



Formalisation d'un modèle de conception et d'innovation dans le domaine des bio-industries : cas des particules d'argile.

Romain Lorentz

► To cite this version:

Romain Lorentz. Formalisation d'un modèle de conception et d'innovation dans le domaine des bio-industries : cas des particules d'argile.. Génie des procédés. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2014. Français. NNT : 2014ENAM0039 . tel-01127512

HAL Id: tel-01127512

<https://pastel.hal.science/tel-01127512>

Submitted on 7 Mar 2015

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.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité “ Génie industriel ”

présentée et soutenue publiquement par

Romain LORENTZ

le 24 Novembre 2014

**Formalisation d'un modèle de conception et d'innovation
dans le domaine des bio-industries : cas des particules d'argile**

Directeur de thèse : **Améziane AOUSSAT**

Co-encadrement de la thèse : **Anne-Marie PENSE-LHERITIER**

Jury

M. Jean-Michel RUIZ, Professeur, Ecole Centrale Marseille

M. Vincent BOLY, Professeur, ERPI, ENSGSI Nancy

M. Philippe LEPOIVRE, Professeur, Université de Liège-Gembloux

M. Améziane AOUSSAT, Professeur, LCPI, Arts et Métiers ParisTech Paris

Mme Anne-Marie PENSE-LHERITIER, Professeur, Ecole de Biologie Industrielle Cergy

Mme Florence DUFOUR, Professeur et Directrice, Ecole de Biologie Industrielle Cergy

Mme Samar ISSA, Professeur, Ecole de Biologie Industrielle Cergy

M. Jean-Yves LEGENDRE, Senior Licensing & Business Development Manager, L'Oréal

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Table des matières

Table des matières	2
Remerciements	5
1. Introduction générale	6
Résumé.....	7
Structure du mémoire	7
Positionnement de recherche.....	9
1.1. L'innovation partenariale : un enjeu de taille	9
1.2. Le Laboratoire Conception de Produits et Innovation	11
1.2.1. Présentation générale.....	11
1.2.2. Positionnement de nos travaux au sein du laboratoire	12
1.3. L'Ecole de Biologie Industrielle (EBI)	14
1.3.1. Présentation générale.....	14
1.3.2. Le laboratoire EBInnov®	15
1.4. Définition des bio-industries comme terrain expérimental	17
1.4.1. Des biosciences aux bio-industries	17
1.4.2. Contexte d'innovation bio-industrielle	19
1.5. Le projet EBISilc®	22
2. Etat de l'art : processus de conception et d'innovation	24
2.1. L'innovation : un concept multiple	24
2.1.1. L'innovation en tant que résultat	25
2.1.2. L'innovation en tant que processus	26
2.2. Évolution des processus d'innovation.....	26
2.2.1. Les modèles linéaires du processus d'innovation.....	27
2.2.2. Des modèles linéaires aux théories itératives	29
2.3. Conclusion sur l'évolution des modèles de processus d'innovation	35
2.4. Le paradigme de l'innovation ouverte	36
2.4.1. Généralités	36
2.4.2. Les flux de l'Open Innovation	38
2.4.3. Les freins à l'Open Innovation	40
2.5. L'Open Innovation dans les bio-industries.....	44
2.5.1. Dans le secteur pharmaceutique.....	44
2.5.2. Dans le secteur cosmétique.....	46
2.5.3. Dans le secteur agro-alimentaire	46
2.5.4. Dans le secteur de l'environnement	47
2.6. Les intermédiaires de l'innovation	48
2.6.1. Les intermédiaires classiques.....	48
2.6.2. Les plateformes d'Open Innovation	50
2.6.3. Typologie des intermédiaires de l'innovation ouverte.....	51
2.6.4. Exemples de plateformes bio-industrielles.....	55

2.6.5.	Performance de ces plateformes	56
2.7.	Synthèse	58
3.	Etat de l'art : procédés de synthèse d'argile	59
3.1.	Généralités sur les argiles naturelles	59
3.1.1.	Classification des argiles naturelles	59
3.1.2.	Relations structure – propriétés physiques	61
3.2.	Applications bio-industrielles des argiles	61
3.3.	Stratégies de fonctionnalisation	64
3.3.1.	Fonctionnalisation par échange cationique	64
3.3.2.	Fonctionnalisation par intercalation de molécules	65
3.3.3.	Fonctionnalisation par greffage covalent (silanisation)	66
3.4.	Procédés de synthèse d'argiles	67
3.4.1.	Généralités	67
3.4.2.	Synthèse d'organosilicates par voie sol-gel	68
3.5.	Spécificités du projet EBISilc®	79
4.	Problématique de recherche et hypothèses de résolution	82
4.1.	Introduction	82
4.2.	Problématique générale	82
4.3.	Synthèse de l'état de l'art et constats	82
4.4.	Enoncé de la problématique de recherche et hypothèses de résolution	84
4.4.1.	Première hypothèse de résolution	84
4.4.2.	Seconde hypothèse de résolution	85
4.4.3.	Troisième hypothèse de résolution	85
4.5.	Synthèse	86
4.6.	Pistes de réflexion et choix d'actions adaptées	86
5.	Expérimentations	87
5.1.	Première expérimentation : Evaluation de l'émergence du modèle de l'innovation ouverte dans les secteurs bio-industriels	87
5.1.1.	Objectifs	87
5.1.2.	Protocole	87
5.1.3.	Résultats obtenus	89
5.1.4.	Synthèse et limites	97
5.1.5.	Discussion	98
5.2.	Seconde expérimentation : performance des nouvelles formes d'intermédiation de l'innovation ouverte	99
5.2.1.	Objectifs	99
5.2.2.	Protocole et démarche	100
5.2.3.	Résultats et discussion	104
5.2.4.	Synthèse	113
5.2.5.	Adéquation de la technologie avec les attentes industrielles	115

5.2.6.	Projet de recherche interne à l'EBI - Stabilisation d'émulsions	116
5.2.7.	Projet de recherche externe – Libération contrôlée d'actifs	125
5.2.8.	Bilan de la partie technique	132
5.2.9.	Synthèse et limites de l'expérimentation.....	133
5.2.10.	Discussion	134
5.3.	Troisième expérimentation : convergence vers un cahier des charges innovation ..	136
5.3.1.	Objectifs.....	136
5.3.2.	Protocole et démarche	137
5.3.3.	Résultats et discussion.....	138
5.3.4.	Confirmation industrielle – Appel à idées Beiersdorf.....	157
5.3.5.	Synthèse et limites de l'expérimentation.....	160
5.3.6.	Discussion.....	161
6.	Apports de thèse, conclusion et perspectives.....	163
6.1.	Apports de thèse.....	163
6.1.1.	Apports conceptuels	163
6.1.2.	Retombées applicatives	164
6.2.	Perspectives.....	165
6.2.1.	Perspectives applicatives	166
6.2.2.	Perspectives méthodologiques	166
6.3.	Conclusion de thèse.....	168
	Références bibliographiques	170
	Table des illustrations	183
	Liste des figures.....	183
	Liste des tableaux	186
	Annexes.....	188

Remerciements

Je tiens à remercier Messieurs Vincent Boly, professeur à l'ENSGSI et Philippe Lepoivre, professeur à l'Université de Liège-Gembloux, pour m'avoir fait l'honneur d'évaluer cette thèse en tant que rapporteurs. Les commentaires de vos rapports et ceux énoncés durant la soutenance ont été particulièrement pertinents. Je remercie également Mr Jean-Michel Ruiz, professeur de l'Ecole Centrale Marseille, d'avoir accepté d'être le président de mon jury de thèse et de représenter l'école où j'ai réalisé mes études d'ingénieur. J'adresse également mes remerciements à Mr Jean-Yves Legendre, Senior Licensing & Business Development Manager de L'Oréal pour avoir apporté son expérience et son point de vue industriel à mes travaux de thèse.

Je remercie Mme Florence Dufour pour m'avoir accordé sa confiance afin de réaliser ma thèse au sein de l'EBI et pour l'intérêt porté à mes travaux. Mes remerciements s'adressent également à Anne-Marie Pensé-Lhéritier, pour ses encouragements, son professionnalisme et son implication quotidienne dans la réussite de cette thèse. Je tiens à remercier Améziane Aoussat, pour la qualité de son encadrement, sa vision méthodologique et ses remarques qui m'ont permis de fournir un travail de qualité. Je remercie Mr Gérard Holtzinger pour avoir partagé avec moi son expérience de la recherche industrielle et pour avoir apporté de nouvelles idées au projet tout au long de ces trois années.

Cette thèse étant le fruit d'une collaboration étroite entre l'EBI et le LCPI, mes remerciements s'adressent à l'ensemble des personnes rencontrées au sein de ces deux écoles d'ingénieurs. Plus particulièrement, je souhaite remercier toute l'équipe de l'EBI qui, malgré certaines turbulences, a su tenir la barre. Je remercie plus particulièrement Cyrine, ma room-mate pour nos discussions sur à peu près tous les sujets, Samar pour son soutien et son implication dans le projet et les techniciens de l'EBI, à savoir Marjorie, Guilhem, Antoine, Adrien, Laetitia, Blaise, Emilie mais également Vianney, Rabah et Yoann ainsi que toute l'équipe pédagogique et administrative. Au LCPI, mes remerciements s'adressent à Jessy, Francis, Malte, Pierre-Emmanuel, Everton, Djamel, Paula, les Vincent, Floriane, Stéphanie et Séverine que j'ai eu l'occasion de connaître un peu plus durant la période de rédaction de ce mémoire au laboratoire CPI.

Enfin, je tiens à remercier chaleureusement mes parents qui ont toujours été là pour moi et qui m'ont soutenu, et ce, malgré la distance. Je pense également à mon frère Rémi, à mes sœurs Elodie et Marine qui, pendant que je travaillais sur ma thèse, me faisaient la joie d'être oncle à nouveau (Zoé, Hinata) mais aussi parrain (Taïna). Finalement, je tiens à remercier de tout mon cœur Marie-Jeanne qui m'a accompagné tout au long de ces trois années, dans les bons moments mais également dans ceux plus difficiles. Tu es une véritable source d'inspiration et de motivation et sans toi je n'aurais jamais pu aller aussi loin.

Je conclus ces remerciements par une citation : *Notre hypothèse de travail est que quelqu'un, quelque part, a une meilleure idée; et notre obligation est de trouver qui a une meilleure idée, de l'apprendre et de la mettre en œuvre - vite.* Jack Welch (General Electric)

1. Introduction générale

Le présent document synthétise l'ensemble des travaux réalisés au sein de l'Ecole Doctorale 432 "Sciences des Métiers de l'Ingénieur" (SMI) des Arts et Métiers ParisTech. Plus précisément, ce projet de thèse s'inscrit dans le cadre d'une recherche collaborative entre l'Ecole de Biologie Industrielle (EBI) et le Laboratoire Conception de Produits et Innovation (LCPI) des Arts et Métiers ParisTech. L'objectif principal de ce travail consiste à formaliser un modèle de conception et d'innovation dans le domaine des bio-industries en s'appuyant sur l'expertise des deux structures d'accueil.

En effet, l'EBI possède, par le biais de sa plateforme technologique EBInnov[®], une expertise forte dans la recherche et le développement de nouveaux produits pour les secteurs bio-industriels. Ceci se traduit par plusieurs dépôts de brevets; en propre ou dans le cadre de collaboration avec de jeunes entreprises innovantes. Cependant, donner une réalité industrielle à ces inventions via une approche techno-push n'est pas trivial, même pour une structure fortement connectée à son tissu industriel.

Puisque ces problématiques de valorisation de travaux de laboratoire sont complexes, le rapprochement avec le laboratoire CPI a permis d'ouvrir de nouvelles pistes de réflexion, notamment dans l'optique de formaliser un processus de conception et d'innovation adapté au contexte spécifique de nos secteurs d'intérêt. Le LCPI possède en effet une expertise reconnue dans le Transfert et la Valorisation de travaux de Recherche (TVR) ainsi que dans la formalisation de processus de conception et leur validation en milieu industriel.

L'objectif des travaux à réaliser sera double. D'une part, il conviendra d'accompagner le développement d'un nouvel ingrédient pour les secteurs bio-industriels. Ces travaux de valorisation portent sur un procédé breveté permettant la synthèse de nouvelles particules d'argile. Ce projet constituera ainsi le terrain expérimental permettant la validation industrielle de nos hypothèses de recherche. D'autre part, les enseignements obtenus devront nous permettre de formaliser un processus de conception orienté innovation prenant en compte les spécificités des secteurs d'application visés.

Nous pouvons ainsi fusionner et résumer ces deux enjeux de la façon suivante :

Comment optimiser le potentiel d'innovation d'une nouvelle technologie issue de travaux de laboratoire dès les phases amont du processus de conception ?

Ce questionnement présuppose ainsi d'adapter le processus de conception en prenant en compte l'évolution des modèles d'innovation dans ces secteurs; et ce dans l'objectif d'aboutir plus efficacement à la réussite commerciale. En effet, les modèles d'innovation évoluent face à un environnement concurrentiel fort, influencé par des consommateurs toujours plus exigeants. On parle même de crise de l'innovation lorsque l'entreprise est incapable de suivre le rythme effréné de ces concurrents directs ou des nouveaux acteurs entrant sur leur marché. C'est pourquoi l'évolution des modèles d'innovation dans les bio-industries est caractérisée par un aspect collaboratif croissant. Le transfert de connaissances des laboratoires publics ou privés vers l'industrie est donc en enjeu de taille pour soutenir l'innovation. Cette observation soulève également la question de l'émergence de nouveaux modèles prenant en compte ces flux

d'informations, et la nécessité de méthodes et d'outils facilitant ces échanges. Ces problématiques qui sont au cœur des travaux de recherche du LCPI prennent une dimension particulière dans le cadre de ce projet de thèse, compte-tenu du contexte d'innovation bio-industrielle actuel.

