HAL open science

Livret des résumés du colloque de l'Association Française de Cristallographie (AFC2024)

Claire Levelut, Arie van Der Lee

▶ **To cite this version:**

Claire Levelut, Arie van Der Lee. Livret des résumés du colloque de l'Association Française de Cristallographie (AFC2024). Colloque de l'Association Française de Cristallographie 2024, 2024. hal-04662669

HAL Id: hal-04662669

https://hal.science/hal-04662669v1

Submitted on 26 Jul 2024

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

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

Public Domain

Colloque de l'AFC

2-5 juillet 2024

Montpellier

https://afc2024.afc.asso.fr

Montpellier Méditerranée Métropole · CBS · ICGM Institut Charles Gerhardt Montpellier · Laboratoire Charles Coulomb Montpellier · IGF Institut de Génomique Fonctionnelle · Université de Montpellier · cnrs · La Région Occitanie Pyrénées · Méditerranée

Livret de résumés du colloque de l'Association Française de Cristallographie
2-5 juillet 2024, Montpellier

Rédaction : Claire Levelut (Laboratoire Charles Coulomb, Montpellier) et Arie van der Lee (Institut Européen des Membranes, Montpellier)

Assemblage et mise en page : VertCom

Impression : Loire Impression

Couverture : Arie van der Lee et Mélanie Cerdan (*Jacques Curie, la tourmaline et le quartz piézoélectrique* ; Service Communication de la Faculté des Sciences, Montpellier, édition mai 2024)

Juin 2024

Mot de bienvenue

Bienvenue à toutes et à tous au Palais des Congrès *Le Corum* à Montpellier pour le colloque de l'Association Française de Cristallographie (AFC). La communauté des cristallographes montpelliérains est ravie de vous accueillir pour cet événement qui marque non seulement un moment important pour la cristallographie locale, mais également un hommage à Jacques Curie, professeur montpelliérain dont la découverte de l'effet piézo-électrique sur des cristaux de quartz et de tourmaline (avec son frère Pierre) a profondément impacté notre quotidien.

Nous sommes bien évidemment très reconnaissants envers le Conseil d'Administration de l'Association Française de Cristallographie pour sa confiance en nous confiant l'organisation de cet événement important pour la communauté française de cristallographes. Un chaleureux merci également aux membres du comité scientifique et aux animateurs de session pour leur travail sur le programme scientifique, ainsi qu'aux étudiants volontaires pour leur soutien logistique. Ce colloque n'aurait pu avoir lieu sans le soutien financier des institutions, des collectivités et des partenaires du secteur privé.

AFC 2024 vous propose 12 sessions couvrant divers thèmes issus des sciences structurales en biologie, chimie, physique ainsi que des sujets transversaux comme la croissance cristalline, l'enseignement, la médiation scientifique et l'utilisation des grands instruments. Nous aurons le plaisir d'accueillir quatre conférenciers en session plénière : Philippe Boullay (ENSICAEN, Caen), Pauline Martinetto (Institut Néel, Grenoble), Jean-Louis Rameau (SANOFI Recherche, Paris) et Andy Maloney (CCDC, Cambridge). Un moment fort de la première journée sera la remise du prix André Guinier édition 2024 à Pascale Launois (LPS, Orsay). L'AFC décernera également ses trois prix de thèse à Quentin Gaday (Institut Pasteur, Paris), Palmerina Gonzalez Izquierdo (ILL, Grenoble) et Clément Atlan (CEA, LEPMI, Grenoble) le mercredi 3 juillet.

La conférence grand public, placée sous le signe de la coloration montpelliéraine de ce colloque sur le thème de la découverte de l'effet piézo-électrique par Jacques Curie, sera animée par Pierre Teissier, chercheur en histoire des sciences et des techniques à l'Université de Nantes. Il situera cette découverte dans le contexte du développement des sciences expérimentales sous la Troisième République.

N'oublions pas la journée satellite la veille du congrès organisée par la section jeune de l'AFC, intitulée « Faire vivre la cristallographie : industrie, recherche et enseignement », avec une suite lors du microsymposium dédié à l'enseignement et la médiation scientifique.

Profitez pleinement de ce colloque pour échanger avec vos pairs, découvrir l'Esplanade ou flâner dans les ruelles médiévales de l'Écusson !

En attendant, nous vous souhaitons à toutes et à tous un excellent colloque.

Pour les organisateurs de l'AFC2024:

Claire Levelut et Arie van der Lee

L'Association Française de Cristallographie (AFC) est une société savante qui rassemble les physiciens, chimistes et biologistes qui utilisent les cristaux et la cristallographie pour leurs recherches ou développent des méthodes en cristallographie. (www.afc.asso.fr)

X-RAY DIFFRACTION

D6 PHASER - The Benchtop Platform

Powerful. Versatile. Accessible.

- Up to 1.2 kW with internal cooling + LYNXEYE XE-T detector + Motorized beam optics
- Reflection and transmission powder XRD + Non-ambient powder diffraction + GID, XRR, Stress, Texture
- Dynamic Beam Optimization + Touch panel operation + Stage and optics exchange

Discover more at **bruker.com/d6phaser**

Innovation with Integrity

Comités

Comité Scientifique

GT-Biologie:

- Rachel Cerdan (LPHI, Montpellier)
- Claudine Mayer (CRBS, Strasbourg)
- Jean-Denis Pédelacq (IPBS, Toulouse)
- Claude Sauter (IBMC, Strasbourg)

GT-Chimie:

- Marie Colmont (UCCS, LIlle)
- Arie van der Lee (IEM, Montpellier)
- Olivier Pérez (CRISMAT, Caen)
- Matias Velazquez (INP, Grenoble)

GT-Physique:

- Virginie Chamard (Institut Fresnel, Marseille)
- Claire Colin (Institut Néel, Grenoble)
- Stéphanie Kodjikian (Institut Néel, Grenoble)
- Claire Levelut (L2C, Montpellier)

Comité d'organisation

- Rachel Cerdan (LPHI, Montpellier)
- Benoît Gibert (Géosciences, Montpellier)
- Julien Haines (ICGM, Montpellier)
- François Hoh (CBS, Montpellier)
- Arie van der Lee (IEM, Montpellier)
- Cédric Leyrat (IGF, Montpellier)
- Claire Levelut (L2C, Montpellier)
- Jérôme Rouquette (ICGM, Montpellier)
- Claude Sauter (IBMC, Strasbourg)
- Matias Velazquez (INP, Grenoble)

Responsables des sessions :

MS1: Croissance cristalline
Philippe Veber (ILM, Villeurbanne)
Valérie Dupray (SMS, Rouen)
Monika Spano (IBS, Grenoble)

MS2: Science des matériaux
Elisabeth Hillard (ICMCB - Bordeaux)
Édouard Boivin (IMMM - Le Mans)

MS3: Matériaux pour l'énergie et la conversion
François Goutenoire (IMMM - Le Mans)
Laetitia Laversenne (Institut Néel - Grenoble)

MS4: Modélisation et cristallographie
Isabelle Callebaut (IMPMC - Paris)
Guillaume Maurin (ICGM - Montpellier)

MS5: Interaction et reconnaissance moléculaire, drug design
Lise-Marie Chamoreau (IPCM, Paris)
Sylvain Engilberge (ESRF, Grenoble)

MS6: Multisources, multitechniques
Danielle Laurencin (ICGM, Montpellier)
Stefano Trapani (CBS, Montpellier)

MS7: Cristallographie sous haute pression
Julien Haines (ICGM, Montpellier)
Claire Levelut (L2C, Montpellier)

MS8: Approches in situ/in operando/in vivo/temps reels
Damien Alloyeau (MPQ, Paris)
Thierry Azaïs (LCMCP, Paris)

MS9: Biologie et chimie pour la Santé
Cédric Leyrat (IGF, Montpellier)
Pavlina Dubois (ENSPS, Saclay)

MS10: Exploring the exposome through the lens of structural biology
Albane Lemaire (CBS, Montpellier)

MS11: Enseignement et médiation scientifique
Delphine Cabaret (IMPMC, Paris)
Enrique Espinosa (CRM2, Nancy)

MS12: Grands instruments
Béatrice Ruta (Institut Néel, Grenoble)
Giorgio Schiro (IBS, Grenoble)

MS13: Cristallographie à l'échelle nanométrique
Vincent Jacques (LPS, Paris)
Christophe Lepoittevin (Institut Néel, Grenoble)

Notes : les micro-symposia *MS1a* et *MS1b* ont été fusionnés dans le programme définitif sous le titre *MS1: Croissance et nucléation de cristaux en biologie, chimie et physique*. De même pour les micro-symposia *MS5* et *MS10* - *MS5/MS10: Interaction et reconnaissance moléculaire, exposome*.

Le Prix Guinier

Le prix « André Guinier » de l'Association Française de Cristallographie récompense une personnalité francophone, ou ayant effectué une grande partie de sa carrière en France, qui a contribué de façon exceptionnelle à la cristallographie. Le prix 2024 sera remis à Pascale Launois, directrice de recherche au Laboratoire de Physique des Solides d'Orsay, à l'occasion de la conférence qu'elle donnera dans le cadre du colloque AFC 2024.

Pascale Launois a été recrutée au CNRS en 1988 et elle effectue depuis 1993 ses recherches au Laboratoire de Physique des Solides (Université Paris-Saclay). Ses travaux concernent différents champs de la cristallographie : études structurales et texturales par diffraction des rayons X, études du désordre, en analysant la diffusion diffuse des rayons X et études de dynamique par diffusion inélastique (ou quasi-élastique) des neutrons. Après sa thèse de doctorat sur la dynamique spécifique des phases incommensurables, Pascale Launois s'est intéressée aux transitions de phases entre quasicristaux et approximants ou au désordre orientationnel dans les cristaux de fullerènes. Au début des années 2000, elle s'est tournée vers les nanosciences, en utilisant les méthodes d'analyse macroscopique que sont la diffusion des rayons X et des neutrons pour leur complémentarité avec les méthodes d'analyse sur nano-objets individuels. Pascale Launois étudie actuellement la structuration et la diffusion de l'eau dans des nanocanaux, le stockage de l'hydrogène dans des nano-argiles et la possibilité de réaliser des fibres de carbone « vertes ». Ses recherches, à caractère fondamental, sont centrées sur des problématiques d'intérêt environnemental. Enfin, Pascale Launois est très attachée à la vulgarisation scientifique et elle s'est impliquée fortement pour promouvoir la cristallographie lors de l'année internationale de la cristallographie en 2014.

Les conférenciers pléniers

Jean-Philippe Rameau (Molecular Design Sciences Sanofi, Paris) is Senior Distinguished Scientist and head of the "Molecular Design Sciences" department in the Sanofi Research Platform, supporting the Research portfolio in the field of In-Silico Sciences for Rational Data-Driven Drug Discovery. Trained as Computational Chemists he holds a PhD in Physical-Chemistry specialized in Molecular Mechanics and Forces Fields development. He complemented his training with two post- in Pharma on GPCR modeling and in QSPR for Petroleum industry. He joined Sanofi in 1999 as a Research Scientist and took increasing responsibilities in Sanofi-R&D. Early adopter of Machine-Learning his department is focusing on the integration of Machine-Learning and Physics-based technologies associated with data-science for the support of the drug discovery process of Sanofi Research portfolio. Highly supportive of "Augmented intelligence" his team is committed to explore, develop, and adapt a wide range of in-silico technologies to "augment" projects teams in taking data-driven decisions.

Philippe Boullay (CRISMAT, Caen) a obtenu un doctorat en chimie des matériaux en 1997 à l'Université de Caen où il a travaillé sur la synthèse et la caractérisation structurale d'oxydes de métaux de transition. Il a ensuite été chercheur post-doctorant au département de Chimie Inorganique de l'Université de Stockholm et au laboratoire EMAT de l'Université d'Anvers. En 1999, il devient chercheur CNRS au laboratoire SPCTS de Limoges où il a étudié la structure et les transitions de phase dans les matériaux ferroélectriques. En 2006, il a rejoint le laboratoire CRISMAT à Caen où il a notamment promu et développé l'utilisation de la cristallographie aux électrons pour l'analyse structurale des matériaux fonctionnels.

Pauline Martinetto (Institut Néel, Grenoble) a soutenu un doctorat en physique en 2000, effectué en collaboration entre le Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (CNRS, Paris), l'ESRF (Grenoble) et le laboratoire de Cristallographie de Grenoble, sur l'étude cristallographique des préparations cosmétiques de l'Egypte ancienne. Elle est actuellement enseignante-chercheuse à l'Université Grenoble Alpes et effectue sa recherche à l'Institut Néel (CNRS - UGA, Grenoble). Ses projets de recherche consistent à faire évoluer les techniques analytiques utilisant les rayons X, ainsi que les traitements de données associés, afin de les rendre plus pertinents et adaptés à l'étude des matériaux anciens et patrimoniaux. Récemment, dans le cadre de programmes interdisciplinaires à l'interface entre physique, archéologie et histoire de l'art et des techniques, elle a participé au développement d'instruments mobiles pour l'analyse non invasive d'objets et œuvres d'art.

Andy Maloney (CCDC, Cambridge, UK) has a background in chemical and computational crystallography. He joined the Cambridge Crystallographic Data Centre (CCDC) in 2015, where he now leads the Particle Science Team. Working closely with the pharmaceutical industry, his role involves leading research projects in the field of structure-property relationships. His main interest is in Particle Informatics, developing methods to understand the links between crystal structure, particle properties, and downstream manufacturing processes.

DESIGNED BY SCIENTISTS FOR SCIENTISTS

BOOK YOUR DEMO NOW

Crystal 16

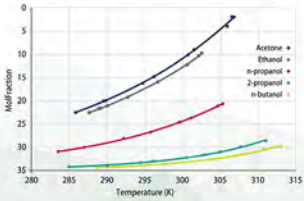
The new industry standard

The Crystal16® parallel crystallizer is a multiple reactor station providing a screening solution for solubility determination, solid-state research, and process development.

Benefits

- Advance your research with the world's most used equipment for polymorph, salt, and co-crystallization screening
- Easily determine solubility curves and MSZW
- Run 16 experiments simultaneously at 1mL scale
- Obtain 4 solubility curves in 4 hours with as little as 100 mg API
- Simplify induction time and nucleation rates

Solubility curves in different solvents



Crystal LINE

Every Picture Tells Your Story

The Crystalline™ is a unique analytical instrument with 8 parallel particle view cameras, that allows scientists to access crystallization and formulation information at milliliter scale.

Benefits

- Develop, control and optimize your entire crystallization process
- Visualize particles clearly with up to 0.63 µm resolution, improved front light and color camera options
- Use advanced analytical features such as digital particle viewer, Particle Size Distribution (PSD), Real time Raman
- Control processes better with the AI-based software analysis
- Save time and costs with robotic automation

Polymorphic transformation

Coloured compounds

Please contact us for more information
info@crystallizationsystems.com
crystallizationsystems.com

Tel: +31 72 30 200 40

Follow us on

Technobis
CRYSTALLIZATION SYSTEMS

La conférence grand public

Jacques Curie est un physicien/minéralogiste oublié qui a été à l'origine, avec son plus jeune frère Pierre, de la découverte et de la première description de l'effet piézo-électrique, cet effet qui permet - dans certains types de cristaux - de convertir une contrainte mécanique comme une compression en un courant électrique. L'effet piézo-électrique est utilisé dans de nombreux domaines de la vie quotidienne : allume-gaz, capteurs, microphones, montres à quartz ... La plupart des téléphones mobiles contiennent des éléments piézo-électriques.

Jacques Curie (1855, Paris - 1941, Montpellier) était professeur de minéralogie à l'Université de Montpellier entre 1883 et 1925, à l'exception des années 1887-1889 pendant lesquelles il a enseigné à l'Ecole des Sciences d'Alger. Il a fait la découverte de l'effet piézo-électrique en 1880 à l'âge de 25 ans en tant que préparateur à la Faculté des Sciences de Paris avec son frère Pierre alors âgé de 21 ans. Jacques a continué à perfectionner la détermination de la constante piézo-électrique jusqu'en 1910 avec un appareil initialement conçu par les deux frères à Paris. Cet instrument, le quartz piézoélectrique, était également utilisé par Pierre et Marie Curie pour mesurer la radioactivité naturelle d'une substance placée dans une chambre d'ionisation. Il permettait notamment de mesurer des courants électriques extrêmement faibles.

Jacques Curie sera à l'honneur lors de la conférence grand public du colloque de l'Association Française de Cristallographie à Montpellier le mercredi 3 juillet 2024 à 20h au Centre Rabelais (27 Boulevard Sarrail, Montpellier). La conférence est donnée par Pierre Teissier, Maître de conférences en histoire des sciences et des techniques à l'Université de Nantes: *La minéralogie de Jacques Curie entre Paris et Montpellier; les sciences expérimentales sous la Troisième République (1870-1940)*. La conférence sera suivie par une Table Ronde sur les recherches actuelles dans le domaine de la piézo-électricité. La Table Ronde sera animée par Michel Robert, ancien président de l'Université de Montpellier 2, en présence d'Emmanuel le Clézio (Institut Électronique du Sud, Montpellier), Lionel Torres (Laboratoire d'informatique, de robotique et de microélectronique de Montpellier, Polytech Montpellier) et Jean-Michel Marin (Doyen de la Faculté des Sciences de Montpellier, Institut Alexander Grothendieck).

L'évènement est parrainé par le NUMEV, le Laboratoire d'Excellence (LabEx) de l'Université de Montpellier focalisé sur l'interaction entre les sciences informatiques et de l'ingénieur, et les sciences du vivant et de l'environnement.

Les sponsors

Partenariat en diamant

Partenariat en or

Partenariat en bronze

Partenariats

ARI ART ROBBINS INSTRUMENTS A HUDSON BRAND

Dunn Labortechnik

Fully automate your protein crystallization workflow!

Screening

Scorpion

- Optimization, reformatting and normalization
- Salt, pH, volume and concentration gradients
- Aspirate from Deep-Well Blocks
- Fill up reservoirs
- Dispense in protein wells
- 6 deck positions for SLAS-/ANSI sized plates
- Optional Magnetic Heater/Stirrer System

Crystallization

- (Micro-) Seeding
- Sitting and hanging drop
- Lipidic cubic phase
- Dispensing viscous solutions
- No disposables
- Modular design

Crystal Gryphon LCP

Visualization

CrysCam UV

- Visual and UV-light
- Autofocus and cooling function
- Scan multiple wells and subwells
- Scheduling and scoring function
- Plate incubators for storing 42 to 504 plates

Please contact us for further information

Dunn Labortechnik GmbH · Thelenberg 6 · 53567 Asbach
Tel. +49 26 83 / 4 30 94 · Fax +49 26 83 / 4 27 76 · e-mail: info@dunnlab.de · Internet: www.dunnlab.de

Les partenaires institutionnels

PÔLE BIOLOGIE-SANTÉ UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

PÔLE CHIMIE UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

PÔLE MATHÉMATIQUES, INFORMATIQUE, PHYSIQUE, SYSTÈMES UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

ICGM Institut Charles Gerhardt Montpellier

CBS

IGF INSTITUT DE GÉNOMIQUE FONCTIONNELLE

LabEx NUMEV

LABORATOIRE CHARLES COULOMB MONTPELLIER

cnrs

Montpellier Méditerranée Métropole

La Région Occitanie Pyrénées - Méditerranée

PUBLISHING OPEN ACCESS IN IUCr JOURNALS

DID YOU KNOW YOUR FEES MAY BE COVERED?

If your institution is participating in the Couperin agreement with the IUCr's publication partner, Wiley, you will be able to publish research or review articles open access in the following IUCr Journals with no direct charge:

Acta Cryst. A: Foundations and Advances
Acta Cryst. B: Structural Science, Crystal Engineering and Materials
Acta Cryst. C: Structural Chemistry
Acta Cryst. D: Structural Biology
Acta Cryst. F: Structural Biology Communications
Journal of Applied Crystallography
Journal of Synchrotron Radiation

WHY PUBLISH OPEN ACCESS?

- higher visibility
- higher citation rates
- copyright retention under a Creative Commons licence

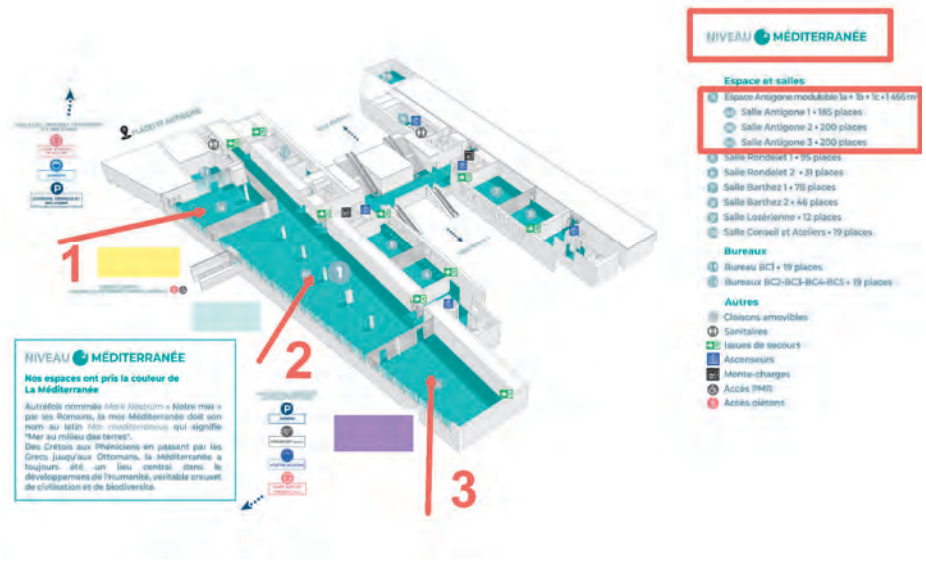
journals.iucr.org/services/openaccess.html

Lieu du Colloque

Vous entrez le Corum au niveau 1 à l'Allée des Républicains Espagnols. Le colloque aura lieu au niveau 2 (*Méditerranée*) dans l'espace Antigone. Les conférences ont lieu dans les salles Antigone 1 et 3, tandis que l'espace Antigone 2 est réservé pour les sponsors, les affiches, et les pauses.

