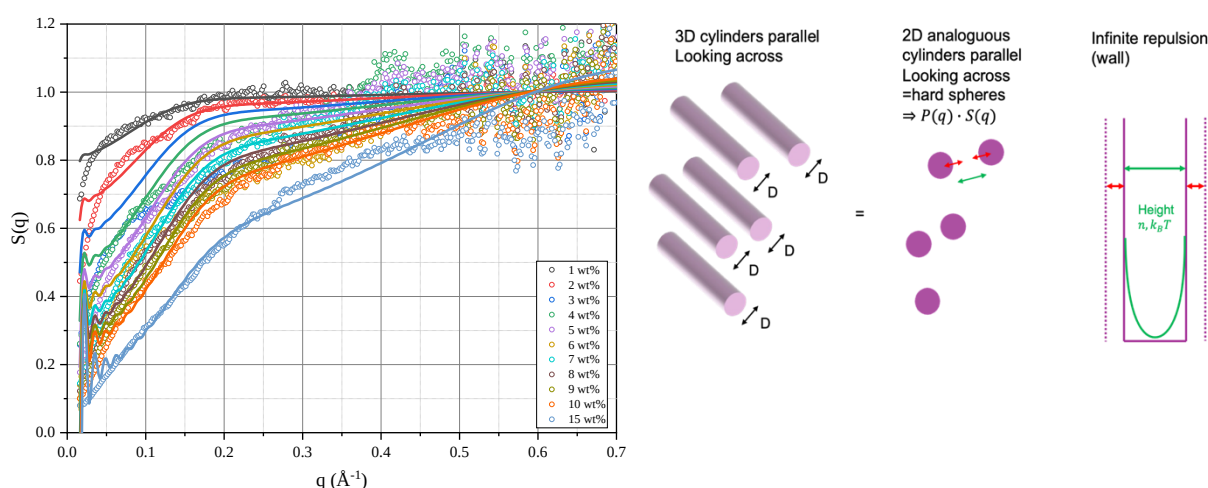


Figure: Aligned “Hard Rods” (right) effective structure factor(left) of cellulose chains in an Ionic Liquid, ButylMethylimidazolium Acetate, for concentration between 1% and 15%.

Remerciements. To SOLEIL, ESRF, and ILL for beam time on SWING, ID2, D22 and D16

Références

1. Q. Zhang, PhD thesis, Université Paris-Saclay, 2024.

Chitosan-based microgels: Elaboration of a model soft-colloid with controlled microstructure

Inès Elharar^{1}, Alexandra Clayer-Montembault², Jean-Charles Majesté¹, Fabien Dutertre^{1*}*

¹ *Université Claude Bernard Lyon 1, INSA Lyon, Université Jean Monnet, CNRS UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, 42000 Saint-Etienne Cedex 2, France*

² *Université Claude Bernard Lyon 1, INSA Lyon, Université Jean Monnet, CNRS UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, 69100 Villeurbanne Cedex, France*

Ines.elharar@univ-st-etienne.fr

In the rich landscape of soft colloids, fundamental understanding is required to synthesize well defined “model” systems that are homogenous at different scales. Their different architectures offer many possibilities to tailor the flow properties and performances of the complex fluid [1]. For microgel, a free-defect structure reaches a homogenous crosslink density, without “loop” and free dangling chains, and a narrow distribution in size. In literature, there is plenty of study about bio-based microgels, especially polysaccharides-based microgels [2]. Nevertheless, controlling their microstructure at different scales remains a challenge.

In this work, we aim to synthesize “model” bio-based soft colloids from chitosan to investigate the impact of their homogeneous/heterogeneous internal structures on their rheological properties in suspension. Chitosan was chosen due to its versatility and as a semi-rigid biopolymer (persistence length from 8 nm) which may provide a unique semi-rigid microgel.

To produce a chitosan-based microgels model, firstly, we focus on crosslinking strategies using thiol-ene chemistry [3] and the optimisation of water in oil emulsion to generate microgels. The rheological study highlights the effect of concentration and temperature on the reaction kinetics and the hydrogel’s strength. The synthesis strategies will then be transposed to inverse emulsion and the parameters governing it will be studied during microgel formation.

Thanks:

Thanks to the national research agency for funding my thesis.

References:

- [1] D. Vlassopoulos and M. Cloitre, “Tunable rheology of dense soft deformable colloids,” *Curr Opin Colloid Interface Sci*, vol. 19, no. 6, pp. 561–574, 2014, doi: 10.1016/j.cocis.2014.09.007.
- [2] D. J. McClements, “Designing Biopolymer Microgels to Encapsulate, Protect and Deliver Bioactive Components: Physicochemical Aspects. *Adv. Colloid Interface Sci.* 2017, 240, 31–59.
- [3] N. Roas-Escalona, F. Becquart, T. Delair, and F. Dutertre, “Chitosan-based hydrogels: Influence of crosslinking strategy on rheological properties,” *Carbohydr Polym*, vol. 341, no. May, p. 122329, 2024, doi: 10.1016/j.carbpol.2024.122329.

Comprendre la formation de complexes hemicellulose-polyphénols

Mamdouh, S*, Capron, I, Voisin, H

INRAE, UR BIA, 44316 Nantes - France *sarah.mamdouh@inrae.fr

La paroi cellulaire des plantes est un exemple fascinant de nanocomposite parfaitement optimisé aux propriétés mécaniques très modulables, résultants d'une grande variabilité de microstructures complexes formées par des biomolécules (cellulose, hémicelluloses, pectines, lignine, protéines...). Pour mieux comprendre cette architecture, des systèmes simplifiés comme le ternaire cellulose-hémicellulose-polyphénol peuvent être étudiés. Dans ce cadre, nous avons d'abord établi le diagramme de phase du couple hémicellulose -polyphénol en utilisant le xyloglucane et l'acide tannique comme molécules modèles en caractérisant leurs assemblages en fonction de leurs concentrations et de la force ionique du milieu. Ce diagramme de phase a été obtenu en suivant la turbidité de ces assemblages grâce à un montage milifluidique et nous a permis d'identifier deux régimes distincts : une phase homogène de complexes nanoparticulaires et une phase d'agglomérats macroscopiques. Ces deux états présentant un fort potentiel pour la conception de matériaux biosourcés, les mécanismes à l'origine de leur formation ont été étudiés en détail grâce à une combinaison de techniques incluant l'ITC, la QCM-D et la DLS afin de caractériser leurs propriétés physico-chimiques. Ces résultats fournissent une base essentielle à la compréhension du système ternaire cellulose-hémicellulose-polyphénol et ouvrent des perspectives pour l'élaboration de matériaux fonctionnels intelligents à partir de sources durables.

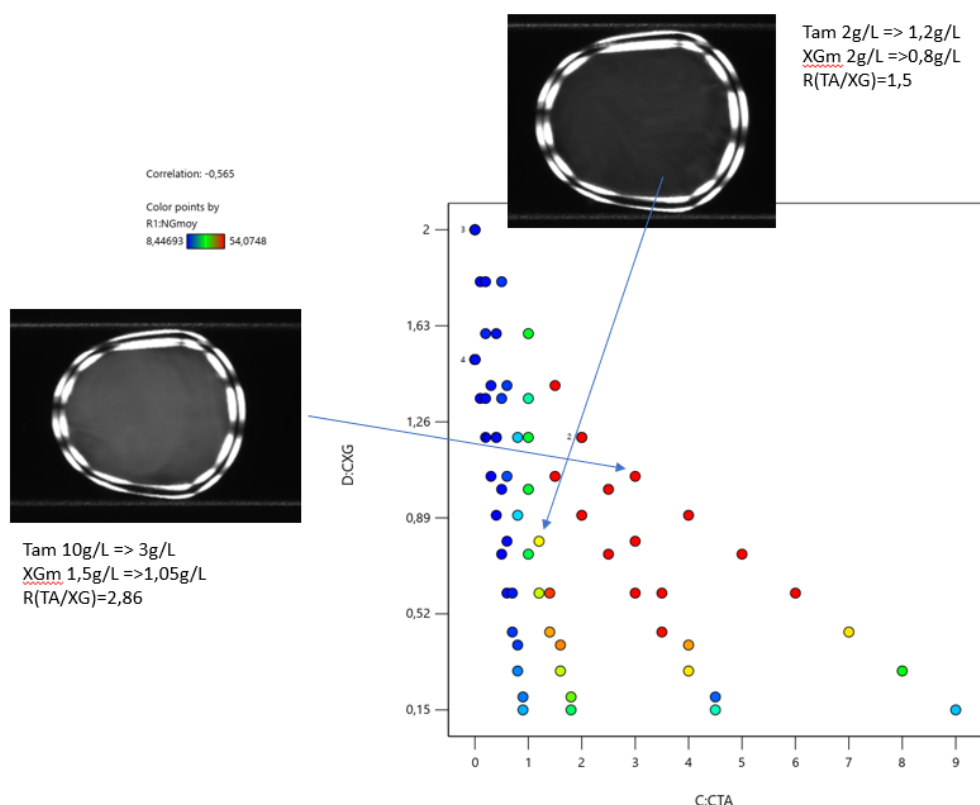


Figure 1 : Diagramme de phase des mélanges Xyloglucan(XG) Acide tannique (TA) dans l'eau exprimé en niveau de gris moyen (NGmoy) des gouttes, les points rouges représentant une complexation importante (NGmoy bas) et les points bleus une complexation faible (NGmoy haut). Accompagné de photographies de gouttes représentantes des 2 phases.

Elaboration de surfaces antibactériennes intelligentes pH-sensibles par greffage de complexes de polyélectrolytes à base de polysaccharides.

Gisèle DEMGNE FOUBI, Stéphane ALEXANDRE, Virginie DULONG, Pascal THEBAULT
Univ Rouen Normandie, INSA Rouen Normandie, CNRS, Normandie Univ, PBS UMR 6270,
F-76000 Rouen, France

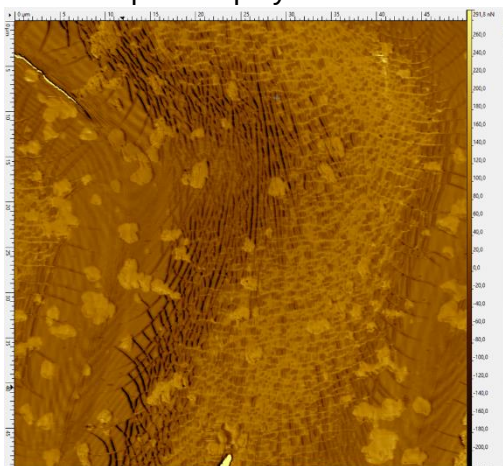
gisele.demgne-foubi@univ-rouen.fr

Les contaminations microbiennes représentent à la fois un véritable déficit sanitaire en raison des infections liées aux dispositifs médicaux et un enjeu socioéconomiques de par les contaminations de matériaux industriels, de produits cosmétiques et alimentaires (1). On estime à 1,3 millions le nombre de décès à l'échelle mondiale chaque année due aux pharmacorésistances (2). Lorsqu'elles adhèrent à des supports, les bactéries peuvent développer des biofilms, qui leur permettent de résister aux conditions drastiques externes et d'être plus résistantes aux composés antimicrobiens.

La prévention de l'adhésion des bactéries aux supports constitue donc un moyen préventif pour lutter contre les contaminations bactériennes et la formation de biofilms. De nombreuses études sont menées afin de développer des surfaces ayant des propriétés physiques ou chimiques empêchant l'adhésion des bactéries aux supports et/ou libérant des molécules biocides permettant de tuer les bactéries (3).

Au sein du laboratoire PBS, des stratégies sont mises en place afin de développer des surfaces antiadhésives et bactéricides biocompatibles à partir de polysaccharides et d'agents antibactériens exerçant une activité à large spectre (bactéries gram- et gram +)(4).