Résumé

Cette thèse de doctorat menée dans le cadre d'un partenariat entre l'Ecole de Biologie Industrielle et le Laboratoire Conception de Produits et Innovation des Arts et Métiers ParisTech a pour titre : « Formalisation d'un modèle de conception et d'innovation dans le domaine des bio-industries : cas des particules d'argile ». Les travaux réalisés visent d'une part à accompagner le développement et la valorisation d'un nouvel ingrédient ayant des applications directes dans les secteurs bio-industriels mais également à formaliser un processus de conception et d'innovation adapté aux spécificités de ces secteurs.

Le projet de recherche porteur de nos travaux de thèse vise à accompagner la valorisation de nouvelles particules d'argile ayant fait l'objet d'un dépôt de brevet au sein du laboratoire EBInnov[®]. Ces particules sont destinées à satisfaire de nouvelles applications dans les secteurs bio-industriels, notamment l'industrie pharmaceutique, la cosmétique, le phytosanitaire ou encore l'environnement. L'objectif de nos travaux de thèse est d'intégrer les spécifications techniques, sensorielles et environnementales des entreprises de ces secteurs au sein d'un modèle de conception axé innovation. Pour ce faire, les hypothèses de recherche soutenues s'appuient sur l'émergence du paradigme de l'innovation ouverte dans ces secteurs, sur la performance des nouvelles formes d'intermédiation et sur leur rôle dans l'intégration du potentiel d'innovation dès les phases amont du processus de conception. La validité de ces hypothèses a ensuite vérifiée en milieu industriel par le biais d'expérimentations en lien direct avec les secteurs d'application de cette nouvelle technologie. Finalement, nous proposons un modèle de conception axé innovation prenant en compte l'évolution des modèles d'innovation dans les bio-industries.

Structure du mémoire

Dans le cadre de nos travaux, nous proposons une question de recherche originale : comment formaliser un processus de conception prenant en compte l'évolution des pratiques d'innovation dans les bio-industries ?

Pour répondre à cette question, nous poserons dans un premier temps le contexte ayant conduit au partenariat entre le Laboratoire Conception de Produits et Innovation et l'Ecole de Biologie Industrielle. Nous effectuerons ensuite une revue de la littérature visant à formaliser notre problématique de recherche s'appuyant sur un cas d'étude concret : la valorisation d'un nouvel ingrédient pour les secteurs bio-industriels. Les constats tirés de cet état de l'art "méthodologique" nous permettront d'une part de positionner nos travaux vis-à-vis de la communauté scientifique en Sciences de la Conception et en Management de l'Innovation. Un premier bilan mettra en exergue le lien subtil qui existe entre les problématiques traitées par ces deux communautés. Nous proposerons ensuite de focaliser notre attention sur un modèle jugé pertinent pour répondre à notre problématique industrielle et enrichir la formalisation d'un processus de conception axé innovation. Afin d'illustrer nos travaux, nous présenterons notre

cas d'étude particulier et le rattacherons aux différents procédés de synthèse d'argile déjà décrits dans la littérature. Cette partie constituera notre état de l'art "technique".

La première des expérimentations réalisées visera ainsi à confirmer la pertinence du modèle choisi dans notre contexte bio-industriel. Puis, à partir des constats ayant émergés, nous expliciterons une problématique de recherche originale et les hypothèses de résolution que nous proposons pour y répondre. L'objectif est donc double : répondre à notre problématique industrielle particulière tout en enrichissant l'état de la connaissance, que ce soit dans le domaine des théories de la conception et du management de l'innovation mais également dans la thématique des procédés de synthèse de particules d'argile.

Afin de vérifier la validité de nos hypothèses de recherche, nous présenterons les trois expérimentations réalisées au sein de l'Ecole de Biologie Industrielle, et plus particulièrement dans le cadre du projet EBISilc® qui a constitué le terrain expérimental de nos travaux.

- La première d'entre elles vise à conforter notre positionnement scientifique en **caractérisant l'émergence du paradigme de l'innovation ouverte** (Open Innovation) dans les secteurs bio-industriels et justifier ainsi la pertinence du modèle retenu. Cet état des lieux a été réalisé par le biais d'un questionnaire en ligne soumis à des acteurs du processus d'innovation bio-industrielle.
- La deuxième expérimentation réalisée a pour objectif d'**évaluer la performance des nouvelles pratiques des intermédiaires de l'Open Innovation** en les comparant à des pratiques plus conventionnelles; telles que celles déployées par un cabinet de conseil en innovation. L'étude a permis de mettre en évidence les spécificités et les limites des deux approches en s'appuyant sur le projet EBISilc®. Bien que ces intermédiaires connaissent une attention croissante dans la littérature scientifique, très peu d'études tentent d'illustrer leur performance par des cas d'étude concrets.
- La troisième expérimentation vise à intégrer ces nouvelles pratiques dans la **formalisation d'un processus de conception axé innovation**. Pour ce faire, différentes plateformes en ligne ont été interrogées dans le cadre d'un projet étudiant. Nous verrons comment ce type d'approche nous a permis de mettre en évidence un cahier des charges spécifique répondant aux contraintes bio-industrielles actuelles.

Finalement, les principaux apports de cette thèse, qu'ils soient industriels ou académiques, seront présentés. Ils mettront en évidence les perspectives à court et moyen terme de nos travaux afin de conclure ce mémoire de thèse. La structure du mémoire qui en découle est présentée schématiquement en Figure 1.

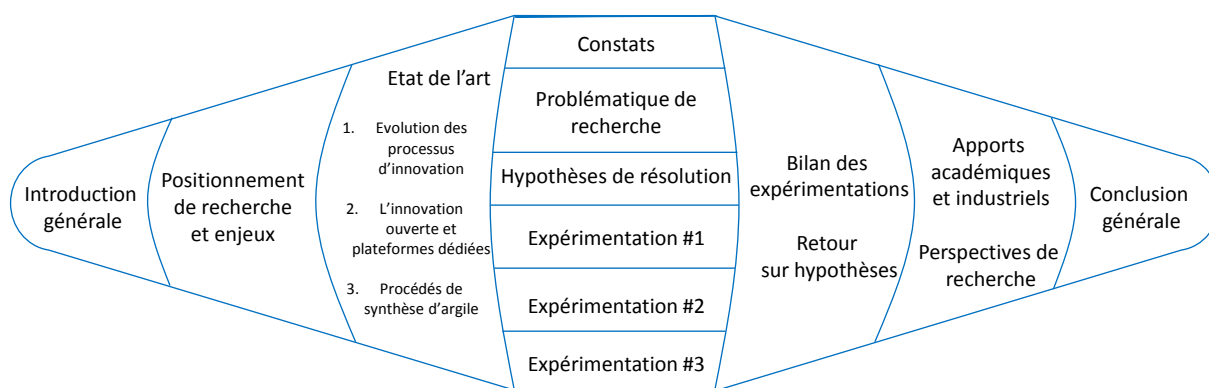


Figure 1 : Structuration du mémoire de thèse

Positionnement de recherche

Nous présentons dans cette partie l'ensemble des arguments confirmant l'originalité de nos travaux, que ce soit au sein du Laboratoire Conception de Produits et Innovation, et plus généralement au sein de la communauté scientifique en Génie Industriel. Pour ce faire, nous revenons sur l'intérêt d'investiguer des problématiques d'innovation partenariale dans le contexte économique actuel (§1.1). Dans un second temps, nous présenterons nos deux structures d'accueil et rattacherons nos travaux à ceux précédemment menés au laboratoire afin de dégager l'originalité de notre recherche (§1.2 et §1.3). Pour conclure cette partie, nous présenterons de façon générale notre cas d'étude expérimental et préciserons son ancrage dans le contexte d'innovation bio-industrielle actuel (§1.4 et §1.5).

1.1. L'innovation partenariale : un enjeu de taille

L'innovation a été définie comme « Un enjeu majeur pour la France » [Beylat 2013] si bien que les pouvoirs publics s'engagent à appuyer les entreprises innovantes et les universités dans leurs projets inventifs. En effet, la forte activité inventive des universités françaises se traduit par la présence de deux structures de recherche publiques dans le top 10 des structures déposant le plus de brevets en France; à savoir le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) et le CNRS (données INPI 2013). Cependant, en termes de valorisation de leur recherche, elles souffrent de la comparaison avec leurs homologues américaines, en premier lieu, mais également européennes. Ainsi, entre 2009 et 2010, seuls 2% des dépenses de R&D de l'enseignement supérieur en France ont été financés via des partenariats industriels, contre 15% en Allemagne et avec une moyenne de plus de 6% en Europe (OCDE 2012). On comprend aisément que la problématique du rapprochement de ces deux univers est un enjeu majeur pour l'économie nationale.

Ainsi, dans le cadre du programme d'investissements d'avenir de 2010, un fonds national de valorisation d'un montant d'un milliard d'euros a été mis en place. La grande majorité du financement (900 millions d'euros) vise à développer des cellules de transfert technologique telles que :

- les SATT (Sociétés d'Accélération du Transfert de Technologies) qui proposent leurs services en matière de valorisation de la recherche pour leurs clients. Elles disposent également de moyens financiers pour soutenir des projets en phase amont.

- FIST (France Innovation Scientifique et Transfert). Cette filiale du CNRS (70 %) et de Bpi France (30 %) a pour mission d'accompagner les chercheurs dans leurs démarches de transfert de technologies innovantes issues de la recherche CNRS vers l'industrie.
- les ARITT/CRITT (Agences/Centres Régionaux d'Innovation et de Transfert de Technologie). Créées dans les années 1980, ces structures possèdent une expertise sectorielle et un ancrage territorial très marqués pour valoriser les travaux de recherche.
- les SAIC (Services d'Activité Industrielles et Commerciales). Depuis 1999, ces structures sont déployées au sein des Universités afin de les accompagner scientifiquement, administrativement et financièrement dans leurs échanges avec les acteurs du monde industriel.
- les instituts Carnot dont la principale mission est de favoriser le transfert de technologies, le partenariat entre laboratoires publics et entreprises et le développement de l'innovation.
- et le réseau C.U.R.I.E, association créée en 1991 ayant pour objectif de promouvoir les échanges entre les acteurs de la valorisation de la recherche publique.

Même si cette liste n'est pas exhaustive, la diversité des structures d'accompagnement observée symbolise cette volonté politique très marquée de promouvoir les échanges entre la recherche académique et le tissu industriel. Or, puisque cet accompagnement ne se résume pas uniquement à des soutiens financiers, des efforts de recherche doivent être faits afin de formaliser d'autres modalités de soutien à l'innovation (Figure 2). En effet, le management du processus d'innovation passe également par des modifications organisationnelles ou par le développement d'outils et de nouvelles méthodes de travail individuelles et collectives [Boly 2004].

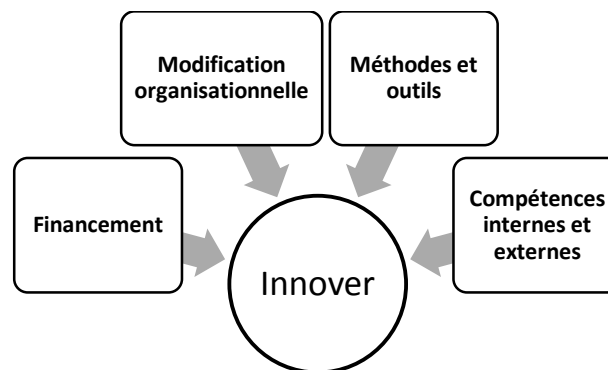


Figure 2 : Complexité du soutien à l'innovation (adapté de Thouvenin 2002)

En effet, comme l'explique Thouvenin [2002], l'innovation doit être considérée comme un processus d'une grande complexité faisant intervenir différents paramètres, tels que :

- la connaissance des modalités de financement des projets de R&D [Brown et al. 2012],
- la nécessité d'une modification organisationnelle [Bianchi et al. 2011; Chang et al. 2012],
- l'exploitation de nouvelles méthodes de travail et de nouveaux outils [Lahonde 2010],
- l'incorporation de compétences internes et externes [Caloghirou et al. 2004].

Ces thématiques de recherche se rattachent directement à celles abordées dans le cadre de nos travaux. En effet, ces derniers investiguent de nouveaux modèles, méthodes et outils de conception et d'innovation dans un secteur particulier en intégrant des flux de connaissances internes et externes. Puisque notre projet s'inscrit dans une recherche partenariale, les chapitres suivants présentent les deux partenaires de recherche impliqués et positionnent nos travaux de thèse au sein des deux structures.

1.2. Le Laboratoire Conception de Produits et Innovation

1.2.1. *Présentation générale*

Le Laboratoire Conception de Produits et Innovation (LCPI) est un laboratoire de recherche des Arts et Métiers ParisTech (EA 3927). Depuis plus de 40 ans, ses thématiques de recherche sont ancrées dans le domaine du Génie Industriel, et plus particulièrement en Sciences de la Conception. La conception de produits nouveaux et l'optimisation du processus d'innovation sont autant d'activités du laboratoire qui ancrent notre projet de thèse au sein du LCPI.

Dirigés par le Pr. Améziane Aoussat, les travaux de recherche du laboratoire s'inscrivent dans la thématique du Génie Industriel et visent à optimiser les processus de conception et d'innovation, que ce soit dans leurs phases amont ou aval. Ainsi, le processus de conception amont est défini comme le passage de l'état immatériel (idée, concept) à l'état matériel d'un produit (prototype, maquette etc..) [Lahonde 2010] et est caractérisé par une grande complexité et par un aspect fortement pluridisciplinaire (Figure 3).

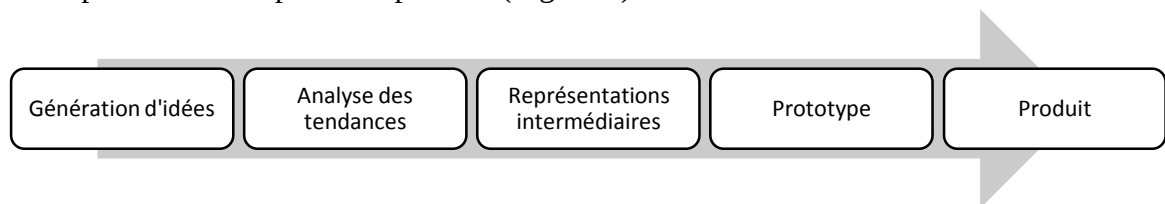


Figure 3 : Le processus de conception de produit

Les activités de recherche du laboratoire s'articulent autour de deux thèmes de recherche; à savoir l'intégration de nouveaux métiers au sein du processus de conception (Pôle métiers) et la formalisation des processus individuels et collectifs constitutifs d'un projet de conception (Pôle processus). Ces deux axes de recherche sont clairement identifiés au sein du laboratoire tout en affichant une ambition commune : l'optimisation du processus de conception et d'innovation, comme représenté en Figure 4.