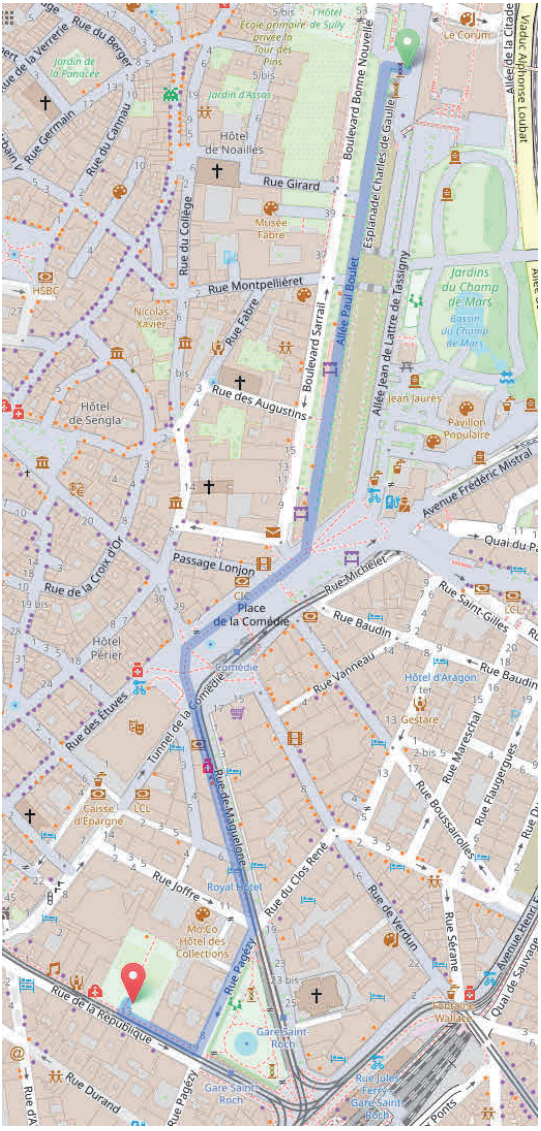
Les espaces sont indiqués par leur couleur dans le programme détaillé :

8h30 : Antigone 1
8h30 : Antigone 2
8h30 : Antigone 3



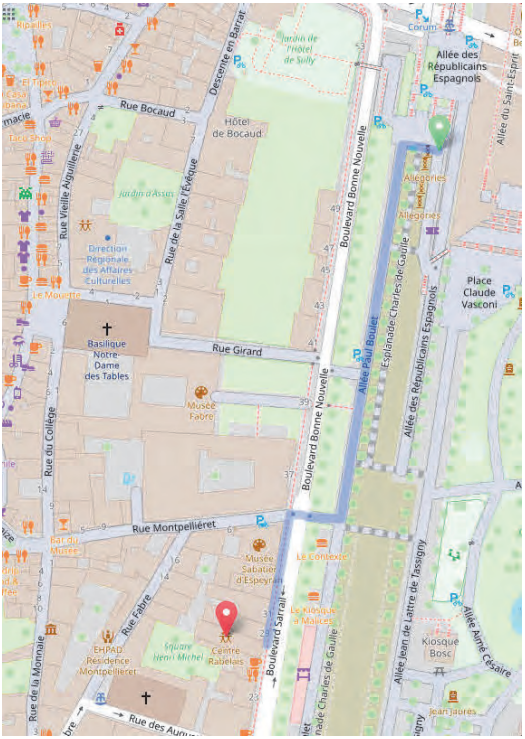
Lieu de la soirée de gala

Mo.Co, 13 rue de la République, 34000 Montpellier (800 mètres du Corum)
coordonnées GPS : 43.605746, 3.878614



Lieu de la conférence grand public

Centre Rabelais, 27 Boulevard Sarrail, 34000 Montpellier (300 mètres du Corum)
coordonnées GPS 43.61074, 3.88031



Programme – vue d'ensemble

	Mardi 2 juillet		Mercredi 3 juillet	
8h00	Enregistrement			
8h30	Ouverture/accueil			
9h00	CP1 chimie		CP2 physique	
9h30				
10h00	Pause café et thé		Pause café et thé	
10h30	MS2	MS9	MS7	MS8
11h00	Cristallographie en	Biologie et chimie pour	Cristallographie sous	Approches in situ
11h30	science des matériaux	la santé	haute pression	
12h00			Assemblée Générale	
12h30	Pause déjeuner			
13h00			Pause déjeuner	
13h30				
14h00	Communication Malvern-Panalytical			
14h30	MS6		Prix de thèse	
15h00	Multisources, multitechniques			
15h30			Affiches II - pause café et thé	
16h00	Affiches I - pause café et thé			
16h30			MS1a/MS1b	
17h00			Croissance cristalline	
17h30	Prix Guinier			
18h00				
18h30				
19h00	Apéro dinatoire			
19h30				
20h00			Conférence grand public	
20h30				

Programme – vue d'ensemble

	Jeudi 4 juillet		Vendredi 5 juillet	
8h00				
8h30				
9h00	L'AFC invite (CCDC)		CP3 biologie	
9h30				
10h00	Pause café et thé		Pause café et thé	
10h30	MS3	MS5/MS10	MS13	MS4
11h00	Matériaux pour l'énergie	Interaction et	Cristallographie à	Modélisation et
11h30	et la conversion	reconnaissance	l'échelle nano	méthodes
12h00		moléculaire, exposome	Clotûre	
12h30	Communication Bruker			
13h00	Pause déjeuner			
13h30				
14h00				
14h30	MS11			
15h00	Enseignement et médiation scientifique			
15h30				
16h00				
16h30	Affiches III - pause café et thé			
17h00				
17h30	MS12			
18h00	Grands instruments			
18h30				
19h00				
19h30				
20h00	Soirée gala			
20h30				

Programme détaillé (mardi 2-7-2024)

8h30 : Antigone 1
8h30 : Antigone 2
8h30 : Antigone 3

8h30 Accueil et introduction

9h00 **Conférence plénière chimie**
animatrice: Stéphanie Kodjikian
Philippe Boullay (CRISMAT, Caen)
3D ED : un puissant outil de caractérisation structurale pour la chimie.

10h00 **Pause café et thé**

10h30 **MS2**
Cristallographie en science des matériaux
animateurs: Elisabeth Hillard et Édouard Boivin

- Invitée: Hélène Serier-Brault (IMN Jean Rouxel, Nantes) : *Luminescent Coordination Polymers or MOFs as Temperature Sensors.*
- Julian Oberdisse (Laboratoire Charles Coulomb, Montpellier) : *Controlled formation of multi-scale porosity in ionosilica templated by ionic liquid*
- Marianne Quiquandon (IRCP, Paris) : *Cristallographie des bicouches tournées : les plus simples des quasicristaux.*
- Artem Mikhailov (CRM2), Vandœuvre-lès- Nancy): *Photocrystallography of switchable palladium and rhodium nitro complexes.*
- Olivier Pérez (CRISMAT, Caen) : *Ordres complexes élucidés en combinant la diffraction des rayons X et des électrons dans les séries* $Sr_2Sb_2O_{2+x}S_{3-x}$ *et* $Sr_2Sb_2O_{2+x}Se_{3-x}$.

10h30 **MS9**
Biologie et chimie pour la santé
animateurs: Cédric Leyrat et Pavlina Dubois

- Invité: Nicolas Triomphe (CBS, Montpellier): *2D self-assembly of shape-complementary DNA origamis.*
- Marine Le Berre (I2BC, Orsay): *Characterizing the AP2-I/BDP1 complex as an antimalarial drug target.*
- Céline Rougeot (Sanofi, Montpellier): *The 3D Electron Diffraction Revolution: when a complete crystal structure with details similar to that obtained with X-ray diffraction data is achieved but from a crystal one million times smaller.*

- Gian Luca Freiherr von Scholley (ESRF, Grenoble): *Uncovering novel drug targets of polyproteins of SARSCoV-2.*
- Maxime Fillaudeau (IBMM, Montpellier): *Structure-based SUMOylation Inhibitors as innovative treatment against acute myeloid leukemia.*

12h30	**Pause déjeuner**
14h00	**Communication par Malvern-PanAlytical** (Loïc Mazé) *animateur: François Hoh*
14h30	**MS6** **Multisources, multitechniques** *animateurs: Danielle Laurencin et Stefano Trapani* • Invité: Olivier Lemaire (Max Planck Research Group Microbial Metabolism, Brème): *An integrative approach for the characterization of metalloenzymes from an anaerobic gas converter.* • Invité: Clément Falaise (Institut Lavoisier de Versailles, Versailles): *Assemblages supramoléculaires à base de nano-ions : des complexes hôte-invité aux microtubules artificiels.* • Nicolas Caramello (Universität Hamburg; European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble): *Décrypter un cryptochrome par cristallographie résolue dans le temps et spectroscopie in crystallo résolue dans le temps, de la nanoseconde à la seconde en XFEL et synchrotron.* • Nathalie Guillou (Institut Lavoisier de Versailles, Versailles): *Résolution structurale de MOFs par diffraction : apport de la poudre et du monocristal.*
16h00	**Affiches I - pause café et thé**
17h30	**Prix Guinier** *animateur: Claude Sauter* Pascale Launois (LPS, Orsay) *Quelques études de cristallographie*
19h00	**Apéritif dînatoire**

Programme détaillé (mercredi 3-7-2024)

8h30 : Antigone 1
8h30 : Antigone 2
8h30 : Antigone 3

9h00 Conférence plénière physique
animatrice: Claire Colin
Pauline Martinetto (Institut Néel, Grenoble)
Cristallographie et matériaux du patrimoine culturel : des mesures non invasives sur les œuvres à l'analyse quantitative semi-automatique de phases.

10h00 **Pause café et thé**

10h30 **MS7**
Cristallographie sous haute pression
animateurs: Claire Levelut et Julien Haines

- Invitée: Nathalie Colloc'h (ISTCT, Caen): *Cristallographie des protéines à haute pression hydrostatique (HPMX), outil puissant pour induire la liaison d'inhibiteur spécifique de des états excités : l'exemple de Ras.*
- Romain Viennois (ICGM, Montpellier) : *Étude du système Ba-Si sous hautes pressions par calculs ab-initio.*
- Laetitia Laversenne (Institut Néel, Grenoble): *Étude par diffraction de neutrons des composés $NaMgD_3$ et $KMgD_3$ sous haute pression.*
- Thierry Prangé (CITCoM, Paris) : *Pressure dependency of the collagen-type triple helix analyzed by high pressure macromolecular crystallography (HPMX) up to 1GPa.*

10h30 **MS8**
Approches in situ, in-operando, in vivo, temps réel
animateurs: Olivier Leynaud et Thierry Azaïs

- Invité: Ovidiu Ersen (USIAS, Strasbourg): *Microscopie électronique in situ pour l'étude de la matière : naissance, vie et transformation des nanomatériaux.*
- Frédéric Leroy (CINaM, Marseille): *In-operando GISAXS study of helium bubbles growth in tungsten.*
- Matthew Suchomel (ICMCB, Bordeaux) : *In-situ ED-XRD studies of iron incorporation limits in Na-based post-spinel type compounds.*
- Damien Alloyeau (Université Paris Cité, Paris): *In situ insights into the thermal stability and oxygen reactivity of high-entropy nanoalloys.*

12h00	**Assemblée générale de l'AFC** *animateur: Claude Sauter*
13h00	**Pause déjeuner**
14h30	**Prix de thèse** *animateurs: Solange Morera, Matias Velazquez, Claire Colin* **Biologie**: Quentin Gaday (Institut Pasteur, Paris) *Mechanistic insights into corynebacterial divisome complexes involved in cell septation.* **Chimie**: Palmerina Gonzalez Izquierdo (Institut Laue Langevin, Grenoble) *Synthesis and physico-chemical characterization of novel organic-Inorganic hybrid halometallate compounds.* **Physique**: Clément Atlan (CEA, LEPMI, Grenoble) *On strain in platinum and palladium nanoparticles in an electrochemical environment.*
15h30	**Affiches II - pause café et thé**
16h30	**MS1** **Croissance de cristaux en biologie, chimie et physique** *animateurs: Monika Spano et Valéry Dupray* • Invité: Sandra Peña-Revellez (Institut Néel, Grenoble): *α-GeO_2 : Croissance et applications.* • Gabin Gbabode (SMS, Univ. Rouen Normandie): *Crystallization (or not) of active pharmaceutical ingredients in thin films.* • Hugo Cercel (SMS, Univ. Rouen Normandie): *Couplage de la microfluidique de gouttes et de la microscopie à génération de seconde harmonique pour le criblage in situ de phases cristallines.* • Philippe Veber (West University Timisoara, Timisoara, Roumanie): *Smart growth, from combined crystal growth methods to artificial intelligence management: control of the chemical composition and improvement of single crystal performance.* • Éric Girard (Institut de Biologie Structurale, Grenoble): *Instant protein crystallization induced by the nucleating agent crystallophore.*
18h30	**Prenez un tour sur l'esplanade!**
20h00	**Conférence grand public** (au Centre Rabelais) Pierre Teissier (Centre François Viète, Université de Nantes) *La minéralogie de Jacques Curie entre Paris et Montpellier; les sciences expérimentales sous la Troisième République (1870-1940).*

Programme détaillé (jeudi 4-7-2024)

8h30 : Antigone 1
8h30 : Antigone 2
8h30 : Antigone 3

9h00 **L'AFC invite**

animateur: Arie van der Lee

Andy Maloney (CCDC, Cambridge)

With our powers combined... The CSD and its applications across structural science

10h00 **Pause café et thé**

10h30 **MS3**

Matériaux pour l'énergie et la conversion

animateurs: Laetitia Laversenne et François Goutenoire

- Invitée: Judith Monnier (ICMPE, Thiais): *Structural and computational analysis of $Y_{0.88}Ni_{3-x}Mn_x$ compounds to understand the localization of Mn.*
- Fatiha Azrour (ICGM, Montpellier): *Étude structurale sous pression et températures cryogéniques des cristaux piézoélectriques $LnCa_4O(BO_3)_3$, avec Ln = Y, La, Pr, Nd, Gd, Er, Tm.*
- Clément Ribart (UGA, CEA/IRIG/DEPHY/MEM/NRX, Grenoble): *Cartographies de microstructures par micro-diffraction Laue sur une nouvelle génération de gaines de combustible nucléaires en Zirconium revêtues Chrome.*
- Carmelo Prestipino (CRISMAT, Caen): *L'activité stéréochimique du Sn^{2+} est-elle un facteur crucial pour la génération d'une faible conductivité thermique dans les sulfures à base d'étain ?*

10h30 **MS5/MS10**

Interaction et reconnaissance moléculaire, exposome

animatrices: Albane Lemaire et Rachel Cerdan

- Invité: William Bourguet (CBS, Montpellier): *Ce que la biologie structurale nous apprend sur le mode d'action et la détection des perturbateurs endocriniens.*
- Invité: Sylvain Engilberge (IBS, UGA, CEA, Grenoble): *New Tools for Studying Protein Dynamics by X-ray crystallography.*
- Anaïs Chrétien (European XFEL, Schenefeld): *Characterization of the BLUF photoreceptor PAC using time-resolved crystallography.*
- Manon Mallet (CBS, Montpellier): *Characterization of nuclear receptors from parasitic nematodes to overcome anti-infectious drug resistance.*

- Patrice Gouet (MMSB, Lyon): *FoldScript: a new webserver for interpreting artificial intelligence in structural biology*.
- Jean-Denis Pédelacq (IPBS, Toulouse): *Mécanisme d'action des 4'-phosphopantethéinyl transférases de type II.*

12h30 **Communication par Bruker** (Damien Cochet)
animateur: François Hoh

13h00 **Pause déjeuner**

14h30 **MS11**
Enseignement et médiation scientifique
animateurs: Delphine Cabaret et Enrique Espinosa

- Invité: Philippe Guionneau (ICMCB, Bordeaux): *Enseigner la cristallographie en tant que telle à l'université : Don Quichotte, Sisyphe ou Héraclès ?*
- Claude Sauter (ARN, IBMC, Strasbourg): *La cristallographie : un formidable outil de communication scientifique.*
- Lise-Marie Chamoreau (IPCM, Paris): *École Diffraction des rayons X sur poudre et monocristaux à Paris.*
- Section Jeunes AFC: *Section Jeunes AFC. Retour sur la journée satellite et sa Table Ronde.*
- Table Ronde

16h30 **Affiches III - pause café et thé**

17h30 **MS12**
Grands instruments
animatrice: Giorgio Schiro et Pascale Launois

- Invité: Vincent Jacques (LPS, Orsay): *Les systèmes à ondes de densité de charge à la lumière des rayons X produits sur grands instruments*.
- Pierre Legrand (Synchrotron SOLEIL, St-Aubin): *La nouvelle plateforme de CryoEM @ SOLEIL.*
- Elisabeth Hillard (ICMCB, Pessac): *X-ray natural optical activity beyond chirality.*
- Florence Porcher (ESS, Lund): *DREAM : Le futur diffractomètre de neutrons pour la cristallographie à l'ESS*

19h00 **Prenez un tour sur l'esplanade!**

20h00 **Soirée gala au Mo.Co**

Programme détaillé (vendredi 5-7-2024)

8h30 : Antigone 1
8h30 : Antigone 2
8h30 : Antigone 3

9h00 **Conférence plénière biologie**
animatrice: Solange Morera
Jean-Philippe Rameau (Molecular Design Sciences, Sanofi, Paris)
Drug discovery driven by artificial intelligence

10h00 **Pause café et thé**

10h30 **MS13**
Cristallographie à l'échelle nano
animateurs: Vincent Jacques et Christophe Lepoittevin

- Invitée: Marie-Ingrid Richard (ESRF, CEA, Grenoble): *Structural evolution of nanoparticles in the light of in situ Bragg coherent diffraction imaging.*
- Stéphanie Kodjikian (Institut Néel, Grenoble): *Résolution de structure dans un microscope électronique en transmission : 3D-ED et combinaison des techniques.*
- René Guinebretière (IRCER, Limoges): *Déformations à l'échelle nanométrique dans des polycristaux denses. Étude in situ à haute température par diffraction des rayons X sur source synchrotron.*
- Emre Yörük (Institute of Physics, Praha): *Facteurs de diffusion asphériques de Hirshfeld dans les affinements contre des données 3D ED.*

10h30 **MS4**
Modélisation et méthodes en cristallographie
animateurs: Claudine Mayer et Arie van der Lee

- Invité: Thibault Tubiana (I2BC, Paris): *Deciphering viral protein-protein interactions using AlphaFold.*
- Guillaume Maurin (ICGM, Montpellier): *Computational-aided development of MOF water sorbents for heat reallocation.*
- Isabelle Callebaut (IMPMC, Paris): *Exploiting proteome-scale predictions of AlphaFold2 to reveal foldable segments with unexplored characteristics.*
- Mathieu Marchivie (ICMCB, Pessac): *Exploiter la base de données CSD: vers l'utilisation du "machine learning" pour optimiser les propriétés de complexes à conversion de spin.*

12h00 **Clôture et remise des prix d'affiche**

Liste des affiches

MS1: Croissance de cristaux en biologie, chimie et physique

- MS1-A1: Claude Sauter *et al.* (ARN - IBMC - CNRS - Unistra, Strasbourg): *Puces microfluidiques pour la croissance de cristaux biomoléculaires et leur analyse par cristallographie sérielle*
- MS1-A2: Philippe Veber *et al.* (West University Timisoara, Timisoara): *Smart growth, from combined crystal growth methods to artificial intelligence management: control of the chemical composition and improvement of single crystal performance*

MS2: Science des matériaux

- MS2-A1: Natacha Henry *et al.* (Univ. Lille, CNRS, Centrale Lille, Univ. Artois, UMR 8181 - UCCS - Unité de Catalyse et Chimie du Solide, F-59000 Lille, France): *Pyromellitate de lanthanides hydratés (La, Ce, Pr, Dy, Yb) : MOF 3D avec des tunnels encapsulant des espèces de diméthylammonium et d'eau et sa transformation cristal*
- MS2-A2: Lamia Bendjeddou ((Département de chimie, Faculté des Sciences Exactes, Université Constantine 1 Frères Mentouri, Constantine, Algérie): *Synthèse, étude structurale, analyse de surface Hirshfeld et luminescence d'un polymère de coordination à base de l'europium et du ligand l'acide 1H-benzimidazole-5 carboxylique*
- MS2-A3: Christian Philouze *et al* (Institut de Chimie Moléculaire de Grenoble, Gières): *La cristallochimie à l'Institut de Chimie Moléculaire de Grenoble (ICMG) en 2024*
- MS2-A5: Christophe Lepoittevin *et al.* (Institut Néel, CNRS and Université Grenoble Alpes, Grenoble): *Structure resolution of the new Ca_2MnO_3X (X = Cl, Br) oxyhalides*
- MS2-A6: Nezha Sekkal (Civil Engineering and environnement Laboratory, Sidi Bel Abbes, Algérie)): *From Soil to Bio-Natural Sources: Exploring the Potential of Algerian ClayFrom Soil to Bio-Natural Sources: Exploring the Potential of Algerian Clays*
- MS2-A8: Ahlem Linda Boulkedid *et al.* (Département de chimie, Faculté des Sciences Exactes, Université Constantine 1 Frères Mentouri , Constantine, Algérie): *Synthèse, étude structurale et propriétés magnétiques de deux complexes dinucléaires de bases de Schiff Zn^{2+}/Ln^{3+}*

- MS2-A9: Elzbetia Trzop *et al.* (Institut de Physique de Rennes): *Stabilizing low symmetry-based functions of [FeII(PM-PEA)2(NCS)2] at room temperature through isosymmetric electronic bistability*

MS3: Matériaux pour l'énergie et la conversion

- MS3-A1: Mickaël Beaudhuin *et al.* (ICGM, Montpellier): *A multiscale approach to enhance the thermoelectric properties of α-$SrSi_2$*
- MS3-A2: Elen Duverger-Nédellec *et al.* (ICMCB, Pessac): *Développement de céramiques moléculaires à conversion de spin*

MS5/MS10: Interaction et reconnaissance moléculaire, exposome

- MS5-MS10-A2: Belkis Selsabil Yeddiou *et al.* (Université Frères Mentouri - Constantine 1, Unité de Recherche de Chimie de l'Environnement et Moléculaire Structurale CHEMS, Constantine, Algérie): *Synthèse, étude structurale et analyse des surfaces Hirshfeld d'un nouveau complexe de coordination à base de HgII et tétrazole-2-pyridyl.*
- MS5-MS10-A3: Pauline Lizondo-Balderas (IPBS, CNRS, Université Paul Sabatier, Toulouse): *Engineering, biophysical and structural characterization of new Jo/In complexes for the design of artificial cellulosomes*
- MS5-MS10-A4: Michel Giorgi *et al.* (Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Méditerranée, FSCM, Marseille): *Photopolymérisation in cristallo de cyclopropanes donneurs-accepteurs : quand tout se met en place !*
- MS5-MS10-A5: Jakub Gruszcyk *et al.* (CBS/Inserm, Montpellier): *Cryo-EM structure of the agonist-bound Hsp90-XAP2-AHR complex*
- MS5-MS10-A6: Coralie Carivenc *et al.* (Centre de Biologie Structurale, Montpellier) *Crystallographic studies of the xenobiotics receptor PXR bound to pharmaceutical and environmental compounds*
- MS5-MS10-A7: Savannah Sirounian *et al.* (Centre de Biologie Structurale, Montpellier): *Identification and characterisation of the importin complexes involved in the nuclear translocation of the aryl hydrocarbon receptor*
- MS5-MS10-A8: Grégory Excoffier *et al.* (Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Marseille, FSCM, Spectropole, Marseille): *Quantification de molécules invitées dans différents hôtes : une étude combinée DRXm/Analyse Elémentaire*

MS6: Mulltisources - multitechniques

- MS6-A1: Thierry Prangé *et al.* (CITCoM UMR 8038 - CNRS Faculté de Pharmacie, Paris): *Structure de la séquence répétitive -(Pro-Hypro-Gly)n- par diffraction électronique et RX*

MS7: Cristallographie sous haute pression

- MS7-A1: Claire Colin *et al.* (Institut Néel, CNRS & UGA, Grenoble); *High-pressure structural and magnetic phase diagram of $NiFe_2O_4$*

MS8: Approches in situ/in operando/in vivo/temps réels

- MS8-A1: Laurent Loos et al. (Rigaku Europe SE, Neu Isenburg): *Challenges and Victories: Variable Temperature MicroED on Small Molecules*

MS12: Grands instruments

- MS12-A1: Ricardo Guillermo Torres-Ramírez *et al.* (Institut de Physique de Rennes): *Time-resolved streaming crystallography on the study of persistent photoinduced phase transition in RbMnFe prussian blue analogue*

Résumés

Quelques études de cristallographie

P. LAUNOIS[1]

[1] *LPS*

La cristallographie est la « branche de la science consacrée à l'étude de la structure et des propriétés moléculaires et cristallines, avec des applications de grande portée en minéralogie, chimie, physique, mathématiques, biologie, métallurgie et science des matériaux ». Dans cette présentation, j'exposerai une sélection de travaux que j'ai menés, en les replaçant dans leur contexte, dans les domaines des quasicristaux, des cristaux moléculaires, des matériaux et des nanosciences. Je voudrais illustrer la diversité des approches que peut adopter la ou le cristallographe, au-delà des affinements de structures cristallines : mesures de dynamique, analyses de diffusion diffuse, analyses texturales, etc.

● Sur la base d'expérience de diffraction des rayons X, je discuterai ordre quasicristallin et transition entre états quasicristallin et microcristallin, c'est-à-dire formé de domaines de phase approximante.

● Les phénomènes de désordre orientationnel sont particulièrement riches dans un cristal formé de fullerènes C60, la molécule la plus symétrique connue à ce jour. Je présenterai l'analyse de la diffusion diffuse, qui permet de déterminer les interactions intermoléculaires.

● J'ai étudié la texture de fibres à base de nanotubes (nanotubes de carbone ou d'argile), pour la relier à leurs propriétés mécaniques. La présentation de ces travaux me permettra de discuter des approches formelles et numériques pour déterminer la fonction de distribution orientationnelle des nanotubes, une histoire qui a commencé en 1933 !

● La connaissance de la structure de nanotubes d'argile ouvre la voie à des études de nanofluidique par diffusion des rayons X et des neutrons. Je présenterai la structuration unique de la monocouche d'eau adsorbée dans des nanotubes d'argile de diamètre interne 3nm et les propriétés de diffusion des deux sortes d'eau, liquides, dans des nanotubes de plus petits diamètres (1.5nm).

3D ED : un puissant outil de caractérisation structurale pour la chimie

P. BOULLAY[1]

[1] *ENSICAEN*

La cristallographie structurale a connu une révolution au cours des dix dernières années, grâce à l'introduction de divers protocoles d'acquisition et d'analyse de données de diffraction des électrons en faisceaux parallèles. Ces approches, regroupées sous le nom générique de 3D ED, visent toutes à reconstruire le réseau réciproque (3D) d'un composé cristallin en collectant des diagrammes de diffraction des électrons (ED) à différents angles d'inclinaison du goniomètre. Réalisée avec un microscope électronique à transmission, la 3D ED permet d'analyser des monocristaux de taille nanométrique et d'obtenir des données permettant de déterminer la structure cristalline de matériaux à une échelle inaccessible par d'autres techniques de diffraction.