Le projet « Surfaces Antibactériennes Intelligentes pH-Sensibles » (SAIS) s'inscrit dans la continuité de ces travaux afin de produire des surfaces recouvertes de complexes de polyélectrolytes (PECs) ayant une double fonction : empêcher l'adhésion des bactéries et contrôler la libération de biocides (composés terpéniques) via une modification du pH en cas de contamination bactérienne. Les PECs sont obtenus par assemblage via des interactions électrostatiques de polysaccharides cationique et anioniques.



Microscopie à force atomique (AFM), cette image en adhérence (50x50µm) montre une surface de PDMS fonctionnalisée par des PECs

Les polysaccharides anioniques sont modifiés par des méthodes maîtrisées au sein du laboratoire afin de leur apporter un caractère amphiphile permettant l'augmentation de la séquestration de molécules antibactériennes hydrophobes. Les PECs sont caractérisés par différentes techniques (DLS, TEM). Ensuite, des surfaces de polydiméthylsiloxane (PDMS), largement utilisées pour les dispositifs médicaux, sont fonctionnalisées par les PECs et caractérisées par IR, AFM et XPS par exemple. Pour finir l'activité antibactérienne des surfaces est testée contre *Staphylococcus aureus*, espèce la plus rencontrée dans le cadre d'infections nosocomiales.

Remerciements : Remerciement à la région Normandie pour le financement de ce projet

1. T. Zhang et al, Prog Org Coat 2024 ; 186 : 107923
2. <https://www.who.int/fr/news/item/30-05-2024-seventy-seventh-world-health-assembly--daily-update--30-may-2024>
3. Jiang Y et al, Prog Org Coat. 2024;186:108028.
4. Paris JB et al, Colloids Surf B 2017 ;156 :186-93

BAST FROM THE PAST: LEARNING FROM ANCIENT PLANT FIBRES

^aAlain Bourmaud, ^aCamille Goudenhooft, ^bSylvie Durand,

^cAnita Quilès, ^dAlessia Melelli, ^bJohnny Beaugrand, ^eDarshil U Shah

a Univ. Bretagne Sud, UMR CNRS 6027, IRDL, F-56100 Lorient, France

b UR1268 BIA, INRAE, F-44316 Nantes, France

c Institut Français D'Archéologie Orientale Du Caire, Le Caire, Egypt

d Synchrotron SOLEIL, F-91190 Saint-Aubin, France

e Centre for Natural Material Innovation, University of Cambridge, Cambridge, UK

alain.bourmaud@univ-ubs.fr

Bast fibres have been critical materials in the evolution of human civilizations. In particular, their use in fishing technology for nets, traps, or lines-- as well as in maritime transport --for ropes, sails, and sailors' clothing, have enabled mobility, livelihoods, and the exchange of goods and transmission of cultures since pre-industrial societies. Here, we propose a range of results obtained from two groups of ancient samples:

i. Well-preserved fishing nets from two distant but contemporaneous groups at the end of the 4th millennium BCE: one from Neolithic period in Egypt (Neolithic period, ca. 5265 ± 30 BP) and the other from the Middle Preceramic Peruvian Pacific coast (5350 ± 30 BP). The fishing nets possess substantially similar textile architectures even though they use bast fibres from different species: *Linum usitatissimum* L. (flax) by the Ancient Egyptians and *Asclepias* sp. (milkweed) by the coastal Andean community.

ii. Egyptian *Linum usitatissimum* L. (flax) textiles originating from different periods and having different functions: one mortuary linen dating from the early Middle Kingdom (Eleventh Dynasty, ca. 4056–3986 BP), one other textile used for mummy stuffing (Old Kingdom, ca. 4481–4232 BP) and one figurine garment, found in ancient galena mines at the Geb-El-Zeit site (Second Intermediate Period,; ca. 3630–3474 BP).

We examine these different fibre types and studied their distinct processing, morphological and ultrastructural characteristics. Multi-photon and scanning electron microscopy (SEM) are supplemented by 3D micro-computed X-ray phase-contrast tomography to investigate the unique architectures of the yarns and their individual fibres artefacts. These ultrastructural characteristics are discussed in relation to the mechanical performance of the fibre cell walls measured by atomic force microscopy. We demonstrate the use of state-of-the-art micro-spectroscopy techniques for archaeobotanical studies, and use these ancient artefacts as a new lens to unravel the *episteme* and *techne* of fibre and textile production in the past, but also to better understand the durability and ageing of plant fibres.

The authors gratefully thank the ANR (Agence Nationale de la Recherche) for funding the FLOEME and ANUBIS projects (ANR-21- CE10-0008 – FLOEME; ANR-21-CE43-0010 – ANUBIS) and Synchrotron SOLEIL for the ANATOMIX beamline time (proposal n° 20211421). ANATOMIX is an Equipment of Excellence (EQUIPEX) funded by the Investments for the Future program of the ANR, project NanoimagesX, grant no. ANR-11-EQPX-0031.

STARCH AND STARCH-HYDROXYAPATITE AEROGELS AND XEROGELS: TOWARDS BIO-BASED SUBSTITUTES FOR CANCELLOUS BONES

Hiba Bouras^a, Sytze Buwalda^a, Yannick Tillier^a, Jean-Marie Nedelec^b, Alice Roscelli^{a, c}, Frederic Luton^c, Alain Corinus^c, Christophe Pradille^d, David Marchat^e, Tatiana Budtova^a

^a Center for Materials Forming (CEMEF), Mines Paris - PSL, UMR CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis, France

^b Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, ICCF, F-63000 France

^c IPMC Université Côte d'Azur, CNRS UMR7275, Inserm U1323, Institut de Pharmacologie Moléculaire et Cellulaire, 660 route des Lucioles, 06560 Valbonne Sophia-Antipolis

^d Mat Xper, 19 Traverse du Barri, 06560, Sophia Antipolis, France

^e Mines Saint-Etienne, Univ Jean Monnet, Etablissement Français du Sang, INSERM, U 1059 Sainbiose, 42023, Saint-Etienne, France

Hiba.bouras@minesparis.psl.eu

Porous starches are a specific class of bio-based materials with significant potential in various biomedical applications, ranging from scaffolds to drug carriers. To ensure their effectiveness, e.g. as substitutes for cancellous bone, controlling porosity and morphology is essential. In this study, porous potato starch-based materials were developed, starting from starch dissolution and retrogradation for 1 and 10 days. Starch aerogels were obtained by replacing water in hydrogels with a non-solvent (ethanol or acetone, resulting in organogels), followed by drying with supercritical CO₂ [1]; aerogel-like xerogels were produced through evaporative drying of organogels under low vacuum [2]. The density of all materials was around 0.25 – 0.45 g/cm³ and specific surface area varied from 20 to 120 m²/g. Longer retrogradation time significantly increased specific surface area due to the ramification of starch network. To enhance material potential for bone regeneration, hydroxyapatite beads (HA) were added to the starch solution, leading to the fabrication of starch-HA xerogels. Material density slightly increased and specific surface area decreased to 15 – 70 m²/g as HA possess very low surface area; yet materials remained porous and nanostructured. Their mechanical properties under the uniaxial compression were investigated. Starch and starch-HA xerogels were tested for their cytotoxicity; high cells viability suggest that the formulations have potential to be used as biocompatible scaffolds for bone tissue regeneration.

Acknowledgements

We are grateful to CARNOT MINES, CARINGS program, for financing this work, Roquette for providing starch and Région Sud – Provence-Alpes-Côte d'Azur for its support the acquisition of the MAIA 3 SEM (Research Call 2019). Our warm thanks to Julien JAXEL for supercritical drying, Guillaume CORVEC for support with mechanical testing, and Frederic GEORGI for his guidance in SEM.

References

1. Fangxin Zou, Tatiana Budtova, "Tailoring the morphology and properties of starch aerogels and cryogels via starch source and process parameter" *Carbohydrate Polymers* 255, 117344 (2021)

2. Fangxin Zou, Tatiana Budtova, "Starch Alcogels, Aerogels, and Aerogel-like Xerogels: Adsorption and Release of Theophylline" *ACS Sustainable Chemistry and Engineering* 11, 5617–5625 (2023)

Formulation et impression 3D de gels d'alginate et de pectine

Lucie Perret ⁽¹⁾, Carole Antoine-Assor ⁽¹⁾, Suênia De Paiva Lacerda ⁽²⁾, Marie-Joo Le Guen ⁽³⁾,
Claire Mayer-Laigle ⁽¹⁾

⁽¹⁾ IATE, University of Montpellier, INRAE, Institut Agro, Montpellier, France

⁽²⁾ Centre RAPSODEE, University of Toulouse, Albi, France

⁽³⁾ Scion, 49 Sala Street, Rotorua 3010, New Zealand

lucie.perret@umontpellier.fr

Abondants dans les parois cellulaires des plantes terrestres et marines, les pectines et les alginates sont des polysaccharides dotés d'une capacité intrinsèque à former des hydrogels ioniques. Ces polymères sont recherchés pour de nombreuses applications aussi bien dans le domaine agroalimentaire que dans le secteur biomédical, notamment pour la délivrance de médicaments et l'ingénierie tissulaire (Hasnain et al., 2020; Munarin et al., 2012).

Notre étude porte sur l'évaluation de leur potentiel dans ces deux domaines en vue de la conception de matériaux avancés pour l'impression 3D, avec pour objectif d'établir une relation entre la structure moléculaire du polymère, les propriétés rhéologiques et la procédabilité en impression 3D.

Différentes formulations à base d'alginate ou de pectine, partiellement pré-réticulées, ont été préparées puis imprimées par la technique de paste-printing. Une réticulation finale a ensuite été réalisée afin de stabiliser la forme obtenue. Les formulations ont été caractérisées rhéologiquement afin de relier leur comportement viscoélastique aux paramètres d'impression optimaux. La précision de l'impression a été évaluée par mesure dimensionnelle et tomographie, et les propriétés mécaniques des pièces obtenues ont été déterminées par des tests de compression.

Ces travaux ont permis de corrélérer les paramètres d'impression aux comportements viscoélastiques des différentes formulations, et ont montré que, bien que l'alginate et la pectine possèdent un mécanisme de gélification similaire de type « egg-box », ces deux biopolymères présentent des différences notables en termes de comportement à l'impression notamment sur la gamme de formulation utilisable ou sur la précision d'impression. Cette étude pose les bases pour l'élaboration d'un diagramme prédictif reliant les propriétés rhéologiques à la procédabilité et à la définition des paramètres d'impression optimaux, ouvrant ainsi la voie à la mise au point de formulations adaptées aux applications précitées.

Remerciements

Ces travaux ont été réalisés à SCION (Nouvelle-Zélande) dans le cadre du Laboratoire International Associé BIOMATA, réunissant l'INRAE, SCION, l'Université de Montpellier et l'Institut Agro, grâce au soutien du projet BIOHealth financé par la Fondation Agropolis.