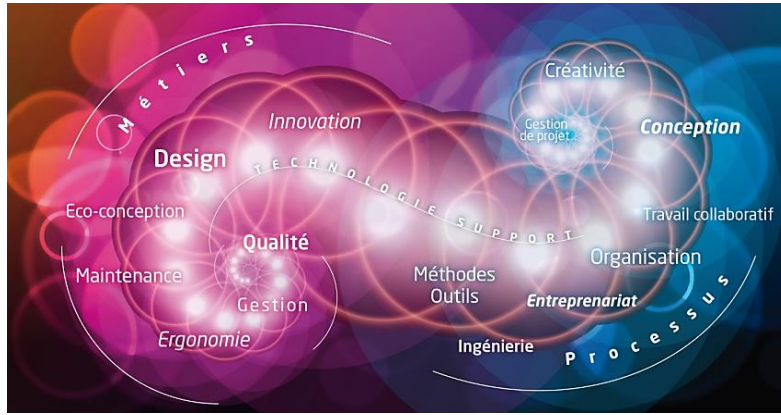


Figure 4 : Représentation graphique des activités de recherche du LCPI

Par ailleurs, l'une des spécificités du laboratoire LCPI est sa très grande proximité avec le monde industriel; ce qui se traduit notamment par son activité de Transfert et de Valorisation de la Recherche (TVR) et par le nombre remarquable de thèses CIFRE soutenues (Conventions Industrielles de Formation par la Recherche). Ce sont ces activités qui permettent de mettre en évidence l'adéquation des modèles de conception proposés avec les contraintes industrielles actuelles. Cette recherche partenariale reflète la volonté du LCPI de relier le monde académique et le tissu industriel. Ainsi, les travaux de thèse présentés dans ce mémoire sont rattachés directement à l'une des deux grandes thématiques de recherche du laboratoire ; à savoir l'optimisation du processus de conception et d'innovation; et ce dans le contexte industriel particulier des bio-industries.

1.2.2. Positionnement de nos travaux au sein du laboratoire

Origine du projet

Les travaux de thèse du Professeur Améziame Aoussat [1990] sont à l'origine du modèle CPN constituant la démarche de conception employée au sein du LCPI, notamment dans le cadre de l'activité TVR. Ce processus de conception non séquentiel présente quatre phases potentiellement itératives (l'itération n'étant pas représentée en Figure 5) :

- la traduction "d'un besoin ou d'une volonté", finalisée par la rédaction d'un Cahier des Charges Fonctionnel (CdCF),
- l'interprétation du besoin, par la génération de principes via des méthodes de créativité permettant d'aboutir à une "solution originale",
- le développement de la solution, qui s'effectue grâce "aux moyens techniques" mis en place,
- la validation de la solution, notamment grâce à des tests utilisateur pouvant ainsi aboutir à la production industrielle.

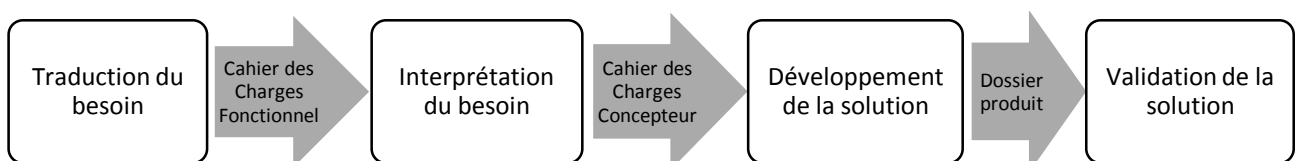


Figure 5 : Grandes étapes de la méthode de conception globale (adapté de Aoussat 1990)

La définition de l'invention proposée par Utterback reprend également les trois premières phases du modèle CPN. Selon lui, l'invention est la proposition d'une solution originale résultant d'un besoin (ou d'une volonté) et traduite par l'ensemble des informations inhérente aux moyens techniques auxquels ce besoin (ou cette volonté) feront appel [Utterback 1971]. On comprend donc que la conversion d'une invention en produit innovant ne peut se faire que si elle remplit un certain nombre de critères, en particulier l'acceptation sociétale. Cette distinction était déjà au cœur de la vision schumpetérienne de l'innovation considérée comme le « premier usage commercial d'un produit, procédé ou service » [Schumpeter 1939]. C'est pourquoi la prise en compte du potentiel d'innovation d'un nouveau produit nous paraît être une piste de choix pour optimiser le processus de conception. On retrouve un positionnement de recherche comparable dans le cadre de précédents travaux de doctorat réalisés au sein du laboratoire CPI.

Ainsi, dès 2002, Thouvenin s'est intéressé aux moyens de soutien de l'innovation au sein des PME-PMI. Ses travaux l'ont conduit à poser l'hypothèse du « Juste Nécessaire Méthodologique » pour soutenir le processus d'innovation dans ce type de structure. Ces travaux reflètent la nécessité de proposer des outils, méthodes et modèles adaptés aux spécificités de la structure d'accueil [Thouvenin 2002].

Dans sa thèse de doctorat, Roulet s'est intéressé à l'intégration d'une nouvelle technologie au sein d'une PME-PMI dans l'objectif d'une différenciation forte par rapport à ses concurrents [Roulet 2006]. La proposition d'un macro-modèle prenant en compte les problématiques de collaboration dès les phases amont du projet a mis en évidence la nécessité de telles pratiques pour réaliser un « saut » technologique au sein d'une PME.

Plus récemment, la thèse de Marc Trela soutenue en 2013 a pour ambition d'évaluer la capacité d'innovation d'une entreprise et de proposer des méthodologies visant à la développer. Pour ce faire, il s'est attardé sur la synergie entre la théorie de résolution des problèmes inventifs (TRIZ) et la Stratégie Océan Bleu (BOS) dans le secteur du chauffage domestique. Ces travaux tendent à confirmer que la prise en compte des enjeux de différenciation commerciale dès les phases amont constitue une piste prometteuse pour améliorer la capacité d'innovation d'une organisation [Trela 2013].

Dans le cadre de nos travaux, l'objectif est de formaliser un processus de conception intégrant les spécificités des pratiques d'innovation dans les secteurs bio-industriels. Nous nous appuyons d'une part sur la connaissance des phases amont du processus de conception du LCPI et sur l'expertise de l'EBI dans les secteurs bio-industriels. Cette démarche visera l'obtention d'une vision globale du processus d'innovation en l'illustrant par notre cas d'étude : la synthèse de particules d'argile. Le positionnement de notre recherche est donc très clairement ancré dans la thématique "Optimisation de processus" du laboratoire. Néanmoins, nos différentes expérimentations industrielles ont mis en évidence qu'il était primordial d'intégrer la vision métier dans ce processus. C'est pourquoi le positionnement présenté en Figure 6 recouvre légèrement l'axe "Intégration des métiers".

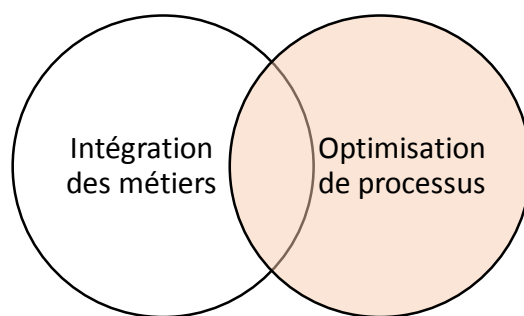


Figure 6 : Positionnement de la thématique de recherche au sein du LCPI

Originalités des travaux

Au sein du LCPI, des travaux de recherche ont été menés dans des entreprises de toutes tailles (PME, entreprises de taille intermédiaire ou grands groupes) avec un objectif commun : appréhender de façon plus fine et ainsi optimiser le processus d'innovation. Notre projet, quant à lui, s'est déroulé au sein du laboratoire EBInnov[®], une structure d'accueil originale. Ce laboratoire de recherche est ancré à une école d'ingénieur privée mais n'a pas pour ambition de commercialiser ses propres produits. Définie comme une plateforme d'innovation basée sur l'expertise pluridisciplinaire des professeurs de l'EBI, elle se focalise sur l'accompagnement des entreprises bio-industrielles dans leur processus de conception de produits. Ce rôle de support a été l'une des caractéristiques qu'il a fallu prendre en compte dès le début de nos travaux. Le secteur des bio-industries qui constitue notre secteur d'activité expérimental est également une originalité en soit puisque la formalisation de modèles de conception et d'innovation est encore peu investiguée dans ces secteurs basés sur les sciences biologiques [Meyer-Krahmer et al. 1998]. En effet, il apparaît que ces thématiques ont émergées des secteurs d'ingénierie pure tels que l'automobile [Longueville 2003], la mécanique [Roulet 2006] ou encore le secteur énergétique [Trela 2013]. C'est pourquoi notre sujet de recherche investiguant ces thématiques dans les bio-industries présente une originalité au sein de la communauté scientifique en Génie Industriel.

Finalement, il se dégage des différents travaux de thèse cités précédemment une volonté commune d'intégrer la problématique de la réussite commerciale et des aspects collaboratifs dès les phases amont des projets de recherche ou de développement. Ce sont autant de points communs à nos travaux qui ancrent notre recherche au sein de la discipline du Génie Industriel tout en leur conférant un aspect original apporté notre terrain d'expérimentations ancré dans les secteurs bio-industriels.

1.3. L'Ecole de Biologie Industrielle (EBI)

Le projet de thèse décrit dans ce mémoire s'est déroulé en partenariat avec le laboratoire EBInnov[®] de l'Ecole de Biologie Industrielle. Ce chapitre présente le contexte ayant conduit à notre projet de recherche ainsi que les spécificités de notre structure d'accueil.

1.3.1. Présentation générale

L'Ecole de Biologie Industrielle a été créée en 1992 au sein du réseau local des écoles de l'Institut Polytechnique Saint-Louis (IPSL). Elle est membre de la CGE depuis 2008, de la CDEFI depuis 2006 et de l'UGEI depuis novembre 2010. Elle est certifiée ISO9001:2008 par Bureau Veritas Certification depuis novembre 2010 pour la « conception et réalisation de

programmes de formation diplômante de niveau I ». Elle délivre un titre d'ingénieur diplômé par habilitation de la Commission des Titres d'Ingénieur en date du 6 juillet 1999 pour deux ans, renouvelée en 2000 puis 2006 pour six ans jusqu'en 2012. Elle a été reconnue par l'Etat par décret du 24 janvier 2002. Les ingénieurs diplômés de l'EBI sont destinés à exercer dans des secteurs industriels utilisateurs d'applications techniques ou scientifiques de la biologie, comme les secteurs pharmaceutiques, cosmétiques, agroindustriels ou des métiers industriels liés à l'environnement [Lhéritier 2013]¹.

La grande proximité de l'EBI avec le milieu industriel se traduit notamment par la présence au sein de son Conseil d'Administration de dirigeants des grands secteurs bio-industriels tels qu'Air Liquide, Galderma ou EFFIK. Ainsi, le Conseil d'Administration de l'EBI est actuellement présidé par Patrick Andrillon, ancien Directeur Qualité du Groupe L'Oréal. Les ingénieurs diplômés de l'EBI possèdent une culture scientifique très large couplée à une expertise marquée dans les secteurs dits "bio-industriels", c'est-à-dire les industries dont les procédés de fabrication et les produits sont basés sur une connaissance approfondie du vivant.

En parallèle de leurs charges d'enseignement, les dix-huit professeurs permanents de l'EBI (tous docteurs / PhD) mettent leur expertise à contribution pour la réalisation d'études techniques, de transfert de technologie ou de prestation de services pour des partenaires industriels. Ces activités ont ainsi été regroupées au sein du laboratoire EBInnov[®] dédié à la recherche et au développement de nouveaux produits ainsi qu'à l'accompagnement des partenaires industriels dans leurs activités de recherche.

1.3.2. Le laboratoire EBInnov[®]

C'est en 2008 que les quatre pôles de recherche ont été fédérés dans le laboratoire EBInnov[®] et que la grille d'évaluation des travaux scientifiques propre à l'établissement a été créée. Il est indispensable de comprendre à ce stade que ce « laboratoire » n'est pas identifiable en tant qu'unité de recherche comme le sont les unités publiques, du fait du statut de l'établissement et de son stade de développement. Cependant, le retour positif de la commission des titres d'ingénieurs en mai 2010 sur la production et la gouvernance de la recherche, et la contractualisation de l'établissement par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche le 21 juillet 2010 sont des signaux indiquant que la stratégie de développement de l'établissement prend en compte les grandes orientations du service public de l'enseignement supérieur [Lhéritier 2013]¹. Le développement de la valorisation a généré des contrats industriels facilitant tout d'abord l'accueil de stagiaires ingénieurs et permettant de définir des axes de recherche justifiant l'accueil de doctorants. Ainsi, l'ensemble des activités scientifiques de l'EBI est regroupé au sein du laboratoire EBInnov[®] et structuré par activité thématique comme représenté en Figure 7.

¹ Parties extraites de l'HDR d'Anne-Marie Pensé-Lhéritier et rédigées par Florence Dufour, Directeur Général de l'EBI.



Figure 7: Les Pôles et la roue de l'innovation du laboratoire EBInnov®

L'ensemble des thématiques de recherche abordées s'articule en dix champs d'expertise schématisés dans la "roue de l'innovation" présentée en Figure 7. Avec pour objectif principal une réduction du temps de développement, l'expertise du laboratoire regroupe l'ensemble des activités de conception d'un nouveau produit pour les secteurs bio-industriels; à savoir :

- l'étape de recherche appliquée (activités 1 et 2 de la roue de l'innovation),
- la production à l'échelle industrielle (activités 3 et 4),
- leur formulation et l'analyse sensorielle (activités 5 et 6),
- la sécurité des produits (activités 7 et 8),
- et la prise en compte de la fin du cycle de vie (activités 9 et 10).