Après une introduction à la méthode, dans laquelle nous expliquerons les différentes approches disponibles, nous illustrerons quelques applications de la 3D ED pour différents types d'échantillons et de problématiques. Nous commencerons par la 3D ED assistée par précession, qui permet de résoudre des structures complexes et d'obtenir des affinements fiables et précis pour des composés "stables", typiquement en science des matériaux. Nous parlerons ensuite de la 3D ED en rotation continue, qui permet d'acquérir des données avec des temps de collecte inférieurs à la minute pour des composés "fragiles", typiquement certains matériaux poreux, en pharmacologie et en sciences de la vie. Nous présenterons enfin quelques développements instrumentaux et méthodologiques récents destinés à rendre cet outil encore plus accessible, polyvalent et efficace.

Cristallographie et matériaux du patrimoine culturel : des mesures non invasives sur les œuvres à l'analyse quantitative semi-automatique de phases

P. MARTINETTO[1]

[1] *Institut Néel*

Les matériaux du patrimoine culturel sont de plus en plus fréquemment au centre de programmes de recherche interdisciplinaires, dans lesquels les approches des différentes disciplines impliquées sont croisées dans le but de retracer l'histoire des œuvres d'art, de leur création et fabrication jusqu'à leur état de dégradation actuel. A l'Institut Néel, nous cherchons à développer les méthodes d'analyse utilisant les rayons X afin de révéler les traces enregistrées dans ces matériaux pour identifier les matières premières, leur mélange et si possible leur provenance et les savoir-faire techniques.

Dans cet exposé, je présenterai l'approche analytique que nous avons récemment développée, qui combine des mesures non invasives de fluorescence et diffraction des rayons X directement sur les œuvres, et des expériences synchrotron de carto/tomographie de diffraction sur micro-prélèvements. Le recours à ces techniques d'imagerie synchrotron aboutit à l'enregistrement de quantités massives de données qui nous ont poussés à développer des méthodes de traitement semi-automatiques et rapides nous permettant d'obtenir des informations quantitatives en chaque point de l'image, particulièrement informatives pour la compréhension de stratigraphies picturales complexes. J'illustrerai notre approche en donnant différents exemples, issus notamment du programme PATRIMALP (IDEX, UGA), et développerai plus particulièrement l'étude que nous avons menée sur les décors en « brocarts appliqués » d'un corpus de sculptures produites dans les anciens Etats de Savoie à la fin du Moyen Age.

Drug discovery driven by artificial intelligence

J. RAMEAU[1]

[1] *Molecular Design Science France*

Drug discovery is a complex problem: finding a synthetic chemical that fulfills all the requirement to become a drug is a challenge. Over the years the process of discovery has evolved from observation and serendipity to more data-driven and then rationally data driven. Even if we claim from decade that the rational drug design is a core activity of drug discovery, the evolution of computing capabilities and the development of new algorithm especially in the field of Artificial Intelligence (AI) have given a boost to this domain. Today AI is under the spotlight in drug discovery and some recent developments in machine learning especially neural networks brought interesting opportunities for the chemical space exploration.I will present some examples of Machine-learning capabilities, from the single point exploration of chemical space to the optimized exploration of the chemical space provided by the de-novo design by reinforcement learning (GenAI). Machine learning can also be used on top of other traditional physics-based technologies to increase the capability and access to numbers not usually accessible i.e., Virtual-Screening or combined with Free-Energy Perturbation. Combination of machine learning and first principal technologies gives access to a powerful mixed technology pushing the boundaries of research. A lot is expected from of these technologies to explore the “druggability” of some difficult biological systems.

These algorithms are used daily to support our research portfolio but still the most important operation remains the decision-making process. Although assisted by machine especially using multi-parametric optimization, the human remains at the center. In this respect AI provides a real improvement of our “In-silico toolbox” but on a project perspective the intelligence lies into the team. Today we refer to “Augmented Medchem” or “Augmented Intelligence” when speaking of this shift of ways of working. But still drug discovery remains a complex problem…

With our powers combined… The CSD and its applications across structural science

A. MALONEY[1]

[1] *Cambridge Crystallographic Data Centre*

Following a vision that the collective use of data would lead to new knowledge and generate new insights Dr Olga Kennard established the Cambridge Structural Database (CSD) in 1965, a step which transformed modern crystallography. Today over one million structures are shared through this resource and the database is something the entire scientific community can be proud of. It is thanks to this community's exemplary data sharing practices, as well as the thoughts of visionaries in the field, that this collection of data exists.

The CSD and the accompanying software are now used by scientists worldwide working in over 70 countries, and the knowledge derived from the structural data contained in the database has underpinned fundamental chemical discoveries and played a key role in designing new materials from drugs to pigments and beyond.

This talk will look at some of the research that the CSD has enabled and highlight the knowledge and insights that have been derived from this collection of data. It will explore how the database has evolved over the years and how researchers have used it for a range of different purposes, from rationalising the geometries of macromolecules, to predicting intermolecular interactions, and even to understanding the surface chemistry of crystals themselves.

Structural basis of FtsEX-independent RipA-mediated cell separation in Corynebacteriales

Q. GADAY[1]

[1] *Unité de Microbiologie Structurale, Institut Pasteur*

The bacterial cell wall is a multi-layered mesh, whose major component is peptidoglycan (PG), a sugar polymer cross-linked by short peptide stems. During cell division, a careful balance of PG synthesis and degradation, precisely coordinated both in time and space, is necessary to prevent uncontrolled destruction of the cell wall. In *Corynebacteriales*, the D,L endopeptidase RipA has emerged as a major PG hydrolase for cell separation, and RipA defaults have major implications for virulence of the human pathogens *Mycobacterium tuberculosis* and *Corynebacterium diphtheriae*. However, the precise mechanisms by which RipA mediates cell separation remain elusive.

I will present a phylogenetic, biochemical, and structural analysis of the *Corynebacterium glutamicum* homologue of RipA, Cg1735, which we published over the course of my PhD in PNAS [1]. The crystal structures of full-length RipA in two different crystal forms revealed the C-terminal NlpC/P60 catalytic domain obtruded by its N-terminal conserved coiled-coil domain, which locks the enzyme in an auto-inhibited state. We showed that this auto-inhibition is relieved by the extracellular core domain of the transmembrane protein Cg1604 (SteB), which was recently identified as a corynebacterial cell division protein [2]. The crystal structure of SteB revealed a (β/α) protein with an overall topology similar to that of receiver domains from response regulator proteins. The atomic model of the RipA-SteB complex, based on bioinformatical and mutational analysis, indicates that a distal-membrane helical insertion in SteB is responsible for RipA activation.

These findings are clinically relevant, as RipA and SteB are conserved in pathogenic *Corynebacteriales* and involved in *C. glutamicum* tolerance to antibiotics. Our work provides important insights into the fundamental biological processes and specificities that underlie corynebacterial cell division.

[1] Gaday et al. PNAS. 2022
[2] Lim et al. PLoS Genet. 2019

Synthesis and Physico-Chemical Characterization of Novel Organic-Inorganic Hybrid Halometallate Compounds

P. GONZALEZ IZQUIERDO[1]

[1] *ILL*

Hybrid organic-inorganic materials offer exciting possibilities for advanced functionalities due to their combined properties. In particular, halometallate complexes exhibit interesting thermal, ferromagnetic, ferroelectric and ferroelastic properties. Among them, tetrahaloferrate(III) complexes are particularly attractive due to their magnetic behaviour. Their crystal structures arise from a complex interplay of forces, comprising hydrogen bonding and other interactions. Furthermore, these materials exhibit many phase transitions due to dynamic rearrangements of their organic parts. Research in this area requires a multidisciplinary approach involving synthesis, structural characterization, and the study of physicochemical and magnetic properties.

During my thesis at the Laue-Langevin Institute, France, in collaboration with the University of Cantabria, Spain, my scientific interests were focused on two main areas, involving the synthesis and characterization of over 20 compounds:

• Impact of Cation and halogen type: Initially, my research explored the influence of cation size, symmetry, and halogen type (Cl or Br) on the properties of materials containing imidazolium-based cations and FeX_4 anions. This study aimed to establish a clear link between cation and halogen design and the resulting material's behaviour.

• Exploring Plastic-Ferroelectric Hybrids: The second part of my research focused on hybrid materials that combine plastic and polar/ferroelectric phases by synthesizing and characterizing quinuclidinium-based compounds with $FeCl_4$.

Employing a suite of X-ray and neutron diffraction techniques, including single-crystal, powder, and synchrotron experiments, we elucidated the crystalline and magnetic structures of the compounds from their melting point down to 2 K. Notably, we were able to precisely locate the hydrogen atoms and determine their role in the structures. This comprehensive structural analysis, complemented by characterization of various physicochemical properties (melting point, electrical and magnetic behavior, DSC, FT-IR, etc.), provides a profound understanding that is key to designing novel magnetic and ionic materials.

On strain in platinum and palladium nanoparticles in an electrochemical environment

C. ATLAN[1]

[1] *CEA, LEPMI)*

This doctoral thesis brings together the fields of electrocatalysis and Bragg Coherent Xray Diffraction Imaging (BCDI) to shed light on the behaviours of Pt and Pd nanoparticles which are particularly relevant to energy conversion and storage technologies. BCDI emerges as a powerful technique, offering non-destructive three-dimensional structural information on single nanoparticles, such as local strain maps.One key aspect of this work is the use of strain analysis as a valuable tool to capture adsorption and absorption phenomena. The idea is to accurately map adsorption sites under electrochemical conditions, particularly under electrode potential control.Pt is a widely used catalyst in various reactions, including the Hydrogen Evolution Reaction, Hydrogen Oxidation Reaction, and Oxygen Reduction Reaction. Although studying the relevant electrode potential regions for these reactions proved challenging, BCDI successfully captures strain heterogeneity in Pt nanoparticles within the Electrochemical Double Layer region.These observations demonstrate the bisulphate ion adsorption occurs at the surface of a single nanoparticle and is responsible for the increase of strain heterogeneity as a function of the electrode potential. Molecular Statics (MS) and Density Functional Theory support experimental observations by bridging the gap between the scale allowed by BCDI and the atomic scale.Pd is known to have a high affinity for hydrogen, which absorbs into its volume, leading to a phase transition and a significant increase in its lattice parameter. These absorption mechanisms are examined in detail by monitoring single Pd nanoparticles at different electrode potentials and during phase transitions due to hydrogenation. The various experimental observations supported by MS simulation provide a basis for proposing a model to elucidate the phase transition.While primarily focusing on fundamental investigations of model systems, this research demonstrates the potential of strain analysis through BCDI as a descriptor of adsorption and absorption at the scale of a single nanoparticle.

α-GeO2 : Croissance et applications.

A. PEñA[1], V. PAUL RAJ[1,2], T. REMARK[1], M. VELAZQUEZ[1,2], J. DEBRAY[1], J. ZACCARO[1], C. FéLIX[1], P. SEGONDS[1], B. BOULANGER[1], B. MéNAERT[1]

[1] *Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France*
[2] *Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, 38000 Grenoble, France*

La technique de croissance en solution à haute température *Top Seed Solution Growth - Slow Cooling* (TSSG-SC) nous a permis de faire croître des monocristaux de α-GeO_2 de taille centimétrique. Ces cristaux ne présentent pas de transition de phase avant la température de fusion (vers 1100 °C) et seulement une faible évolution des constantes piézoélectriques et des propriétés diélectriques jusqu'à 600 °C [1], contrairement aux cristaux de α-GeO_2obtenues par voie hydrothermale [2]. Cela fait de nos cristaux de α-GeO_2 de bons candidats potentiels pour être utilisés dans des environnements à haute température.

α-GeO_2 est un cristal non centrosymétrique car il cristallise dans le groupe d'espace chiral $P3_121$ (ou $P3_221$). De ce fait il présente une activité optique (aussi appelée pouvoir rotatoire), comme dans le cas du quartz (α-SiO_2), ainsi qu'une conversion de fréquence non linéaire à partir de processus du second ordre. Nous avons récemment déterminé les courbes d'accord de phase de la génération de second-harmonique, somme et différence de fréquences. L'analyse des courbes ont permis la détermination des équations de Sellmeier qui décrivent la dispersion en longueur d'onde (λ) des index de réfraction principaux [3]. Le pouvoir rotatoire, ρ(λ) et le coefficient de gyration g33(λ) ont aussi été déterminés et compares à ceux du quartz. Cependant, certains de ces cristaux présentent des macles optiques que nous avons caractérisé afin d'en déterminer la zones d'extension.

Nous prévoyons de mener des études *in situ* afin de déterminer l'origine des macles, de comprendre leur évolution au cours de la croissance cristalline, et enfin de trouver les conditions de croissance nécessaires à l'obtention de cristaux exemptes de macles.

[1] Papet P et al. J. Appl. Phys. 2019;126(14):144102.
[2] Balitsky DV et al. Ann. Chim. Sci. Mat. 2001;26(1):183-192.
[3] Remark T et al. Opt. Mater. Express. 2021;11(10):3520-3227.

Crystallization (or not) of active pharmaceutical ingredients in thin films

G. GBABODE[1], C. TIZAOUI[2], H. GALAI[2], G. COQUEREL[1], S. MORIN-GROGNET[3], I. RIETVELD[4]

[1] Normandie Univ, Laboratoire SMS – EA3233, Univ Rouen, 76821 Mont Saint Aignan, France
[2] Laboratoire des matériaux, traitement et analyse (LMTA), Institut national de recherche et d'analyse physico-chimique, Technopole sidi Thabet, 2020 Ariana, T

Utilizing surfaces for nucleation and growth is often adopted as a means to enhance crystallization. Certain surfaces can accelerate crystallization while other prevent it. On the other hand, constrains induced by the surface can trigger crystal growth on well-defined contact planes and thus along specific crystallographic directions i.e. texture or epitaxial growth can result. It has also been shown that surfaces can increase the crystallization rate when compared to the bulk. Furthermore, it has been shown for several organic semiconductors (organic molecules deposited on flat solid substrates as thin films, a hundred of nm thick) that new polymorphs could be stabilized only close to the substrate (called "substrate induced polymorphs or SSPs).

In this presentation, we report two cases of thin film deposition of active pharmaceutical ingredients illustrating the ability of a solid surface and the confinement geometry to drastically change the crystallization outcome and therefore ultimately the properties of the drug product.

The first example concerns pyrazinamide, an active pharmaceutical ingredient used in the treatment of tuberculosis, which possesses 4 polymorphic forms. Here, thin film deposition of pyrazinamide shows the long-time persistence of metastable polymorphs while the stable polymorph is never obtained.

The second example pertains to ketoprofen (a non-steroidal anti-inflammatory) for which amorphous solid dispersions could be achieved upon thin film co-deposition with polyethylene oxide. It appears that these amorphous solid dispersions could be preserved for several months even when submitted to a high relative humidity atmosphere, depending on the film thickness.

Couplage de la microfluidique de gouttes et de la microscopie à génération de seconde harmonique pour le criblage in situ de phases cristallines

H. CERCEL[1], C.J. GERARD[1], C. PINETRE[1], C. BRANDEL[1], V. DUPRAY[1]

[1] Univ Rouen Normandie, Normandie Univ, SMS, UR 3233, F-76000 Rouen, France

Le criblage des différentes phases cristallines d'une molécule est essentiel, notamment pour l'industrie pharmaceutique, chacune ayant ses propriétés propres (biodisponibilité, solubilité, etc). Il consiste à utiliser différentes conditions de cristallisation (Température, solvants, sursaturation …) et à observer la phase cristalline qui en résulte. Cette opération nécessite généralement une quantité de produit et un nombre d'essais important (1). La microfluidique de goutte (µFG) représente une technique de choix pour réaliser ce criblage. En effet, la génération de nombreuses gouttes semblables à de microréacteurs indépendants permet la réalisation d'études statistiques pour des conditions données en un temps réduit. De plus, le volume de ces gouttes (à l'échelle du nanolitre) réduit drastiquement la quantité de produit requise. Enfin, cette technique peut permettre l'obtention de phases cristallines métastables non accessibles par des voies plus « classiques » (2).

La caractérisation des cristaux formés dans les gouttes implique généralement leur extraction et leur collecte donc une analyse ex situ et peut se révéler complexe. Il est préférable d'opter pour une caractérisation in situ des cristaux. L'analyse Raman est souvent choisie mais elle requiert un temps d'analyse important pour chaque cristal (plusieurs minutes/heures par cristal) (3). Un nouveau couplage est proposé ici entre µFG et microscopie SHG (Génération de Seconde Harmonique). Cette technique d'optique non-linéaire permet de distinguer les structures non-centrosymétriques (signal SHG) de celles centrosymétriques (pas de signal SHG) (4) avec un temps d'analyse réduit à quelques secondes/goutte. Nous montrerons que ce couplage est particulièrement adapté à l'étude de composés présentant des phases stables et métastables différentiables par SHG et qu'il permet un criblage rapide des conditions de cristallisation pour l'obtention d'une forme spécifique.

1. Ildefonso M. et al, Crystal Growth & Design. 4 mai 2011;11(5):1527-30.
2. Ji B. et al. Integr Biol. 2010;2(10):528.
3. Bernard S. et al. Appl Spectrosc. 1 nov 2008;62(11):1180-8.
4. Kurtz S.K. & Perry T.T. Journal of Applied Physics. 19 nov 2003;39(8):3798-813.

Smart growth, from combined crystal growth methods to artificial intelligence management: control of the chemical composition and improvement of single crystal performance

P. VEBER[1], N. DROPKA[2], G. BUSE[1], M. STEF[1], M. POIENAR[1], D. VIZMAN[1]

[1] *West University Timisoara*
[2] *Leibniz Institute for Crystal Growth*

Nowadays, standard and versatile techniques for growing single crystals from a high temperature liquid phase and using, for instance, the Czochralski, Bridgman or flux processes, are commonly available in worldwide laboratories and dedicated companies for obtaining a wide range of inorganic bulk crystals: oxides, halogenides and semi-conductors. Two categories of materials are usually considered: congruent-melting compounds, which are grown from a melt, and non-congruent-melting compounds, which are grown from a high temperature solution. However, due to intrinsic peculiarities of each technique: thermal distribution, heating medium, possible range of growth kinetics, as well as specific thermomechanical and chemical features of gaseous, liquid and solid phases, as-grown boules with the required quality can display a limited useful volume. Indeed, boules can exhibit local defects such as colour centres, dislocations, chemical vacancies, cracks, impurities or cluster inclusions, which decrease drastically the crystal performance.

On one hand, in order to improve the crystal size and quality with a low rate of defects, we present the combination of different conventional growth methods as a way to achieve the growth of targeted compounds and solid solutions with enhanced compositions, properties and quality. On the other hand, we present a study that integrates machine learning with numerical modeling. The objective is to unravel the nonlinear relationship between crystal growth process parameters and furnace geometry on one side, and solid/liquid interface shape and v/G (growth rate over temperature gradients) on the other side. We exemplify this approach by focusing on defect-free YAG and Ge crystals. Various examples of applications in the fields of optics, piezoelectricity, multiferroics and alkali-ion battery are presented.

Acknowledgments: The authors would like to thank the European Innovation and SME Council Executive Agency (EISMA) for funding "Smart Growth" project (n°: 101115130) under the Interregional Innovation Investment (I3) Instrument.

(1) https://doi.org/10.3390/cryst11050521.
(2) https://doi.org/10.1038/s43586-022-00141-7.
(3) https://doi.org/10.1016/j.crstbi.2024.100131.
(4) https://doi.org/10.1107/S2059798323011002.
(5) https://doi.org/10.1107/S1600576719013517.
(6) https://doi.org/10.1038/s41596-022-00777-5.
(7) https://doi.org/10.1039/C7SC00758B.
(8) https://doi.org/10.1107/S1600576719006381.

Puces microfluidiques pour la croissance de cristaux biomoléculaires et leur analyse par cristallographie sérielle

C. SAUTER[1], L. COUDRAY[1], P. PACHL[1], P. BéNAS[1]

[1] ARN - IBMC - CNRS - Unistra

L'arrivée de la microfluidique il y a vingt ans a ouvert de nouvelles possibilités expérimentales en cristallisation des biomolécules. En effet, les systèmes microfluidiques facilitent la manipulation de nanovolumes de solutions d'échantillons, ainsi qu'une miniaturisation et une parallélisation extrêmes des tests de cristallisation. Ils offrent en outre un environnement sans convection qui favorise la croissance de cristaux de haute qualité [1]. Ces avantages sont mis à profit dans un nouveau concept de micropuce multifonctionnelle qui combine 1) la recherche et l'optimisation des conditions de cristallisation des biomolécules par la méthode de contre-diffusion, 2) l'identification des cristaux par microscopie à fluorescence, 3) l'ensemencement microcristallin, 4) la dérivatisation des cristaux par trempage de ligand, substrat ou inhibiteur, et 5) l'analyse de routine des cristaux in situ à température ambiante. Le concept a été testé sur un large panel de biomolécules comprenant de l'ARN et diverses protéines solubles ou membranaires [2-3]. Nos derniers résultats de microcristallisation et cristallographie synchrotron sérielle in situ à température ambiante (RT-SSX) seront présentés.

[1] Sauter, Dhouib, Lorber (2007). Crystal Growth & Design, 7, 2247.
[2] de Wijn, Hennig, Roche, Engilberge, Rollet, Fernandez-Millan, Brillet, Betat, Mörl, Roussel, Girard, Mueller-Dickmann, Fox, Olieric, Gavira, Lorber, Sauter (2019). IUCrJ, 6, 454.
[3] de Wijn, Rollet, Olieric, Hennig, Thome, Nous, Paulus, Lorber, Betat, Mörl, Sauter (2021). Journal of Visualized Experiments, 169, e61972.

Smart growth, from combined crystal growth methods to artificial intelligence management: control of the chemical composition and improvement of single crystal performance

P. VEBER[1], N. DROPKA[2], G. BUSE[1], M. STEF[1], M. POIENAR[1], D. VIZMAN[1]

[1] *West University Timisoara*
[2] *Leibniz Institute for Crystal Growth*

Nowadays, standard and versatile techniques for growing single crystals from a high temperature liquid phase and using, for instance, the Czochralski, Bridgman or flux processes, are commonly available in worldwide laboratories and dedicated companies for obtaining a wide range of inorganic bulk crystals: oxides, halogenides and semi-conductors. Two categories of materials are usually considered: congruent-melting compounds, which are grown from a melt, and non-congruent-melting compounds, which are grown from a high temperature solution. However, due to intrinsic peculiarities of each technique: thermal distribution, heating medium, possible range of growth kinetics, as well as specific thermomechanical and chemical features of gaseous, liquid and solid phases, as-grown boules with the required quality can display a limited useful volume. Indeed, boules can exhibit local defects such as colour centres, dislocations, chemical vacancies, cracks, impurities or cluster inclusions, which decrease drastically the crystal performance.

On one hand, in order to improve the crystal size and quality with a low rate of defects, we present the combination of different conventional growth methods as a way to achieve the growth of targeted compounds and solid solutions with enhanced compositions, properties and quality. On the other hand, we present a study that integrates machine learning with numerical modeling. The objective is to unravel the nonlinear relationship between crystal growth process parameters and furnace geometry on one side, and solid/liquid interface shape and v/G (growth rate over temperature gradients) on the other side. We exemplify this approach by focusing on defect-free YAG and Ge crystals. Various examples of applications in the fields of optics, piezoelectricity, multiferroics and alkali-ion battery are presented.

Acknowledgments: The authors would like to thank the European Innovation and SME Council Executive Agency (EISMA) for funding "Smart Growth" project (n°: 101115130) under the Interregional Innovation Investment (I3) Instrument.

Pyromellitate de lanthanides hydratés (La, Ce, Pr, Dy, Yb) : MOF 3D avec des tunnels encapsulant des espèces de diméthylammonium et d'eau et sa transformation cristal

N. HENRY[1], A. FLAMENT[1], S. DUVAL[1], C. VOLKRINGER[1], C. TAMAIN[2], T. LOISEAU[1]

[1] Univ. Lille, CNRS, Centrale Lille, Univ. Artois, UMR 8181 - UCCS - Unité de Catalyse et Chimie du Solide, F-59000 Lille, France.
[2] Centre CEA Marcoule, 30207 Bagnols sur Cèze, France

Cinq MOF contenant des lanthanides ont été synthétisés en condition solvothermale par l'association du ligands 1,2,4,5-benzènetétracarboxylate (pyromellitate, noté btec) avec des cations Ce3+, La3+, Pr3+, Dy3+ et Yb3+. Deux types structuraux distincts de polymères de coordination ont pu être caractérisés par DRX sur monocristal pour des lanthanides légers Ce(III), La(III) et Pr(III) (composés 1, 2 et 3) et des lanthanides lourds Dy(III) et Yb(III) (composés 4 et 5). Dans les deux cas, une structure 3D est construite à partir de l'association des lanthanides avec le ligand btec, conduisant à des tunnels 1D encapsulant des molécules de diméthylammonium et d'eau dans les composés 1-3 ([Ln(btec)]·(CH3)2NH2·2H2O) ou diméthylammonium uniquement dans les composés 4 et 5 ([Ln(btec)(H2O)]·(CH3)2NH2). Ces deux arrangements diffèrent par : 1) l'apparition de chaînes infinies d'unités {LnO9} partageant une arête dans les systèmes 1-3, au lieu d'unités dinucléaires {2 x LnO8} pontées par un ligand carboxylate dans les composés 4-5 ; 2) la présence d'espèces H2O piégées dans les tunnels pour les systèmes 1-3, au lieu d'une molécule H2O liées à chaque centres Ln pour les composés 4-5.