Références

- Hasnain, M. S., Ahmed, S. A., Alkahtani, S., Milivojevic, M., Kandar, C. C., Dhara, A. K., & Nayak, A. K. (2020). Biopolymers for Drug Delivery. In A. K. Nayak & M. S. Hasnain (Eds.), *Advanced Biopolymeric Systems for Drug Delivery* (pp. 1–29). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-030-46923-8_1
- Munarin, F., Tanzi, M. C., & Petrini, P. (2012). Advances in biomedical applications of pectin gels. *International Journal of Biological Macromolecules*, 51(4), 681–689. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2012.07.002>

Modifications Passerini de la carboxyméthylcellulose pour la génération d'hydrogels doublement réticulés

A. Covelli^{1*}, E. Fleury¹, A. Charlot¹

¹Université de Lyon, INSA Lyon, IMP UMR 5223 CNRS, 69100, Villeurbanne, France

*adrien.covelli@insa-lyon.fr

Afin de conférer aux polysaccharides de nouvelles propriétés et d'étendre leur champ applicatif, leur modification chimique constitue une stratégie de choix. L'émergence de voies de fonctionnalisation vertueuses, conjuguant efficacité et durabilité, permettant une fonctionnalisation chimique sur mesure constitue un défi majeur. À ce titre, les réactions multi-composants (RMC) sont particulièrement attrayantes et remplissent un certain nombre de critères de la chimie verte¹. Ce sont des réactions monotopes pour lesquelles trois réactifs ou plus réagissent de manière concomitante pour former une seule structure finale intégrant la grande majorité des atomes des réactifs de départ. Parmi les RMC, la réaction de Passerini à trois composants (P-3CR) est bien adaptée à la modification de polysaccharides puisqu'elle engage un acide carboxylique, un carbonyle (typiquement un aldéhyde), et un isonitrile pour former une liaison α -acyloxy-carboxamide, en milieu aqueux, sans catalyseur ni agent de couplage. Depuis un certain nombre d'années, l'IMP s'intéresse à la fonctionnalisation de polysaccharides dont la carboxyméthylcellulose (CMC)² par P-3CR pour concevoir de nouvelles familles de dérivés doublement fonctionnalisés, notamment utilisés pour développer des films minces³, des hydrogels chimiques⁴ et des hydrogels physiques. Le travail présenté ici s'inscrit dans cette thématique et décrit la synthèse, par réaction de Passerini, de dérivés de CMC encore plus sophistiqués, fonctionnalisés à la fois par des fonctions réactives (approches méthacrylate et thiol-ène) et par des oligomères thermosensibles présentant un comportement de type LCST dans l'eau (polyoxyde d'alkylène de type POE-co-POP). L'objectif final est de générer de nouveaux hydrogels de CMC réticulés chimiquement (par irradiation UV-vis.) et sensibles à la température (*Figure 1*). Pour répondre à ces objectifs, nous présenterons différentes approches de modifications Passerini que nous avons mises en œuvre. Les paramètres expérimentaux ont été modulés de façon à sélectionner l'approche la plus efficace et à optimiser les taux de greffage. Les dérivés les plus prometteurs, notamment porteurs de groupements norbornène et de segments à LCST, ont été utilisés pour préparer des hydrogels réticulés chimiquement dont les propriétés physico-chimiques (rhéologie, gonflement...) ont été caractérisées en lien avec les conditions expérimentales de réticulation. De plus, la réponse sous élévation de température a été étudiée à la fois avant et après l'étape de réticulation chimique. Le caractère modulaire de la réaction de Passerini offre ainsi la possibilité de concevoir des dérivés et matériaux novateurs et conçus à façon.

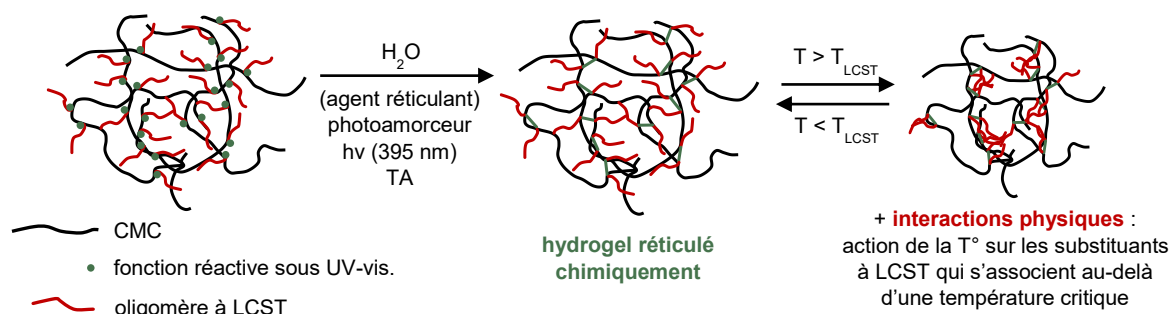


Figure 1 : Représentation schématique de la stratégie employée pour générer les hydrogels doublement réticulés

Les auteurs remercient le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche qui financent ces travaux ainsi que Fernande Da Cruz-Boisson, Carlos Fernandez de Alba et Patrick Goetinck pour leurs précieux conseils en spectroscopie RMN.

- (1) Javanbakht, S.; Shaabani, A., *ACS Appl. Bio Mater.* **2020**, 3 (1), 156–174
- (2) Pettignano, A.; Daunay, A.; Moreau, C.; Cathala, B.; Charlot, A.; Fleury, E., *ACS Sustain. Chem. Eng.* **2019**, 7 (17), 14685–14696
- (3) Vuillet, C.; Le Mouél, C.; Albertini, D.; Alcouffe, P.; Fleury, E.; Charlot, A., *Carbohydr. Polym.* **2025**, 351, 123066
- (4) Remy, L.; Sudre, G.; Charlot, A.; Fleury, E., *Carbohydr. Polym.* **2023**, 320, 121228

Rheological Behaviour of α and β -chitin Solutions in DMAc/LiCl, 5wt%

Lorelei DOUARD¹, Melinda DESSE¹, Alexandra CLAYER-MONTEMBAULT², Fabien DUTERTRE¹

¹ *Université Jean Monnet, CNRS UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, 11 rue du Docteur Annino, 42000 Saint-Etienne, France*

² *Lyon 1, CNRS UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, Ingénierie des Matériaux Polymères, 69100 Villeurbanne Cedex, France*

lolelei.douard@univ-st-etienne.fr

Chitin is a sustainable material with promising applications; it is a bio-based polymer extracted from the exoskeletons of arthropods and the cell walls of fungi. However, like many natural polymers, chitin has no fusion point and decomposes before melting, making it impossible to process it in a molten state. Using them in solution becomes compulsory, and allows better handling, shaping, and processing at lower temperatures without degradation. Solution processing also enables the formation of thin films, coatings, and nanostructures. In this study, chitin at high molecular weight was successfully dispersed in a DMAc/LiCl 5 wt%. This solvent system effectively disrupts the strong intermolecular interactions, allowing the preparation of homogeneous chitin solutions suitable for rheological experiments. However, the DMAc/LiCl/chitin system is highly sensitive to water, hence specific precautions were implemented during sample preparation and characterisations to minimize exposure and maintain the solution integrity.

Two types of chitin were examined: α -chitin (350 kg.mol⁻¹) and β -chitin (390 kg.mol⁻¹). Rheological measurements, including continuous shear flow and oscillatory tests, were performed to investigate the behaviour of chitin solutions at varying concentrations and temperature. At moderate concentration (below 2.0 wt%), both types of chitin displayed the classical rheological response characteristic of linear polymer solutions. This included distinct regimes of concentration-dependent behaviour, such as dilute, semi-dilute unentangled, and semi-dilute entangled states. These findings align with theoretical expectations for polymer dynamics in solution. This study demonstrates that DMAc/LiCl is a good solvent for chitin, facilitating the characterization of this polysaccharide known as insoluble in almost all common solvent. The successful dispersion and rheological characterization of α - and β -chitin contribute to advancing the scientific understanding of this bio-based polymer and its integration into innovative functional materials.

ETUDE DU COMPORTEMENT COLLOÏDAL D'UNE ENZYME DEGRADANT LA PAROI CELLULAIRE VEGETALE EN CONDITIONS MODELES CONCENTREES

Hugo Voisin, Estelle Bonnin, Mélanie Marquis, Camille Alvarado, Suzanne Lafon, Teresa Lopez-Leon, Frédéric Jamme, Isabelle Capron

INRAE, UR BIA, 44316 Nantes, France

INRAE, PANTHER, 44307 Nantes, France

Laboratoire Gulliver, UMR CNRS, ESPCI Paris, Université PSL, 75005 Paris, France

SOLEIL Synchrotron, DISCO Beamline, 91192 Gif-sur-Yvette, France

Hugo.voisin@inrae.fr

La compréhension de l'interaction spécifique des enzymes dégradant les polysaccharides de la paroi cellulaire avec leurs substrats est un enjeu important, à la fois d'un point de vue fondamental et pratique. De telles interactions sont difficiles à clarifier dans des conditions réelles (biomasse) en raison de la complexité structurale de la paroi cellulaire des plantes. Dans cette étude, nous présentons des systèmes modèles complexes et concentrés de suspensions de nanocristaux de cellulose (CNCs) cholestérique atteignant des dimensions proches de celles trouvées dans la paroi cellulaire des plantes. Des assemblages cellulose-xyloglucane (XG) aux différentes chimies de surface ont été étudiés, permettant de sonder les interactions et le comportement de diffusion d'une glucanase à la fois dans des conditions dynamiques diluées et dans un environnement cholestérique organisé et concentré (110 - 140 g/L).

Les analyses QCM-D et de fluorescence Deep-UV sur synchrotron ont montré que le XG adsorbé dans une conformation étendue (« trains ») modifiait l'interaction de la glucanase avec les polysaccharides, passant d'une interaction attractive à une interaction répulsive. Elles ont révélé la libre diffusion d'une glucanase vers les zones moins concentrées et organisées exclusivement en présence de XG. Cela démontre qu'une complexité accrue du milieu (mélange de polysaccharides solubles et insolubles) influence fortement la nature de l'interaction des enzymes avec les composants solides. Cette étude enrichit la compréhension de l'influence de l'interaction d'une protéine avec un substrat sur son transport dans un environnement contraint.

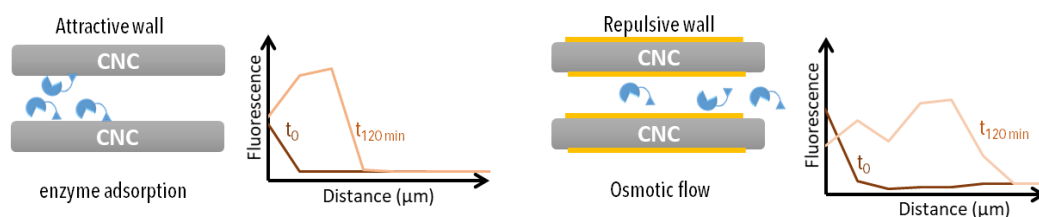


Figure 1. L'addition de XG influence fortement la diffusion de l'enzyme en milieu concentré

Additive-free 3D-printed nanostructured carboxymethyl cellulose aerogels

Sujie Yu, Romain Castellani, Anselmo Pereira, Rudy Valette, Tatiana Budtova

MINES Paris, PSL University, Center for Materials Forming (CEMEF), UMR CNRS 7635

sujie.yu@minesparis.psl.eu

Abstract

3D printing of polysaccharide solutions is widely recognized as a highly promising method in the biomedical field for achieving complex customized shapes. One of the main challenges is in selecting conditions, in particular, the rheological properties of the system, to retain the printed shape. For the first time, the direct ink writing (DIW) is successfully applied to neat carboxymethyl cellulose (CMC) solutions without any additives or crosslinking, only by adjusting solutions' rheological properties¹. The influence of CMC molecular weight, degree of substitution and polymer concentration on solutions' viscoelastic properties is investigated. Extrusion velocity at various pressures and pressure calibration curves are determined to optimize printing parameters. Lightweight and nanostructured materials, aerogels, are then made from the printed structures through drying with supercritical CO₂. 3D printed aerogels with high shape stability are of density (solid part) around 0.1 g/cm³ and specific surface area up to 140 m²/g, density being twice lower and surface area twice higher than those of the "bulk" (or moulded) counterparts. Customized aerogels with high specific surface area hold significant potential in biomedical applications, such as tissue engineering, wound dressings, drug delivery, *etc.*

Acknowledgements

We acknowledge the financial support from China Scholarship Council, IFF for providing CMC samples, Région Sud – Provence-Alpes-Côte d'Azur for supporting the acquisition of SEM, J. Jaxel (PERSEE, Mines Paris, France) for supercritical drying and I. Lahouij and F. Georgi (CEMEF, Mines Paris, France) for guiding in SEM analysis and G.L. Tian (LMD, Ecole Polytechnique, France) for coding pressure calibration.