Au-delà des activités de coopération technologique menées avec ses partenaires industriels, la recherche en interne d'EBInnov® a abouti au développement de plusieurs technologies ayant fait l'objet de dépôt de brevets français, européens et mondiaux; en propre (Tableau 1) ou en partenariats avec de jeunes entreprises innovantes (non présenté ici).

Tableau 1 : Brevets déposés en propre par le laboratoire EBInnov®

Pôle (Responsable)	Date	Titre et description	Référence(s) brevet
Projet Cutcolumn®			
Biologie Moléculaire (Dr Elm Selmi)	2009	Procédé de production d'une protéine d'intérêt grâce à une nouvelle protéine de fusion.	FR 2944799 (B1) EP 2430163 (A1) WO 2010125312 (A1)
Projet EBIgel®			
Formulation et Analyse sensorielle (Dr Pensé-Lhéritier)	2009	Procédé de fabrication d'une émulsion gélifiée huile-dans-eau par voie directe et indirecte à froid et à faible agitation.	FR2944458 (B1)
Projet EBISilc®			
Formulation et Analyse sensorielle (Dr Pensé-Lhéritier)	2011	Procédé de préparation d'argiles ayant de nouvelles propriétés physico-chimiques.	EP2567940 (A1)

Ces travaux reflètent l'expertise pluridisciplinaire de notre structure d'accueil, parcourant l'ensemble des étapes de conception d'un nouveau produit dans les secteurs bio-industriels. En effet, la technologie brevetée par le Pôle Biologie Moléculaire présente un intérêt certain pour les secteurs pharmaceutiques et cosmétiques. La production et la purification de protéines d'intérêt, à des fins thérapeutiques ou non, est un enjeu de taille pour ces industries. Par ailleurs, les deux technologies brevetées par le Pôle Formulation et Analyse Sensorielle sont caractéristiques de son expertise. En effet, elles proposent de nouveaux ingrédients ou de nouveaux procédés de formulation prenant en compte les impacts environnementaux et sociétaux des produits formulés [Lhéritier 2013].

Afin de convertir ces inventions brevetées en innovation, c'est-à-dire leur conférer une réalité industrielle suivie d'une réussite commerciale, il semble primordial d'avoir une vision globale des grandes problématiques auxquelles doivent faire face les acteurs bio-industriels. C'est pour cette raison que la partie suivante vise tout d'abord à définir les bio-industries comme terrain pour nos expérimentations puis à donner une vision globale du contexte actuel de l'innovation bio-industrielle.

1.4. Définition des bio-industries comme terrain expérimental

1.4.1. Des biosciences aux bio-industries

Le concept de bio-industrie ne trouve pas de définition univoque dans la littérature. Hormis des définitions très générales, telles que celle proposée par Thonart [2001] pour qui l'activité des bio-industries consiste à "exploiter industriellement les potentialités des microorganismes (bactéries, levures et champignons) et des cellules animales et végétales", il s'agit d'un concept très peu décrit dans la littérature scientifique, et bien trop souvent confondu avec le terme d'entreprise de biotechnologie. En effet, les biotechnologies sont définies comme étant « l'application de la science et de la technologie à des organismes vivants, de même qu'à ses composantes, produits et modélisations, pour modifier des matériaux vivants ou non vivants aux fins de la production de connaissances, de biens et de services » [OCDE 2005]. Elles caractérisent ainsi des solutions techniques ayant connu un essor considérable depuis une

quarantaine d'années. Elles s'appuient sur les avancées non seulement en théories des biosciences et en biologie moderne mais également en chimie, physique, nanosciences etc... Or, toute l'ambiguïté de ce terme réside dans le fait qu'il caractérise aussi bien des activités ancestrales (comme la fermentation alimentaire) qu'un état d'esprit résolument moderne et en constante évolution (tel que le génie génétique). Les biotechnologies couvrent en effet un spectre très large [Broun et al. 1981], comme représenté dans le Tableau 2:

Tableau 2 : Inventaire des biotechnologies, adapté de VanBeuzekom et Arundel [2009]

PCR : amplification de gènes	Enzymologie	Modélisation moléculaire
ADN recombinant	Fermentation	Molécules anti sens
Anticorps monoclonaux	Fonctionnalisation des gènes	Pharmaco génomique
Bio-informatique	Galénique	Protéomique
Bioprocédé	Hormones / Facteurs de croissance	Purification / Séparation
Biopuces	Hybridation, fusion cellulaire	Séquençage
Bioréacteur	Ingénierie des glucides	Synthèse de molécules
Chimie chirale	Ingénierie des lipides	Vecteurs (délivrance)
Chimie combinatoire	Ingénierie des protéines	Traitement produits sanguins
Contrôle des procédés	Ingénierie des tissus	
Criblage de molécules à haut débit	Instrumentation	Transgénèse
Cultures tissulaires et cellulaires	Isolation et synthèse de peptides	

Finalement, il faut se tourner vers des définitions plus anciennes pour appréhender précisément le concept de bio-industries. C'est ce que mettent en lumière Rosnay et Gros [1979] pour qui "en raison de progrès marquants dans plusieurs disciplines biologiques fondamentales [...], la biologie émerge des laboratoires pour entrer, après la physique et la chimie, dans le domaine industriel [si bien qu'il] se crée aujourd'hui un nouveau "tissu" industriel aussi important pour l'activité économique et sociale que ne l'a été la chimie [...] et qui constitue le secteur de la bio-industrie". Cette boucle itérative constante entre les « connaissances » scientifiques et techniques et « la solution proposée » correspond à la boucle de l'invention que nous proposons pour illustrer le lien entre biosciences et biotechnologies, allant de la transformation des connaissances en technologie (Figure 8). Cependant, les biotechnologies n'ont véritablement de valeur économique qu'une fois transférées sur un marché déterminé via une démarche entrepreneuriale. C'est cette vision schumpetérienne de l'innovation [Schumpeter 1939] formalisant le lien entre les technologies et les industries les exploitant qui nous permet d'appréhender l'essor du "tissu" bio-industriel défini par Rosnay et Gros [1979].

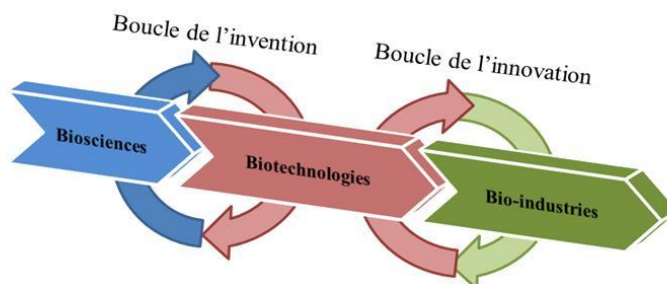


Figure 8 : Des biosciences aux bio-industries

La Figure 8 ci-dessus schématise les liens existant entre les biosciences, les biotechnologies et les bio-industries. Outre la distinction entre ces trois termes, ce schéma tente également

d'illustrer le passage séquentiel d'une notion à l'autre. En effet, un processus d'invention est nécessaire pour convertir l'idéation en prototype biotechnologique et un processus d'innovation est nécessaire pour donner une réalité industrielle aux inventions biotechnologiques. Ainsi, Chiaroni et Chiesa [2006] estiment que les acteurs ayant anticipé l'importance des potentialités de ces nouvelles technologies se sont regroupés en clusters puis en secteurs d'activités distincts ; la diversité obtenue étant due aux applications industrielles visées. Ces dernières dépendent en effet à la fois du système biologique considéré (humain, animal, végétal ou environnemental) et de l'action envisagée (santé, nutrition ou reproduction) [Saives et al. 2005]. Nous retiendrons de cette définition quatre secteurs bio-industriels majeurs, à savoir :

- les industries pharmaceutiques (santé humaine et animale),
- les secteurs parapharmaceutiques et cosmétiques (santé humaine),
- le secteur agro-alimentaire (la nutrition humaine),
- et la préservation de l'environnement [Saives et al. 2005].

En parallèle, d'autres secteurs bio-industriels mineurs peuvent également être mis en évidence au vu de cette définition :

- le secteur phytosanitaire (santé et nutrition végétale),
- l'agriculture (applications de la biotechnologie animale et végétale),
- les industries de l'analyse médicale ou biologique (santé humaine),
- ou encore l'industrie du dispositif médical (santé humaine).

Cependant, malgré une origine commune basée sur l'exploitation industrielle des sciences du vivant, chacun de ces secteurs est soumis à un contexte d'innovation particulier.

1.4.2. Contexte d'innovation bio-industrielle

Les bio-industries sont soumises à un contexte d'innovation en plein bouleversement économique, technologique et réglementaire. En effet, malgré l'ensemble des moyens mis à leur disposition, les laboratoires de R&D bio-industriels peinent à développer en interne de nouveaux produits, procédés ou services. Depuis longtemps, les grands acteurs bio-industriels ont externalisé tout ou partie de leur activité de conception, que ce soit dans le secteur pharmaceutique (entreprises de biotechnologies), le secteur cosmétique (fournisseur d'ingrédients) ou agro-alimentaire (fournisseurs). Ces problématiques mettent en évidence une réelle nécessité de modification des schémas d'innovation dans ces secteurs. L'un des exemples les plus parlants est celui des laboratoires pharmaceutiques dits "traditionnels". Ces derniers, avec une croissance de l'ordre de 4% doivent faire face à la concurrence des fabricants de génériques qui affichent des perspectives de 10 à 20% de croissance par an dans les prochaines années. Ainsi en Europe, entre 2010 et 2014, 40% du Chiffre d'Affaires lié à la vente de certains médicaments blockbusters (molécules rapportant plus d'un milliard de dollars par an), est devenue accessible aux génériqueurs, comme illustré en Figure 9. Il s'agit d'un bouleversement connu sous le nom de « Patent Cliff », phénomène largement anticipé par les fabricants de médicaments génériques mais très peu par les Big Pharmas [Hudson 2000].

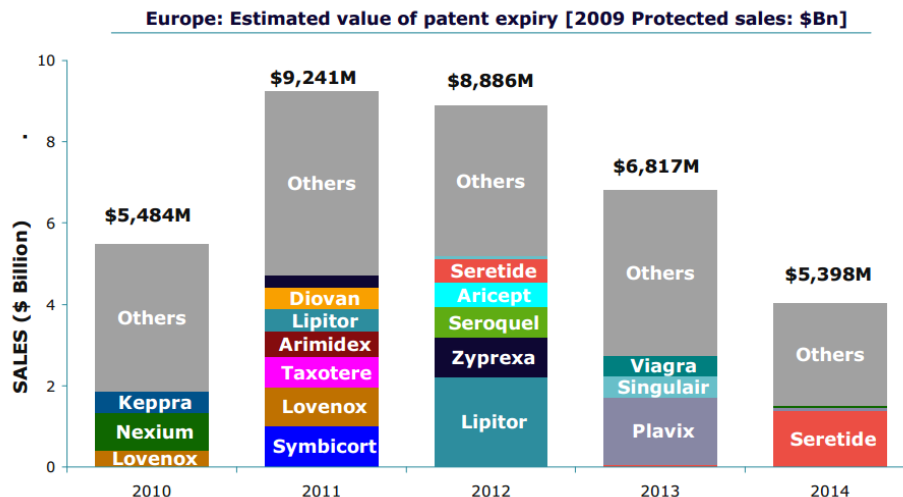


Figure 9 : Blockbusters présentant un risque générique, extrait d'IMS Health MIDAS Market Segmentation Juin 2009.

Ces phénomènes sont également amplifiés par un contexte réglementaire de plus en plus stricte dans l'ensemble des secteurs bio-industriels, que ce soit par :

- une exigence croissante des autorités de régulation sanitaire. Cela se traduit concrètement par un nombre relativement stable d'autorisation de mises sur le marché dans le secteur pharmaceutique alors que les coûts de recherche explosent (Figure 10). On parle alors de crise de la productivité.

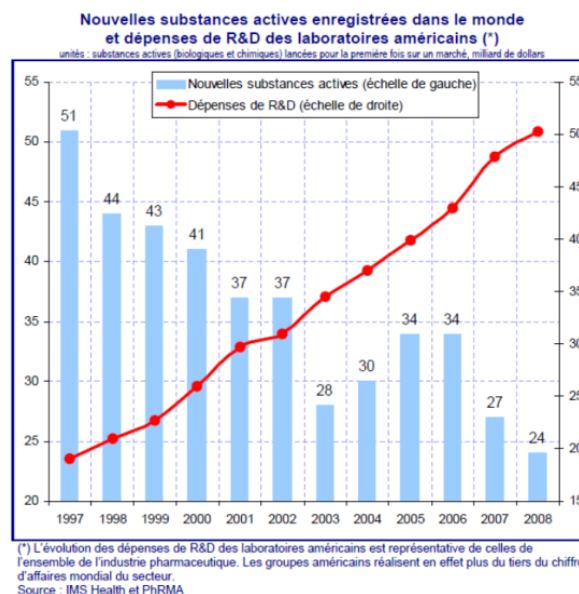


Figure 10 : Représentation de la baisse de productivité de la recherche pharmaceutique (source : IMS Health)

- la mise en application de la réglementation REACH (règlement sur l'enregistrement, l'évaluation, l'autorisation et les restrictions des substances chimiques) qui impose de nouvelles obligations, à la fois pour les fabricants et les importateurs de substances chimiques. Cette réglementation impacte donc l'ensemble des acteurs bio-industriels [Cooper et al. 2007].

- le 7ème amendement de la directive européenne sur les produits cosmétiques [Recasens 2006] qui vise à interdire l'expérimentation animale pour tester les produits cosmétiques et prenant effet en juillet 2013. Cette réglementation entraîne l'émergence de méthodes substitutives prédictives, telles que les modèles de peaux reconstruites Episkin® [Eilstein et al. 2008].
- la nécessité d'obtenir une autorisation de mise sur le marché pour les nouveaux produits destinés au secteur phytosanitaire [Gaynor 1996], avec une validité de 10 ans.