Un processus de déshydratation a été observé pour les composés 1-3 et particulièrement étudié pour le solide contenant du cérium : l'élimination des molécules d'eau (jusqu'à 120°C) induit une transition de phase cristalline liée à la contraction du réseau 3D, correspondant à l'adaptation spatiale des canaux avec les espèces cationiques [NH2(CH3)2]+ restantes, sous la forme ([Ln(btec)]·(CH3)2NH2, noté 1'. Cette transformation de monocristal à monocristal montre ainsi une relative flexibilité du réseau comme l'indique la variation du volume de la maille ΔV de -6%, et rappelle l'effet respiratoire rapporté dans les matériaux MOF bien connus tels que la série MIL-53. Ce phénomène de respiration réversible détaillé pour la première phase structurale n'a jamais été rapporté auparavant pour MOF-Ln3+ construit avec des ligands pyromellitates.

Luminescent Coordination Polymers or MOFs as Temperature Sensors

H. BRAULT[1]

[1] *Institut des Matériaux de Nantes, CNRS, Nantes Université*

Temperature is a basic physical parameter that is essential in both science and industry areas. One of most promising non-invasive technique to measure the temperature relies on ratiometric luminescent thermometers where the absolute temperature is optically determined *via* the measurement of the intensities of two transitions of distinct emitting centers. If the first studies on luminescence thermometry refer to inorganic compounds such as oxides, fluorides or sulfides, metal-organic frameworks (MOFs) recently appeared as promising candidates. MOFs are crystalline hybrid materials built-up from metal ions as nodes linked by bridging ligands. They have attracted great interest due to their versatile chemistry, high surface areas and chemical functionality.

The luminescence of MOFs can be generated in different ways, by using luminescent metal nodes (such as lanthanide cations), luminescent organic linkers, or luminescent guest species (organic dyes, metal complexes...). Consequently, many combinations are possible to elaborate ratiometric MOF luminescent thermometers.Currently, many efforts are focused on lanthanide-based luminescent MOFs (Ln-MOFs), which are built on Ln^{3+} ions or clusters. The organic linker are chromophore molecules which absorb in the UV range, acting as sensitizers for Ln^{3+} ions via an energy transfer from their triplet excited state energy to the emitting energy states of Ln^{3+} ions.

Therefore most of Ln-MOFs reported to date for luminescence thermometry are based on the Eu^{3+}-to-Tb^{3+} emission ratio between the transitions $^5D_4 \rightarrow {}^7F_5$ and $^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$ of the Tb^{3+} and Eu^{3+} ions, respectively. Here, we will propose a small overview of our recent results on mixed Eu-Tb MOFs luminescents thermometers, and we will discuss the different strategies to modulate the thermometric performances, such as operating temperature range or relative thermal sensitivity.

Controlled formation of multi-scale porosity in ionosilica templated by ionic liquid

J. OBERDISSE[1], A. GENIX[1], S. SHARMA[2], J. ALAUZUN[2], P. HESEMANN[2]

[1] *Laboratoire Charles Coulomb, U Montpellier CNRS*
[2] *Institut Charles Gerhard, U Montpellier*

A new synthesis pathway of hydrolytic ionosilica films with mesopores formed by ionic liquid (IL) templating is proposed and compared to the traditional non-hydrolytic strategy. For both pathways, the multi-scale formation of pores has been studied as a function of IL content, combining results of thermogravimetric analysis (TGA), nitrogen sorption, and small-angle X-ray scattering (SAXS). The combination of TGA and nitrogen sorption provides access to ionosilica and pore volume fractions, with contributions of meso- and macropores. We then elaborate an original and quantitative geometrical model to analyze the SAXS data based on small spheres (Rs ' 1 – 2 nm) and cylinders (Lcyl ' 10 – 20 nm) with radial polydispersity provided by the nitrogen sorption isotherms.

As a main result, we found that for a given incorporation of templating IL, both synthesis pathways produce very similar pore geometries, but the better incorporation efficacy of the new hydrolytic films provides a higher mesoporosity. Our combined study provides a coherent view of mesopore geometry, and thereby an optimization pathway of porous ionic membranes in terms of accessible mesoporosity contributing to the specific surface. Possible applications include electrolyte membranes of improved ionic properties, e.g., in fuel cells and batteries, as well as molecular storage.

Cristallographie des bicouches tournées : les plus simples des quasicristaux

M. QUIQUANDON[1], D. GRATIAS[2]

[1] *CNRS-IRCP*
[2] *CNRS-IRCP ChimieParisTech*

Certaines bicouches - dont celles de graphène tournées d'environ un degré - ont des structures électroniques présentant des bandes plates sources de propriétés remarquables dues à la forte localisation électronique qu'elles engendrent. Ces édifices qui résultent de la superposition de deux structures 2D périodiques, présentent une symétrie de translation quasipériodique de rang 4.On montre comment on peut les décrire en toute généralité par une méthode de coupe et projection d'un cristal 4D dans l'espace euclidien R4. Elle consiste à copier les deux structures planes S1 et S2 non nécessairement identiques de réseaux respectivement L1 et L2 sur deux familles de plans P1 et P2 orthogonaux d'un édifice 4D périodique de réseau L1 x L2. La bicouche est obtenue par la coupe et projection de chaque monocouche selon la fenêtre de coupe définie par la maille de Wigner-Seitz de l'autre structure qui lui est orthogonale.

Cette technique permet d'engendrer un pavage quasipériodique générique, caractéristique de l'ossature géométrique de la bicouche qu'elle que soit les structures 2D concernées et leurs orientations relatives. Les figures de moiré des fonctions d'interférence entre les deux couches se décomposent en motifs locaux similaires dans les tuiles de même type montrant ainsi les symétries locales cachées de ces édifices.

Photocrystallography of switchable palladium and rhodium nitro complexes

A. MIKHAILOV[1], A.B. ADAGOLODJO[1], K. KONIECZNY[1], S. PILLET[1], D. SCHANIEL[1]

[1] *Laboratoire de Cristallographie, Résonance Magnétique et Modélisations (CRM2)*

The properties of photoinduced linkage isomers (PLIs) in complexes [Pd(NH3)4][Pd(NH3)3NO2][CrOx3]·yH2O (Ox' oxalate) and [Rh(NH3)5NO2](NO3)2·0.5H2O were investigated using XRD and spectroscopic techniques. XRD analysis revealed that irradiation at 365 nm at 150 K of the single crystals of the palladium complex led to the formation of endo-ONO isomers PLI1 and PLI2. [1] PLI1 and PLI2 differ in their intermolecular surroundings, where the partial occupation of a neighboring site by a solvate water molecule prevents the photoinduced formation of PLI2. Photocrystallographic analysis of the palladium complex at 10 K revealed the formation of exo-ONO isomers PLI3 and PLI4, which are not sufficiently stable at 80 K. Thus, four different PLIs can be photogenerated in [Pd(NH3)3NO2]+. Moreover, the type and population of PLIs could be influenced by the amount of solvent H2O molecules and by the temperature of the photogeneration. In the octahedral rhodium complex [Rh(NH3)5NO2](NO3)2·0.5H2O, the generation of exo-ONO isomer is possible even at room temperature, which is explained by a high activation barrier of the exo-ONO to NO2 reaction. The obtained data allowed us to propose possible mechanisms of isomerization-relaxation of PLIs in both complexes.

[1] A. Mikhailov, K. A. Konieczny, M. Gladysheva, P. Plyusnin, S. Pillet, D. Schaniel, Inorg. Chem. 2023, 62, 5531–5542.

Ordres complexes élucidés en combinant la diffraction des rayons X et des électrons dans les séries Sr2Sb2O2+xS3-x et Sr2Sb2O2+xSe3-x

O. PEREZ[1], P. ROUSSEL[2], P. BOULLAY[1], S. AL BACHA[1], E. MCCABE[3], H. KABBOUR[4]

[1] *CRISMAT / CNRS*
[2] *University of Lille, CNRS, Centrale Lille, ENSCL, University of Artois, Unité de Catalyse et Chimie du Solide*
[3] *Departement of Physics, Durham University*
[4] *Institut des Matériaux de Nantes Jean Rouxel, Nantes Université, CNRS*

La prédiction de la structure et des propriétés et la synthèse/caractérisation, de nouveaux composés d'intercroissance (oxydes, oxy-halogénures) avec un empilement original, permet de contrôler les propriétés globales d'un composé. Les séries Sr2Sb2O2+xS3-x et Sr2Sb2O2+xSe3-x sont ainsi étudiées pour leurs propriétés photocatalytiques telle que la division l'eau en hydrogène et oxygène en exploitant l'énergie solaire. L'hydrogène ainsi produit peut-être utilisé comme source d'énergie propre dans les piles à combustible pour produire de l'électricité propre.

Les matériaux de ces séries présentent la même sous-maille a'9.30Å b'3.95Å c'11.23Å α'90° β'101.78° γ'90° mais avec un ordre différent caractérisé par le vecteur de modulation q ' ε a* + ¼ b*. L'analyse structurale des différents membres de ces nécessite une étude minutieuse du réseau réciproque afin d'obtenir une description commune cohérente avec la symétrie du système.

A cette fin des expériences de diffraction des RX sur mono cristal (XSCD) ont été envisagées. Malheureusement, pour tous les composés de cette série, une seule préparation a produit des cristaux de taille suffisante pour l'XSCD. Pour les autres préparations, la diffraction électronique en mode 3D-ED a donc été utilisée avec succès pour obtenir des informations sur le réseau réciproque.

La XSCD a permis d'obtenir des données très complètes et de haute résolution ; son analyse a fourni tous les indices nécessaires pour révéler la structure du cristal mesuré et pour définir un modèle applicable aux autres composés. Ce modèle a été introduit pour décrire tous les membres de la série. Ensuite, les affinements structuraux, utilisant une approche dynamique dans le cas des données 3D-ED, ont révélé d'autres détails de ces structures avec notamment l'ordonnancement et des pistes pour comprendre les mécanismes de stabilisation de ces différents matériaux et leurs intérêts vis-à-vis des propriétés de photocatalyse.

Pyromellitate de lanthanides hydratés (La, Ce, Pr, Dy, Yb) : MOF 3D avec des tunnels encapsulant des espèces de diméthylammonium et d'eau et sa transformation cristal

N. HENRY[1], A. FLAMENT[1], S. DUVAL[1], C. VOLKRINGER[1], C. TAMAIN[2], T. LOISEAU[1]

[1] Univ. Lille, CNRS, Centrale Lille, Univ. Artois, UMR 8181 - UCCS - Unité de Catalyse et Chimie du Solide, F-59000 Lille, France.
[2] Centre CEA Marcoule, 30207 Bagnols sur Cèze, France

Cinq MOF contenant des lanthanides ont été synthétisés en condition solvothermale par l'association du ligands 1,2,4,5-benzènetétracarboxylate (pyromellitate, noté btec) avec des cations Ce3+, La3+, Pr3+, Dy3+ et Yb3+. Deux types structuraux distincts de polymères de coordination ont pu être caractérisés par DRX sur monocristal pour des lanthanides légers Ce(III), La(III) et Pr(III) (composés 1, 2 et 3) et des lanthanides lourds Dy(III) et Yb(III) (composés 4 et 5). Dans les deux cas, une structure 3D est construite à partir de l'association des lanthanides avec le ligand btec, conduisant à des tunnels 1D encapsulant des molécules de diméthylammonium et d'eau dans les composés 1-3 ([Ln(btec)]·(CH3)2NH2·2H2O) ou diméthylammonium uniquement dans les composés 4 et 5 ([Ln(btec)(H2O)]·(CH3)2NH2). Ces deux arrangements diffèrent par :

1) l'apparition de chaînes infinies d'unités {LnO9} partageant une arête dans les systèmes 1-3, au lieu d'unités dinucléaires {2 x LnO8} pontées par un ligand carboxylate dans les composés 4-5 ;

2) la présence d'espèces H2O piégées dans les tunnels pour les systèmes 1-3, au lieu d'une molécule H2O liées à chaque centres Ln pour les composés 4-5.

Un processus de déshydratation a été observé pour les composés 1-3 et particulièrement étudié pour le solide contenant du cérium : l'élimination des molécules d'eau (jusqu'à 120°C) induit une transition de phase cristalline liée à la contraction du réseau 3D, correspondant à l'adaptation spatiale des canaux avec les espèces cationiques [NH2(CH3)2]+ restantes, sous la forme ([Ln(btec)]·(CH3)2NH2, noté 1'. Cette transformation de monocristal à monocristal montre ainsi une relative flexibilité du réseau comme l'indique la variation du volume de la maille ΔV de -6%, et rappelle l'effet respiratoire rapporté dans les matériaux MOF bien connus tels que la série MIL-53. Ce phénomène de respiration réversible détaillé pour la première phase structurale n'a jamais été rapporté auparavant pour MOF-Ln3+ construit avec des ligands pyromellitates.

Synthèse, étude structurale, analyse de surface Hirshfeld et luminescence d'un polymère de coordination à base de l'europium et du ligand l'acide 1H-benzimidazole-5 carboxylique

L. BENDJEDDOU[1]

[1] *Département de chimie, Faculté des Sciences Exactes, Université Constantine 1 Frères Mentouri*

La synthèse et la construction de polymères de coordination des lanthanides (LnCPs) par auto-assemblage d'ions métalliques trivalents et de ligands organiques appropriés, sont l'un des sujets d'actualité de la science des matériaux, en raison de leurs architectures fascinantes, topologies structurelles [1] et diverses applications [2-7]. Dans cet objectif nous avons pu isoler un nouveau polymère de coordination [Eu(Hbic)3(H2O)]n, dont l'empilement cristallin est formé par des chaines polymériques unidimensionnelles. L'ion d'europium adopte la géométrie prisme trigonal tricappé déformée, ponté par des atomes d'oxygène des groupements carboxylates et un atome d'azote du benzimidazole.

La cohésion tridimensionnelle est assurée par des liaisons hydrogène fortes, moyennes et renforcer par des interactions intermoléculaires de type π-π, qui sont confirmées par l'analyse de la surface d'Hirshfeld. Cette dernière, montre une contribution majoritaire des contacts H…H qui correspond à des liaisons hydrogène. Le spectre d'émission de luminescence qui a été enregistré à l'état solide, montre que les transitions 4f → 4f sont typiques d'Eu (III). Les fortes interactions entre les ions Eu3+ les plus proches ont conduits à un rendement quantique d'émission faible.

Références :

1- M. Kumar, C.-Q. Qiu, J.K. Zaręba, A. Frontera, A.K. Jassal, S.C. Sahoo, S.-J. Liu, H.N. Sheikh, New J. Chem. 43 (2019) 14546–14564.
2- S.P. Bera, A. Mondal, S. Konar, Chem. Asian J. 14 (2019) 3702–3711.
3- H. He, D. Yuan, H. Ma, D. Sun, G. Zhang, H.-C. Zhou, Inorg. Chem. 49 (17) (2010) 7605–7607.
4- Y.-P. He, Y.-X. Tan, J. Zhang, Inorg. Chem. 52 (21) (2013) 12758–12762
5- B. Ay, E. Yildiz, İ. Kani, Polyhedron 130 (2017) 165–175.
6- M.P. Suh, H.J. Park, T.K. Prasad, D.-W. Lim, Chem. Rev. 112 (2) (2011) 782–835.
7- J. Gu, M. Wen, Y. Cai, Z. Shi, D.S. Nesterov, M.V. Kirillova, A.M. Kirillov, Inorg. Chem. 58 (2019) 15696–15699.

La cristallochimie à l'Institut de Chimie Moléculaire de Grenoble (ICMG) en 2024

C. PHILOUZE[1], N. ALTOUNIAN[1], P. LANOë[1]

[1] *Institut de Chimie Moléculaire de Grenoble*

La Plateforme de Cristallographie (PRX) de l'ICMG est l'ancien Service de Cristallographie, fondé en 1996 par feus André Durif et Marie-Thérèse Averbuch, du Laboratoire d'Etudes Dynamiques et Structurales de la Sélectivité, devenu le Département de Chimie Moléculaire (DCM) par sa fusion en 2007 avec le LEOPR. En 2014, le service a été mutualisé au sein de l'ICMG qui regroupe outre le DCM, le DPM et le CERMAV.

La plateforme se situe dans un environnement en mutation continue sur les plans institutionnels, humains et scientifiques. Sur le plan humain outre les départs des regrettés fondateurs, Corinne Bailly, Benoît Baptiste et Catherine Belle ont œuvré dans le cadre du service, les effectifs restant globalement stables sur le quart de siècle. L'activité du service est principalement centrée sur la résolution structurale des structures de complexes de coordination, de composés organométalliques et de molécules organiques. La plateforme ne se limite pas à l'activité de routine : elle continue d'apporter des réponses déterminantes dont certains exemples sont présentés dans le poster et acquiert de nouvelles compétences. L'environnement local très riche induit des collaborations fortes avec l'Institut Néel (Isabelle Gautier-Luneau) et l'ESRF (David Flot).

Au plan national la plateforme collabore avec le CRISMAT de Caen (Olivier Pérez) et l'ICSN de Gif sur Yvette (Pascal Retailleau). C'est d'ailleurs avec ces deux derniers, que la plateforme a créé YaÉCIPROCS (Réseau des Enseignants, Chercheurs et ITA PROfessionnels de la Cristallographie Structurale, réseau de la MITI du CNRS) en concertation avec l'AFC, pour créer un outil destiné à gérer les problèmes du métier de Cristallographe Structuraliste.

La plateforme dispose de deux diffractomètres Bruker équipés d’un système basse température Oxford opérant à l’azote liquide. L'achat d'un 3ème diffractomètre de dernière génération est à l'étude. Le plateau a un accès à la diffraction électronique via le plateau de microscopie électronique de l'ICMG.

Structure resolution of the new Ca2MnO3X (X = Cl, Br) oxyhalides

C. LEPOITTEVIN[1], F. DENIS ROMERO[1], S. KODJIKIAN[1], C. V. COLIN[1]

[1] *Institut Néel, CNRS and Université Grenoble Alpes*

Mixed anion oxyhalides with the general formulaCa_2MnO_3X (X ' Cl, Br) were synthesized using solid-state reactionmethods. These two materials crystallize in a novel structure typedue to the small ionic radius of Ca^{2+} and the strong Jahn−Tellereffect of Mn^{3+}. The structure model was obtained using combination of 3D Electron Diffraction and STEM HAADF imaging, and refined against X-ray powder diffraction data.

The resulting structure (space group Cmcm) consists on one-dimensional chains of MnO_4 square planes, with anangle of ∼120° between neighboring planes. At low temperatures,the two materials adopt magnetic arrangements, with ferromagneticchains coupled antiferromagnetically.

From Soil to Bio-Natural Sources: Exploring the Potential of Algerian Clays

N. SEKKAL[1]

[1] *Civil Engineering and environnement Laboratory*

Clays, though originating as simple soil, are composed of specific minerals with unique structures. These structures, categorized as phyllosilicates (layered) or fibrous (like sepiolite and palygorskite), contribute to their diverse properties such as absorption and plasticity.

Due to their varied composition, particularly clays rich in silicon dioxide (SiO2) and aluminum oxide (Al2O3), their applications are extensive. They play a role in construction materials, ceramics (both artisanal and industrial), cement production, pharmaceuticals, water treatment (pollution and dye removal), and even pottery.

This study focuses on the physical and chemical properties of clays from Western Algeria, specifically humidity level, pH, swelling index, and fire-induced colloidality loss. Understanding these inherent properties is crucial in exploring their potential as bio-based materials with diverse applications.

Stabilizing low symmetry-based functions of [FeII(PM-PEA)2(NCS)2] at room temperature through isosymmetric electronic bistability

E. TRZOP[1], F.J. VALVERDE-MUñOZ[1], R.G. TORRES RAMíREZ[1], T. BATAILLE[2], N. DARO[3], D. DENUX[3], P. GUIONNEAU[3], H. CAILLEAU[1], G. CHASTANET[3], B. LE GUENNIC[2], E. COLLET[1]

[1] *Univ Rennes, CNRS, IPR (Institut de Physique de Rennes) - UMR 6251*
[2] *Univ Rennes, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, CNRS, ISCR (Institut des Sciences Chimiques de Rennes) - UMR 6226*
[3] *Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB, UMR5026*

Symmetry-breaking is crucial for controlling ferroic functions in materials, such as ferroelectricity, ferromagnetism or ferroelasticity, which enables applications in sensors, memories, transducers or actuators. Commonly, ferroic phases emerge from *descending symmetry-breaking* (i.e. the disordered high-symmetry (hs) phase is generally the one stable at high-temperature (HT), while the ordered low-symmetry (ls) phase is the stable one at low temperature (LT)), which limits their practical applications. Only a few rare examples of *ascending symmetry-breakings* have been observed, but the driving force remains often unclear. Here we report on a rare example of *an ascending high temperature ferroelastic symmetry-breaking* in a spin-crossover material of $[Fe^{I}(PM\text{-}PEA)_2(NCS)_2]$,[1] studied by magnetic, DSC and X-ray diffraction measurements. This coordination material undergoes an unusual transformation from a low-spin high-symmetry phase LShs (orthorhombic, Pccn) to a high-spin low-symmetry phase HSls (monoclinic, $P2_1/c$) upon temperature increase.

Information extracted from single-crystal X-Ray diffraction measurements provides detailed insight into the characteristic features associated to the symmetry-breaking and spin-crossover phenomena. DFT calculations and our model, based on Landau's theory,[2] explain well how the cooperative thermal switching of molecular spin state drives a ferroelastic phase transition through a coupled Jahn-Teller distortion. The large entropy gain associated with the electronic bi-stability here overcomes the entropy cost due to symmetry-breaking. This result may pave the way for the potential development of devices with multifunctional low-symmetry ferroic materials operating at room temperature.

The authors acknowledge the financial support from the Agence Nationale de la Recherche under the grants ANR-19-CE30-0004 ELECTROPHONE and ANR-19-CE07-0027 SMAC.

[1] (a) J.-F. Létard et al., J. Am. Chem. Soc., 119, 10861 (1997). (b) P. Guionneau, J. Mater. Chem., 9, 985 (1999). (c) F.H. Valverde-Muñoz et al. Nat. Mater., submitted (2024).
[2] (a) G. Azzolina et al., J. Appl. Phys., 129, 085106 (2021). (b) E. Collet et al., Phys. Rev. Mat., 5, 044401 (2021).

Structural and computational analysis of Y0.88Ni3-xMnx compounds to understand the localization of Mn atoms

J. MONNIER[1], J. ZHANG[1], G. FEDLOUK[1], J. CHAN[1], L. LEI[2], S. LING[2], L. LAVERSENNE[3], E. KURCHAVOVA[4], M. TURMINE[4], V. VIVIER[4], M. MATEOS[1], F. CUEVAS[1]

[1] *ICMPE - UMR 7182 CNRS-UPEC*
[2] *Faculty of Engineering, University of Nottingham*
[3] *Institut Néel, CNRS and Université Grenoble Alpes*
[4] *Laboratoire de Réactivité de Surface UMR 7197 CNRS-Sorbonne Université*

Intermetallic compounds AB_n (A'rare earth, Mg; B'early transition metal, $2 \leq n \leq 5$) can store large amount of hydrogen. They have been investigated as negative electrode materials for Ni-MH batteries due to their outstanding electrochemical properties, including in new protic ionic liquid (PIL) electrolyte[1-3]. Within this family, AB_3 compounds (n'3) are of primary importance due to their high capacity. In this work, we investigate the influence of the Mn substitution on hydrogenation and electrochemical properties of $Y_{0.88}Ni_{3-x}Mn_x$ ($0 \leq x \leq 1$) compounds. Indeed, for the close A_2B_7 family (n'3.5), Mn substitution for Ni flattens the plateau pressure, and increases the electrochemical capacity[4]. Moreover, AB_3 system structural study is interesting, as a sub-stoichiometry of Y is needed for obtaining single-phase AB_3 compounds. To understand this, density functional theory calculations have been coupled to advanced structural characterization using synchrotron X-ray diffraction at SOLEIL/Cristal beamline and neutron diffraction at ILL/D1b beamline. Joint Rietveld refinement have been performed to determine the location of Mn atoms. The lattice parameter a keeps almost unchanged while c decreases with Mn content up to x'0.3. This anisotropic behavior is directly correlated to the site-occupation of Mn atoms. The electrochemical capacity of these alloys as negative electrode material was tested in pyrrolidinium acetate [Pyrr][Ac] and KOH electrolytes. A capacity of 275 $mAh.g^{-1}$ was obtained for x'0.44, higher than that obtained in KOH for this material. For all compositions, the capacity decreases drastically over cycling in KOH while is stable in [Pyrr][Ac], proving the interest of coupling AB_3 compounds and PILs. The correlation between structural and electrochemical properties will be discussed.