References

- (1) Yu, S.; Castellani, R.; Pereira, A.; Valette, R.; Budtova, T. Additive-Free 3D-Printed Nanostructured Carboxymethyl Cellulose Aerogels. *Int. J. Biol. Macromol.* **2025**, *300*, 140277. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.140277>.

CHITOSANE ET CHITINE COMME SUPPORTS D'INTERACTION DE SURFACE AVEC LES PROTEINES : APPROCHE PAR MICROSCOPIE ET MICROBALANCE A QUARTZ

Lisa BASSO,^a Yvan RAHBE,^b David ALBERTINI,^c Clémence VUILLET,^a Aurélia CHARLOT,^a Laurent DAVID,^a Guillaume SUDRE^a

^a *Université Claude Bernard Lyon 1, INSA Lyon, Université Jean Monnet, CNRS UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères (IMP), F-69622 Villeurbanne Cédex, France*

^b *Université Claude Bernard Lyon 1, INSA Lyon, INRAE, CNRS UMR5240, Microbiologie, Adaptation et Pathogénie (MAP), F-69621 Villeurbanne, France*

^c *CNRS, INSA Lyon, Ecole Centrale de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CPE Lyon, INL, UMR5270, 69622 Villeurbanne, France*

guillaume.sudre@univ-lyon1.fr

Les interactions surface-protéines jouent un rôle clé dans de nombreux domaines tels que la biomédecine, les nanotechnologies ou la biologie des interactions plante-insecte. Dans ce dernier cas, la compréhension des mécanismes d'interaction entre les protéines (avec et sans domaine de liaison à la chitine, CBD) avec chitine/chitosane (CS) est essentielle et pourrait permettre de proposer des moyens innovants de lutte contre les ravageurs des cultures. En effet, les protéines avec CBD, présentes dans la cuticule des arthropodes, sont aussi présentes dans les plantes où elles ont un rôle de reconnaissance des agressions des insectes. [1]

Pour investiguer les interactions de surface des protéines avec les CS, nous avons mis au point une plateforme qui permette de discriminer et étudier les interactions spécifiques des protéines avec CBD. La plateforme consiste en des films minces de CS de différents degrés d'acétylation ($0,5\% \leq DA \leq 76\%$) greffés de manière covalente par silanisation de surface, spin-coating et traitement thermique. [2,3] Les films obtenus ont été caractérisés : spectroscopie infrarouge, angle de contact, microscopie à force atomique, diffusion des rayons X. L'affinité de protéines (avec CBD : agglutinine de germe de blé, WGA ; sans CBD : immunoglobuline G, IGG) pour les surfaces revêtues de CS a été évaluée par microscopie de fluorescence. L'affinité spécifique de la WGA a été mise en évidence par rapport aux protéines sans CBD : l'affinité est plus forte à des DA plus élevés, ce qui suggère que le schéma d'acétylation joue un rôle dans la liaison spécifique avec le CBD. La spécificité des interactions du CBD avec les CS et l'impact du DA ont également été mis en évidence par des mesures dynamiques par microbalance à quartz avec mesure de dissipation (QCM-D). La masse de WGA adsorbée sur les CS est notablement plus élevée que celle de l'IGG ; elle est également presque deux fois plus élevée à des haut DA ($> 50\%$) qu'à des bas DA ($< 40\%$), ce qui indique une interaction plus spécifique avec les CS proches de la chitine.

La plateforme élaborée montre ainsi des résultats prometteurs dans le criblage des interactions entre les protéines et les CS. Cette plateforme d'interaction protéique est la première méthode capable de différencier les interactions des protéines avec et sans CBD avec des CS au moyen de méthodes de quantification simples et directes.

Remerciements : Cette étude a été financée par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) dans le cadre du projet ArtiCute (ANR-21-CE20-0001).

Références

- [1] Peumans W. J. et al., *Plant Physiol.*, **1995**, 109(2), 347, doi: 10.1104/pp.109.2.347.
- [2] Garreau C. et al., *Soft Matter*, **2023**, 19(8), 1606, doi: 10.1039/D3SM00003F.
- [3] Garreau C. et al., *Int. J. Biol. Macromol.*, **2023**, 245, 125565, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.125565.
- [4] Basso L. et al., *Carbohydr. Polym.*, **2025**, 340, 123321, doi: 10.1016/j.carbpol.2025.123321.

Bad solutions are good to print? 3D printing of cellulose-ionic liquid solution and making aerogels

Negrier M.^a, Sauceau M.^b, Sescousse R.^b, Budtova T.^a

^a MINES Paris, PSL Research University, Center for Materials Forming (CEMEF), UMR CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis, France

^b Centre RAPSODEE, IMT Mines Albi, UMR CNRS 5302, Centre RAPSODEE, Université de Toulouse, 81013, Albi, France

Tatiana.budtova@minesparis.psl.eu

Polysaccharide-based 3D printed objects are promising materials with customized shapes for life science applications. A classical approach is to use gelation to stabilize the shape of printed solution. To vary solution rheological properties, nanocellulose is often used. In this work, we developed a new approach allowing printing dissolved cellulose with no crosslinking and no additives, only by varying solution rheological properties and adjusting cellulose solubility. These printed cellulose objects were then transformed into aerogels, lightweight and nanostructured materials. In addition, we demonstrated that this approach can be applied not only to neat reference cellulose, but also to dissolved cellulose textile.

Microcrystalline cellulose and viscose textile were dissolved in ionic liquid. By adjusting cellulose solubility, solution viscoelastic properties were varied with the goal to obtain yield-stress fluid. The printed objects were of various shapes, composed of many layers and self-standing. The solvent was then washed out by a non-solvent, and cellulose was dried with supercritical CO₂. 3D printed cellulose aerogels obtained from MCC and viscose possess porosity higher than 90%, a specific surface area around 250 m²/g and a low density (< 0.2 g/cm³).

The developed approach opens new easy ways of printing cellulose solutions and valorizing waste textile.

Acknowledgements

We are grateful to Institut Carnot MINES and PSL for the financial support of this work. We thank Julien Jaxel (PERSEE, MINES Paris) for supercritical drying.

Electrospinning of Functional Polysaccharide Derivatives Toward Diverse Applications

Issei Otsuka

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, Grenoble 38000, France

issei.otsuka@cermav.cnrs.fr

Résumé

There was a sudden rise in demand for nonwoven textiles that are a key component of biomedical materials such as disposable face masks due to epidemic infectious diseases. This has brought increasing attention to electrospinning, a well-established method of nanofibrous textile fabrication. Indeed, electrospun textiles exhibit superior mechanical resistance when their fiber diameters and alignments are optimized simply by adjusting technical electrospinning parameters. Besides, the high specific surface area of electrospun nanofibrous textiles arising from the nanoscale interstitial spaces between the fibers makes them promising scaffolds for filtering biological and chemical contaminants, for cell cultures, wound healing, etc. Currently, raw materials of electrospun textiles include bio-based polymers and are not limited to fossil-based polymers. Electrospun textiles made of polysaccharides and their derivatives are one of the most rapidly-growing product markets for various biomedical applications. In this context, we are developing new types of functional polysaccharide-based textiles via electrospinning, aimed at diverse biomedical applications including enantioselective membranes for chiral resolutions,¹⁻³ photo-stimuli-responsive textiles,^{4,5} and tissue engineering scaffolds.⁶ In this presentation, recent progress of our research on these topics will be introduced and shared with colleagues of the GdR DUMBIO.

Remerciements

The author acknowledges the French National Research Agency “ChiralCell” project (ANR-23-CE06-0018), the Auvergne-Rhône-Alpes region “Ambition Internationale” project, the France-Canada Research Fund “New Scientific Collaboration Support” program, the Embassy of France in the Russian Federation “Metchnikov” program, and the Centre de Recherches sur les Macromolécules Végétales (CERMAV, CNRS) for the financial supports.

Références

- (1) I. Otsuka; K. Pandey; H. Ahmadi-Nohadani; S. Nono-Tagne *ACS Macro Lett.*, **2021**, *10*, 921–925.
- (2) S. Nono-Tagne; Y. Navon; Y. Ogawa; B. Carré; I. Otsuka *Cellulose*, **2024**, *31*, 2765–2782.
- (3) S. Nono-Tagne; T. Heinze; M. Gericke; I. Otsuka *Macromol. Biosci.* **2024**, 2400415.
- (4) I. Otsuka; C. J. Barrett *Cellulose*, **2019**, *26*, 6903–6915.
- (5) H. Ahmadi-Nohadani; S. Nono-Tagne; C. J. Barrett; I. Otsuka *Macromol. Rapid Commun.*, **2022**, *43*, 2200063.
- (6) D. Poshina; N. Sokolova; S. Nono-Tagne; H. Ahmadi-Nohadani; I. Gofman; A. Mishanin; A. Golovkin; Y. Skorik; I. Otsuka *RSC Adv.* **2024**, *14*, 38746–38756.

STRUCTURATION ORTHOTROPE ET PROPRIETES RHEOLOGIQUES DE NANOCOMPOSITES CNC/PEGDA POUR L'INGENIERIE TISSULAIRE DU CARTILAGE

Fanny Bosson¹, Mohamed Karrouch¹, Didier Blésès¹, William Chèvremont², Thomas Gibaud³, Laurent Michot⁴, Bruno Jean⁵, Vianney Delplace⁶, Nicolas Hengl¹ and Frédéric Pignon¹

¹Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP (Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes), LRP, F-38000 Grenoble, France

²ESRF, The European Synchrotron, F-38043 Grenoble, France

³Univ Lyon, ENS de Lyon, Univ Claude Bernard, CNRS, Laboratoire de Physique, F-69342 Lyon, France

⁴Sorbonne Université, CNRS, Physicochimie des Electrolytes et Nanosystèmes Interfaciaux, PHENIX, F-75005 Paris, France

⁵Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, F-38000, Grenoble, France

⁶Nantes Université, Oniris, CHU Nantes, INSERM, Regenerative Medicine and Skeleton, RMeS, UMR 1229, F-44000 Nantes, France
frederic.pignon@univ-grenoble-alpes.fr

Ce travail a pour but de développer des nanocomposites orthotropes pour étudier les liens structures propriétés mécaniques de biomatériaux pour l'ingénierie tissulaire du cartilage articulaire [1]. Pour cela des suspensions ont été formulés à partir de nanocristaux de cellulose (CNC) de collagène et de poly(éthylène glycol) diacrylate (PEGDA). Des mesures ont permis de révéler leur comportement rhéologique de type cristal liquide, nécessaire à la structuration envisagée [2-3]. Un procédé dédié combinant ultrafiltration frontale (FU) et ultrasons (US) (20 kHz) puis réticulation UV, dans un canal parallélépipédique a été développé et a permis d'organiser en une seule étape, une organisation orthotrope en trois couches successives qui imite celle des fibres de collagène dans le cartilage analogue aux zones superficielles, intermédiaires et profondes du cartilage articulaire [4].

L'organisation des CNC au cours du procédé et après réticulation a été caractérisée depuis les échelles nanométriques à micrométrique à l'aide de la diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS), du dichroïsme et de la diffusion de la lumière aux petits angles (SALS).

Il a été montré que la réticulation par irradiation UV à la fin du protocole de FU/US permet de figer cette structure pour fabriquer un nanocomposite solide sous forme d'hydrogel. Des tests mécaniques de compression/relaxation sous SAXS in situ, ont démontré un comportement élastique des nanocomposites orthotropes associé à la préservation de l'angle d'orientation et du niveau d'anisotropie des CNC dans chaque couche, avec un module de Young de 0,76 MPa similaire à celui du cartilage articulaire, et une contrainte de 0,15 MPa à 30 % de déformation [5]. Ces résultats soulignent le potentiel du composite CNC/PEGDA en tant que matériau biomimétique pour l'ingénierie tissulaire du cartilage, offrant des propriétés mécaniques et une structure hiérarchique proches des tissus biologiques.