Le développement de nouveaux produits dans le secteur pharmaceutique présente également des caractéristiques de propriété industrielle et de management stratégique particulières [Gupta et al. 2010]. Ainsi, la nécessité de lourds investissements financiers dès les phases amont du projet [Coombs et al. 2006] n'est compensée qu'après une longue période de développement, généralement comprise entre dix et quinze ans, comme cela est représenté en Figure 11.

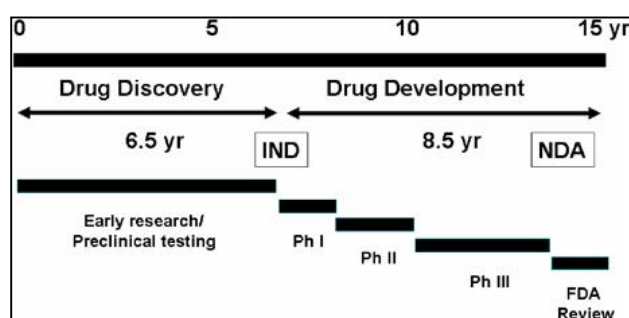


Figure 11 : Cycle du développement d'un médicament, extrait de Liu et al. [2009]

Les tendances observées montrent que les marchés visés par les bio-industries sont en évolution permanente et que la concurrence accrue demande à innover dans l'établissement de nouvelles collaborations et/ou partenariats. En effet, puisque ces industries, et notamment l'industrie pharmaceutique, ont toujours eu des liens étroits avec les universités et les entreprises biotechnologiques, la recherche de nouvelles idées auprès de ces acteurs est une stratégie de choix pour faire face à l'essoufflement de pratiques internes.

C'est pourquoi les entreprises bio-industrielles sont à la recherche d'équipe innovantes travaillant sur des concepts novateurs, que ce soit de nouvelles molécules ou de nouveaux ingrédients. Cela se traduit concrètement par un très grand nombre de partenariats entre de grands laboratoires pharmaceutiques et des universités de renom.

Dans cette optique, GSK a créé en 2005 un "Centre d'excellence pour la découverte extérieure de médicaments" dont l'objectif est de localiser les universitaires et les startups travaillant sur des médicaments prometteurs. Les projets d'intérêt reçoivent non seulement un financement mais également des conseils sur la façon de transformer ces idées en candidats médicaments. En 2012, Sanofi a prolongé son partenariat avec l'Université Californienne de San Francisco (UCSF) pour la recherche de nouveaux traitements contre les diabètes de type I et II suite aux travaux communs réalisés en traumatisme cérébral et en oncologie. Par ailleurs, Merck a accordé un financement de 2 millions de dollars au Consortium de Recherche en Oncologie Clinique du Québec (Q-CROC) pour le développement de traitements personnalisés en cancérologie.

On relève également de nombreuses initiatives multipartenaires. C'est le cas de l'alliance entre Eli Lilly, Merck et Pfizer qui a initié en 2010 une collaboration étroite avec de grandes universités de Hong Kong et de Singapour pour lutter contre les cancers touchant les populations asiatiques. Citons également l'initiative de Roche, Eli Lilly, Servier, Janssen Pharmaceutica (Johnson et Johnson) et Pfizer ayant financé conjointement différents instituts de recherche sur l'autisme; tous dirigés par le King's College de Londres. La prise en compte des sources de connaissances externes apparaît donc indispensable pour redynamiser la mise sur le marché de nouveaux produits répondant aux exigences actuelles. En parallèle, les laboratoires académiques connaissent également une modification profonde de leur organisation, puisqu'ils font face à une raréfaction des financements publics. Le rapprochement vers des partenaires industriels ayant la volonté de financer des projets de recherche est une alternative de choix pour pérenniser l'activité des organisations académiques. L'objet de cette thèse est donc de formaliser un modèle permettant une meilleure adéquation entre les besoins de ces secteurs et l'expertise apportée par les laboratoires de recherche. Ce dernier sera ainsi illustré par un exemple concret : la synthèse d'un nouvel ingrédient polyfonctionnel pour les secteurs bio-industriels.

1.5. Le projet EBISilc®

C'est dans ce contexte particulier que mon activité au sein du laboratoire EBInnov® a consisté à accompagner la valorisation d'un nouvel ingrédient pour les secteurs bio-industriels. Ce projet nommé EBISilc® ayant servi de terrain expérimental « technique » vise à synthétiser de nouvelles particules d'argile ayant des propriétés physico-chimiques adaptables. Cette technologie possède, a priori, un potentiel applicatif fort pour les secteurs pharmaceutique, cosmétique, phytosanitaire et de l'environnement.

Plus précisément, ce projet de recherche a été développé dans la thématique « Synthèse de nouveaux ingrédients » au sein du Pôle Formulation, en collaboration avec un consultant scientifique externe, Mr Gérard Holtzinger (PhD), ingénieur de recherche dans l'industrie cosmétique et ancien membre du Conseil d'Administration de l'EBI.

La technologie EBISilc® développée permet d'obtenir une large variété de fonctionnalisations par le biais d'une sélection rigoureuse des précurseurs et par le contrôle des paramètres du procédé. Débuté en 2008 en partenariat avec le Pr. Yahya Bensouda et le Pr. Younes Rahali de la Faculté de Médecine et de Pharmacie de Rabat (Maroc), le projet a connu diverses étapes clés représentées en Figure 12. Dès 2011, le projet a reçu le soutien d'un financement OSEO innovation (OSEO N°A 11 03 011 Z) ce qui a permis d'initier des travaux visant à valider la robustesse et à optimiser le procédé de synthèse [Romon 2011]. Ces travaux ont par la suite conduit à une demande de brevet européen en Septembre 2011.



Figure 12 : Grandes phases du projet EBISilc®

Afin de mettre en lumière d'autres applications de ces particules, une étude des voies de valorisation a été réalisée avec l'appui d'un cabinet de conseil en management de l'innovation. Pour compléter cette approche, l'équipe projet a proposé un sujet de thèse de doctorat et s'est rapprochée du Laboratoire Conception de Produits et Innovation des Arts et Métiers ParisTech, dirigé par le Pr Améziane Aoussat.

Il existe sur le marché une large gamme d'argiles synthétiques ou semi-synthétiques répondant à des problématiques variées. Cependant, aucun procédé de synthèse d'argile à l'échelle industrielle n'est actuellement basé sur la chimie dite sol-gel. Or, cette technique s'appuie sur une large variété de précurseurs fonctionnels permettant d'envisager de multiples fonctionnalisations. Les objectifs fixés en début de projet ont donc été les suivants :

- enrichir la connaissance des procédés de synthèse de particules d'argile par voie sol-gel,
- initier les pistes de valorisation mises en évidence,
- mettre en évidence d'autres voies de valorisation ;
- et adapter le procédé de synthèse en fonction des exigences soulevées par les entreprises interrogées.

Ces travaux devront également permettre de proposer une stratégie de valorisation applicable à l'ensemble des brevets du laboratoire et ainsi optimiser le processus d'innovation en prenant en compte les spécificités de chaque projet et des secteurs visés dès les phases amont.

Afin de répondre à cette problématique industrielle et de recherche, le chapitre suivant vise à parcourir les différents éléments présents dans la littérature en lien avec notre sujet. Cela nous conduira à investiguer plusieurs champs de recherche. Tout d'abord, nous effectuerons une revue de la littérature des principaux modèles de conception et d'innovation et nous focaliserons notre attention sur un modèle actuel : le paradigme de l'innovation ouverte (Open Innovation).

Puisque les secteurs bio-industriels se basent sur un socle de connaissance important, nous nous focaliserons ensuite sur les différents procédés de synthèse d'argile afin de positionner notre cas d'étude dans son contexte de recherche. L'objectif de cette revue de la littérature sera alors de faire émerger une problématique de recherche originale et adaptée à notre contexte industriel et de recherche.

2. Etat de l'art : processus de conception et d'innovation

2.1. L'innovation : un concept multiple

Que ce soit pour la communauté scientifique en management de l'innovation ou pour les industriels, il n'y a pas de véritable consensus sur la définition de l'innovation. Elle peut en effet varier en fonction du secteur d'activité et du département de l'entreprise. Néanmoins, l'innovation qui correspond au « premier usage commercial d'un produit, d'un procédé ou d'un service, qui n'a jamais été exploité auparavant » [Schumpeter 1939] est considérée par tous comme l'un des principaux moteurs de l'économie en général, et des entreprises en particulier. Cela s'applique aussi bien pour les PME [Hoffman 1998] que pour les multinationales [Ivo 1999].

On retrouve cependant plusieurs propositions de définition dans la littérature. Le fondateur de l'*International Society for Professional in Innovation Management* (ISPIM), Knut Holt [1978], définit l'innovation comme la fusion d'un besoin de l'utilisateur et d'une opportunité technologique: "L'innovation est la création et l'adoption de quelque chose de nouveau créant de la valeur pour l'organisation qui l'adopte". Les trois termes mis en évidence par cette définition sont donc la nouveauté, l'adoption et la création de valeur.

L'aspect novateur n'est cependant pas une valeur intrinsèque mais dépend du système considéré. Ainsi, une idée ne doit pas nécessairement être entièrement nouvelle, mais elle doit l'être pour l'organisation ou le secteur d'activité considéré. Finalement, l'adoption de cette nouveauté met en lumière la nécessité d'une intégration sociétale de l'invention. En effet, Fleming et Sorensen [2004] définissent l'invention comme « provenant soit d'une nouvelle combinaison de composants technologiques, ou par la reconfiguration de combinaisons existantes ». Ainsi, la création de valeur à partir d'une nouveauté est le paramètre de choix qui permet de distinguer une invention d'une innovation. On retrouve ici les trois dimensions que le produit innovant doit intégrer selon Nadeau et al. [2004] :

- la dimension technologique (répondant à des facilités d'usage),
- la dimension sociétale (répondant à un besoin identifié),
- la dimension économique (répondant à une demande commerciale).

Cette vision est partagée par l'économiste autrichien Schumpeter qui soutient que l'innovation correspond à la mise en valeur économique et sociétale de l'invention [Schumpeter 1939]. Ainsi, l'innovation va au-delà de la dimension purement technologique. Giget [1994] considère également que l'invention et l'innovation ne sont pas de même nature. L'invention est un succès si la réussite technique est avérée ; c'est-à-dire que la nouvelle technologie fonctionne et qu'elle apporte une avancée à la connaissance scientifique et technique. En revanche, l'innovation va au-delà puisqu'elle traite de la réussite non seulement technique mais également commerciale, sociétale et économique de l'invention. C'est cette diversité d'enjeux qui rend le processus d'innovation bien souvent long et complexe [Thouvenin 2002].

Cette distinction subtile entre invention et innovation se retrouve également dans les indicateurs de la performance d'innovation fréquemment utilisés; à savoir le nombre de brevets déposés,

parfois conjugué aux investissements en R&D (par rapport au chiffre d'affaire) et au nombre de chercheurs. Or, l'utilisation des brevets comme indicateur de l'innovation présente plusieurs inconvénients :

- ils peuvent avoir une valeur économique parfois négligeable,
- la disposition à breveter varie en fonction des entreprises et du pays considéré,
- certains brevets ne sont pas utilisés dans des innovations,
- certaines innovations n'ont pas de contenu brevetable [Narayana 2005].

Cette première approche met en lumière la difficulté de proposer une définition univoque de l'innovation. Néanmoins, la littérature scientifique tente de mettre en évidence les principales caractéristiques de ce concept multiple, et distingue plusieurs types et plusieurs degrés d'innovation.

2.1.1. *L'innovation en tant que résultat*

Le langage courant tend à définir l'innovation comme un résultat. Elle peut être définie par sa nature (technologique ou non technologique) mais également par son domaine d'application, comme présenté dans le Tableau 3 :

Tableau 3 : Typologies d'innovation, adapté de [Ammar 2010]

Innovation technologique	Innovation non technologique
Innovation de produit	Innovation de service
	Innovation d'organisation
	Innovation de commercialisation
Innovation de procédé	Innovation de modèle économique

Par ailleurs, l'intensité ou degré d'innovation est également utilisé comme un paramètre de segmentation. On distingue les innovations incrémentales qui sont basées sur les compétences internes de l'entreprise et sont caractérisées par des changements technologiques mineurs comparé aux produits actuellement sur le marché. A l'opposé, les innovations de rupture (ou radicales) permettent de réaliser des bons technologiques et ainsi proposer des produits radicalement nouveaux. De telles innovations sont à l'origine des changements profonds au sein de l'entreprise, d'un point de vue technique ou commercial [McDermott et al. 2002].

Pour aller plus loin, la matrice proposée par Booz-Allen et Hamilton [Booz-Allen et al. 1982] propose une classification suivant le degré de nouveauté pour l'entreprise, représenté dans les lignes, et pour le marché, représenté dans les colonnes (Tableau 4). La matrice qui en découle décrit ainsi une évolution croissante du degré d'innovation global en suivant la diagonale montante de gauche à droite.

Tableau 4 : Matrice de Booz et Allen [Booz-Allen et al. 1982]

Nouveauté pour l'entreprise / pour le marché			
	Basse	Moyenne	Haute
Haute	Nouveau pour la société		Nouveau dans le monde
Moyenne	Produit amélioré	Gamme de produits étendue	
Basse	Réduction des coûts	Repositionnement	

2.1.2. L'innovation en tant que processus

L'innovation au sens commun du terme désigne un nouveau produit, procédé ou service, c'est-à-dire un résultat. C'est d'ailleurs la définition donnée par le dictionnaire Larousse. Cependant, une autre vision est apportée par la littérature scientifique. L'innovation peut également être considérée comme un processus, c'est-à-dire comme l'ensemble des actions menées afin d'atteindre ce résultat [Roulet 2006]. C'est cette vision qui est soutenue par le manuel d'Oslo de 2005, le document de référence pour la collecte et l'exploitation de données relatives à l'innovation [Manuel d'Oslo 2005]. Ce manuel définit l'innovation technologique de produit et de procédé comme "l'ensemble des démarches scientifiques, technologiques, organisationnelles, financières et commerciales qui aboutissent, ou sont censées aboutir, à la réalisation de produits ou procédés technologiquement nouveaux ou améliorés. Certaines peuvent être intrinsèquement innovantes, d'autres ne le sont pas véritablement, mais elles sont indispensables pour arriver à un résultat concret."