[1] T. Kohno et al., J.Alloys Compds 311(2000) 5-7
[2] V. Charbonnier et al., J.Phys.ChemC 119(2015) 12218-12225
[3] N. Chaabene et al., J.Power Sources 574(2023) 233176_1-7.
[4] N. Madern et al., Energies 13(2020) 3470_1-17

Funding: The authors thank funding from the French ANR agency through the H-BAT project ANR-21-CE50-0030.

Etude structurale sous pression et températures cryogéniques des cristaux piézoélectriques LnCa4O(BO3)3, avec Ln = Y, La, Pr, Nd, Gd, Er, Tm

F. AZROUR[1], F.P. YU[2], S.J. ZHANG[2], A. VAN DER LEE[3], J. LONG[4], R. VIENNOIS[5], P. HERMET[5], M. BEAUDHUIN[5], J. ROUQUETTE[5]

[1] *Institut Charles Gerhardt Montpellier*
[2] *State Key Laboratory of Crystal Materials and Institute of Crystal Materials, Shandong University*
[3] *Institut Européen des Membranes, Université de Montpellier*
[4] *Institut Universitaire de France*
[5] *Institut Charles*

Malgré leur faible coefficient piézoélectrique, les cristaux de quartz continuent de dominer en tant que composants pour le contrôle de la fréquence depuis les premiers jours de l'ingénierie radio, par leurs courbes de résonance extrêmement nettes, qui sont stables au vieillissement sur un large domaine de température. Les cristaux d'oxyborate de lanthanide, LnCOB ($LnCa_4O(BO_3)_3$ avec Ln ' La-Yb) sont intéressants car ils présentent d'excellentes propriétés piézoélectriques, trois fois supérieures à celles du quartz, sur une plage de températures étendue (300-1273 K). Cependant, jusqu'à présent, ils n'ont pas été étudiés à des températures cryogéniques et sous haute pression à basses températures malgré l'importance des applications piézoélectriques.Les ions Ca^{2+} dans ces phases présentent des octaèdres déformés partageant leurs arêtes, connectés aux octaèdres des ions Ln^{3+} par des plan triangulaire BO_3 le long de c*. Les propriétés piézoélectriques dépendraient du rayon de l'ion Ln^{3+}. Des monocristaux de haute qualité ont été caractérisés au laboratoire dans la gamme de température $100 \leq T \leq 350$ K pour (Ln'Y, La, Pr, Nd, Gd, Er, Tm). En outre, des cristaux d'oxyborate à base de Nd et Er ont été étudiés à haute pression et à basse température par diffraction des rayons X au synchrotron ELETTRA .

Alors que NdCOB conserve une structure monoclinique entre 100-350 K, LaCOB se transforme en une structure modulée en dessous de 150K. En outre, on a constaté que ErCOB et TmCOB présentaient un désordre du site (Ca/Ln), qui expliquent les propriétés piézoélectriques inférieures. La caractérisation structurale cryogénique sous haute pression a montré une transition incommensurable pour NdCOB similaire à celle précédemment caractérisée pour LaCOB en dessous de 50K dans toute la gamme de pression. Une telle transformation était absente pour ErCOB, probablement en raison du désordre de site. Ces caractérisations structurales vont être comparées aux mesures piézoélectriques à températures cryogéniques/sous haute pression.

Cartographies de microstructures par micro-diffraction Laue sur une nouvelle génération de gaines de combustible nucléaires en Zirconium revêtues Chrome

C. RIBART[1], J. MICHA[2], R. GUILLOU[3], J. EYMERY[1], J. BéCHADE[3], S. TARDIF[1]

[1] *Université Grenoble Alpes, CEA-Grenoble/IRIG/DEPHY/MEM/NRX*
[2] *Université Grenoble Alpes, CNRS, UMR SyMMES, CEA-Grenoble/IRIG*
[3] *CEA Saclay DES/ISAS/DRMP/SRMA*

Les gaines de combustible en zirconium sont des composants critiques pour l'industrie nucléaire. L'ajout d'un revêtement chrome par PVD doit permettre d'augmenter les performances mécaniques et limiter les effets de la corrosion. Dans la recherche d'un jeu de paramètres optimal du procédé des changements significatifs de microstructure polycristalline et des contraintes résiduelles sont observés. Des projets antérieurs impliquant des caractérisations à plusieurs échelles (DRX, EBSD, MET) ont permis d'identifier une microstructure candidate. Nos travaux ont pour but de connaitre localement des champs de déformations et de contraintes. La technique utilisée de micro-diffraction Laue à l'ESRF permet d'obtenir des informations inédites locales non destructives en volume, notamment autour de l'interface Zr/Cr où les propriétés mécaniques sont le plus susceptibles de varier. Le revêtement de Chrome formé de grains fins colonnaires repose sur un substrat polycristallin de grains plus gros équiaxes de Zirconium. Des analyses préliminaires issues d'une première campagne exploratoire sont présentées. Ces dépouillements sont réalisés avec les outils éprouvés de traitement et permettent d'identifier les données exploitables quantitativement. Des cartographies 2D de micro-Laue classiques permettent d'obtenir des informations statistiques sur les orientations, les déformations ainsi que sur la taille et la nature des grains. La forme élargie des taches de Laue provenant du Chrome révèle une grande distribution d'orientation en raison du signal moyenné en profondeur. Des mesures complémentaires résolues en profondeur ont été effectuées permettant de déterminer les gradients d'orientations et de déformations, en particulier ceux proches de l'interface avec le Zirconium. Ces résultats seront confrontés aux mesures en laboratoire afin de vérifier les interprétations. Enfin, les analyses guident aussi la stratégie des prochaines campagnes expérimentales et la mise en place de routines automatiques accélérant le traitement de données avec notamment l'exploitation de la formes 2D des taches de diffraction.

L'activité stéréochimique du Sn2+ est-elle un facteur crucial pour la génération d'une faible conductivité thermique dans les sulfures à base d'étain ?

C. PRESTIPINO[1], F. GUIOT[2], P. LEMOINE[3], P. ACHARYYA[4], B. MALAMAN[3], B. RAVEAU[4], E. ELKAïM[5], B.M. BERNARD MALAMAN[3], E. GUILMEAU[4]

[1] *CRISMAT*
[2] *Institut des Sciences Chimiques de Rennes (ISCR)*
[3] *Institut Jean Lamour (IJL)*
[4] *Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux (CRISMAT)*
[5] *synchrotron-soleil*

La compréhension de la relation entre les structures cristallines et les propriétés de transport est essentielle pour le développement de matériaux destinés aux applications thermoélectriques. Dans le système Cr-Sn-S, nous avons étudié deux nouveaux semi-conducteurs, $Cr_2Sn_3S_7$ et Cr_2SnS_4, présentant une structure cristalline complexe et une conductivité thermique extrêmement faible. En effet, bien que les deux structures présentent des types de structures très différents, toutes deux pourraient être considérées comme des structures composites, constituées de différentes sous-unités.Le $Cr_2Sn_3S_7$ cristallise dans une maille monoclinique ($P2_1/m$) et est composé d'un réseau hôte ($[Cr_4^{3+}Sn_2^{4+}S_{11}]^{2-}$) avec une occupation mixte des sites cationiques par Sn^{4+} et Cr^{3+}, ainsi que d'un réseau invité composé de chaînes $[Sn_4^{2+}S_3]^{2+}$, similaires à celles rencontrées dans la structure cristalline orthorhombique de SnS. En combinant des expériences de diffraction des rayons X synchrotron avec des calculs ab initio, nous avons réussi à élucider l'origine de la faible conductivité thermique. Nous avons démontré que les faibles interactions des chaînes avec le réseau hôte 3D, induites par l'activité stéréochimique du Sn^{2+}, favorisent de fortes vibrations anisotropes à basses fréquences des chaînes. Ces vibrations, mises en évidence expérimentalement par des affinements anharmoniques ou la méthode de l'entropie maximale, sont responsables de la faible conductivité thermique de ce matériau.Le Cr_2SnS_4 présente une structure cristalline composite de type canal, cristallisant avec une structure fibrillaire. Il est composé d'une structure hôte hexagonale de CrS_6 avec deux invités colonnaires de composition $Sn_6Cr_2S_6$ et Sn_3S respectivement. La diffraction électronique avec précession a permis de reconstruire l'espace réciproque et a montré une diffusion diffuse avec une périodicité incommensurable, qui pourrait être attribuée à un désordre d'alignement de phase des unités $Sn_6Cr_2S_6$. Des dispositifs exploitant la structure cristalline sont en cours de développement.

A multiscale approach to enhance the thermoelectric properties of α-SrSi2

M. BEAUDHUIN[1], R. GHANNAM[1], L. COULOMB[1], A. MOLL[2], D. BéRARDAN[2], D. MAURIN[3], J. BANTIGNIES[3], O. MAUGUIN[4], A. VIEIRA ESILVA[1], B. VILLEROY[5], J. ROUQUETTE[1], G. CHEVALLIER[6], C. ESTOURNèS[6], R. VIENNOIS[1]

[1] ICGM, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM|[2] ICMMO, Univ Paris Saclay, CNRS|[3] L2C, Univ Montpellier, CNRS|[4] Géosciences Montpellier, Univ Montpellier, CNRS|[5] ICMPE, Univ Paris Est, CNRS|[6] CIRIMAT, Univ. Toulouse, CNRS

Conventional thermoelectric materials such as Bi_2Te_3 have the best performances at room temperature and can reach a ZT about 1. However, the cost, the toxicity and the scarcity of Te limit the application of thermoelectric materials in the low temperature range (300 – 600K). The use of eco-friendly elements such as silicides alloys could overcome these concerns. Among them Mn-Si and Mg2(Si,Sn) reached a maximum figure of merit of 0.63 (723 K) and 0.8 (650 K) respectively [1,2] and α-$SrSi_2$ reaches a ZT about 0.15 at 300K which is the highest value for a silicide alloy at this temperature. The power factor of α-$SrSi_2$ is close to that of Bi_2Te_3 however its thermal conductivity (~5 W/m.K) limit its performances. In this work, we investigate the effect of the nanostructuring, Sr purity and substitution on the thermal and thermoelectric properties of α-$SrSi_2$ combining different metallurgical techniques [3,4]. We have shown that the nanostructuring by ball milling leads to an increase of the unit cell and of the concentration of defects which both modify the electronic band structure and phonon scattering. With this approach the lattice thermal conductivity contribution was decreased close to that expected to highly disordered or amorphous materials without impacting much the power factor. This multi scale approach enabled to improve the figure of merit to about 60% compared to our bulk reference.

[1] Y. Sadia, L. Dinnerman, Y. Gelbstein, J Electron Mater. 42 (2013)
[2] G. Jiang, et al. High performance Mg2(Si,Sn) solid solutions: Adv Funct Mater. 24 (2014)
[3] R. Ghannam, A. Moll, D. Bérardan, L. Coulomb, A. Vieira-E-Silva, B. Villeroy, R. Viennois, Mickaël Beaudhuin, J Alloys Compound 968 (2023) 171876
[4] R. Ghannam, L. Coulomb, A. Moll, D. Bérardan, A. Vieira-E-Silva, B. Villeroy, R. Viennois, Mickaël Beaudhuin, J. solid state sci 147 (2024) 107406

Développement de céramiques moléculaires à conversion de spin

E. DUVERGER-NÉDELLEC[1], L. EL-KHOURY[2], N. DARO[2], G. CHASTANET[2], P. GUIONNEAU[2], M. JOSSE[2], M. MARCHIVIE[2], P. ROSA[2]

[1] *ICMCB-UMR5026*
[2] *ICMCB UMR 5026, Univ. Bordeaux, CNRS, INP*

Ces dernières décennies, un fort engouement a pu être observé pour le développement de nouveaux matériaux à conversion de spin. Leur capacité à changer d'état électronique sous l'effet d'une perturbation extérieure comme la température, la pression ou l'irradiation lumineuse, avec de fortes répercussions sur leurs propriétés structurales, magnétiques ou optiques, leur offre un large potentiel applicatif, en particulier dans le domaine des capteurs, mémoires, moteurs moléculaires ou encore les pigments intelligents. Leurs importantes modifications structurales accompagnées d'une large variation d'entropie vibrationnelle à la transition leur confèrent également un potentiel mécanocalorique colossal. Les matériaux à conversion de spin sont donc de parfaits candidats pour la substitution des échangeurs de chaleur à base de compression de fluides frigorigènes, fortement émetteur de gaz à effet de serre, par une solution à l'état solide qui constitue une approche cruciale dans la course contre le réchauffement climatique.

Cependant, l'utilisation de ces matériaux à l'échelle industrielle requiert le développement de procédés de mise en forme à une échelle macroscopique pertinente, avec conservation de leurs propriétés. Si les relations structure-propriétés de ces composés ont largement été étudiées et sont maintenant bien établies, les effets liés à leur mise en forme sont moins connus. L'ICMCB se place alors en tant que précurseur dans ce domaine avec l'obtention des premières céramiques moléculaires par Cool-SPS (Spark Plasma Sintering à basse température) dont des céramiques fonctionnelles à base de complexes à conversion de spin. Nous vous présenterons, ici, l'étude de la relation microstructure – propriétés de commutation de ces céramiques.

Deciphering viral protein-protein interactions using αFold.

T. TUBIANA[1], S. FIEULAINE[1], S. BRESSANELLI[1]

[1] *I2BC - CNRS, CEA, Université Paris-Saclay.*

In recent years, the field of structural biology has undergone significant transformations, with the advent of revolutionary technologies and methodologies. A notable milestone in this journey is the development of αFold, a cutting-edge software capable of accurately predicting the three-dimensional structures of proteins based solely on their amino acid sequences. This tool has also shown remarkable proficiency in forecasting the interactions between different proteins. However, a notable omission in the vast repository of models in the αFold database is the absence of viral proteins. This gap presents a unique opportunity for researchers to delve into the modelling of viral protein structures independently.

We have recently used αFold to reliably study the domain decomposition and structural organization of the hepatitis E virus ORF1p protein (Fieulaine et al. 2023). Building on this success, we have extended our research to investigate the interactions between the hepatitis E virus capsid protein (ORF2i) and various cellular partners. We have employed a methodical "Top-Down" approach in our modelling. This process starts with the modelling of entire systems to pinpoint potential interactions. After identifying these interactions, we then refine our models to concentrate solely on the key areas where these interactions occur.

By applying this methodology, we were able to identify a potential novel dimerization area in the NS5A protein of the Hepatitis C virus. This discovery was further studied and validated through molecular dynamics simulations and biophysical measurements including Isothermal Titration Calorimetry (ITC), differential scanning fluorimetry (nanoDSF) and nuclear magnetic resonance (NMR).

Our work shows how versatile αFold is for studying viral proteins and its potential to reveal new details about how these proteins behave and interact.

Computational-aided development of MOF water sorbents for heat reallocation

G. MAURIN[1]

[1] *ICGM, Université Montpellier CNRS*

Development of thermally driven water-sorption-based technologies presents a promising eco-friendly solution to meet the exponential increase of global energy demands for applications like dehumidification, water desalination, and heating/cooling. Hydrophilicity of water adsorbents plays a pivotal role in these processes, given their operation within narrow thermodynamic windows. Metal organic frameworks (MOFs) offer exceptional tunability of porosity and chemical properties — due to the vast selection and combination of metal nodes and organic linkers — which allows for effective modification of MOF hydrophilicity by adjusting the nature, concentration and distribution of hydrophilic moieties/sites within the framework. Utilization of MOF/water working pairs has shown significant progress in adsorption-driven heat-reallocation, dehumidification, atmospheric water harvesting, and indoor moisture control systems. The quest for efficient and stable water adsorbent MOFs necessitates a thorough examination of the mechanistic behavior of water adsorption at the microscopic level before performance evaluations at system level. In this regard, molecular simulations have proven to be a powerful tool in characterizing materials, predicting equilibrium adsorption uptakes, and identifying atomically detailed adsorption mechanisms—often leading or complementing the systematic experimental evaluations at both material and system levels. This presentation will elaborate on how microscopic insights drive a rational design strategy to fine-tune hydrophilic strength, consequently adjusting the step position of water adsorption and enhancing the working capacity to improve MOF water adsorption performance. We will illustrate our approach through case studies featuring state-of-the-art MOF adsorbents.

Exploiting proteome-scale predictions of αFold2 to reveal foldable segments with unexplored characteristics

I. CALLEBAUT[1], A. BRULEY[1], G. GASCHIGNARD[1], M. MILLET[1], T. BITARD-FEILDEL[1], K. BENZERARA[1], M. DEZI[1], F. SKOURI-PANET[1], J. MORNON[1], E. DUPRAT[1]

[1] *IMPMC-CNRS-UMR7590*

αFold2 (AF2) has created a breakthrough in biology by providing three-dimensional (3D) structure models for whole-proteome sequences, with unprecedented levels of accuracy. Here, we wish to illustrate how these AF2 proteome-scale data can be exploited to search for new domains or new families of domains with as yet undescribed structures and functions, which are prime targets for experimental characterization.Firstly, high-confidence 3D structure AF2 predictions can be used in combination with sequence similarity searches and clustering approaches to identify new domain families. We will illustrate this with the example of the CoBaHMA domain family, part of the very large Heavy-Metal Associated (HMA) superfamily, yet possessing specific sequence and structure signatures and possibly involved in interaction with anionic lipids.Secondly, the study of 21 reference proteomes included in the αFold DataBase (AFDB v1) has shown that the low-confidence AF2 predictions traditionally associated with disordered sequences contain a non-negligible proportion of long segments predicted as “foldable” by pyHCA, a tool developed by us. These segments left out by AF2 include cases of conditional order, as well as cases that could form well-folded structures but escape the AF2 prediction due to a shallow multiple sequence alignment and/or undocumented structure or fold. AF2 and pyHCA can therefore be advantageously combined to unravel cryptic structural features in whole proteomes and to refine predictions for different flavors of disorder.

Bruley et al. Digging into the 3D Structure Predictions of αFold2 with Low Confidence: Disorder and Beyond Biomolecules. 2022 doi :10.3390/biom12101467
Bruley, Bitard-Feildel et al. A sequence-based foldability score combined with αFold2 predictions to disentangle the protein order/disorder continuum Proteins 2023 doi10.1002/prot.26441
Gaschignard, Millet et al. αFold2-guided description of CoBaHMA, a novel family of bacterial domains within the heavy metal-associated superfamily Proteins 2024 doi :10.1002/prot.26668

Exploiter la base de données CSD : vers l'utilisation du "machine learning" pour optimiser les propriétés de complexes à conversion de spin.

M. MARCHIVIE[1], P. GUIONNEAU[1], G. CHASTANET[1], R. KETKAEW[2], Y. TANTIRUNGROTECHAI[3], P. HARDING[4], D. HARDING[4]

[1] *ICMCB, UMR 5026 CNRS, Univ. Bordeaux, Bordeaux INP*
[2] *Department of Chemistry, University of Zurich*
[3] *Computational Chemistry Research Unit, Fac. of Science and Tech., Thammasat Univ.*
[4] *Department of Chemistry, Institute of Science, Suranaree University*

Les composés à Conversion de Spin (CS), principalement basées sur des complexes de métaux de transition en géométrie octaédrique, peuvent basculer entre deux états électroniques différents (Bas Spin, BS) ou (Haut spin, HS) sous l'effet d'un stimulus externe tel que la température, la pression, ou encore l'irradiation lumineuse... Depuis des décennies ces composé à CS suscitent l'enthousiasme de la communauté scientifique en raison de leurs potentielles applications (capteurs, actionneurs, mémoires, pigments intelligents, et bien d'autres...). L'un des points clés, néanmoins, est de synthétiser les complexes appropriés ayant des propriétés optimales et contrôlées. De ce point de vue, la grande versatilité des matériaux moléculaires est un avantage évident mais peu devenir un inconvénient pour identifier correctement les paramètres structuraux pertinents guidant les chimistes vers la conception du matériau aux propriétés attendues.Depuis plusieurs décennies la communauté scientifique a exploré les relations structure-propriétés de plusieurs familles de complexes à CS et certaines tendances sont maintenant bien établies. Le rôle de la distorsion trigonale de la sphère de coordination, par exemple, a été identifié comme un paramètre clé pour expliquer l'allongement des durées vie des états photo-induits métastables. Afin d'uniformiser le calcul du paramètre de distorsion trigonale Θ et de le rendre accessible à une large échelle d'exploration, nous avons récemment proposé un nouveau programme appelé OctaDist permettant d'automatiser ce calcul sur un grand nombre de composés. Dans l'exemple présenté ici nous avons utilisé ce programme pour explorer plus de 6000 complexes de fer issus de la base de données CSD et extraire une signification chimique claire liée au paramètre de distorsion.Cette nouvelle approche ouvre clairement la voie à l'utilisation des méthodes de "machine learning" conduisant potentiellement à de nouvelles corrélations élargies bien au delà des quelques familles généralement utilisés et combinant plusieurs paramètres ou même de nouveaux descripteurs totalement non envisagés auparavant.

Ce que la biologie structurale nous apprend sur le mode d'action et la détection des perturbateurs endocriniens

W. BOURGUET[1]

[1] *Centre de Biologie Structurale*

L'étude des effets néfastes des substances chimiques sur les organismes vivants est un domaine de recherche ancien et intense. Cependant, les recherches en toxicologie et en santé environnementale ont longtemps été dominées par des approches descriptives qui permettent des associations ou des corrélations, mais relativement peu de liens de causalité robustes et de mécanismes moléculaires. Des réalisations récentes ont montré que les approches de biologie structurale peuvent apporter cette valeur ajoutée au domaine.

En fournissant des informations au niveau atomique, la biologie structurale apparaît comme un outil puissant pour déchiffrer les mécanismes par lesquels les substances toxiques se lient à des composants cellulaires essentiels et en altèrent la fonction normale, provoquant ainsi des effets néfastes pour la santé.

En utilisant les perturbateurs endocriniens comme exemples illustratifs, nous décrivons les progrès récents dans la compréhension structurale de leurs modes d'action et la manière dont ces connaissances peuvent être exploitées pour développer des outils informatiques visant à prédire les propriétés de ces composés.

Characterization of nuclear receptors from parasitic nematodes to overcome anti-infectious drug resistance.

M. MALLET[1]

[1] *Centre de biologie structurale, Université de Montpellier*

Manon Mallet1, Remy Betous2, Anne Lespine2, William Bourguet1, Albane le Maire11Centre de Biologie Structurale, CNRS UMR 5048, INSERM U 1054, Université de Montpellier, Montpellier, France2Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement, InTheRes UMR 1436, INRA/ENVT, Toulouse, FranceResistance to ivermectin (IVM), the most important broad-spectrum antiparasitic drug in use today, is widespread in parasites to the extent that it compromises successful control of human and animal parasites. New therapeutics are urgently needed to overcome resistance to actual treatments. Two nuclear hormone receptors NHR-8 and DAF-12, of parasitic nematodes play key roles in lipid metabolism, reproduction and longevity of worms as well as in drug detoxification1. Due to their central role in development of nematodes and in IVM resistance2, NHR-8 and DAF-12 are potential therapeutic targets to fight parasitic diseases. However, their mechanism of action needs to be deciphered. Using X-ray crystallography and biophysical characterization (Thermal Shift Assay, Isothermal Titration Calorimetry, fluorescence anisotropy assays, native mass spectrometry), new structural information about ligand and transcriptional coregulators binding are acquired and allow a better understanding of NHR-8 and DAF-12 biological functions. In addition, a number of ligands of interest are currently selected to validate their action in cellular assays in order to orient the design of DAF-12 and NHR-8 inhibitors. (1) Wang, Z.; Schaffer, N. E.; Kliewer, S. A.; Mangelsdorf, D. J. Nuclear Receptors: Emerging Drug Targets for Parasitic Diseases. J. Clin. Invest. 2017, 127 (4), 1165–1171. https://doi.org/10.1172/JCI88890.(2) Ménez, C.; Alberich, M.; Courtot, E.; Guegnard, F.; Blanchard, A.; Aguilaniu, H.; Lespine, A. The Transcription Factor NHR-8: A New Target to Increase Ivermectin Efficacy in Nematodes. PLOS Pathog. 2019, 15 (2), e1007598. https://doi.org/10.1371/journal.ppat.1007598.