Références

[1] Lesage et al., *Adv. Sci.* **2022**, 9 (16), 2200050. doi.org/10.1002/advs.202200050

[2] Bosson et al., *Carbohydrate Polymers*, under review, 2025.

[3] Metilli et al., *J. Colloid Interface Sci.* **2025**, 685, 476–486.

doi.org/10.1016/j.jcis.2025.01.155.

[4] Pignon et al., *J. Colloid Interface Sci.*, 2024 <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2023.12.164>

[5] Bosson et al. *Nanoletters*, under review 2025.



Poster presentations

Poster number	Axe	Title	Authors
1	1	Bio-Based Cellulose Foams For Sustainable Thermal Insulation Applications	Killian Robion, Pierre Sartelet, Isabelle Capron, Hugo Voisin
2	1	Correlating local adhesion with the functional group distribution on nanocellulose surface	Joao Paulo Cosas Fernandes, Oussama Hamzah, Padraic O'Reilly, Bruno Jean, Yoshiharu Nishiyama, Franck Dahlem
3	1	Developing pectin aerogels with alternative drying methods for scalable production	Eleni Effraimopoulou, Julien Jaxel, Arnaud Rigacci, Tatiana Budtova
4	1	High Fiber Content in Starch-Based Composites: Revisiting Phase Roles and Material Characteristics	Chandravati Yadav, Franck Pigeonneau, Christophe Pradille, Tatiana Budtova
5	1	Impact du processus d'humidification d'un matelas cellulosique avant thermopressage : le rôle de l'eau liée et libre sur le séchage des réseaux fibreux	Mathilde Bernard-Catinat, Philippe Coussot, Benjamin Maillet, Julien Bras, Evelyne Mauret
6	1	MFC or LMFC, a comparison for an application in flexible food packaging	Suzy Ruano, Pierre-Louis Bustaus, Naceur Belgacem, Johanna Desmaisons, Alexandre Pinsolle, Julien Bras
7	1	Project BEER: Biomass Extrusion using Eutectic Reagents	Gina Gomez Acero, Frédéric Prochazka, Melinda Desse
8	1	Propriétés barrière à l'oxygène et à la vapeur d'eau de films cellulosiques	Léna Hédouin, Fuorat Zakaria, Justine Josse, Hugo Voisin, Isabelle Capron, Vanessa Durrieu, Jérôme Peydecastaing, Guadalupe V. Medina, Stéphane Peyron, Hélène Angellier-Coussy
9	1	Reinforcing bio-based polyesters from industrial tomato waste with flax fibers	Denis Lourdin
10	2	Composite hydrogels for dual drug delivery	Carla Vincent, Sijtze Buwalda, Elie Hachem
11	3	Développement de prototypes d'emballages performants à base de cellulose au sein de la chaire Cellulose Valley	Alexis Suchet, Julien Bras, Candice Rey
12	3	Valorisation des déchets textiles cellulosiques en matériaux techniques par voie chimique	Melanie Maincourt, Marion Négrier
13	4	Recyclage des drêches de brasserie en milieu urbain : vers un outil d'aide à la décision pour des solutions durables	Isabelle Capron, Karine Latouche, Samira Rousselière, Émilie Korbél, Denis Lourdin, Hugo Voisin
14	1	Upcycling of cardboard into highly porous materials	Amanda Martins Jordão, Tatiana Budtova, Martial Sauceau, Romain Sescousse

Bio-Based Cellulose Foams For Sustainable Thermal Insulation Applications

Killian Robion, Pierre Sartelet, Isabelle Capron, Hugo Voisin

INRAE Nantes – UR 1268 – BIA: Biopolymers, Interactions and Assemblies

killian.robion@inrae.fr

Abstract:

In response to growing environmental concerns, improving building insulation has become essential to reduce energy consumption. However, most conventional insulating materials, such as polyurethane and expanded polystyrene, are derived from petrochemicals. Their low thermal conductivity (around 0.025 W/m.K) and affordability make them highly competitive, yet their fossil-based origin raises significant sustainability issues. To address this, we are developing a bio-based alternative using cellulose as a primary component.

Our work focuses on optimizing a composite foam made of cellulose, combined with other bio-sourced additives to enhance its mechanical integrity and drying resistance, without relying on energy-intensive drying techniques such as supercritical drying or freeze-drying. The foam formulation includes: methylcellulose (MC), a polymer with tensioactive properties that undergoes thermogelation, forming a robust matrix during drying; cellulose nanofibers (CNF), which provide structural integrity and contribute to foam stabilization by migrating to the air-liquid interface; montmorillonite (MMT), a clay that acts as a Pickering stabilizer and improves both mechanical strength and fire resistance.



The goal of this project is to fine-tune the formulation in order to enhance the foam's mechanical and thermal properties, paving the way for sustainable thermal insulation materials. The issue of water resistance will also be addressed by incorporating selected biomolecules designed to improve the foam's protection against moisture. Once the formulation is optimized, the project will aim to scale it up to a semi-industrial level, in order to support its practical implementation while meeting the requirements of the construction sector.

Correlating local adhesion with the functional group distribution on nanocellulose surface

João P. Cosas Fernandes^{1*}, Oussama Hamzah¹, Padraic O'Reilly², Bruno Jean¹, Yoshiharu Nishiyama¹, Franck Dahlem¹

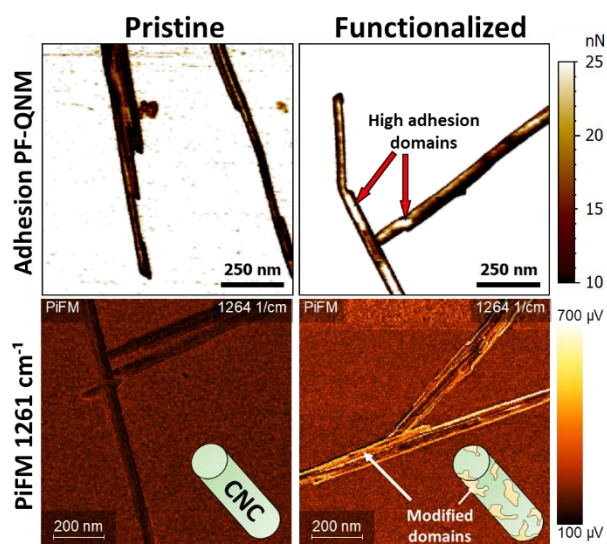
¹Université Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, 601 Rue de la Chimie, Grenoble 38000 Cedex 9, France

²Molecular Vista, San Jose, CA, USA

* joao.cosas@cermav.cnrs.fr

Nanocelluloses, such as nanofibers (CNFs) and nanocrystals (CNCs), are sustainable materials derived from natural sources, with high mechanical strength, a large specific surface area, and biodegradability. They can undergo chemical modifications on the hydroxyl groups, expanding their industrial potential. Understanding the local chemistry of nanocellulose surfaces can help unlock the full potential of this sustainable polymer in creating advanced, high-performance materials. However, nanocellulose surfaces are challenging to characterize due to their small dimensions, which often exceed the resolution of conventional characterization techniques. A candidate to tackle this issue is Photoinduced Force Microscopy (PiFM), a technique that uses a tunable infrared laser and an AFM tip to acquire spectroscopic information, with a resolution beyond 5 nm. (Nowak, D. *et al. Sci Adv* 2, (2016))

In this study, we used two local probe techniques, nanomechanical AFM and PiFM, to gather mechanical and spectroscopic data from the surfaces of CNCs functionalized by sulfonation (SO_3H) following a periodate oxidation. We mapped the distribution of functional groups on these nanocellulose surfaces to investigate the uniformity of chemical modifications and their impact on the functional properties of these materials. We obtained topography and adhesion maps using PeakForce QNM, which revealed local variations in adhesion on the surface of functionalized nanocellulose crystals. PiFM images at specific wavenumbers related to the added functional groups showed similar local distributions, indicating a potential correlation between the functionalized areas and higher adhesion to the probe. The simultaneous acquisition of mechanical and spectroscopical information at the same location could aid in verifying this hypothesis and elucidate at which step of the chemical modification the patches are created. This combination of information at the nanocellulose surfaces holds promise for shedding light on the mechanisms of functionalization and application of these nanomaterials, e.g., within polymer matrixes.



Developing pectin aerogels with alternative drying methods for scalable production

Effraïmopoulou E.^{1,2*}, Jaxel J.¹, Rigacci A.¹, Budtova T.²

¹ MINES Paris, PSL University, Centre for Processes, Renewable Energy and Energy Systems (PERSEE), 06904 Sophia Antipolis, France

² MINES Paris, PSL University, Centre for Materials Forming (CEMEF), 06904 Sophia Antipolis, France

* eleni.effraimopoulou@minesparis.psl.eu

Aerogels are solid materials with nanometer-scale pores showing interesting properties (e.g., high porosity, low density, and high specific surface area) for a range of applications. The field of aerogels based on natural resources, such as polysaccharides, is gaining more and more attention due to the need for sustainable alternatives to conventional, non-renewable counterparts. Among bio-based aerogels, pectin aerogels possess a density of around 0.1 g cm⁻³ and a very fine network with meso- and small macropores.[1] The preparation of pectin aerogels includes the final step of drying of the pectin wet gels with supercritical CO₂, which is essential to preserve the nanostructured open porous network of the gel in the solid dry pectin aerogel. However, this step requires a specific high-pressure process and acts as a significant impediment to the industrialization of such materials. Freeze drying can be utilized as an alternative drying technique, but it typically results in materials with big macropores.[2]

In this work, neat pectin aerogel-like materials were obtained after treatment in alkaline media and dry materials were obtained without the use of supercritical drying or freeze drying and without collapse of the open porous network. The influence of the pectin degree of esterification and the concentration and nature of the base used were studied. The pectin porous materials obtained have low densities, in range of 0.07 – 0.30 g cm⁻³ and specific surface area up to 280 m² g⁻¹, similar to the analogous pectin aerogels dried with supercritical drying.

Acknowledgements:

The work was performed in the frame of “The Transition Institute 1.5”. We thank Cargill for providing pectin.

References:

- [1] Groult, S.; Budtova, T. Tuning Structure and Properties of Pectin Aerogels. *European Polymer Journal* **2018**, 108, 250–261. <https://doi.org/10.1016/J.EURPOLYMJ.2018.08.048>.
- [2] Groult, S.; Buwalda, S.; Budtova, T. Pectin Hydrogels, Aerogels, Cryogels and Xerogels: Influence of Drying on Structural and Release Properties. *European Polymer Journal* **2021**, 149, 110386. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2021.110386>.

High Fiber Content in Starch-Based Composites: Revisiting Phase Roles and Material Characteristics

Chandravati Yadav¹, Franck Pigeonneau¹, Christophe Pradille², Tatiana Budtova¹

¹Mines Paris, PSL University, Center for Materials Forming (CEMEF), UMR CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis, France

²Mat Xper, 19 Traverse du Barri, 06560, Sophia Antipolis, France

Email : chandravati.yadav@minesparis.psl.eu

Abstract:

Starch-based composite films have gained attention as sustainable alternatives to synthetic polymers.^{1,2} In this study, unbleached softwood kraft pulp was mixed with starch-glycerol solutions to investigate fibers' impact on the rheological properties of suspensions and mechanical properties of the resulting films. We particularly focused on high fiber content which strongly exceeded the overlap concentration. Two sets of formulations were analyzed: (i) varying pulp concentrations (1–5 wt%) with constant starch content and (ii) varying starch concentrations (1–5 wt%) with fixed pulp content (2 and 5 wt%). Suspension viscoelastic properties and film integrity were strongly influenced by the pulp-to starch ratio. The tensile strength first increased with increasing pulp content up to a certain threshold, beyond which further fiber addition led to a decline in mechanical performance. This study aims to unveil and optimize the balance between starch and pulp concentrations to enhance the properties of bio-based films.