Le processus d'innovation est en effet composé d'une succession d'activités réalisées de façon séquentielle ou non. La première d'entre elles consiste en la génération d'idées et donc aux premières phases du processus de conception. Plusieurs raisons peuvent être à l'origine de cette première étape d'idéation : une découverte scientifique, l'identification d'un besoin du marché ou une réelle nécessité d'innover pour l'entreprise. Le processus se conclut par la mise sur le marché de cette nouveauté qui deviendra « innovation » si celle-ci est une réussite commerciale (Figure 17).

Dans la suite de ce mémoire, nous retiendrons la vision de l'innovation comme un processus permettant de concevoir de nouveaux produits ou procédés. En effet, dans le cadre de nos travaux de thèse, nous souhaitons mettre en évidence l'intégration croissante des différents flux d'informations tout au long de ce processus.

2.2. Évolution des processus d'innovation

Les processus d'innovation constituent un sujet de recherche relativement bien documenté dans la littérature. En effet, cette thématique a été investiguée dès le début du XX^{ème} siècle dans le but de modéliser les pratiques observées suite à l'essor du monde industriel. Dans cette partie, nous présentons l'évolution des principaux modèles proposés pour décrire le processus d'innovation. Nous décrirons ainsi les premiers modèles dits linéaires et mettrons en évidence leurs limites. Ces observations nous conduiront à nous intéresser à la formalisation de modèles

plus complexes prenant en compte le rôle croissant des interactions entre les différents acteurs impliqués.

2.2.1. Les modèles linéaires du processus d'innovation

Les premières modélisations du processus d'innovation se focalisent sur l'enchaînement séquentiel des actions permettant de passer de l'étape d'idéation à la commercialisation. Le modèle linéaire séquentiel le plus général est celui proposé par Booz, Allen et Hamilton en 1968. Ce modèle conceptuel est constitué de sept phases, allant de l'élaboration d'une stratégie de développement de nouveaux produits à leur commercialisation.



Figure 13 : Modèle linéaire de Booz et al. [1968] cité par Roulet [2006]

L'accomplissement de chaque phase sanctionne le passage à la phase suivante. Ce type de processus peut être implémenté en milieu industriel selon trois modalités distinctes [Booz et al. 1968] :

- Le mode séquentiel fermé correspond à la réalisation séquentielle des phases du processus, sans échange d'informations entre les différentes équipes.
- Le mode séquentiel ouvert, caractérisé par des phases se déroulant les unes après les autres avec un échange d'informations entre les équipes, et
- Le mode parallèle, où certaines phases peuvent démarrer indépendamment du déroulement des autres phases ; ce qui implique nécessairement un échange d'informations entre les équipes.

Cependant, ce type d'approche est limité par plusieurs facteurs. D'une part, certaines phases clés, telles que l'analyse business ou les étapes de test ne sont pas assez détaillées et nécessiteraient un découpage en éléments plus basiques [Rochford et al. 1992]. Par ailleurs, la succession des tâches ne prend pas en compte le temps de développement. En effet, la réalisation de l'ensemble de ces tâches de façon séquentielle ne permet vraisemblablement pas de réduire le time-to-market; c'est-à-dire le temps nécessaire entre les premières étapes de développement et la mise sur le marché. Finalement, ce modèle conceptuel ne donne que peu d'indications quant à sa mise en pratique opérationnelle.

Dès les années 1940 et jusqu'en 1970, la communauté scientifique s'est accordée sur le fait que le processus d'innovation pouvait être modélisé de façon linéaire, tout en étant décliné de plusieurs façons distinctes. La première, baptisée « Science-push model » par Schumpeter [1939], présuppose que l'arrivée sur le marché de nouveaux produits est due à l'impulsion d'une avancée technologique majeure (Figure 14).

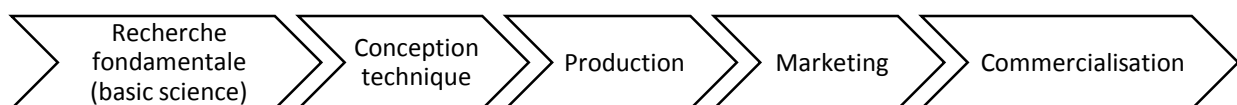


Figure 14 : Le modèle science-push ou techno-push

Durant cette période, le développement de nouvelles technologies et de nouveaux produits a eu pour but de satisfaire une demande en pleine explosion, quelques soient les coûts de R&D qui en découlent.

Par opposition, le modèle proposé par Schmookler [1966] plus connu sous l'appellation "Demand-pull model" est basé sur l'identification d'un besoin du marché. C'est à partir de ce besoin qu'est initié le développement technique, la mise en production ainsi que la commercialisation du produit (Figure 15). En effet, dans les années 1960, l'offre et la demande de nouveaux produits s'étant stabilisées, les entreprises ont dû réaliser des choix stratégiques de différenciation commerciale afin de faire face à une concurrence croissante.



Figure 15 : Le modèle demand-pull

Cependant, le faible degré de décomposition des différentes phases des deux modèles précédemment cités a entraîné une nécessité de formalisation plus détaillée. C'est ce que propose le modèle de Rochford et Rudelius [1992] représenté en Figure 16. Ce modèle détaillé est un modèle linéaire composé de douze étapes séparées en deux catégories distinctes : la résolution du problème et l'implémentation du produit sur le marché.

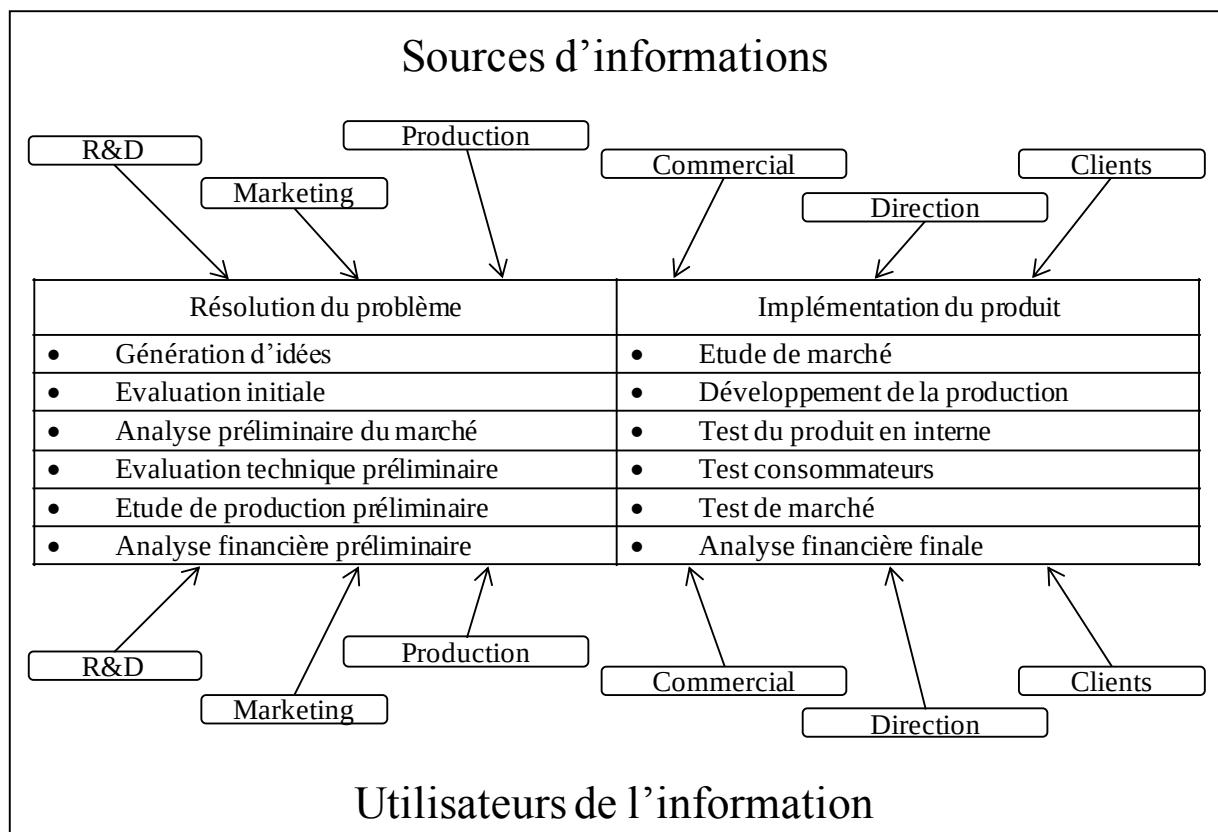


Figure 16 : Modèle d'innovation proposé par Rochford et Rudelius [1992]

La décomposition détaillée de ces deux sous-processus a permis de mettre en évidence une grande variété d'acteurs. Ainsi, six groupes d'individus ont été identifiés comme pouvant soit être des sources d'informations soit avoir besoin des informations générées lors des douze étapes du processus. A noter qu'au-delà des départements internes à l'entreprise (R&D, Marketing, Production, Commercial), les clients apparaissent également dans ce modèle en tant qu'acteur de la génération ou de l'utilisation de connaissances.

Ainsi, les premiers modèles linéaires formalisés mettent tous en exergue trois phases cruciales dans le processus d'innovation. La première d'entre elle consiste à sélectionner et à concrétiser une idée, généralement par le biais d'une étape d'évaluation préliminaire. Cette étape est également désignée comme le "Front-end innovation" ou innovation de première ligne. La seconde étape consiste en la réalisation d'un prototype permettant de valider la faisabilité technique, économique, commerciale de l'idée ou du concept. Finalement, la dernière étape du modèle proposé formalise la production à plus grande échelle, la mise sur le marché du produit et éventuellement l'analyse de la réussite commerciale de ce dernier, comme représenté en Figure 17.

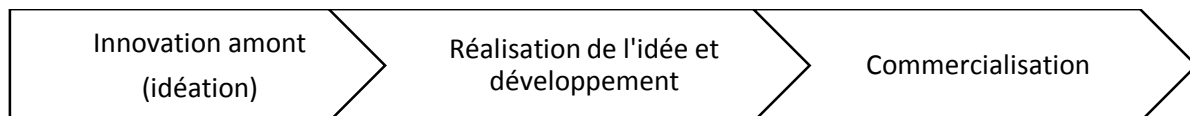


Figure 17 : Les trois grandes étapes des processus d'innovation linéaires

Même si les étapes du modèle de Rochford et Rudelius sont relativement bien détaillées, ces premiers modèles linéaires furent très rapidement critiqués, notamment du fait de leur trop grande simplicité et de leurs représentations sous forme de « boîte noire ». C'est pourquoi des modèles prenant d'avantage en considération l'incertitude [Boly et al. 1998] et la complexité [Thouvenin 2002] du processus d'innovation ont été formalisés.

2.2.2. Des modèles linéaires aux théories itératives

Il est donc apparu nécessaire de pallier ce manque de corrélation entre les modèles théoriques proposés et la réalité industrielle de la fin du XX^{ème} siècle. C'est ce que propose le modèle de liaison en chaîne ou "chain-linked model" de Kline et Rosenberg [1986] qui intègre, en complément du processus d'innovation linéaire, les flux d'informations en interne de l'entreprise ou entre l'entreprise et le monde de la recherche, qu'elle soit interne ou externe (Figure 18).

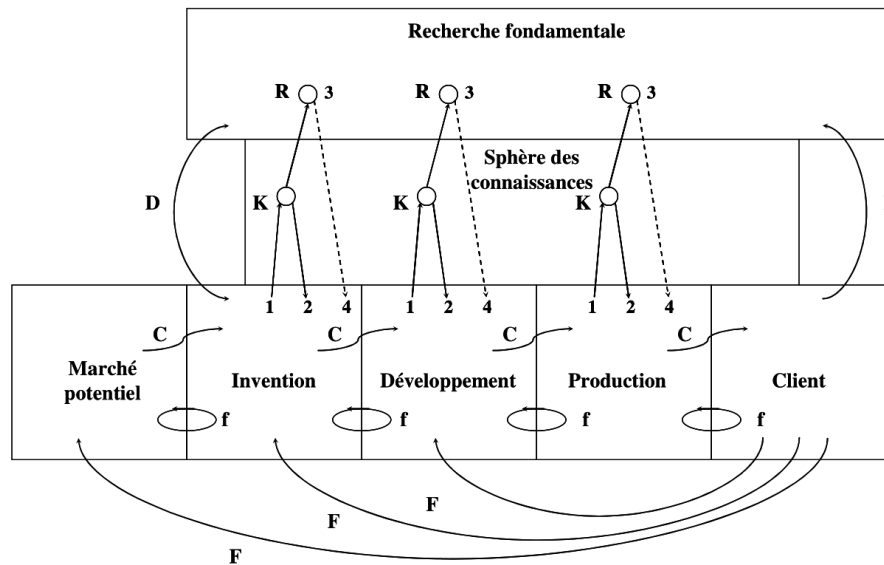


Figure 18 : Le modèle de liaison en chaîne de Kline et Rosenberg [Kline et al. 1986]

Ainsi, le processus d'innovation linéaire central est représenté par ses grandes phases successives que sont les phases d'identification d'un marché, d'invention, de développement, de production et de commercialisation d'un nouveau produit (cette dernière étape étant désignée par le terme Client en Figure 18). Cette première « chaîne » symbolisée par la lettre "C" constitue la colonne vertébrale du modèle de Kline et Rosenberg.

A ce premier axe s'ajoute l'ensemble des boucles de rétroactions à chaque étape du processus de la chaîne "C". On distingue deux types de rétroactions possibles; à savoir :

- les boucles courtes symbolisées par la lettre "f" et liant les différentes phases de la chaîne centrale de l'innovation,
- et les boucles longues symbolisées par la lettre "F" permettant de revenir sur les différentes phases amonts lors de l'identification de nouveaux besoins ou de nouveaux usages du produit développé. Ainsi, les besoins du marché ainsi que les revendications des futurs utilisateurs conditionnent le nombre de cycles effectués pour chaque étape de conception de produits.