FoldScript: a new webserver for interpreting artificial intelligence in structural biology

P. GOUET[1], X. ROBERT[1], C. GUILLON[1]

[1] MMSB UMR 5086 CNRS Lyon 1

3D modeling programs based on artificial intelligence (AI) have revolutionized structural biology, often predicting protein structures with an unprecedented level of confidence.However, these structures remain models, and it is always interesting to compare the results of different predictors (αFold3, RoseTTAFold, ESMFold...), not to limit one's choice to the model generated with the highest confidence score, and to introduce experimental data such as known intermolecular contact regions in the selection of the best model.We have created a web server, named "FoldScript", to address these issues. It can be used to synthesize in 1D, 2D and 3D the multi-model information generated by the AI. We have tested this web software on different protein complexes of therapeutic targets studied by our team, for which low or high confidence scores had been obtained. We show that, while AI can provide relevant answers, a critical look remains crucial. Indeed, the "top score" solution proposed by the AI is not always the "best".FoldScript therefore enables a wide community, whether specialized in structural biology or not, to easily analyze any AI-generated 3D model, especially macromolecular assemblies, and offers a rational aid to decision-making. This new tool complements our ESPript (https://espript.ibcp.fr) and ENDscript (https://endscript.ibcp.fr) web servers to enable exhaustive analysis of experimental or predicted protein structures.

Mécanisme d'action des 4′-phosphopantethéinyl transférases de type II

J. PEDELACQ[1]

[1] *IPBS-CNRS*

Les espèces du genre Mycobacterium possèdent des acide gras synthases (FAS) qu'elles utilisent en combinaison avec des polykétide synthases (PKS) pour produire des composants essentiels de l'enveloppe cellulaire et des facteurs de virulence lipidiques. Une étape cruciale dans le processus de synthèse de ces métabolites est la modification post-traductionnelle du domaine acyl carrier protein (ACP) de ces systèmes multienzymatiques. Cette modification est catalysée par une enzyme appelée 4'-phosphopantéthéinyl transférases (PPTase), qui transfère le groupement phosphopantéthéine (Ppant) d'une molécule de coenzyme A (CoA) sur un résidu sérine strictement conservé du domaine ACP, en présence d'ions métalliques Mg^{2+} ou Mn^{2+}. Le groupement SH à l'extrémité du Ppant, d'une longueur d'environ 20 Å, sert ensuite de point d'ancrage pour l'allongement et la modification des produits intermédiaires par le biais d'interactions avec d'autres domaines possédant des activités catalytiques distinctes.Des questions persistaient quant à la séquence des événements précédant l'activation d'un domaine ACP et au mécanisme de transfert du Ppant. Cette étude sur l'enzyme essentielle PptT de *M. tuberculosis*, offre une occasion unique de retracer ces évènements en combinant une analyse biophysique et structurale approfondie des étapes clés du processus de transfert du Ppant combinée à des simulations en dynamique moléculaire utilisant un champ de force QM/MM. Les résultats de cette recherche contribuent à une meilleure compréhension de la biosynthèse de polyketides, avec des implications majeures dans la découverte de médicaments antituberculeux ciblant PptT. Ces travaux ont fait l'objet d'un article récemment publié dans ACS Catalysis.

Synthèse, structure cristalline, propriétés biologiques et calculs théoriques d'un nouveau composé hybride dérivé du benzimidazole

R. ROUAG[1], L. BENDJEDDOU[1], A.H. BENAHSENE[1], n. HADJADJ[1], N. AIMENE[1], M. HOCINE[1]

[1] *Département de chimie, Faculté des Sciences Exactes, Université Constantine 1 Frères Mentouri*

Les composés hétérocycliques tels que les benzoglyoxalines ou les benziminazoles, mieux connus sous le nom de benzimidazoles, présentent un large éventail de propriétés physiques [1] et d'activités pharmacologiques [2], les rendant utiles à des fins thérapeutiques [3-5].

Dans le cadre de nos travaux de recherche, nous avons synthétisé le chlorure monohydrate du 2-(3-hydroxyphényl)benzimidazolium, un composé hybride dérivé des benzimidazoles. Ce dernier est décrit comme un benzimidazole lié à un cycle aniline, comportant un ion chlorure et une molécule d'eau de solvatation. Des liaisons hydrogène fortes ont été observées entre les différentes entités. Le composé hybride a été caractérisé par spectroscopie infrarouge et UV-visible ainsi que par la diffraction des rayons X sur monocristal, révélant une structure cristalline monoclinique appartenant au groupe spatial P21/n. Pour mieux comprendre l'interaction moléculaire, une analyse de surface de Hirshfeld a également été réalisée. En outre, des propriétés biologiques, ainsi que des calculs théoriques ont été menés.

Références :

[1] C. Tao, X. Yuan, Q. Yin, H. Yan, W. Ni, L. Yan, L. Zhang. J Mater Sci: Mater Electron. 2016, 27, 5715–5722. DOI: 10.1007/s10854-016-4483-8.
[2] N. D. Mahurkar, N.D. Gawhale, M. N. Lokhande , S. J. Uke, M. M. Kodape . Results in Chemistry, 2023,6,101139.DOI : 0.1016/j.rechem.2023.101139.
[3] M. Shaibuna, K. Hiba, A.M. Shebitha, M. J. K. Kuniyil, P.B. Sherly mole, K. Sreekumar. Current Research in Green and Sustainable Chemistry. 2022, 5, 100285-100292. DOI :10.1016/j.crgsc.2022.100285.
[4] K. Saour, D. Lafta. Med. Chem. 2016, 16, 891-897. DOI :10.2174/1871520616666160204111637.
[5] C.G. Arya , M. Chandrakanth, K. Fabitha , N. M.Thomas , B. S. Allaka , S. Basavoju , S.Banoth, J.Banoth . Journal of Molecular Structure.2024, 1306, 137935. DOI : 10.1016/j.molstruc.2024.137935.

Engineering, biophysical and structural characterization of new Jo/In complexes for the design of artificial cellulosomes

P. LIZONDO-BALDERAS[1]

[1] *IPBS, CNRS, Université Paul Sabatier*

Lignocellulose is found in plant cell-walls and offers great potential for a wide range of applications. Its degradation, however, requires a pre-treatment step due to the insolubility of the compounds and the crystalline structure of cellulose. In nature, anaerobic bacteria and fungi have demonstrated their ability to use lignocellulose by producing cellulosomes, which are self-assembling extracellular multi-enzyme complexes specialized in lignocellulose decomposition. Although the prevalence of cellulosomes is rare, they show great diversity among species. Their characteristics are currently studied for numerous potential biotechnological applications, mainly large-scale biomass conversion. The efficiency of cellulosomes relies on the synergistic action of their enzymes, due to their spatial proximity. Artificial cellulosomes have been designed using the cohesin-dockerin modules, essential for cellulosome assembly. However, enzyme attachment is not covalent and is highly flexible, complicating studies aiming to understand spatial organization and degradation. Overall, cellulosome assembly and mechanism of action remain poorly understood. In this project, we set out to fix the enzymatic spatial distance using a covalent system, in order to reveal the spatial organization effect on enzymatic degradation of lignocellulose. This covalent system is called the Jo-In complex and is able to achieve spontaneous covalent bonding. It composes the Domain 2 of Rrga protein from *S. pneumoniae* and could be used to achieve functional enzymatic assemblies.

Photopolymérisation in cristallo de cyclopropanes donneurs-accepteurs : quand tout se met en place !

M. GIORGI[1], K. MASSON[2], S. CHENTOUF[1], L. COMMEIRAS[2], P. NAVA[2], G. CHOURAQUI[2]

[1] *Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Méditerranée, FSCM*
[2] *Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Méditerranée, ISM2*

La réactivité dans les cristaux est un outil puissant de caractérisation lorsque les phénomènes chimiques peuvent être initiés in situ. Il devient alors possible d'accéder, sur le même échantillon, aux étapes initiales et finales du processus, et parfois même aux intermédiaires réactionnels. D'autre part, des réactions spécifiques qui sont inaccessibles par la synthèse conventionnelle en solution peuvent être réalisées à l'état solide, où même orientées vers la formation de produits différents de ceux obtenus en solution. Pour les phases organiques/inorganiques denses, la réactivité la plus fréquemment observée est la polymérisation topochimique, facilitée par l'empilement des précurseurs et l'orientation appropriée des sites de réaction.

Dans cette étude, nous présentons l'analyse structurale par diffraction des rayons X sur monocristal (DRXm) d'une série de Cyclopropanes Donneurs-Accepteurs (CDAs) et leur transformation de cristal à cristal, révélant une réactivité différente de celle obtenue en solution. Pour l'un des composés étudiés, nous avons également caractérisé par DRXm une photopolymérisation sélective inattendue et très rare d'un seul des deux conformères co-cristallisés. La comparaison des structures cristallines de différents dérivés de la famille des CDAs, étayée par des calculs de dynamique moléculaire, nous a permis de montrer que plusieurs conditions doivent être réunies pour permettre ces réactions : - le positionnement nécessaire, mais pas suffisant, des précurseurs de la réaction - des associations moléculaires spécifiques qui influencent la formation d'un édifice cristallin propice - la plasticité du cristal.

Enfin, l'analyse des structures cristallines à différentes étapes du processus de polymérisation pour l'un de nos CDAs nous a permis d'observer pour la première fois la dynamique de l'effet push-pull dans la réaction d'ouverture des cyclopropanes.

Cryo-EM structure of the agonist-bound Hsp90-XAP2-AHR complex

J. GRUSZCZYK[1], S. SIROUNIAN[1], L. GRANDVUILLEMIN[1], J. LAI-KEE-HIM[1], M. PALONI[1], C.G. SAVVA[2], P. GERMAIN[1], M. GRIMALDI[3], A. BOULAHTOUF[3], H. KWONG[1], J. BOUS[4], A. ANCELIN[1], C. BECHARA[5], A. BARDUCCI[1], P. BALAGUER[3], W. BOURGUET[1]

[1] *CBS/Inserm*
[2] *University of Leicester*
[3] *IRCM*
[4] *Karolinska Institutet*
[5] *IGF*

Aryl hydrocarbon receptor (AHR) is a transcription factor recognising numerous ligands including chemical pollutants, natural products and cellular metabolites, and therefore mediating a broad spectrum of physiological and malignant processes. However, the scarcity of structural data precludes a deeper understanding of the mechanisms governing its specificity and promiscuity. Here we provide a 2.85 Å cryo-EM structure of the indirubin-bound AHR complex with Hsp90 and XAP2. The structure reveals a closed conformation Hsp90 dimer with AHR threaded through its lumen and XAP2 serving as a brace. AHR forms extensive contacts with both partner proteins. Using mutagenesis, we pinpoint the residues crucial for the complex formation. We also provide a long-awaited structure of the human AHR PAS-B domain and explain the details of the interaction with its agonist. Our findings rationalise prior extensive biochemical data and provide a framework for future mechanistic studies and structure-guided drug design.

Crystallographic studies of the xenobiotics receptor PXR bound to pharmaceutical and environmental compounds

C. CARIVENC[1], Q. DEROSA[2], S. SIROUNIAN[1], M. GRIMALDI[2], A. BOULAHTOUF[2], V. DELFOSSE[1], P. BALAGUER[2], W. BOURGUET[1]

[1] *Centre de Biologie Structurale, CNRS UMR5048, Inserm U1054, UM*
[2] *Institut de Recherche en Cancérologie de Montpellier, Inserm U1194*

The xenobiotics receptor PXR is a major chemosensory protein that helps the organism adapt to its chemical environment. Indeed, humans are chronically exposed to hundreds of external chemicals of natural origin or produced by human activities. Referred to as xenobiotics, they include environmental pollutants, food components, cosmetics or drugs. A vast body of literature links exposure to xenobiotics with increased incidences of reproductive, developmental, metabolic, or neurological disorders, and even cancers. PXR has the unique property to sense a large variety of xenobiotics and to regulate the expression of phase I (e.g. CYP3A4), II (e.g. UGT1A1) and III (e.g. MDR1) detoxifying enzymes and transporters, leading to the excretion of chemicals out of the organism. However, activation of this pathway can also lead to side effects, such as cross-inhibition or the generation of toxic intermediates, in particular when organisms are repeatedly exposed. Prolonged activation of PXR has been shown to provoke endocrine disruption, drug interactions, resistance to cancer therapy, cell proliferation or increased risk of metabolic diseases. It is therefore important to characterize the interaction of PXR with xenobiotics to better understand, predict and combat the impact of chemicals on human health through their binding to this receptor. Here, we present the structural and functional characterization of the interaction between PXR and two approved drugs (nimodipine and linaraftate), one natural flavor widely used in cosmetics and food industry (sclareol), and one environmentally relevant halogenated derivative of the emblematic endocrine disruptor bisphenol-A (2,2'-dichloro bisphenol-A). The crystal structures reveal different mechanisms of interaction with PXR that help a better understanding of the diverse PXR binding and activation properties of the compounds.

Identification and characterisation of the importin complexes involved in the nuclear translocation of the aryl hydrocarbon receptor

S. SIROUNIAN[1], T.J. RAGAN[2], W. BOURGUET[1], P. BALAGUER[3], A. BOULAHTOUF[3], M. GRIMALDI[3], M. DAUJAT CHAVANIEU[4], S. GERBAL-CHALOIN[4], C. LANCEY[2], A. SANFILIPPO[1], E. HESKETH[2], C. CARIVENC[1], P. GERMAIN[1], A. ANCELIN[1], J. LAI-KEE-HIM[1], L. GRANDVUILLEMIN[1], H. KWONG[1]

[1] *Centre de Biochimie Structurale*
[2] *Institute for Structural and Chemical Biology*
[3] *Institut de Recherche en Cancérologie de Montpellier*
[4] *Institute for Regenerative Medicine and Biotherapy*

The aryl hydrocarbon receptor (AHR) is a ligand-dependent transcription factor that mediates a broad spectrum of physiological processes in response to numerous substances including chemical pollutants, natural products and endogenous metabolites. Upon ligand binding, AHR undergoes translocation to the nucleus where it can regulate expression of different genes. The transport into the nucleus relies on the specific interactions with the complexes of the importin proteins. So far, we are lacking the detailed description of the mechanisms governing these interactions. In order to address this issue, we expressed and purified all seven members of the human importin α family as well as the importin β. Using immunoprecipitation technique, we identified the importin complexes involved in the interactions with AHR. We validated our findings using analytical size exclusion chromatography. We also analysed the interactions using fluorescence anisotropy. Structural characterisation of the complexes using X-ray crystallography and cryo-EM is currently under way. Our data provide the first insights into the mechanisms governing the nuclear translocation of AHR.

Quantification de molécules invitées dans différents hôtes : une étude combinée DRXm/Analyse Elémentaire

G. EXCOFFIER[1], D. BARDELANG[2]

[1] Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Marseille, FSCM, Spectropole
[2] Aix Marseille Univ, CNRS, ICR

Depuis quelques décennies, la chimie à l'état liquide des complexes hôte/invité s'est beaucoup développée (pharmaceutique, environnement, catalyse, chimie analytique, ...). C'est aussi le cas pour l'état solide, mais plus récemment. Pour étudier ces complexes, il est nécessaire de connaître la quantité de molécule invitée piégée dans la molécule hôte.Quelques techniques instrumentales peuvent permettre de quantifier les molécules invitées. Nous nous intéressons ici à la Diffraction des Rayons X sur monocristal (DRXm) et à l'Analyse Elémentaire (AE).Nous avons pris comme exemples un complexe hôte/invité, le bTbk*/toluène, et un complexe avec un hôte et deux types d'invité : le CB[8]*/TMB-AZAP*/eau et CB[8]/TMB-AZAP/iode [1,2]. Le bTbk est une molécule organique qui permet de piéger des molécules dans des canaux, dus à son packing (porosité extrinsèque). Le CB[8] est une molécule organique macrocyclique qui permet de piéger des molécules dans sa cavité (porosité intrinsèque). Les complexes CB[8]/TMB-AZAP/eau et iode ont une porosité intrinsèque et extrinsèque.Nous comparons leurs résultats de quantification et montrons la complémentarité des deux techniques.*bTbk : bis(TEMPO) bisketal ; CB[8] : cucurbit[8]uril ; TMB-AZAP : trimethoxybenzyl-azaphosphatrane[1] : Bardelang, D. et al. Cryst. Growth Des. 2014, 14, 467−476[2] : Xue Yang et al. Angew. Chem. Int. Ed. 2022, 61, e202214039

Assemblages supramoléculaires à base de nano-ions : des complexes hôte-invité aux microtubules artificiels

C. FALAISE[1]

[1] *Institut lavoisier de Versailles*

En solution aqueuse, les ions inorganiques de taille nanométrique (nano-ions) sont susceptibles d'interagir très fortement avec un grand nombre de substances organiques non-ioniques. Cette association supramoléculaire contre-intuitive est une conséquence de l'effet chaotrope. Cet effet, induit par la déshydratation du nano-ion et du soluté organique hydraté, ouvre de nouvelles perspectives dans la formation d'auto-assemblages hybrides organique-inorganique. Cette présentation passera en revue nos récentes découvertes démontrant que la maîtrise des processus de reconnaissances moléculaires amplifiés par l'effet chaotrope offre des voies innovantes pour i) contrôler la polycondensation des ions métallates,[1,2] ii) construire à façon des structures poreuses,[3] iii) former des vésicules uni ou multi-lamellaires,[4] et iv) façonner des édifices tubulaires hybrides inspirés de l'auto-assemblage des microtubules.

[1] Falaise, C.; Moussawi, M. A.; Floquet, S.; Abramov, P. A.; Sokolov, M. N.; Haouas, M.; Cadot, E.. J. Am. Chem. Soc. 2018, 140 (36), 11198–11201.
[2] Falaise, C.; Khlifi, S.; Bauduin, P.; Schmid, P.; Shepard, W.; Ivanov, A. A.; Sokolov, M. N.; Shestopalov, M. A.; Abramov, P. A.; Cordier, S.; Marrot, J.; Haouas, M.; Cadot, E. Angew. Chem. Int. Ed. 2021, 60 (25), 14146–14153.
[3] Khlifi, S.; Marrot, J.; Haouas, M.; Shepard, W. E.; Falaise, C.; Cadot, E. J. Am. Chem. Soc. 2022, 144 (10), 4469–4477.
[4] Falaise, C.; Khlifi, S.; Bauduin, P.; Schmid, P.; Degrouard, J.; Leforestier, A.; Shepard, W.; Marrot, J.; Haouas, M.; Landy, D.; Mellot-Draznieks, C.; Cadot, E. J. Am. Chem. Soc. 2024, 146 (2), 1501–1511.

Décrypter un cryptochrome par cristallographie résolue dans le temps et spectroscopie in crystallo résolue dans le temps, de la nanoseconde à la seconde en XFEL et synchrotron

N. CARAMELLO[1], A. ROYANT[2], M. MAESTRE-REYNA[3], L. ESSEN[4], J. YAMAMOTO[5], Y. HOSOKAWA[3], S. ENGILBERGE[2], K. YANG[3], P. WANG[4]

[1] *Universität Hamburg ; European Synchrotron Radiation Facility*
[2] *Institut de Biologie Structurale UMR 5075 CEA-CNRS-UGA-PSB*
[3] *National Taiwan University*
[4] *Philipps University Marburg*
[5] *Osaka University*

Les photolyases et les cryptochromes appartiennent à la super-famille des photolyases/cryptochromes (PCSf), présente dans tous les domaines de la vie. Tandis que les photolyases réparent les lésions de l'ADN causées par le rayonnement UV, les cryptochromes ont principalement perdu cette fonction et agissent comme des photorécepteurs et magnétorecepteurs modulant la croissance des plantes et le rythme circadien. Un consortium, dirigé par Manuel Maestre-Reyna (Université nationale de Taiwan) impliquant les équipes de Lars-Oliver Essen (Universität Marburg), Junpei Yamamoto (Université d'Osaka) et Antoine Royant (IBS, ESRF), s'est attaché à décrypter le mécanisme permettant la transduction du signal chez le cryptochrome ‘animal-like’ de l'algue verte Chlamydomonas reinhardtii (CraCRY). La séquence d'événements menant à la signalisation se déroule sur une large échelle de temps, nécessitant l'utilisation de la TR-SX (cristallographie sérielle résolue dans le temps) au synchrotron ESRF en France et au laser à électrons libres (XFEL) SACLA au Japon. Les événements ultrarapides après absorption d’un photon par le cofacteur flavine (nanoseconde à centaines de millisecondes) et menant à la génération d'une paire stable de radicaux ont été étudiés par TR-SX au XFEL. En complément, la cinétique de protonation du cofacteur flavine radicalaire, stabilisant la paire de radicaux, a été déterminée par spectroscopie in crystallo résolue dans le temps (TR-icOS) sur un nouvel équipement de la plateforme icOS à l'ESRF. La méthodologie pompe-sonde utilisée à SACLA étant moins adaptée aux délais excédant 300 ms, les événements ultérieurs (transition vers l’état de signalisation) ont été visualisés par cristallographie sérielle d’oscillation résolue dans le temps (TR-SOX) sous illumination continue, sur la ligne ID30A3 à l'ESRF. Les cartes de densité électronique produites ont été analysées par décomposition en valeur singulières (SVD). En combinant plusieurs techniques de cristallographie, spectroscopie et analyse de données, nous avons fourni un mécanisme moléculaire à la transduction du signal lumineux par les cryptochromes.

Résolution structurale de MOFs par diffraction : apport de la poudre et du monocristal

N. GUILLOU[1], S. DE[2], G. MOUCHAHAM[1], F. LIU[2], B. ABEYKOON[2], E. JEANNEAU[2], A. FATEEVA[2], T. DEVIC[3]

[1] ILV, UMR CNRS 8180
[2] LMI, UMR CNRS 5615
[3] IMN, UMR CNRS 6502

Les « Metal Organic Frameworks » (MOFs) à base de porphyrine ont récemment suscité un intérêt croissant, en raison de leurs propriétés d'adsorption/désorption combinées à celles d'absorption de la lumière et du transfert d'électrons.[Dalton Trans, 1166 (2021)] Dans ce contexte, notre intérêt s'est porté sur l'étude de nouveaux MOFs obtenus à partir de cations trivalents (Al, Ga, In) et de ligands à base d'une porphyrine fonctionnalisée par quatre tétracatécholates.[J Mater Chem. A., 11 , 25465 (2023)]

Les données de diffraction (poudre et monocristal) ont été enregistrées sur la ligne CRISTAL (synchrotron SOLEIL). Le MOF obtenu avec Ga^{3+} et Al^{3+} cristallise en $P2_12_12_1$ [a ' 21,7828(2), b ' 21,7555(2), c ' 39,3019(2) Å, V ' 18625,0(2) $Å^3$ pour GaNiTcatPP], tandis que celui obtenu avec In^{3+} cristallise en P3c1 [a ' 28,5321(3), c ' 29,1054(2) Å, V ' 20519,7(4) $Å^3$ pour InNiTcatPP]. Ces matériaux présentent des structures 3D, avec des topologies du type cds et stp , pour les MOFs Al^{3+}/Ga^{3+} et In^{3+} respectivement, des propriétés redox originales et une porosité accessible.

La caractérisation structurale de ces phases présentait de nombreux défis et une approche globale intégrant les techniques de diffraction à partir de monocristaux et d'échantillons polycristallins a été utilisée, complétée par une analyse spectroscopique (RMN, RPE, UV-vis). En particulier, la détermination structurale des MOFs Al^{3+}/Ga^{3+}, qui cristallisent dans une maille pseudo quadratique, s'est appuyée sur la diffraction par la poudre pour déterminer avec précision les paramètres de celle-ci et détecter la symétrie orthorhombique, sans laquelle les données collectées sur monocristal n'auraient jamais pu conduire au modèle structural. D'autre part, l'impact majeur du contenu des pores sur les facteurs de structure de ces MOFs a entravé la résolution structurale à partir uniquement des données de diffraction par la poudre. Les analyses spectroscopiques ont permis de définir l'exacte composition des composés.