Keywords: Starch-based films, unbleached kraft pulp, biopolymer composites, mechanical properties, rheology

Acknowledgements

We thank inter-CARNOT MINES/Ingénierie@Lyon for project funding, Région Sud – Provence-Alpes-Côte d'Azur for supporting the acquisition of the MAIA 3 SEM (Research Call 2019), and Roquette for supplying waxy maize starch. We also acknowledge Jeremy Boucher from Fibre excellence for providing pulp, Romain Castellani and Cyrille Collin (CEMEF, Mines Paris) for assistance with rheological and microstructural analyses, and Thomas Joffre (CT-IPC, Lyon) for scientific inputs.

Références

1. Karaky, H., Maalouf, C., Bliard, C., Gacoin, A., Lachi, M., El Wakil, N., & Polidori, G. (2019). Characterization of beet-pulp fiber reinforced potato starch biopolymer composites for building applications. *Construction and Building Materials*, 203, 711-721.
2. Tarique, J., Sapuan, S. M., Khalina, A., Sherwani, S. F. K., Yusuf, J., & Ilyas, R. A. (2021). Recent developments in sustainable arrowroot (*Maranta arundinacea* Linn) starch biopolymers, fibres, biopolymer composites and their potential industrial applications: A review. *Journal of Materials Research and Technology*, 13, 1191-1219.

Impact du processus d'humidification d'un matelas cellulosique avant thermopressage : le rôle de l'eau liée et libre sur le séchage des réseaux fibreux.

Bernard-Catinat, M.^a, Coussot, P.^c, Maillet, B.^c, Bras, J.^{a, b}, Mauret, E.^a

^a LGP2 (CNRS, Grenoble INP), University Grenoble Alpes, Grenoble, France

^b Institut Universitaire de France (IUF), Paris, France

^c Laboratoire Navier (Ecole nationale des ponts et chaussées, CNRS), Univ. Gustave Eiffel, Champs sur Marne, France

mathilde.bernard-catinat@lgp2-grenoble-inp.fr

Les emballages plastiques à usage unique sont produits et utilisés pour protéger les biens de consommation depuis des décennies et posent de sérieux problèmes durant la fin de vie. Pour limiter leur impact environnemental, des restrictions ont été mises en place, encourageant le développement d'alternatives durables. Parmi celles-ci, la cellulose se distingue comme un biopolymère abondant, recyclable et déjà largement recyclé.

Parmi ces alternatives, des études se sont concentrées sur le moulage de la cellulose, en étudiant les matières premières et les paramètres des processus de moulage par voie humide et sèche [1][2]. Les présents travaux visent à explorer, pour la première fois, l'impact de l'eau dans ces processus. Deux procédés ont été comparés : l'un par filtration d'une suspension fibreuse pour obtenir un matelas humide via l'utilisation d'une machine de moulage à l'échelle pilote, l'autre par défibrage mécanique suivi d'une pulvérisation d'eau pour atteindre une teneur en eau équivalente. Les échantillons ont ensuite été séchés dans des conditions identiques. L'objectif principal étant de comprendre l'impact de l'incorporation d'eau dans le réseau de fibres, et les matériaux obtenus ont été caractérisés en conséquence.

Une analyse approfondie de la morphologie et des propriétés de surface a été menée via microscopie électronique à balayage et profilométrie optique. Les performances mécaniques et physiques (perméabilité à l'air, résistance à la traction et à la flexion) ont également été évaluées. Les deux procédés produisant des matelas dont la teneur en eau globale est similaire, mais qui diffèrent dans la manière dont l'eau interagit avec les fibres, il est crucial de distinguer l'eau liée de l'eau libre dans le réseau fibreux. À cette fin, la relaxométrie par résonance magnétique nucléaire (RMN) a été utilisée pour analyser la distribution et la mobilité de l'eau, ce qui a permis de mieux comprendre le rôle de l'eau dans la liaison des fibres au cours du séchage [3].

Ces résultats offrent une nouvelle compréhension des mécanismes impliqués dans le moulage de la cellulose et ouvrent la voie à une optimisation des procédés pour le développement d'emballages durables.

Remerciements

Ce travail est soutenu par la Fondation Grenoble INP dans le cadre de la Chaire Cellulose Valley. Le LGP2 fait partie du LabEx Tec21 (Investissements d'Avenir-Convention ANR-11-LABX0030), de l'Institut PolyNat Carnot (Investissements d'Avenir-Convention ANR-16-CARN-0025-01) et du Programme Transdisciplinaire Glyco@Alps (Investissements d'Avenir - Convention ANR-15-IDEX-02).

Références

- [1] Pasquier, E.; Skunde, R.; Ruwoldt, J. J. *Bioresour. Bioprod.* **2023**, 8 (4), 408–420.
- [2] Pasquier, E.; Mörseburg, K.; Syverud, K.; Ruwoldt, J. J. *Nat. Fibers.* **2024**, 21 (1), 2409890.
- [3] Yan, L.; Zou, Y.; Gil-Roca, J.; Maillet, B.; St-Michel, B.; Coussot, P. *Phys. Rev. Appl.* **2025**, 23 (1), 014073.

MFC or LMFC, a comparison for an application in flexible food packaging

Suzy RUANO^{1,2}, Pierre-Louis BUST AUS¹, Naceur BELGACEM¹, Johanna DESMAISONS², Alexandre PINSOLLE², Julien BRAS^{1,3}

1. Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LGP2, 38000 Grenoble, France

2. Gascogne Papier, 68 rue de la Papeterie, 40200 Mimizan, France

3. Institut Universitaire de France, 75000 Paris, France

Email : suzy.ruano@grenoble-inp.fr

In the wake of recent regulations, the search for new bio-based alternatives to petroleum-based solutions is of great interest. Micro Fibrillated Cellulose (MFCs), with their excellent fat-barrier properties among other characteristics, can play an important role in packaging area.

This study focuses on different types of MFCs (i) **bleached MFCs** and (ii) **lignin-containing MFCs** (LMFCs) produced from never dried unbleached kraft pulp by ultrafine grinding.

MFC films are used as model samples to mimic coating that can be used as barrier layers for flexible paper packaging. MFCs are known for their good grease barrier properties, but these can be reduced if the coating layer is damaged and depending on entanglement or density packing of MFCs.

Folding can damage the barrier layer on top of the package, creating defects that are entry points for potential penetration of aqueous and/or fatty liquids. That's why crease resistance has been evaluated in this work.

LMFCs are more flexible than MFCs, suggesting that components of unbleached pulp contribute to the flexibility of the final material. The characterisation of MFC and LMFC films before and after folding has been performed by analysing properties such as contact angle or Cobb₁₈₀₀ (adsorption to water and oil) or gas barrier (WVTR and OTR). The surface of the films was analysed by Scanning Electron Microscopy and Atomic Force Microscopy to observe the influence of lignin on the microfibril network, porosity and roughness.

Results show that MFCs in film form have unconnected nano porosities, resulting in very low gas permeability and a good barrier to lipids. MFCs containing residual lignin have better properties, suggesting that a denser network is formed, increasing the barrier properties. All these promising results open the door of LMFC use for grease resistance in food packaging area.

Remerciements

Funding institutions Agence nationale de la recherche technologique (ANRT), CIFRE contract n°2023/0832) Company Gascogne Papier, LabEx Tec 21, Grant Agreement No. ANR-11-LABX-0030 PolyNat Carnot Institute, Grant Agreement No. ANR-16-CARN-0025-01 Glyco@Alps, Grant agreement ANR-15-IDEX-02, Université Grenoble Alpes Agefpi. Association de Gestion de l'Ecole Française de Papeterie et des Industries Graphiques

Références

N. Lavoine, « Microfibrillated cellulose – Its barrier properties and applications in cellulosic materials: A review », *Carbohydrate Polymers*, 2012.

H. Li, A. Kulachenko, A. P. Mathew, R. B. Stoltz, et O. Sevastyanova, « Enhancing the Strength and Flexibility of Microfibrillated Cellulose Films from Lignin-Rich Kraft Pulp », *ACS Sustainable Chem. Eng.*, vol. 11, n° 47, p. 16793-16805, nov. 2023, doi: [10.1021/acssuschemeng.3c05086](https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.3c05086).

A. H. Tayeb, M. Tajvidi, et D. Bousfield, « Paper-Based Oil Barrier Packaging using Lignin-Containing Cellulose Nanofibrils », *Molecules*, vol. 25, n° 6, p. 1344, mars 2020, doi: [10.3390/molecules25061344](https://doi.org/10.3390/molecules25061344).

Project BEER : Biomass Extrusion using Eutectic Reagents

Gina GOMEZ ACERO, Frédéric PROCHAZKA, Melinda DESSE

Melinda.desse@univ-st-etienne.fr

Univ Lyon, UJM-Saint-Etienne, CNRS, IMP UMR5223, F-42023, Saint-Etienne, France

Résumé (1 page max)

Considering the current environmental context, biomass recycling of brewer's spent grain (BSG), an abundant and inexpensive resource, is a fast-growing sector with the development of many new fields, such as biofuels or material science, to name a few. However, its complex composition (cellulose, hemicellulose, lignin and protein) is a definite scientific obstacle to its transformation into a thermoplastic material. The plasticizing and solubilization of the different fractions are a challenge, which once overcome, can offer interesting perspectives on the development of biomaterials. Most studies carried out on biomass used plasticizers such as glycerol or sorbitol, but they are not always most relevant solutions. Deep Eutectic Solvents (DES) are a cheap and non-toxic alternative and are easy to use. They are prepared by mixing a hydrogen bond donor and a hydrogen bond acceptor in specific proportions leading to a freezing point much lower than that of each component alone. Many molecules fit those criteria making DES a tunable solvent to solubilize each fraction selectively.

In this study DES, combined with the thermomechanical action of an extruder, are used to selectively solubilize or plasticize BSG. First results show that it is possible to obtain a biomaterial through extrusion with DES, albeit with low mechanical properties. Biodegradability was also studied to assess the impact of the used solvents.

PROPRIÉTÉS BARRIÈRE À L'OXYGÈNE ET À LA VAPEUR D'EAU DE FILMS CELLULOSIQUES

Léna HÉDOUIN^a, Fuorat ZAKARIA, Justine JOSSE^c, Hugo VOISIN, Isabelle CAPRON^b,
Vanessa DURRIEU^c, Jérôme PEYDECASTAING^c, Guadalupe VACA-MEDINA^c, Stéphane
PEYRON^a, Hélène ANGELLIER-COUSSY^a

^a*IATE (Ingénierie des Agropolymères et Technologies Émergentes), Université de
Montpellier, INRAE, Institut Agro, 2 Place Pierre Viala, 34060 Montpellier, France*

^b*INRAE, BIA (Biopolymères, Interactions, Assemblages) – Nantes*

^c*Laboratoire de Chimie Agro-industrielle (LCA), Université de Toulouse, INRAE, Toulouse
INP, 4 Allée Emile Monso, 31030 Toulouse Cedex 4, France*

lena.hedouin@etu.umontpellier.fr

Résumé

La substitution des emballages plastiques non biodégradables par des matériaux issus de la biomasse et capables de restituer le carbone par biodégradation est actuellement le seul moyen valable d'entrer dans un système régénératif vertueux en boucle fermée. Pour cela, les matériaux lignocellulosiques constituent une alternative de choix sans concurrence avec les usages alimentaires. Toutefois, leur sensibilité à l'eau ainsi que les procédés actuellement utilisés pour les fabriquer entravent leur emploi dans de nombreuses applications. Dans ce contexte, le projet TC Nanocell propose de développer de nouveaux matériaux à partir de nanocellulose formulée avec des molécules biosourcées hydrophobes et formés par simple thermocompression uniaxiale. L'impact de la formulation et du procédé de mise en forme sur les propriétés structurales, mécaniques et fonctionnelles sont étudiées. Une attention particulière est portée aux propriétés barrière à l'oxygène et à la vapeur d'eau, en vue de préconiser les voies d'application des nouveaux matériaux développés.