En parallèle, le bloc de la connaissance scientifique, noté « K » pour knowledge, est considéré comme un domaine accessible à chaque étape du processus, et en particulier lorsqu'il s'avère nécessaire de résoudre un problème technique particulier. Si l'information nécessaire est facilement accessible en interne de l'entreprise, on réintègre le processus d'innovation central. En revanche, si l'état de la connaissance n'est pas suffisant pour d'obtenir l'information, il faut faire appel à un deuxième domaine, celui de la recherche fondamentale noté "R". Ce dernier va permettre d'enrichir la sphère des connaissances accessible à l'entreprise afin de résoudre certains problèmes rencontrés au cours du processus central. Cependant, le retour inverse du bloc "recherche fondamentale" au processus d'innovation central entraîne une complexité et un coût en temps non négligeables, d'où son exploration qu'en dernier recours.

Par ailleurs, le lien entre la recherche fondamentale et le processus d'innovation central représente les cas d'innovation radicale qui peuvent apparaître au sein d'une entreprise (lettre "D"). Il est intéressant de noter que Kline et Rosenberg considèrent que ce type d'innovation n'est pas issue de la sphère des connaissances interne mais préférentiellement du bloc "recherche fondamentale". Ainsi, ce bloc peut être interne à l'entreprise mais également entièrement externalisé sous la forme de laboratoires de recherche privés ou publics, d'entreprises concurrentes ou non etc...

Finalement, en fin de processus central, il apparaît que certaines innovations ayant entraîné une réussite commerciale peuvent faciliter les différentes étapes de "recherche fondamentale". Ce lien est symbolisé par la boucle "I" sur la Figure 18. A titre d'exemples, la microscopie optique, les micro-processeurs et la technologie des micro-ondes sont autant d'exemple d'innovations ayant une implication concrète dans la recherche scientifique actuelle.

Le modèle de Kline et Rosenberg n'apporte cependant qu'une vision partielle de l'ensemble des interactions ayant lieu en interne d'une entreprise ou avec son environnement externe permettant de maximiser les chances de réussite commerciale d'un nouveau produit. La prise en compte des interactions avec l'environnement externe de l'entreprise décrite dans le modèle de Kline et Rosenberg est en adéquation avec l'évolution des processus d'innovation résolument tournés vers une ouverture des frontières de l'entreprise.

Puisque le processus de conception est considéré comme la colonne vertébrale du processus d'innovation (Figure 19) [Ammar 2010], l'intégration de sources de connaissances externes à l'entreprise se retrouve également dans la formalisation des processus de conception.

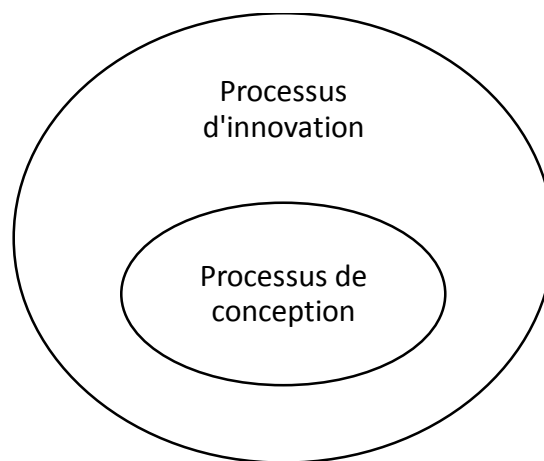


Figure 19 : Lien entre processus de conception et processus d'innovation, extrait de Ammar [2010]

Ainsi, l'approche "processus organique" proposée par Aoussat [1990] consiste également en une modélisation séquentielle du processus de conception. Ce modèle présenté en Figure 20 permet de gérer la pluridisciplinarité des équipes ainsi que la mise en parallèle des activités de conception. Par ailleurs, il met en évidence les grandes étapes du processus d'innovation ainsi que les boucles de rétroaction entre chaque phase du processus :

- la traduction "d'un besoin ou d'une volonté", finalisée par la rédaction d'un cahier des charges fonctionnel (CdCF),

- l'interprétation du besoin, par la génération de principes via des méthodes de créativité permettant d'aboutir à une " solution originale ",
- le développement de la solution s'effectue grâce " aux moyens techniques " mis en place et
- l'évaluation et à la validation de la solution détaillée proposée, par le biais de tests utilisateurs.

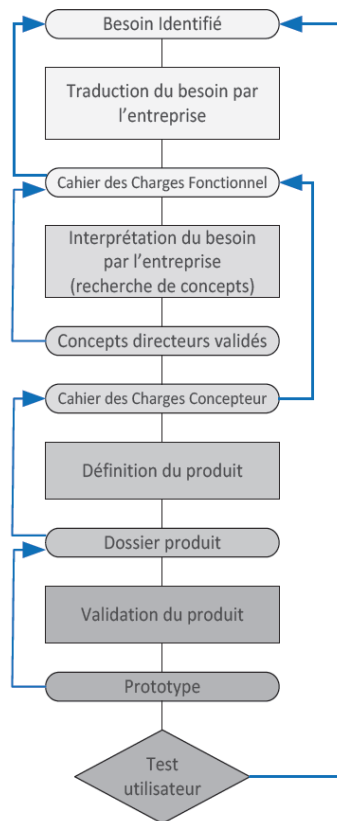


Figure 20 : Méthode globale de conception [Aoussat 1990]

La littérature récente met en lumière une nouvelle génération de modèle du processus d'innovation se basant sur la nécessité de faire évoluer les technologies « génériques ». Cela s'est traduit par un nombre croissant d'alliances stratégiques. Le développement en parallèle et l'intégration sont devenus des stratégies de choix afin de diminuer le temps de développement d'une nouvelle technologie. C'est ce que modélise le diamant de l'innovation totale proposé par Giget [1994].

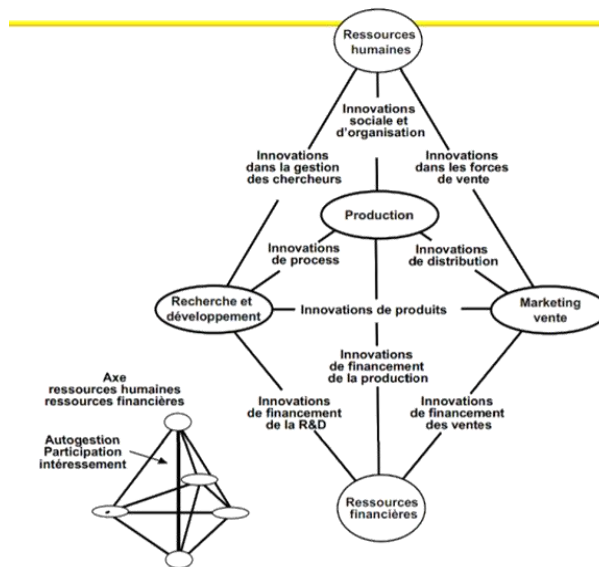


Figure 21 : Le diamant de l'innovation totale, proposé par Giget [1994].

Ce formalisme distingue ici les fonctions 'ressources' (financières, humaines) et les fonctions de 'compétences' (scientifique et technique, production et marketing/vente) [Giget 1994]. Ce modèle présuppose que toutes les formes d'innovations peuvent provenir des interactions entre les différents départements de l'entreprise. On parle ainsi d'innovation de produits lorsqu'elle est issue de l'interaction entre la R&D et le marketing ou d'innovation de financement de la R&D si elle est issue de l'interaction des départements Finance et R&D [Giget 1997]. Les interactions en interne de l'entreprise jouent donc un rôle primordial dans la capacité d'innovation de l'entreprise. Cependant, aucun lien évident avec l'environnement externe n'est présenté dans ce modèle.

C'est également le cas du modèle géométrique proposé par Cantisani [2006] et présenté en Figure 22. Il représente les interactions principales (flèches continues) et secondaires (flèches discontinues) entre les différentes activités mobilisées dans le processus d'innovation. Ainsi, la recherche appliquée (**R**), les activités de conception (**C**), d'ingénierie (**E**), de développement expérimental (**D**) et de marketing (**M**) jouent un rôle à différentes étapes du processus, selon le type de projet initié.

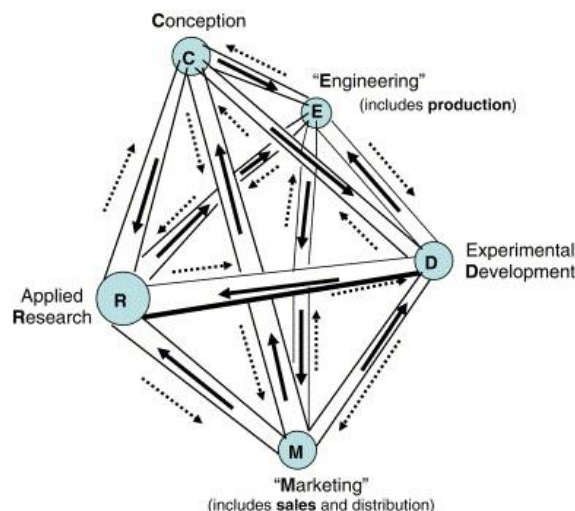


Figure 22 : Modèle géométrique du processus d'innovation, extrait de Cantisani [2006].

Cette représentation géométrique permet de rendre compte de plusieurs sources d'innovation, en suivant le chemin logique proposé par les flèches continues, représentant les interactions entre les différentes activités. A titre d'exemple, une opportunité pour le développement d'un nouveau produit ou procédé peut être mis en évidence par l'activité **M**. L'idée sera concrétisée par l'activité de conception (**M**→**C**) sous la forme de représentations intermédiaires du produit (ébauches, démonstrateur...) ; elles-mêmes converties en prototype par l'activité **D** (**C**→**D**).

A cette étape, deux possibilités se présentent :

- Si les données récoltées lors de l'étape **D** sont suffisantes et permettent d'aboutir au produit final, la production est lancée (**D**→**E**) et le nouveau produit (ou procédé) est lancé sur le marché (**D**→**E**). On obtient ainsi un cycle complet d'activités pouvant être résumé sous la forme **M**→**C**→**D**→**E**→**M**.
- En revanche, si les données obtenues à l'issue de la phase **D** sont insuffisantes pour lancer la production, alors il faut faire appel à l'activité de Recherche en puisant soit dans la connaissance accessible soit en réalisant une activité de recherche fondamentale. Dans ce cas, le cycle devient plus complexe et peut être schématisé de la façon suivante **M**→**C**→**D**→**R**...→**E**→**M**. On retrouve ici l'activité de recherche comme une fonction support du processus d'innovation, comme cela a déjà décrit par Kline et Rosenberg [1986], et non plus comme l'activité à l'origine du processus d'innovation, tel que représenté dans le modèle linéaire Science-Push [Schumpeter 1939].

Au-delà de ces deux cycles généraux, certains projets d'innovation peuvent être schématisés par des cycles plus courts. Ainsi, des projets d'innovation incrémentale peuvent se résumer aux activités **M**...→**E**→**M**; où les modifications apportées sur le produit sont réalisées uniquement par une démarche d'ingénierie. De la même manière, l'amélioration continue peut être représentée sous les formes **E**...→**C**→**E** ou **E**...→**C**→**D**→**E**; permettant ainsi d'intégrer les suggestions internes dans les étapes d'ingénierie produit.

Nous concluons la description détaillée de ce modèle par les projets d'innovation soumis à une contrainte technique forte. Les activités déployées dans **R** et dans **E** doivent être répétées à chaque étape du processus d'innovation afin de passer les différents jalons **R**...→**C**→**E**...→**D**→**R**→**E**→**M**. Ce modèle intégrant des étapes itératives traduit la complexité liée aux difficultés techniques rencontrées dans le cadre de projets d'innovation.

On observe que l'évolution des processus met en évidence l'importance des réseaux de connaissance. Tanayama [2002] propose ainsi la théorie des systèmes intégrés et du réseau (Systems Integration and Networking (SIN) theory) basée sur le processus d'innovation des lignes parallèles; auquel se rajoutent des blocs traduisant l'intégration stratégique des collaborations avec des partenaires externes. La modélisation du processus s'inspire d'une modélisation sous forme de réseau et s'écarte ainsi du traditionnel processus linéaire, qu'il soit séquentiel ou non. Les éléments centraux de ce modèle s'appuient donc sur une collaboration plus étroite avec les fournisseurs et les clients mais également sur des alliances stratégiques et des joint-ventures avec d'autres entreprises concurrentes ou non.

Notons que les travaux bibliographiques de Rothwell et al. [1994] mettent également en avant l'importance des nouvelles technologies de l'information dans la création de réseau. En effet, ces technologies facilitent l'échange d'informations au sein du réseau d'innovation, procurant ainsi un environnement rapide et flexible pour l'ensemble des acteurs impliqués dans le processus. Internet a bien évidemment joué un rôle prépondérant pour faciliter les communautés connectées et les réseaux sociaux et ainsi passer d'une vision fermée de l'innovation à une vision plus ouverte [Afuah 2003]. Cependant, cela ne signifie pas nécessairement que l'innovation partenariale a émergé avec internet puisque des pratiques d'ouverture sont recensées de longue date dans la littérature.

2.3. Conclusion sur l'évolution des modèles de processus d'innovation

Les cinq générations de processus d'innovation décrites par Rothwell et al. [1994] et citées par Nobelius [2004] mettent également en lumière les principales caractéristiques de cette évolution (Tableau 5).

Tableau 5 : Les cinq générations de modélisation du processus d'innovation, d'après [Rothwell 1994].