Structure de la séquence répétitive -(Pro-Hypro-Gly)n- par diffraction électronique et RX

T. PRANGE[1], N. LEULLIOT[1], N. COLLOCH[2], E. GIRARD[3], A. DHAUSSY[4]

[1] CITCoM UMR 8038 - CNRS Faculté de pharmacie -
[2] ISTCT UMR 6030 - CNRS - Université de Caen-Normandie Centre Cyceron
[3] Univ. Grenoble Alpes, CEA, CNRS, IBS
[4] CRISMAT UMR 6508 - CNRS, ENSICAEN, Univ. Normandie

La séquence Pro-Pro-Gly- est un élément répétitif des fibrilles de collagène. L'hydroxylation d'une Proline est responsable du durcissement et du vieillissement du collagène par formation de liaisons hydrogène inter-brins. Ce triplet a été étudié par diffraction X, il est présent dans de nombreuses variantes de triple-hélices documentées dans la PDB (1V7H, 1V4F, 1V6Q, 1G9W, 1EI8, 1QSU, 2D3F, 2DRT, 2DRX, 3B0S, 3B2C, 6HG7, 4OY5, 3WN8).La séquence Pro-Hypro-Gly a été synthétisé sous forme répétitive d'un 30-mer : $(P\text{-}O\text{-}G)_{10}$. Cette séquence cristallise en triple-hélice soit sous forme de large plaquettes triangulaires imbriquées, soit sous forme de micro-cristaux triangulaires uniques, selon les agents utilisés (PEG-400, MPEG, ou amino-PEG 550).Les deux formes ont été enregistrées, la 1ere en diffraction X, la 2eme en diffraction électronique.Les résultats sont présentés en mettant l'accent sur la spécificité des mesures et des techniques utilisées.

Cristallographie des protéines à haute pression hydrostatique (HPMX), outil puissant pour induire la liaison d'inhibiteur spécifique des états excités : l'exemple de Ras.

N. COLLOC'H[1]

[1] *ISTCT UMR 6030 CNRS Université de Caen-Normandie*

Les macromolécules en solution sont en équilibre thermodynamique entre plusieurs conformations d'énergie différente. La pression est un paramètre physico-chimique qui permet de faire varier l'énergie libre d'un système, et ainsi d'explorer le paysage énergétique des protéines.La cristallographie à haute pression hydrostatique (HPMX : high pressure macromolecular crystallography) permet d'atteindre les états excités des protéines peu peuplés à pression ambiante, pouvant être impliqués dans un mécanisme catalytique ou dans des interactions avec des partenaires. Roger Fourme est un des pionniers de HPMX en concevant des cellules à enclumes diamant spécialement adaptées à la diffraction des protéines [1-3].HPMX permet d'étudier la plasticité et la dynamique des protéines reliées à leur efficacité fonctionnelle, Elle permet également d'induire la liaison d'inhibiteurs spécifiques d'un état excité pour caractériser leur site de liaison. HPMX est donc un outil puissant pour la conception de ces inhibiteurs.Ces propriétés d'HPMX vont être illustrées avec les travaux effectués sur Ras. Ras est une petite GTPase impliquée dans de nombreux cancers, ce qui en fait une cible thérapeutique d'intérêt. Pourtant, il existe encore peu d'inhibiteurs efficaces de Ras. Ras alterne entre de nombreux conformations selon qu'elle interagit avec ses nombreux effecteurs et régulateurs. Grâce à HPMX, nous avons pu décrire avec précision les différents segments de Ras adoptant des conformations de plus haute énergie. De plus, nous avons pu observer à haute pression la liaison d'un inhibiteur spécifique d'un état excité qui n'est pas lié à pression ambiante, ouvrant la voie à la conception d'inhibiteurs plus efficaces [4-5]. [1] Fourme R et al. J. Synchrotron Rad. (2001) 8:1149-1156 [2] Fourme R. et al. Curr. Opin. Struct. Biol. (2012) 22:636-642[3] Colloc'h N. et al. Methods Enzymology (2023) 688:349-381[4] Girard E. et al. Chem. Sci. (2022) 13:2001-2010[5] Girard E. et al. soumis à Chemistry Eur. J.

Etude par diffraction de neutrons des composés NaMgD3 et KMgD3 sous haute pression

L. LAVERSENNE[1], J.A. NUNEZ[2], C. GOUJON[3], C.V. COLIN[3]

[1] CNRS Institut Néel
[2] Department of Physical Sciences and Mathematics, University of the Philippines Manila
[3] Institut Néel, CNRS, UPR 2940

L'exploration des matériaux dans le domaine des hautes pressions est une des voies de recherche de nouveaux composés pour le stockage de l'hydrogène. Nous nous intéressons aux composés à base de magnésium qui cristallisent dans une structure de type pérovskite en raison de leur capacité massique d'hydrogène relativement élevée. Dans ce contexte, nous avons mis en oeuvre des mesures par diffraction des neutrons in situ pour étudier les transformations structurales des composés $NaMgD_3$ et $KMgD_3$ dans une cellule du type Paris-Edimbourg. Aucune transformation de phase n'a été observée pour $NaMgD_3$ (structure orthorhombique, groupe d'espace Pnma) ni pour $KMgD_3$ (structure cubique, groupe d'espace Pm-3m) à température ambiante jusqu'à la pression maximale accessible (11 Gpa). Cependant nous avons mis en évidence une variation significative des longueurs et angles des octaèdres MgH_6 dans le cas du composé à base de sodium. Les paramètres de mailles ont été déterminés par affinement de Lebail et utilisés pour la détermination des valeurs des modules de compressibilité et de leur dérivé première selon l'équation d'état de Birch-Murnaghan du troisième ordre. Les valeurs déterminées expérimentalement (B0 ' 45,7 GPa, B0" 2,8 pour $NaMgD_3$) et (B0 ' 38,9 GPa, B0" 3,4 pour $KMgD_3$), sont proches des valeurs calculées par des approches numériques.

Pressure dependency of the collagen-type triple helix analyzed by High pressure macromolecular crystallography (HPMX) up to 1GPa

T. PRANGE[1], N. COLLOC'H[2], E. GIRARD[3], A. DHAUSSY[4]

[1] *CITCoM UMR 8038 Faculté de pharmacie - CNRS*
[2] *ISTCT UMR 6030 - CNRS - Université de Caen-Normandie Centre Cyceron*
[3] *Institut de Biologie Structurale UMR 5075 CEA-CNRS-UGA-PSB*
[4] *Laboratoire CRISMAT*

Helicoidal molecular structures are a very common feature in biology, whether in the case of the DNA/RNA world or in the field of enzymes/proteins.There is a wide variety of helical arrangements, from single strand (n'1) to tetraplex (n'4). Thus, DNAs/RNAs (n'2) involve the formation of a complementary double stranded scaffold, or even a quadruplex (n'4) in the case of guanine-rich oligomers. In the case of proteins and depending on the composition of their sequence, they most commonly fold into a single helix (n'1) whose pitch angle may adopt different values (α-helix, Helix 3/10, π-helix…). However, in the case of sequences rich in glycine and proline, they can adopt an unusual triple helix combination (n'3). This is the case of sequences found in collagen fibrils where the motif (G-X-X)- becomes dominant (with X ' mostly a proline). Under high hydrostatic pressure, DNA structures (n'2) are known to exhibit extreme resistance [1], which reinforces the hypothesis of their primary role in difficult prebiotic times when the conditions for building "replicable" blocks emerged and living organisms appeared.We report in this presentation the pressure behaviour of the helicoidal structure of collagen (n'3), using the synthetic fragment formed by the repeating triplet proline-proline-glycine, which triple helical scaffold is illustrated by a number of relevant structures in the PDB. The sequence we use here is the standard 30-mer $(PPG)_{10}$. Just like the helical structure of the DNA (n'2), the triple helix of $(PPG)_{10}$ has an extraordinary resistance to the pressure that we analysed by X-ray diffraction.

1. Prangé T. et al. Behavior of B- and Z-DNA Crystals under High Hydrostatic Pressure. *Crystals* (2022) 12 , 871. doi: 10.3390/cryst12060871.

Microscopie électronique in situ pour l'étude de la matière : naissance, vie et transformation des nanomatériaux

O. ERSEN[1]

[1] *IPCMS, CNRS - Université de Strasbourg*

L'étude à haute résolution spatiale des propriétés et de la transformation structurale des nanomatériaux proches de leur état d'équilibre ou dans des environnements représentatifs de leur formation ou usage dans des applications représente un enjeu majeur. A travers la compréhension des mécanismes physiques et chimiques qui gouvernent les propriétés d'intérêt, elle permet de résoudre de questions à fort impact sociétal telles que la recherche sur la catalyse du futur et les nouvelles formes de stockage ou de conversion de l'énergie. Grâce à sa résolution, la microscopie électronique est la technique de choix ; cependant, utilisée de manière classique avec l'échantillon dans le vide du microscope, elle est souvent insuffisante pour résoudre ses propriétés structurales et sa dynamique réactionnelle. En utilisant des méthodologies d'acquisition qui permettent de s'éloigner du vide, on peut à présent se rapprocher de conditions de température et d'environnement dans lesquelles les systèmes sont synthétisés, modifiés ou utilisés (in operando). Il est aussi possible de les exposer à des contraintes électrique, mécanique, chimique ou optique afin de récolter toutes les informations nécessaires à la compréhension de leurs propriétés et comportement en conditions « réalistes ».Dans ce contexte, l'exposé se propose de résumer les progrès récents dans le domaine de la microscopie électronique in situ et operando appliquée à l'étude de nanomatériaux. Une multitude d'études sont aujourd'hui possibles, en utilisant en particulier le mode environnemental basé sur des cellules fermées qui permet d'étudier les nanomatériaux en atmosphère gazeuse, à pression atmosphérique et haute température, ou encore en milieu liquide ; quelques études typiques seront présentées pour illustrer les possibilités de suivi in-situ de la synthèse de nanomatériaux à travers des réactions « gaz-solide » ou « liquide-solide », ainsi que des processus de restructuration et de transformation structurale induits par l'application de contraintes ou par des environnements spécifiques.

In-operando GISAXS study of helium bubbles growth in tungsten

F. LEROY[1]

[1] *CINAM, Marseille*

In the next fusion reactor ITER, tungsten (W) has been chosen as the most stressed material facing the plasma and must resist to intense helium (He) bombardment. He irradiation generates nano-sized bubbles modifying the W microstructure and jeopardize physical properties. A major concern is the increase of the radioactive tritium retention, which presents a risk for the nuclear safety. Thus, understanding the He bubbles formation and growth is crucial for nuclear fusion exploitation.

In that perspective we have characterized in real time during He bombardment, the growth of He bubbles by in-operando Grazing Incidence Small Angle X-ray Scattering (GISAXS) using the INS2 setup [1] (ESRF-BM32 beamline). W single crystals have been implanted with 400 eV or 2 keV ions to address the effect of implantation damage on bubbles formation. In addition, the temperature dependence has been investigated between RT and 1200°C during implantation and up to 1500°C by post-implantation annealing. Below 1000°C bubbles appear rounded, while for higher temperatures, bubbles are facetted and show {100} and {110} facets [2] forming a truncated rhombic dodecahedron. The facetted shape has been implemented in the IsGISAXS software [3] to fit the experimental data and simulate the bubbles growth during the implantation and annealing steps. We show that the bubbles size increases by Brownian migration and coalescence of bubbles [4]. The limiting step is attributed to the migration process hindered by the nucleation of a new ledge on the bubble facets [5]. These results are supported by post-mortem transmission electron microscopy analysis.

[1] G. Renaud, R. Lazzari, and F. Leroy, Surf. Sci. Rep. 64, 255 (2009).
[2] L. Corso et al., Nucl. Mater. Energy 37, 101533 (2023).
[3] R. Lazzari, J. Appl. Crystallogr. 35, 406 (2002).
[4] L. Corso et al., In preparation.
[5] S. Curiotto et al., Appl. Phys. Lett. 123, 241603 (2023).

In-situ ED-XRD studies of iron incorporation limits in Na-based post-spinel type compounds

M. SUCHOMEL[1], L. BENINCASA[1], C. GOUJON[2], M. LEGENDRE[2], M. GUIGNARD[1]

[1] *University of Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB, UMR 5026*
[2] *Institut Néel, CNRS, UPR 2940*

Over the last decade, research on sodium-ion based batteries has greatly accelerated. Sodium batteries are indeed now considered as viable alternatives to Li-based systems due to the plentiful availability and low cost of sodium. The most widely studied positive electrode materials for Na-battery technologies today are sodium layered oxides, polyanionic compounds, or Prussian blue analogs. Each class of these materials presents unique challenges. Therefore, with an aim of identifying optimized electrode materials for sodium-ion batteries, it is interesting to pursue fundamental new explorations of oxide systems with inherently more stable three-dimensional structures and higher mass fraction ratios of electrochemically active species. Among known sodium oxide phases exhibiting electrode materials appropriate qualities (i.e. reasonable electronic and ionic conductivity plus framework stability during cycling), a family of compounds with a post-spinel $CaFe_2O_4$-type structure appear promising.In this context, the structural evolution and properties of the system $NaFe_xMn_{2-x}O_4$ have been examined. In theory, the three-dimensional atomic structure offers wide diffusion channels for sodium ions, and the introduction of abundant iron could improve the energy density due to the high redox potential of the $Fe^{4+/3+}$ couple. However, the synthesis of certain post-spinel phases – including $NaMn_2O_4$ - requires high-pressure conditions. In this presentation, the recent results of our in-situ energy-dispersive X-ray diffraction (ED-XRD) studies performed at the SOLEIL beamline Psiché will be presented. In particular, we have examined how the role of Fe substitution in $NaFe_xMn_{2-x}O_4$ impacts the required pressure for synthetic formation (up to 5 GPa and 1000 ^oC) and the metastability of the targeted post-spinel structures on decompression. Conclusions will be discussed concerning how fundamental insight from our work can help guide the further exploration of alternative NaM_2O_4 type positive electrode materials based on similar structure types.

Challenges and Victories: Variable Temperature MicroED on Small Molecules

L. LOOS[1], L. DANIELS[2], K. TRUONG[1], R. BÜRKER[1], C. GÖB[1], C. SCHÜRMANN[1], M. MEYER[3]

[1] *Rigaku Europe SE*
[2] *Rigaku Americas Corp*
[3] *Rigaku Polska*

Since our launch of the XtaLAB Synergy-ED in 2021, users have produced hundreds of new and re-visited structures via MicroED, including over 500 unique structures from Rigaku application labs alone. Most of the early studies were conducted at ambient temperature. We commonly perform low- or variable-temperature experiments, allowing more in-depth study of crystalline materials that are sensitive to vacuum and/or electron-beam damage, and that undergo temperature-accessible phase transitions. Since the Synergy-ED goniometer is compatible with many of the cryo-holders already available for TEM instruments, structural scientists may now use MicroED at non-ambient temperatures, including variable-temperature studies. Cryo-transfer specimen holders such as the Gatan ELSA provide protection of samples before introduction to the vacuum, allowing the study of solvates and other vacuum-sensitive species. The programmable temperature control also allows exploration of phase-transition behavior. We will discuss results from samples for which cryo-transfer proved essential.The Hummingbird Scientific MEMS biasing/heating holder offers the possibility to increase temperature, allowing for exploration of the phase behavior of samples such as porous materials. Our recent results using single-crystal data from electron diffraction on a MOF system, Cu(ta)2 (Hta ' 1H-1,2,3-triazole), at room temperature and at 200 °C, were compared to a previous study of the same material from 2012 done using SC-XRD and PXRD.

2D self-assembly of shape-complementary DNA origamis

N. TRIOMPHE[1]

[1] *Centre de Biologie Structurale, INSERM - CEA*

Both in biological and synthetic systems, molecular self-assembly is key to acquire specific properties. In nanotechnology in general and in semiconductor industry in particular, there is an ever-increasing need for smaller and more complex features at an ever-lower cost. To address the challenge of patterning at sub-10 nm scale, novel strategies must be envisioned. Among emerging technologies, directed self-assembly (DSA) of materials to create the lithography mask onto the substrate receives a lot of interest due to their theoretical high-resolution and uniformity. By virtue of its inherent small helix diameter (2 nm), DNA can be programmed to self-organize into various 1D, 2D and 3D morphologies at nano-scale resolution. Therefore, DNA is a promising masking material for bottom-up lithography techniques.

Although DNA origamis are limited in size (from tenths to a hundred nanometers), 2D, 3D and high molecular weight objects can be obtained through binding of numerous origamis. To limit defectivity and promoting order, shape-complementarity can be used to do 2D assemblies: DNA nanostructures assemble similarly to how puzzle pieces do. They are thus reversible thanks to π-π stacking interactions and defects can be avoided or even corrected in-situ. Here, by using these interactions, we aim to reach high quality of 2D organization of DNA units.

We develop new shape-complementary origamis, e.g. squares of 50 by 50 nm in size, for 2D periodic patterns. They have been created on large scales (up to 10 microns), with a high degree of order and little to no defects by optimizing the experimental parameters. The dimensions of the origamis and the patterns have been measured by Aselta SIMPL software, which extracts contours of objects and performs measurements on them. Moreover, controlling the shape and the number of available connections of DNA monomers allows to craft complex geometrical architectures.

Characterizing the AP2-I/BDP1 complex as an antimalarial drug target

M. LE BERRE[1], T. TUBIANA[1], P. REUTERSWARD-WALDNER[2], N. LAZAR[1], I. LI DE LA SIERRA GALLAY[1], J. MENDONCA SANTOS[1], M. LLINAS[2], S. NESSLER[1]

[1] *I2BC - CNRS, CEA, Université Paris-saclay.*
[2] *Pennsylvania State University*

Invasion of red blood cells by Plasmodium falciparum parasites is essential for survival and proliferation and therefore constitutes an opportunity for therapeutic targeting. Expression of invasion genes are known to be under the control of both the PfAP2-I transcription factor and the bromodomain-containing protein PfBDP1 (1). To better understand the regulation of invasion, we have characterized the AP2-I/BDP1 complex .

Using co-expression and co-purification experiments, we found that PfAP2-I and PfBDP1 directly interact to form a stable complex. Both PfAP2-I and PfBDP1 contain large, disordered regions that impair further in vitro characterization of the native protein complex. Therefore, we produced targeted protein fragments to identify the minimal stable complex that could be used for structural characterization and to search for inhibitors of PfAP2-I:PfBDP1 complex formation.

PfAP2-I belongs to the apicomplexan AP2 (ApiAP2) subfamily of transcription factors that, in addition to containing an AP2/ERF DNA binding domain, also contain a unique Apicomplexan domain of unknown function called the AP2-Coincident Domain found mainly at the C-terminus (ACDC). Interestingly, AP2-I is the only ApiAP2 protein that contains an N-terminal ACDC domain. We have determined the crystal structure of this atypical N-terminal ACDC domain from both PfAP2-I and PvAP2-I and compared it to a canonical C-terminal ACDC domain of PfAP2-O5. These results revealed that both ACDC domains adopt a similar four-helix bundle fold that lacks similarity to other known 3D structures, suggesting that the ACDC domain, which is observed in all apicomplexan parasites, is a unique target for future antimalarial drug development. To test this, we performed a virtual screen of the Tres Cantos Anti-Malarial Set by docking calculations against our crystal structures and identified a potential ligand of ACDC domains from any apicomplexan species.

(1) Santos et al. Red Blood Cell Invasion by the Malaria Parasite Is Coordinated by the PfAP2-I Transcription Factor. (2017)

The 3D Electron Diffraction Revolution : when a complete crystal structure with details similar to that obtained with X-ray diffraction data is achieved but from a crystal one million times smaller

C. ROUGEOT[1], P. OCHSENBEIN[1], R. TEIXEIRA[1]

[1] *Sanofi*

Characterization of the physical state of solid drug substances is a critical issue in the development of pharmaceuticals. Crystalline active pharmaceutical ingredients (API) are generally preferred over amorphous compounds because they usually present better stability and more consistent bioavailability. Structure determination of the crystalline phase is then a key parameter for the development of this API. The most commonly used method for such analysis is single crystal X-ray diffraction (SCXRD). However, growing crystals suitable for SCXRD (ca. 10 to 20 microns) remains a bottleneck with some of API.

Fortunately, crystallography of nanocrystalline materials has recently witnessed a true revolution since the use of electron diffraction (ED) has grown rapidly over the past decade. Recent technical improvements, such as low dose parallel ED beam (reducing the annoying dynamical scattering) and the development of algorithms for treating datasets, makes ED able to provide single-crystal data with successful structure solution and refinement quality. ED is now a reliable alternative to X-ray diffraction when only nanometer-sized crystals are available.

In this communication, we will present how ED, in combination with high resolution X-ray diffraction on powder, help us to solve crystal structures of highly complex pharmaceutical molecules when large single crystals were not available for X-ray diffraction.

Uncovering novel drug targets of polyproteins of SARS-CoV-2

G.L. FREIHERR VON SCHOLLEY[1], C. MUELLER-DIECKMANN[1], M. SOLER LOPEZ[1], E. KANDIA[1], M. SCHAEFER[2], R. HILLIG[2]

[1] *ESRF*
[2] *Nuvisan ICB*

The Covid-19 pandemic has been successfully tackled by the quick development of mRNA vaccines. While vaccines are very effective in slowing the viral spreading, therapeutic drugs help deal with severe cases of infection. So far, only one drug has been developed against the SARS-CoV-2 Mpro. To combat the ever-increasing SARS-CoV-2 variants and prepare for future coronavirus outbreaks, a multi-target therapeutic strategy that addresses multiple viral proteins is the way forward. In this line, another therapeutic target is the Papain-like Protease (PlPro) located on the non-structural protein 3 (NSP3). NSP3 fulfils multiple crucial functions in viral replication. After the genome translation into two polyproteins, PlPro cleaves part of the polyprotein to release the functional NSPs 1-3. PlPro furthermore suppresses the human innate immune system by its deubiquitinating and de-ISGlating properties. Furthermore, NSP3 together with NSP4 forms so called double membrane vesicles (DMVs) with the ER-membrane, which are a hub for viral RNA replication.

Structural and functional studies on PlPro and its neighbouring domains (Ubl2 and NAB) within NSP3 with the goal to perform fragment screening to explore novel small molecule binding sites for antiviral therapeutics development.

Fragment screen has been successfully performed on the target domain Ubl2-PlPro, measuring ~800 different fragments that resulted in multiple promising hits. Furthermore, TSA fragment screens with ~2000 fragments were performed against Ubl2-PlPro and its neighbouring NAB domain as well as a Ubl2-PlPro-NAB. Multiple hits were identified for each domain.

Promising fragment hits against PlPro were determined in crystallographic and TSA fragment screen. Further experiments exploring these fragments and their potential to inhibition of PlPro are undergoing.

REFERENCES: von Soosten et al. Crystallography Reviews, 28:1, 39-61 (2022)
Lei, J. et al. Antiviral Res 149, 58–74 (2018)

Structure-based SUMOylation Inhibitors as innovative treatment against acute myeloid leukemia

M. FILLAUDEAU[1], C. RECASENS[2], B. DRéAN[3], M. MARCHAND[3], A. CARUSI[2], E. SOEHNLEN[1], J. PEREZ-GIL[4], M. VILORIA[5], M. LOïS[4], B. LEGRAND[3], C. DIDIERJEAN[5], O. COUX[2], G. BOSSIS[2], M. AMBLARD[1]

[1] *IBMM, UM, CNRS, ENSCM*
[2] *IGMM, Univ. Montpellier, CNRS*
[3] *IBMM, University Montpellier, CNRS, ENSCM*
[4] *Center for Research in Agricultural Genomics-CRAG*
[5] *Université de Lorraine, CNRS, CRM2*

SUMOylation, a post-translational modification of the ubiquitin family, plays a critical role in the response of Acute Myeloid Leukemia (AML) to chemotherapies and differentiation therapies.1,2 Moreover, dysregulation of SUMOylation is associated with resistance of AML to chemotherapies.3 Hence, targeting SUMOylation constitutes a promising therapeutic avenue in the treatment of AML. This is of great importance since AML are the only hematologic malignancies not to have benefited from a major therapeutic advance for almost 40 years. They are still mostly treated via intensive treatments based on genotoxic agents, with very high fall rates and a poor 5-year survival rate of around 30%.

The SUMOylation cascade involves specific conjugating E1, E2, E3 enzymes and deSUMOylases of the SENP family. Importantly, the crystal structure of the E1/E2 complex revealed that this interaction is mediated by an α-helix motif (PDBid: 4W5V). Based on this crystal structure, we rationally designed and synthesized protein-protein interaction inhibitors using peptide stapling technology to stabilize E2 -helix mimics able to disrupt the E1/E2 complex. The inhibition of the E1/E2 interaction in the SUMOylation cycle should ultimately decrease the SUMOylation of all proteins in leukemic cell lines and improve drug responsiveness. We are currently optimizing our hit compounds and trying to obtain crystal structures of peptides/E1 complexes to guide the design of the next generation of peptide inhibitors.