Les premiers résultats montrent la faisabilité de caractériser les propriétés barrière à l'oxygène et à la vapeur d'eau des matériaux thermocompressés d'alpha-cellulose ou d'un mélange de microfibrilles (MFC) et de nanocristaux (NCC) de cellulose d'environ 1 mm d'épaisseur (produits par le LCA). En ce qui concerne les films de MFC/NCC obtenus par filtration puis séchage (produits par BIA), étant donné la barrière élevée à l'oxygène (de l'ordre de $3 \times 10^{-18} \text{ mol.m.m}^{-2}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$), une épaisseur de film d'environ 100 μm est préconisée pour obtenir des résultats fiables. L'ajout de NCC jusqu'à 25% dans le mélange MFC/NCC n'a pas d'impact significatif sur la barrière à l'oxygène des matériaux. La barrière à l'oxygène qui est obtenue est proche des plastiques conventionnels barrière tels que le polyéthylène téréphtalate (PET).

Remerciements

Les auteurs remercient le Carnot 3BCar pour le soutien dans le cadre du projet TC Nanocell.

Reinforcing bio-based polyesters from industrial tomato waste with flax fibers

Killian ROBION¹, Laurence DUBREIL², Laurent CHAUNIER¹,
Bénédicte BAKAN¹, Denis LOURDIN¹

¹INRAE Nantes – UR 1268 – BIA, Biopolymers, Interactions and Assemblies

²ONIRIS Nantes – UMR 703 – APEX, Expertise in Pathological Anatomy

The cuticle is a small skin that covers the surface of plants with an important role in the resistance to dehydration and in the adaptation to climatic and biological stresses. This cuticle is a source of original molecules such as hydrophobic polyesters, constituting the cutin. By mimicking the cuticle of plants, we produced hydrophobic elastomer materials with properties comparable to those of petroleum polymers, from synthons extracted from tomato seed and pulp-free peels waste from the agro-industry. These skins are particularly rich in polyesters, which can be freely extracted by alkaline hydrolysis, in dihydroxyhexadecanoic acid with a purity of more than 90%. The bio-sourced polyesters are then “reconstructed” from this acid by a sustainable and simple polycondensation process at 150°C without solvent or catalyst. This study aims to tune mechanical properties of these elastomers by reinforcing the matrix containing glycerol, with short flax fibers. Glycerol is a plasticizer used to make the elastomer softer and more flexible. The mechanical properties have been studied with various fibers content (from 1 to 5%) and with or without orientation. The orientation of fibers have been quantified by image analysis. The stiffness of materials increases with fibers content and orientation.

COMPOSITE HYDROGELS FOR DUAL DRUG DELIVERY

Carla VINCENT¹, Sijtze BUWALDA¹, Elie HACHEM¹

¹*MINES Paris, PSL Research University, Center for Materials Forming (CEMEF), UMR
CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis, France*

carla.vincent@minesparis.psl.eu

Introduction

Biopolymers such as proteins and polysaccharides are widely used in scaffold design for biomedical applications due to their biocompatibility and ability to mimic the extracellular matrix [1], [2]. Hydrogels made of these polymers, are well-suited for the encapsulation of therapeutic agents, making them especially attractive for localized and sustained drug delivery. This approach offers significant potential in the treatment of cancer, chronic inflammation, and infections. However, conventional hydrogels often face challenges in simultaneously delivering both hydrophilic and hydrophobic drugs, despite the therapeutic interest in dual drug delivery strategies aimed at enhancing efficacy through synergistic effects. Composite hydrogels, consisting of a polymeric matrix combined with drug-loaded particles, represent a promising strategy to overcome these limitations [3]. The objective of this work is to investigate how formulation parameters influence the structural and release properties of gelatin-dextran hydrogels, as a step toward the development of more sophisticated composite systems for dual drug delivery applications.

Materials and methods

Hydrogels were prepared by crosslinking gelatin and aldehyde-functionalized dextran via Schiff base formation in aqueous solution [4]. Various formulations were prepared by adjusting the polymer concentrations to evaluate their effects on gelation time, swelling behavior, and drug release kinetics. Methylene blue was used as a model hydrophilic drug to study the release profile.

Results and discussion

Preliminary results show that increasing polymer concentrations significantly reduced gelation time and swelling degree, indicating a higher crosslinking density, which typically influences drug release kinetics. However, no notable differences in the release profile of methylene blue were observed across formulations, likely due to its small molecular size and high diffusivity in aqueous environments. These findings suggest that the release of small hydrophilic molecules may be less sensitive to variations in matrix structure.

Conclusions and perspectives

This study highlights the influence of formulation parameters on the structural and release properties of gelatin-dextran hydrogels, contributing to the development of advanced composite systems. The use of biopolymers such as gelatin and dextran offer key advantages for biomedical applications, including inherent biocompatibility, biodegradability, and origin from renewable resources. The next phase of this research will focus on investigating the release behavior of larger biomolecules, using fluorescent BSA as a model protein. This approach is particularly relevant due to the growing interest in therapeutic proteins for the treatment of complex diseases such as cancer, inflammation, and wound healing [5]. Furthermore, the integration of PLGA microparticles will be explored to create composite hydrogels capable of dual drug delivery, simultaneously releasing both hydrophilic and hydrophobic agents, such as curcumin and ibuprofen.

Acknowledgements

This project is facilitated by a doctoral contract to C.V. funded by MINES Paris. We acknowledge the Institut de Pharmacologie Moléculaire et Cellulaire (IPMC) of the Université Côte d'Azur in Sophia Antipolis, France, and particularly Dr. Frédéric Luton, for providing access to instrumentation and support during spectrophotometric analyses. We also thank Arnaud Pignolet (CEMEF, MINES Paris) for his help and expertise regarding experimental setups.

References

- [1] N. H. Thang, T. B. Chien, and D. X. Cuong, "Polymer-Based Hydrogels Applied in Drug Delivery: An Overview," *Gels*, vol. 9, no. 7, Art. no. 7, Jul. 2023, doi: 10.3390/gels9070523.
- [2] M. Ribeiro, M. Simões, C. Vitorino, and F. Mascarenhas-Melo, "Hydrogels in Cutaneous Wound Healing: Insights into Characterization, Properties, Formulation and Therapeutic Potential," *Gels*, vol. 10, no. 3, Art. no. 3, Mar. 2024, doi: 10.3390/gels10030188.
- [3] S. J. Buwalda, "Bio-based composite hydrogels for biomedical applications," *Multifunct. Mater.*, vol. 3, no. 2, p. 022001, May 2020, doi: 10.1088/2399-7532/ab80d6.
- [4] S. Guan, K. Zhang, L. Cui, J. Liang, J. Li, and F. Guan, "Injectable gelatin/oxidized dextran hydrogel loaded with apocynin for skin tissue regeneration," *Biomater. Adv.*, vol. 133, p. 112604, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.msec.2021.112604.
- [5] H. A. D. Lagassé *et al.*, "Recent advances in (therapeutic protein) drug development," *F1000Research*, vol. 6, p. 113, Feb. 2017, doi: 10.12688/f1000research.9970.1.

Développement de prototypes d'emballages performants à base de cellulose au sein de la chaire Cellulose Valley

Suchet A., Rey C., Bras J.

Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LGP2, 38000 Grenoble, France

alexis.suchet@grenoble-inp.fr

Le plastique est actuellement l'un des matériaux les plus utilisés au monde. Malencontreusement, cette utilisation généralisée a un impact significatif sur l'environnement. Les déchets plastiques polluent les océans, les terres et les organismes vivants. De plus, la pénurie des ressources fossiles et la nécessité de réduire les émissions de gaz à effet de serre sont les principales problématiques qui poussent le monde à chercher des solutions pour réduire l'utilisation déraisonnée du pétrole. En 2018, une directive européenne a interdit la production de plastiques à usage unique pour remédier à cette situation. En 2025, le nouveau PPWR met l'accent sur la nécessité de solutions à base de matériaux recyclés.

Dans ce contexte, la Cellulose Valley (Chaire d'Excellence Industrielle) a été fondée en partenariat avec 8 entreprises de toute la chaîne de valeur de l'emballage en 2022. Son objectif est de proposer, sur 5 ans, de nouvelles solutions d'emballages cellulosiques recyclables, hautes performances et plus respectueuses de l'environnement.

La particularité de notre chaire est de concevoir des preuves de concept dans ce domaine. Depuis son lancement en 2022, 32 preuves de concept ont déjà été menées, axées sur des défis industriels, afin de proposer des matériaux alternatifs à la fois recyclables et munis de hautes barrières. Depuis 2025, ces preuves de concept sont exploitées pour développer des prototypes d'emballages et ainsi porter le niveau de maturité des projets (TRL) vers de plus hauts paliers.

C'est cette démarche et les premiers résultats de montée en TRL qui seront mis en avant dans cette étude. A titre d'exemple, de multiples procédés de mise en forme et d'addition de barrières ont été combinés pour concevoir des emballages flexibles ou rigides comme des tubes en papier barrière, ou des plaques de cellulose extrudée faible densité. Les procédés développés ainsi que les formulations seront présentés dans ce travail. Les meilleurs résultats de couchage sur des emballages flexibles seront également mis en avant. Ils ont été obtenus avec des stratégies multicouches, qui permettent d'obtenir une barrière à la vapeur d'eau (WVTR) inférieure à $10 \text{ g.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$ à 23°C , 50% HR.

Les analyses de la recyclabilité sont étudiées lorsque cela est possible afin de prendre en compte les impacts de l'emballage proposé pour pouvoir mieux les comparer à celui de l'emballage en plastique.

Remerciements

Les auteurs remercient la Fondation Grenoble INP et le LGP2 pour l'hébergement de la Cellulose Valley, ainsi que chacun des partenaires pour leurs appuis financiers et matériels : Ahlstrom, DS Smith, Guillin, Aptar, Decathlon, Chanel, Marie, Citeo.

Valorisation des déchets textiles cellulosiques en matériaux techniques par voie chimique

Mélanie Maincourt, Marion Négrier

Projet Blendcel, Centre de Mise en Forme des Matériaux, Mines Paris - PSL

melanie.maincourt@minesparis.psl.eu

En Europe, nous générons plus de 11 millions de tonnes de déchets textiles par an. Parmi ces déchets se trouve un tiers de fibres cellulosiques, le coton et la viscose. La majorité de ces déchets est brûlée ou envoyée à l'étranger, et seulement 5% sont recyclés à cause des nombreux contaminants (colorants, apprêts), et de la difficulté de séparation des mélanges de fibres, aux propriétés physico-chimiques très différentes. [1] De plus, les matériaux recyclés par voie mécanique ne répondent pas aux demandes techniques du marché, et le recyclage chimique est complexe et coûteux à mettre en place. Aujourd'hui, il se développe majoritairement pour les fibres synthétiques et une petite partie de la viscose est de nouveau filée. Encouragés par le pacte vert pour l'Europe et la loi AGEC en France, les industriels recherchent de nouvelles solutions de valorisation de leurs déchets, ainsi que de nouvelles matières durables à intégrer dans leurs produits afin de réduire leur empreinte carbone. [2]

Le projet Blendcel propose une nouvelle voie de valorisation des fibres cellulosiques en matériaux durables et polyvalents. [3] Pour cela, nous exploitons un procédé de recyclage chimique breveté à l'Ecole des Mines de Paris, dont les étapes ont été optimisées afin de réduire au maximum son impact environnemental : recyclage des solvants, limitation des étapes énergivores. Dans un premier temps, nous séparons les fibres cellulosiques des synthétiques (polyester) par dissolution de la cellulose, puis nous mettons en forme des objets 3D par moulage, impression et granulation. Nous obtenons une large gamme de matériaux cellulosiques pouvant substituer certaines matières pétrosourcées, dont la densité varie entre 0,3 et 1,2 et sans utilisation d'additifs et liants. Ces matériaux sont prêts à être intégrés sur les lignes de production de nombreux domaines tels que la mode, l'ameublement, la décoration, le packaging, les jouets et la construction.

Remerciements

Nous remercions l'Université PSL et l'Institut Carnot M.I.N.E.S pour le financement de ce projet, la bpifrance ainsi que l'incubateur Provence Côte d'Azur pour leur accompagnement, ainsi que nos partenaires et fournisseurs de matière première.

Références

[1] ETX Daily Up. (2024, 8 mai). Seuls 6,6 % des déchets textiles européens réutilisés ou recyclés sur le continent (ONG). Fashion Network. <https://fr.fashionnetwork.com/news/Seuls-6-6-des-dechets-textiles-europeens-reutilises-ou-recycles-sur-le-continent,1631356.html>

[2] Loi n° 2023-1234 du 15 décembre 2023 relative à la transition énergétique, publiée au Journal officiel n° 295 du 16 décembre 2023. Texte n° 123. Disponible sur Legifrance : <https://www.legifrance.gouv.fr/loda/id/JORFTEXT000041553759>.

[3] Blendcel. (2025). Valorisation des déchets textiles en matériaux durables. <https://www.blendcel.com/>

Recyclage des drêches de brasserie en milieu urbain : vers un outil d'aide à la décision pour des solutions durables

Isabelle Capron^a, Karine Latouche^b, Samira Rousselière^c, Emilie Korbel^c, Denis Lourdin^a, Hugo Voisin^a,

^a INRAE, UR BIA, Nantes, France

^b INRAE, SMART Nantes, France

^c ONIRIS, GEPEA, Nantes, France

isabelle.capron@inrae.fr; Hugo.voisin@inrae.fr

Ce projet vise à rendre les villes plus résilientes et durables en gérant différemment les biodéchets. Il s'agit de réorganiser les flux de matières et de développer une gestion circulaire des bio-ressources locales avec une approche territoriale, en réintroduisant les biodéchets dans un cycle vertueux de matières bio-sourcées. Pour commencer par une étude de cas concrète, le modèle choisi s'est concentré sur les drêches de brasserie produites par les brasseurs urbains et périurbains. En explorant de nouvelles applications non alimentaires, l'ambition est ici de développer une méthode de travail qui identifie tous les acteurs de la filière (producteurs de déchets, transformateurs de déchets, développeurs et fabricants de nouveaux produits, décideurs politiques territoriaux, consommateurs) et permet la co-construction effective d'une économie circulaire.

Ce travail exploratoire réunit des économistes et des ingénieurs matériaux. Il propose la construction d'un outil d'aide à la décision intégrant les dimensions environnementales, sociales et techniques, en lien avec la définition de la bioéconomie circulaire. Le développement de l'utilisation non alimentaire et non énergétique des déchets se révèle en effet pertinent mais sous-évalué. Des matériaux traités par thermocompression ont été produits sans utilisation de résines ou de liants.

Ce travail étudie la localisation, la nature et la quantité des déchets, les transformations possibles, mais aussi les exigences et les contraintes des producteurs de déchets. L'idée est de mobiliser l'ensemble de la filière pour trouver des solutions locales, innovantes, pertinentes et fédératrices.

Remerciements

Remerciement à la région Pays de la Loire pour le soutien dans le cadre du projet Bioloop

Références :

Fouquenot V., Latouche K., Rousselière S., 2025. La valorisation des drêches de brasseries en milieu urbain : vers un outil d'aide à la décision appliqué au bassin nantais. Working paper SMART, à paraître

Oyang R., Voisin V., Korbel E., Chaunier L., Lourdin D., Colomines G. and Capron I., Effects of composition and process on the performance of thermopressed materials prepared from model and real-life biomass, à paraître.

Upcycling of cardboard into highly porous materials

Amanda Martins Jordão¹; Tatiana Budtova²; Martial Sauceau¹; Romain Sescousse¹

¹Centre RAPSODEE, IMT Mines Albi, CNRS, Université de Toulouse, 81013 Albi, France

²Center for Materials Forming (CEMEF), UMR CNRS 7635, Mines Paris, PSL University, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis, France

Paper and cardboard comprise about 20% of municipal solid waste [1]. Although recycling is a viable solution, its effectiveness is constrained by cellulose fiber degradation, which limits reuse to only three to five cycles before virgin fibers are required to maintain material quality [2]. This highlights the necessity for innovative methods to upcycle these materials into high-value products, such as bio-aerogels. Cellulose-based bio-aerogels possess remarkable properties, including high porosity (>90%), open-pore nanostructures, specific surface areas of 200–400 m²/g, and low density (0.05–0.2 g/cm³). These characteristics render them highly suitable for a broad spectrum of applications, including thermal insulation, catalysis, drug delivery, electrochemical processes, adsorption, separation, and the food industry [3]. Aerogel production involves drying a gel while preserving its porous structure, with the drying process defining the final properties [4]. Additionally, carbonization under a protective atmosphere can further enhance functionality, yielding carbon aerogels with expanded applications.

This study explores the conversion of cellulose fibers obtained from paper and cardboard into bio-aerogels and carbon aerogels, with a focus on evaluating the influence of different drying techniques - supercritical CO₂ and evaporative low vacuum drying - on material structural and functional properties. Microcrystalline cellulose was used as a reference and pulp fibers were dissolved in an 8% NaOH-water solution, with supercritical CO₂ drying incorporating a recycling loop to enhance sustainability. Subsequent carbonization was employed to produce carbon aerogels. The research systematically analyzed the effects of drying methods and carbonization on key properties such as density, specific surface area, and morphology. The findings aim to optimize production processes and enhance aerogel performance for diverse industrial applications.

Acknowledgements: The authors are grateful to the Occitanie Region and ANR (PEPR "Recyclage, recyclabilité, ré-utilisation des matières" and "Investissements d'Avenir" program, ANR-18-EURE-0021 project) for funding.

References:

- [1] "What a Waste 2.0: A Global Snapshot of Solid Waste Management to 2050," Sep. 2018, doi: 10.1596/978-1-4648-1329-0.
- [2] N. J. Schenk, H. C. Moll, and J. Potting, "The Nonlinear Relationship between Paper Recycling and Primary Pulp Requirements: Modeling Paper Production and Recycling in Europe," *J. Ind. Ecol.*, vol. 8, no. 3, pp. 141–162, Jul. 2004, doi: 10.1162/1088198042442379.
- [3] T. Budtova, "Cellulose II aerogels: a review," *Cellulose*, vol. 26, no. 1, pp. 81–121, Jan. 2019, doi: 10.1007/s10570-018-2189-1.
- [4] S. Zhao, W. J. Malfait, N. Guerrero-Alburquerque, M. M. Koebel, and G. Nyström, "Biopolymer Aerogels and Foams: Chemistry, Properties, and Applications," *Angew. Chem. Int. Ed.*, vol. 57, no. 26, pp. 7580–7608, Jun. 2018, doi: 10.1002/anie.201709014.



List of participants

LASTNAME	FIRSTNAME	email	Etablissement
Aguie-Beghin	Véronique	veronique.aguie@inrae.fr	INRAE
Angellier-Coussy	Hélène	helene.coussy@umontpellier.fr	Université de Montpellier
Bernard-Catinat	Mathilde	mathilde.bernard-catinat@grenoble-inp.fr	Grenoble INP - UGA
Bindang	Christelle	Christelle.bindang@cermav.cnrs.fr	CNRS
Boue	Francois	francois.boue@cea.fr	CNRS
Bouras	Hiba	hiba.bouras@minesparis.psl.eu	MinesParis-PSL, CEMEF
Bourmaud	Alain	alain.bourmaud@univ-ubs.fr	UBS
Bras	Julien	julien.bras@grenoble-inp.fr	Grenoble INP
Brette	Olivier	olivier.brette@insa-lyon.fr	INSA Lyon
Budtova	Tatiana	Tatiana.Budtova@minesparis.psl.eu	Mines Paris, CEMEF
Buwalda	Sytze	sijtze.buwalda@minesparis.psl.eu	MINES Paris
Capron	Isabelle	isabelle.capron@inrae.fr	INRAE
Cathala	Bernard	bernard.cathala@inrae.fr	INRAE
Charlot	aurelia	aurelia.charlot@insa-lyon.fr	INSA Lyon
Chassenieux	Christophe	christophe.chassenieux@univ-lemans.fr	Le Mans Université
Coma	Véronique	veronique.coma@u-bordeaux.fr	Universié de Bordeaux
Cosas Fernandes	Joao Paulo	joao.cosas@cermav.cnrs.fr	CNRS
Covelli	Adrien	adrien.covelli@insa-lyon.fr	INSA Lyon
Demgne Foubi	Gisele Patricia	demgnegisele00@gmail.com	Université de Rouen Normandie
Desse	Melinda	melinda.desse@univ-st-etienne.fr	Université Jean Monnet
Domenech	Trystan	trystan.domenech@univ-reims.fr	URCA
Douard	Lorelei	loirelei.douard@univ-st-etienne.fr	UJM
Duchemin	Benoit	benoit.duchemin@univ-lehavre.fr	Université Le Havre Normandie
Dulong	Virginie	virginie.dulong@univ-rouen.fr	Université de Rouen Normandie
Effraimopoulou	Eleni	eleni.effraimopoulou@minesparis.psl.eu	Mines Paris – PSL, PERSEE/CEMEF
Elharar	Inés	ines.elharar@univ-st-etienne.fr	Université Jean Monnet
Fleury	Etienne	etienne.fleury@insa-lyon.fr	INSA de Lyon
Gomez Aacero	Gina	gina.gomez.acero@univ-st-etienne.fr	Université Jean Monnet
Hedouin	Léna	lena.hedouin@etu.umontpellier.fr	Univeristé de Montpellier
Jean	Bruno	bruno.jean@cermav.cnrs.fr	CNRS
Larrue	Chloé	chloe_larrue@cargill.com	Cargill
Le Moigne	Nicolas	nicolas.le-moigne@mines-ales.fr	IMT Mines Ales
Lourdin	Denis	denis.lourdin@inrae.fr	INRAE
Maincourt	Melanie	melanie.maincourt@minesparis.psl.eu	Mines Paris, CEMEF
Mamdouh	Sarah	sarah.mamdouh@inrae.fr	INRAE
Mangiante	Gino	gino_mangiante@cargill.com	Cargill
Martins Jordao	Amanda	amanda.martins_jordao@mines-albi.fr	IMT Mines Albi
Masurier	Jordan	jordan.masurier1@univ-rouen.fr	Université de Rouen Normandie
Mayer-Laigle	Claire	claire.mayer@inra.fr	INRAE

Michaud	Maité	maite.michaud@cermav.cnrs.fr	Université Grenoble Alpes
Molina-Boisseau	Sonia	sonia.boisseau@cermav.cnrs.fr	UGA
Négrier	Marion	marion.negrier@minesparis.psl.eu	Mines Paris PSL, CEMEF
Otsuka	Issei	issei.otsuka@cermav.cnrs.fr	Université Grenoble Alpes, CNRS
Perret	Lucie	lucie.perret@umontpellier.fr	Université de Montpellier
Pignon	Frédéric	frederic.pignon@univ-grenoble-alpes.fr	CNRS
Robion	Killian	killian.robion@inrae.fr	INRAE
Ruano	Suzy	suzy.ruano@grenoble-inp.fr	Grenoble INP, UGA
Suchet	Alexis	alexis.suchet@grenoble-inp.fr	Fondation Grenoble INP
Sudre	Guillaume	guillaume.sudre@univ-lyon1.fr	UCBL, CNRS, INSA Lyon
Vincent	Carla	carla.vincent@minesparis.psl.eu	Mines Paris – PSL, CEMEF
Voisin	Hugo	hugo.voisin@inrae.fr	INRAE
Yadav	Chandravati	chandravati.yadav@minesparis.psl.eu	Mines Paris, PSL University, CEMEF
Yu	Sujie	sujie.yu@minesparis.psl.eu	MinesParis-PSL University, CEMEF