1. Bossis et al, Cell Rep. 2014, 7:1815-1823
2. Baik et al, Cancer Res. 2018, 78(10):2601-2613
3. Gâtel et al, Life Science Alliance 2020, 3(6):e201900577

Ce que la biologie structurale nous apprend sur le mode d'action et la détection des perturbateurs endocriniens

W. BOURGUET[1]

[1] *Centre de Biologie Structurale*

L'étude des effets néfastes des substances chimiques sur les organismes vivants est un domaine de recherche ancien et intense. Cependant, les recherches en toxicologie et en santé environnementale ont longtemps été dominées par des approches descriptives qui permettent des associations ou des corrélations, mais relativement peu de liens de causalité robustes et de mécanismes moléculaires. Des réalisations récentes ont montré que les approches de biologie structurale peuvent apporter cette valeur ajoutée au domaine. En fournissant des informations au niveau atomique, la biologie structurale apparaît comme un outil puissant pour déchiffrer les mécanismes par lesquels les substances toxiques se lient à des composants cellulaires essentiels et en altèrent la fonction normale, provoquant ainsi des effets néfastes pour la santé. En utilisant les perturbateurs endocriniens comme exemples illustratifs, nous décrivons les progrès récents dans la compréhension structurale de leurs modes d'action et la manière dont ces connaissances peuvent être exploitées pour développer des outils informatiques visant à prédire les propriétés de ces composés.

Enseigner la cristallographie en tant que telle à l'université : Don Quichotte, Sisyphe ou Héraclès ?

P. GUIONNEAU[1]

[1] *Université de Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB*

En ce premier quart du XXIe siècle, la recherche en cristallographie démontre u ne grande modernité, un dynamisme et un avant-gardisme certains . A titre d'exemple, soulignons l'avance considérable que notre discipline détient sur les bases de données, ce qui la positionne probablement comme la plus apte à intégrer de manière efficace et consciente l'action de l'intelligence artificielle. Cependant, en parallèle, l'enseignement disciplinaire de la cristallographie - *c'est-à-dire un enseignement identifié comme tel et non dilué au sein d'une autre discipline* - a fondu comme neige au soleil au sein des cursus universitaires. Il serait difficile d'aborder ce sujet de manière exhaustive, mais nous pouvons esquisser un constat sur cet enseignement, avec un focus sur la France. Malgré un tableau moins souriant que souhaité, nous constaterons que les solutions abondent, en réalité.Le dynamisme exceptionnel de la communauté des cristallographes, qu'ils soient enseignants ou autres et sa propension constante à s'interroger ont donné naissance à de nombreuses initiatives permettant un enseignement qualitatif de la cristallographie, souvent en marge des cursus traditionnels. Le foisonnement de cours en écoles doctorales, d'initiatives destinées aux jeunes et au grand public, ainsi que la mise en place de documents et tutoriels en ligne par notre communauté, insufflent un vent d'optimisme. Dans ce contexte, et à la lumière du fonctionnement des universités françaises, la lutte pour un enseignement disciplinaire en cristallographie aux niveaux Licence et Master est-elle noble mais anachronique, telles les longues chevauchées de Don Quichotte ? Est-elle vouée à un éternel recommencement, à l'instar du supplice de Sisyphe ? Sera-t-elle finalement reconnue, à l'instar des exploits d' Héraclès ? *Le débat est ouvert.*

La cristallographie : un formidable outil de communication scientifique

C. SAUTER[1], L. COUDRAY[1], A. GAUDRY[1]

[1] ARN - IBMC - CNRS - Unistra

Depuis plus de 60 ans, la biocristallographie révèle les secrets des biomolécules. Ces données structurales constituent une source d'information précieuse pour les scientifiques, mais aussi une formidable source d'émerveillement et d'échange avec le grand public. Après deux ans de pandémie, le laboratoire Architecture et réactivité de l'ARN s'est lancé un défi : utiliser les données accumulées sur le coronavirus SARS-CoV2 et son génome ARN pour communiquer sur l'actualité brulante à l'occasion de la Fête de la science. Différents supports de communication ont été déployés pour répondre aux questions du plus grand nombre : • une série de posters illustrant 1) le rôle central de l'ARNm dans l'expression des gènes, 2) la diversité des rôles de l'ARN dans la cellule, 3) la variété des virus à ARN et 4) la manière dont sont obtenues les représentations 3D de ces macromolécules. • un modèle imprimé en 3D du coronavirus [2] et un film en réalité virtuelle immergeant les visiteurs dans la biologie de l'ennemi public numéro 1. • une expérience de cristallisation rapide de protéine permettant aux visiteurs de mettre la main à la pâte et de s'enthousiasmer face à l'apparition de cristaux multicolores. • un film en réalité virtuelle plongeant au coeur d'une étude cristallographique. • l'exploration de l'architecture des protéines et des ARN sur écran 3D avec le logiciel de visualisation moléculaire PyMOL [3]. • la construction des barreaux d'une double hélice d'ARN grâce au BasePairPuzzle conçu par le professeur Jiro Kondo de l'université de Sofia à Tokyo [4]. A travers cette expérience de communication menée par une équipe très motivée de doctorants, postdoctorants, techniciens, ingénieurs et chercheurs, nous verrons comment mobiliser les innombrables ressources de la cristallographie pour créer des supports pédagogiques ludiques sur des sujets parfois complexes et nourrir ainsi a curiosité du grand public.

[1] https://insidecorona.net/3d-print-corona/
[2] https://pymolwiki.org/index.php/Scene
[3] https://jkondo.wixsite.com/basepairpuzzle

Les Systèmes à Ondes de Densité de Charge à la lumière des rayons X produits sur grands instruments

V. JACQUES[1], A. GALLO-FRANTZ[1], D. LE BOLLOC'H[1], S. ALEKSANDR[1], L. ORTEGA[1], C. LAULHé[1]

[1] *LPS - CNRS/Université Paris Saclay*

Les synchrotrons de dernière génération et les lasers à électrons libres dans le régimes des rayons X (XFELs) permettent de travailler avec des faisceaux de rayons X très cohérents, pouvant atteindre des tailles de quelques dizaines de nanomètres ou encore des durées d'impulsion de quelques dizaines de fs. Ces caractéristiques permettent de sonder la matière de manière inédite. Nous avons utilisé des faisceaux ayant de telles caractéristiques pour sonder des systèmes présentant des modulations périodiques de la densité électronique ou de spin appelés systèmes à Ondes de Densité de Charge ou Ondes de Densité de Spin (ODC et ODS respectivement). Dans cet exposé, nous montrerons comment l'utilisation de nanofaisceaux nous a permis de mettre en lumière des déformations de fronts d'ondes d'ODC soumises à des courants électriques, ou encore les corrélations entre ODC et ODS dans le chrome grâce à des faisceaux cohérents et ultracourts. Nous présenterons enfin des résultats récents obtenus par déformation de systèmes quasi-2D, présentant une structure lamellaire avec des plans faiblement liés (liaisons van der Waals). Dans ces composés, nous montrerons que des déformations conduisant à un changement de symétrie dans le plan induisent une transition de phase orientationnelle des ODC.

DREAM : Le futur diffractomètre de neutrons pour la cristallographie à l'ESS

F. PORCHER[1], M. FEYGENSON[1], C. DURNIAK[1]

[1] *European Spallation Source ESS*

Successeur de l'ILL de Grenoble, la nouvelle source européenne de neutrons ESS en construction à Lund en Suède devrait voir ses premiers neutrons en 2025 et accueillir ses premiers utilisateurs début 2027. L'un des premiers instruments opérationnels sera DREAM, un diffractomètre développé et construit pour ESS par le consortium (Forschungszentrum Jülich (Allemagne) / Laboratoire Léon Brillouin (France)).DREAM sera un diffractomètre à temps de vol principalement dédié à la diffraction de poudres mais qui offrira également la possibilité de caractériser des monocristaux. Son domaine scientifique sera particulièrement vaste - études structurales nucléaires et magnétiques, matériaux complexes avec de grandes mailles, mesures in situ, conditions extrêmes de température, pression, champ magnétique…, échantillons de petite taille… Il aura comme ambition de répondre aux besoins toujours croissants des diverses communautés scientifiques.Cette polyvalence sera permise par le design unique de ce spectromètre qui combinera neutrons thermiques et froids (0,5Å < lambda < 4,4Å typiquement) en une même mesure, tandis que l’ensemble des choppers permettra d’ajuster à volonté la résolution/l’intensité du flux de neutrons sur l’échantillon.Cette large bande passante couvrira une plage Q de 0,01 à 25 Å–1 en une seule acquisition, idéale pour des études multi-échelles associant plusieurs techniques de diffusion : Diffusion aux petits angles (SANS), diffraction (NPD) et mesure de distribution de paires (PDF). La polarisation du faisceau sera accessible, sous conditions.Je présenterai le design de DREAM, sa construction en cours à ESS et ses performances attendues. Je ferai un point sur les différences entre les mesures de diffraction en temps de vol, telles qu’elles seront faites sur DREAM, et les mesures monochromatiques qui sont aujourd'hui la norme sur les réacteurs et je donnerai un aperçu de la réduction spécifiques des données.

Time-resolved streaming crystallography on the study of persistent photoinduced phase transition in RbMnFe prussian blue analogue

R.G. TORRES RAMÍREZ[1], M. HERVé[1], G. PRIVAULT[1], E. TRZOP[1], Y. WATIER[2], S. ZERDANE[3], I. CHABAN[1], C. MARIETTE[2], A. VOLTE[2], M. CAMMARATA[2], M. LEVANTINO[2], H. TOKORO[4], S. OKHOSHI[5], E. COLLET[1]

[1] *Univ Rennes,CNRS, IPR (Institut de Physique de Rennes) - UMR6251, Rennes, France*
[2] *ESRF – The European Synchrotron, Grenoble, France.*
[3] *SwissFEL, Paul Scherrer Institut, Villigen, PSI, Switzerland.*
[4] *Department of Materials Science, Faculty of Pure and Applied Sciences, University of Tsukuba, Ibaraki, Japan*
[5] *Department of Chemistry, School of Science, The University of Tokyo, Tokyo, Japan*

Tailor-tuning the physical properties of materials is an important challenge for science and technology. Light, as an ultrafast and selective driver, is interesting as an external stimulus for controlling physical properties. In pursuit of more efficient and robust light-based technologies, materials science aims to develop systems with characteristics such as a wide thermal hysteresis preferably centered at room temperature, and a persistent and ultrafast switching to a photo-induced state, achievable with a single light pulse excitation. Understanding the physical mechanisms of photo-induced phase transitions is crucial for controlling materials' properties.[1]In this work, we present our time-resolved x-ray diffraction studies on the ultrafast photoswitching structural dynamics of a cyanide-bridged bimetallic molecular material {Rb0.94Mn0.94Co0.06[Fe(CN)6]0.98·0.2H2O}, for which a new streaming crystallography technique was developed.[1] This material undergoes an intermetallic charge-transfer (CT) based phase transition, from a MnIIIFeII tetragonal phase at low temperature to a MnIIFeIII cubic phase at high temperature, exhibiting a wide thermal hysteresis (75 K) centered at room temperature. This transition can also be induced by light, with a single laser pulse excitation within the thermal hysteresis, resulting in a persistent photo-induced cubic (PIC) phase. Our studies on this light-induced process show that the structural transition is driven by elastic cooperativity. Above a certain laser fluence threshold, the system switches globally to the persistent PIC phase within 100 ps. Below this threshold, a volume expansion occurs, but the system relaxes back to the tetragonal ground state in about 10 µs. These results are also rationalized with a Landau-based model, which accounts for the role of elastic cooperativity in the structural dynamics. Considering the elastic coupling between the CT and symmetry-breaking processes reproduces the simultaneous changes of spin state and symmetry, as well as the widening of the thermal hysteresis.

[1]Hervé, M., Privault, G., et.al. (2024). Nature Comm., 15(1), 1–10

Structural Evolution of Nanoparticles in the Light of In Situ Bragg Coherent Diffraction Imaging

M. RICHARD[1], C. ATLAN[1], C. CHATELIER[1], E. BELLEC[1], K. OLSON[1], M. GRIMES[1], A. VIOLA[2], M. DUPRAZ[1], S. LEAKE[3], T. SCHULLI[3], S. LABAT[4], F. MAILLARD[2]

[1] *CEA-Grenoble*
[2] *LEPMI*
[3] *ESRF*
[4] *IM2NP*

The advent of the new 4th generation x-ray light sources represents an unprecedented opportunity to conduct *in situ* and *operando* studies on the structure of nanoparticles in reactive liquid or gas environments. In this talk, I will illustrate how Bragg coherent x-ray imaging [1] allows to image in three dimensions (3D) and at the nanoscale the strain and defect dynamics inside nanoparticles as well as their refaceting during catalytic reactions [2–4]. As an example, we have successfully mapped the lattice displacement and strain of a Pt nanoparticle in electrochemical environment [5] and under CO reaction [3,4]. I will also discuss the possibility to measure particles as small as 20 nm [6] and to enable high-resolution and high-energy imaging with Bragg coherent x-ray diffraction at 4th generation x-ray light sources [7]. Finally, I will highlight the potential of machine learning to predict characteristic structural features in nanocrystals just from their 3D Bragg coherent diffraction patterns [7].We acknowledge funding from the European Research Council (ERC) under the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme (CARINE No. 818823 and HERMES No. 952184).References[1] I. Robinson and R. Harder, Nat. Mater. 8, 291 (2009).[2] J. Carnis, et al., Small e2007702 (2021).[3] J. Carnis et al., Nat. Commun. 12, 5385 (2021).[4] M. Dupraz et al., Nat. Commun. 13, 1 (2022).[5] C. Atlan et al., Nat. Mater. 22, 6 (2023).[6] M.-I. Richard et al., J. Appl. Crystallogr. 55, 621 (2022).[7] M.-I. Richard et al., ACS Appl. Nano Mater. 6, 10246 (2023).[8] B. Lim et al., Npj Comput. Mater. 7, 1 (2021).

Résolution de structure dans un microscope électronique en transmission : 3D-ED et combinaison des techniques

S. KODJIKIAN[1], E. YORUK[2], C. LEPOITTEVIN[1], D. HOUSSET[3], W. LING[3], D. LUNEAU[4], F. DENIS ROMERO[1], H. KLEIN[1]

[1] *Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France*
[2] *Department of Structure Analysis, Institute of Physics of the Czech Academy of Science, Prague, Czech Republic*
[3] *Université Grenoble Alpes, CEA, CNRS, IBS, Grenoble, France*

Particulièrement bien adaptés à l'étude de nanomatériaux et faciles d'accès, les microscopes électroniques en transmission (MET) sont devenus récemment incontournables en cristallographie à l'échelle nanométrique, du fait d'avancées technologiques majeures telles que l'invention des correcteurs d'aberrations sphériques, le développement des détecteurs pixélisés rapides et sensibles, les méthodes cryogéniques, la précession du faisceau, etc., qui ont favorisé l'avènement des méthodes de diffraction électronique 3D (3D-ED) pour la résolution de structure de nanocristaux. Le microscopiste dispose désormais d'intensités diffractées fiables, lui permettant de calculer ab initio un modèle structural, puis de l'affiner à partir de la théorie dynamique grâce au développement et aux constantes mises à jour de programmes de cristallographie dédiés [1-3]. Il peut également confronter la structure ainsi obtenue à des images et cartographies à la résolution atomique, enregistrées en parallèle dans un MET à l'état de l'art. A partir d'exemples portant sur des échantillons variés nous présenterons les méthodes de résolution structurale développées en science des matériaux à l'Institut Néel et/ou à travers nos collaborations [4-7]. Nous présenterons également les avantages, pour la détermination structurale, à combiner les différentes techniques accessibles en MET, notamment la 3D-ED et l'imagerie haute résolution en contraste de composition chimique [8].

[1] L. Palatinus, PETS - Program for analysis of electron diffraction data, Prague: Institute of Physics of the AS CR (2011)
[2] L. Palatinus et al., Acta Crystallogr., Sect. B: Struct. Sci., Cryst. Eng. Mater. 2019, 75 (4), 512
[3] V. Petříček et al., Z. Kristallogr. 229 (2014) 345
[4] S. Kodjikian and H. Klein, Ultramicroscopy 200 (2019) 12
[5] H. Klein, E. Yörük, S. Kodjikian, Micron 181 (2024) 103634
[6] E. Yöruk, H. Klein, S. Kodjikian, Ultramicroscopy 255 (2024) 113857
[7] E. Yoruk et al., à paraître[8] F. Denis Romero, C. Lepoittevin, S. Kodjikian, C. V. Colin, M. A. Hayward, JACS 2023, 145 (42) 23346

Déformations à l'échelle nanométrique dans des polycristaux denses. Etude in situ à haute température par diffraction des rayons X sur source synchrotron

R. GUINEBRETIERE[1], D. FOWAN[1], R. PURUSHOTTAM RAJ PUROHIT[2], J.S. MICHA[3], S. ARNAUD[4], G. CHAHINE[5], N. BLANC[4], M. MOUYIA[1], M. HUGER[1], R. MAYET[1], A. BOULLE[1], O. CASTELNAU[6]

[1] *Institut de Recherche sur les Céramiques IRCER, UMR CNRS 7315*
[2] *Xnovotech*
[3] *Université Grenoble Alpes, SYMMES, UMR CNRS*
[4] *Université Grenoble Alpes, CNRS, Institut Néel UPR CNRS 2940*
[5] *Université Grenoble Alpes, SIMaP, Grenoble INP, CNRS*
[6] *Laboratoire PIMM, UMR CNRS 8006*

De nombreux procédés industriels mettent en œuvre des matériaux à des températures supérieures à 1000 °C. Ces matériaux sont polycristallins et constitués de cristaux dont les propriétés intrinsèques d'élasticité et d'expansion thermique souvent anisotropes. Le comportement collectif de ces cristaux, et donc celui du polycristal, est souvent éloigné des caractéristiques intrinsèques aux phases cristallines concernées. C'est pourtant la compréhension du comportement global du polycristal qui régit des considérations comme les propriétés thermomécaniques, la durabilité, la réactivité etc. Nous développons depuis de nombreuses années des études in situ de diffusion et diffraction des rayons X à très haute température autour de sources synchrotron. Récemment [1], nous avons mis en place les outils qui, pour la première fois, permettent de réaliser des mesures de microdiffraction Laue jusqu'à 1300 °C. Au-delà du principe, nous proposons dans cette communication de montrer la première utilisation réelle de cette méthode.

Trois approches différentes de diffraction des rayons X in situ à haute température ont été mises en œuvre à l'ESRF sur un même polycristal. Nous avons cartographié par microdiffraction Laue (ligne BM32) les déformations locales présentes au sein d'un cristal situé dans ce polycristal dense. Les évolutions des paramètres de maille moyens et des microdéformations au sein des cristaux de ce même matériau ont été mesurées par diffraction avec un faisceau monochromatique (ligne BM02). Enfin, l'expansion thermique des cristaux libres de contrainte a été déterminée sur la ligne à haute résolution angulaire ID22 sur un échantillon pulvérulent.

Nous illustrerons l'intérêt de cet ensemble de mesures en décrivant l'évolution des déformations thermomécaniques au sein d'un matériau riche en titanate d'aluminium (Al_2TiO_5- β) qui présente une très forte anisotropie d'expansion thermique, négative selon l'un des axes cristallographiques et positive dans les deux autres directions.

[1] R.R.P. Purushottam Raj Purohit, et al. J. Appl. Cryst. 57 (2024) 470-480.

Facteurs de diffusion asphériques de Hirshfeld dans les affinements contre des données 3D ED.

E. YÖRÜK[1], P. BRÁZDA[1], L. PALATINUS[1]

[1] *Institut de physique de l'académie tchèque des sciences*

La diffraction d'électrons en 3D (3D ED) émerge comme une alternative à la diffraction des rayons X pour la caractérisation structurelle des cristaux submicrométriques. Avec des sections efficaces de diffusion typiquement 104 fois plus grandes que celles des rayons X, les données peuvent être collectées à partir de grains de taille nanométrique, et des monocristaux peuvent etre isolés à partir d'échantillons microcristallins. D'autres avantages incluent la détermination directe de la structure absolue, une localisation plus facile des atomes légers, et une sensibilité accrue aux charges atomiques. Les affinements prenant en compte la diffusion multiple des électrons permettent d'obtenir des facteurs-R comparables à ceux de la diffraction des rayons X.

Nous travaillons sur l'amélioration de la modélisation des données 3D ED en exploitant des techniques d'affinement issues du domaine de la cristallographie quantique. Nous avons déjà montré que la prise en compte des transferts de charge entre les atomes améliore la précision des structures . Nous présentons maintenant des résultats sur la mise en œuvre de facteurs de diffusion asphériques obtenus grâce au formalisme de Hirshfeld (HAR). Cette procédure comprend des calculs de densité électronique via DFT en partant de la structure affinée, et l'application de la décomposition de Hirshfeld pour calculer les facteurs de diffusion asphériques via la transformée de Fourier. Ces facteurs de diffusion sont ensuite insérés dans l'affinement pour obtenir un modèle plus précis, le cycle étant répété jusqu'à convergence.

Nous présentons ici les résultats sur le paracétamol. Nos résultats montrent une amélioration de wR(all) de 7,42% à 6,84%, avec une réduction des résidus dans les cartes de Fourier de différence. La comparaison des longueurs de liaison avec les valeurs de référence des neutrons révèle un meilleur accord, suggérant une amélioration globale de la précision de l'affinement.

Index

ATLAN Clément PT-03
AZROUR Fatiha MS3-02
BEAUDHUIN Mickaël MS3-A1
BENDJEDDOU LAMIA MS2-A2
BOUATROUS Mehieddine MS2-A4
BOULKEDID Ahlem Linda MS2-A8
BOULLAY Philippe CP-02
BOURGUET William MS5-MS10-01
BOURGUET William MS10-01
BRAULT Hélène MS2-01
CALLEBAUT ISABELLE MS4-03
CARAMELLO Nicolas MS6-03
CARIVENC Coralie MS5-MS10-A6
CERCEL Hugo MS1-03
CHAMOREAU Lise-Marie MS11-03
CHRETIEN Anais MS5-MS10-03
COLIN Claire MS7-A1
COLLOC'H Nathalie MS7-01
CORSO Loïc MS8-02
DUVERGER-NEDELLEC Elen MS3-A2
ENGILBERGE Sylvain MS5-MS10-02
ERSEN Ovidiu MS8-01
EXCOFFIER Grégory MS5-MS10-A8
FALAISE Clément MS6-02
FILLAUDEAU Maxime MS9-05
FREIHERR VON SCHOLLEY G. L. MS9-04
GADAY Quentin PT-01
GBABODE Gabin MS1-02
GIORGI Michel MS5-MS10-A4
GIRARD Eric MS1-05
GONZALEZ IZQUIERDO Palmerina PT-02
GOUET Patrice MS5-MS10-05
GRUSZCZYK Jakub MS5-MS10-A5
GUILLOU Nathalie MS6-04
GUINEBRETIERE René MS13-03
GUIONNEAU Philippe MS11-01
HENRY Natacha MS2-A1
HILLARD Elizabeth MS12-03
JACQUES Vincent MS12-01
KODJIKIAN Stéphanie MS13-02
LAUNOIS Pascale CP-01
LAVERSENNE Laetitia MS7-03
LE BERRE Marine MS9-02
LEMAIRE Olivier MS6-01
LEPOITTEVIN Christophe MS2-A5
LIZONDO-BALDERAS P. MS5-MS10-A3
LOOS Laurent MS8-A1
MALLET Manon MS5-MS10-04
MALONEY Andy CP-05
MARCHIVIE Mathieu MS4-04

MARTINETTO Pauline	CP-03
MAURIN Guillaume	MS4-02
MICHA Jean-Sébastien	MS8-04
MICHA Jean-Sébastien	MS12-02
MIKHAILOV Artem	MS2-04
MONNIER Judith	MS3-01
OBERDISSE Julian	MS2-02
PEDELACQ Jean	MS5-MS10-06
PEÑA REVELLEZ Alexandra	MS1-01
PEREZ Olivier	MS2-05
PHILOUZE Christian	MS2-A3
PORCHER Florence	MS12-04
PRANGE Thierry	MS6-A1
PRANGE Thierry	MS7-04
PRESTIPINO Carmelo	MS3-04
QUIQUANDON Marianne	MS2-03
RAMEAU Jean-Philippe	CP-04
RIBART Clément	MS3-03
RICHARD Marie-Ingrid	MS13-01
ROUAG Raounek	MS5-MS10-A1
ROUGEOT Céline	MS9-03
SAUTER Claude	MS1-A1
SAUTER Claude	MS11-02
SEKKAL Nezha	MS2-A6
SIROUNIAN Savannah	MS5-MS10-A7
SUCHOMEL Matthew	MS8-03
TABTI CHAREF	MS2-A7
TIZAOUI Chaima	MS1-A3
TORRES RAMÍREZ R. G.	MS12-A1
TRIOMPHE Nicolas	MS9-01
TRZOP Elzbieta	MS2-A9
TUBIANA Thibault	MS4-01
VEBER Philippe	MS1-04 et MS1-A2
VIENNOIS Romain	MS7-02
YEDDIOU Belkis Selsabil	MS5-MS10-A2
YÖRÜK Emre	MS13-04

Notes

Notes

Colloque de l’Association Française de Cristallographie
2-5 juillet 2024, Montpellier

Juin 2024