Génération	Période	Principales caractéristiques
Première	1950 - mi 1960	<u>Les modèles linéaires :</u> ▪ Technology push : le département de R&D est vu comme un tour d'ivoire, et n'a que peu d'interactions avec le reste de l'entreprise.
Deuxième	Mi 1960 - début 1970	▪ Demand pull : le marché est la source de nouvelles idées pour la R&D
Troisième	Fin 1960 - mi 1980	<u>Le modèle de liaison en chaîne</u> Interactions entre les différentes étapes du processus de conception et boucles de rétroaction entre elles. Mise en évidence des interactions R&D/Marketing.
Quatrième	Début 1980 - milieu 1990	<u>Le modèle des lignes parallèles</u> Interactions non seulement au sein de l'entreprise, mais également en amont avec les fournisseurs et en aval avec les clients actifs. Focus sur les alliances et les liens entre les différents acteurs.
Cinquième	Milieu 1990 - années 2000	<u>Intégration systémique et réseau étendu</u> Réponse flexible et personnalisée, innovation continue. Accent mis sur l'accumulation de connaissances nécessitant des passerelles entre les acteurs.

Ainsi, la revue de la littérature des différentes modélisations du processus d'innovation révèle une complexité croissante, avec une prise en compte des interactions entre les différents départements de l'entreprise. Cet aspect collaboratif en interne de l'entreprise reflète l'implication de tous les métiers dans l'activité de conception. Néanmoins, l'une des limitations de ces modèles réside principalement dans leur vision fermée, avec une absence d'échanges

avec l'écosystème externe. En effet, cette dernière ne s'effectue que par l'identification des besoins des futurs clients.

Afin de nuancer nos propos, notons toutefois que le modèle proposé par Kline et Rosenberg [1986] met en lumière la nécessité d'interagir avec l'environnement externe de l'entreprise (fournisseurs, sous-traitants, clients et laboratoires académiques), mais ne donne pas de méthodologie précise pour la réalisation de ces tâches. C'est pourquoi ces dernières années, la littérature scientifique s'est enrichie de modèles d'innovation prenant en considération les différents échanges qu'il existe entre les acteurs de l'innovation, des laboratoires de recherche et des entreprises, qu'elles soient concurrentes ou non.

2.4. Le paradigme de l'innovation ouverte

C'est dans ce contexte que le modèle de l'innovation ouverte (Open Innovation) a été formalisé par Henry Chesbrough, professeur à l'Université de Berkeley en Californie [Chesbrough 2003]. Ce modèle, décrit dans la littérature comme la 6^{ème} génération de modèle d'innovation [Kotsemir et al. 2013], intègre l'ensemble des flux de connaissances entrants et sortants lors des différentes étapes du processus d'innovation.

2.4.1. Généralités

Le modèle de l'innovation ouverte (Open Innovation) part du postulat selon lequel la connaissance utile à l'entreprise a une plus grande probabilité de se trouver dans son environnement externe. Ainsi, afin de dynamiser la mise sur le marché de nouveaux produits, certaines entreprises ont décidé d'exporter tout ou partie de leur activité de R&D au-delà de leurs frontières; que ce soit pour la recherche de nouvelles idées ou l'externalisation du processus de commercialisation de projets développés en interne. Ce changement subversif de la culture d'innovation fut formalisé par Chesbrough en 2003 sous le terme d'innovation ouverte [Chesbrough 2003; Chesbrough et al. 2006] :

“Open innovation is a paradigm that assumes that firms can and should use external ideas as well as internal ideas, and internal and external paths to market, as the firms look to advance their technology.”

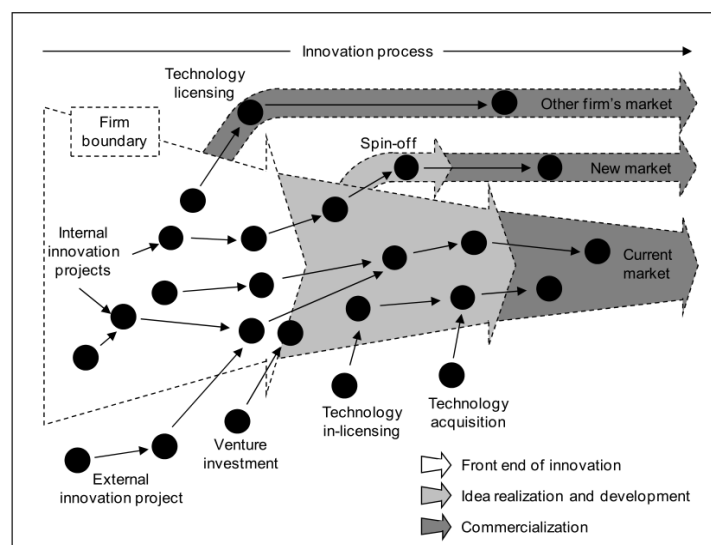


Figure 23 : Le modèle de l'innovation ouverte [Chesbrough et al. 2006]

Le modèle présenté en Figure 23 présuppose que les frontières de l'entreprise doivent être plus poreuses tout au long du processus d'innovation, représenté ici sous la forme d'un entonnoir percé. L'objectif est de faciliter les échanges avec l'environnement externe, que ce soit dans la phase d'innovation amont (représentée en blanc), de concrétisation et de maturation de l'idée (en gris clair) ou dans la phase de commercialisation (en gris foncé).

L'objectif premier consiste en une centralisation interne des sources de connaissances externes pouvant être utiles à l'entreprise. En effet, les connaissances nécessaires au développement de nouveaux produits sont complexes, variées et largement distribuées si bien que l'exploration d'idées externes est devenue une stratégie de choix [Salter et al. 2003]. Ce socle de connaissances peut être issu des retours d'expérience des utilisateurs/consommateurs, de la participation du réseau externe, des idées des fournisseurs ou encore de l'acquisition de licences de brevets externes.

Par ailleurs, cette vision ouverte préconise également un partage des idées et des projets développés en interne avec d'autres acteurs externes à l'entreprise, concurrents ou non. Ces projets peuvent être valorisés par la création de spin-off pour atteindre d'autres marchés, la vente de licences de brevets à d'autres entreprises ou par la capitalisation du savoir interne. Cette théorie s'oppose donc à l'entreprise isolée de son environnement externe, correspondant au modèle de l'innovation fermée [Chesbrough 2003], et est désormais acceptée par la communauté scientifique comme étant révélatrice des nouvelles pratiques d'innovation déployées par les entreprises du XXI^{ème} siècle.

Ainsi, le nombre de requêtes sur Google est un bon indicateur de l'émergence de ce concept. En 2003, Chesbrough n'a obtenu que 200 résultats en recherchant les mots clés "Open Innovation" dans Google. Aujourd'hui, la même recherche conduit à plus d'un million de résultats. D'un point de vue académique, cela se traduit également par un nombre croissant de conférences internationales intégrant cette thématique et d'articles possédant les termes "Open Innovation" dans leur titre ou résumé, comme représenté en Figure 24.

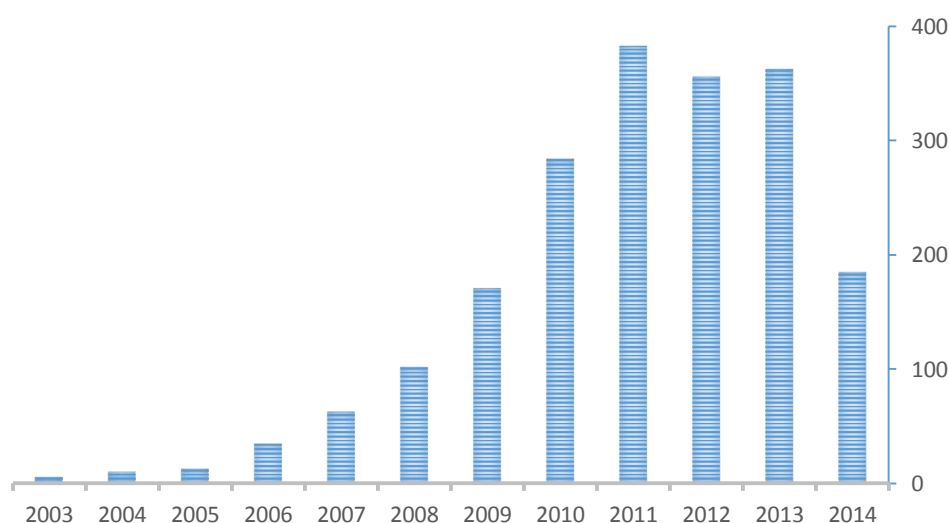


Figure 24 : Evolution du nombre de publications en lien avec l'Open Innovation (source Scopus Septembre 2014)

D'un point de vue industriel, ce modèle de management de l'innovation est implémenté par des entreprises de toute taille; que ce soient des PME [van de Vrande et al. 2009] ou de grandes multinationales [Mortara et al. 2011]. Cependant, des challenges spécifiques apparaissent pour les deux types de structures. Les PME devront gérer l'implémentation de ces pratiques en faisant face aux contraintes dues à leurs ressources limitées [van de Vrande et al. 2009]. Par ailleurs, les multinationales devront être capables d'identifier les bons marchés et les bons partenaires [Gassmann et al. 2010; Mortara et al. 2011].

Bien évidemment, de telles pratiques ne sont pas nouvelles, comme l'explique Huizingh [2011] et certains auteurs parlent même de « vieux vin dans de nouvelles bouteilles » [Trott et al. 2009]. En effet, les pratiques de cession de propriété intellectuelle et d'internalisation d'idées provenant des différents acteurs du processus d'innovation sont ancrées de longue date dans les pratiques des entreprises de toute taille. Ainsi, l'apport du modèle de l'innovation ouverte consiste principalement en la formalisation du rôle croissant des flux de connaissances externes, en complément des activités de R&D internes. Par ailleurs, il fixe un cadre pour réunir différents champs de recherche académiques et industriels en lien avec ces thématiques. Cela a permis sa dissémination dans l'entreprise et son implémentation par les décideurs de grandes multinationales; ce que la littérature scientifique spécialisée n'avait pas réussi à faire jusqu'à présent.

2.4.2. Les flux de l'Open Innovation

Le modèle de l'innovation ouverte, basé sur une vision poreuse des frontières de l'entreprise, favorise, par définition, à la fois les flux de connaissance entrants et sortants. D'un côté, l'incorporation en interne d'idées, de connaissances et de technologies développées dans l'environnement externe de l'entreprise permet à cette dernière de renouveler et d'enrichir son socle de connaissances. D'un autre côté, ce concept illustre les possibilités pour une entreprise d'exploiter des connaissances internes par le biais d'autres canaux que ses voies de commercialisation classiques. Gassmann et Enkel [2004] ont ainsi mis en évidence trois types d'activité (Figure 25) permettant d'aller au-delà du modèle séquentiel proposé par Chesbrough [2003].

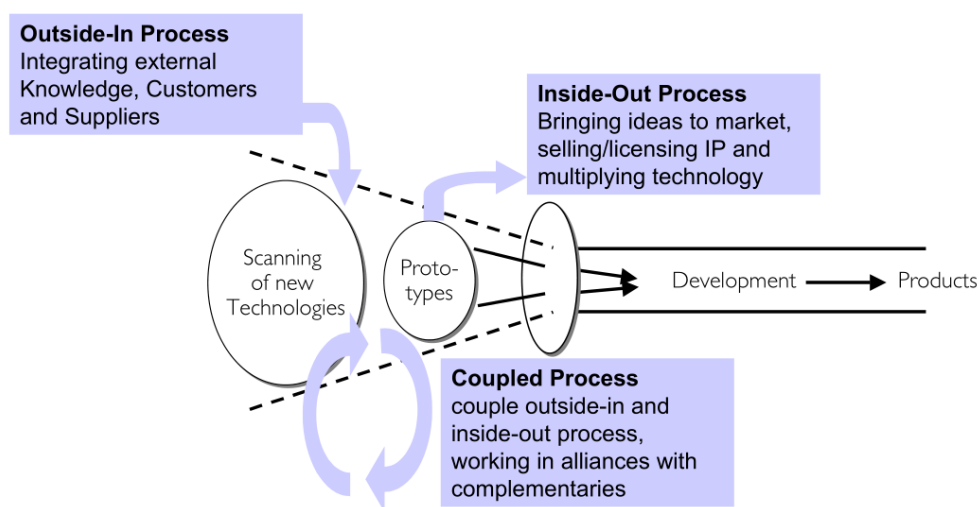


Figure 25 : Les différents flux de l'innovation ouverte, extrait de [Gassmann et al. 2004].

Cette catégorisation des flux entrants et sortants permet d'obtenir une meilleure visibilité des activités liées à la mise en place d'une stratégie d'innovation ouverte :

- l'inbound ou outside-in open innovation (l'innovation ouverte "entrante"). Ce sous-processus vise à enrichir le socle de connaissance de l'entreprise par l'intégration de sources externes d'idées ou de technologies.
- l'outbound ou inside-out open innovation (l'innovation ouverte "sortante"). Ce sous-processus vise à trouver d'autres voies de commercialisation d'idées développées en interne que celles classiquement utilisées par l'entreprise.
- le coupled process (processus couplé). Ce sous-processus combine les deux flux d'information et formalise ainsi les différentes formes d'alliance stratégique basées sur un échange réciproque, avec des gains partagés.

De nombreux travaux de recherche confirment le déséquilibre constaté entre les activités d'innovation ouverte entrantes et sortantes. Ainsi, une analyse bibliographique réalisée par West et Bogers [2014] met en lumière la prépondérance de travaux investiguant les processus d'innovation ouverte entrants comparés aux autres modes décrits par Enkel et al. [2009].

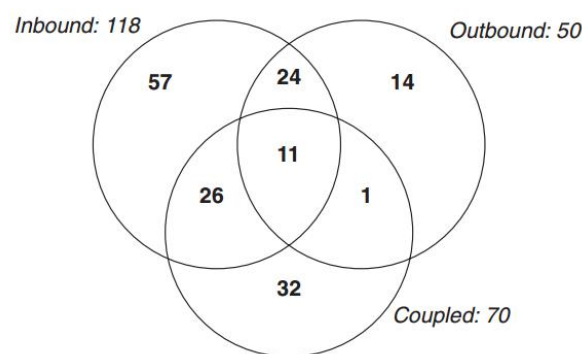


Figure 26 : Répartition des études réalisées en fonction du flux de l'Open Innovation considéré (extrait de [West et al. 2014])

Le plus grand intérêt pour ces pratiques d'internalisation de connaissances peut s'expliquer par la volonté des managers de réduire leurs coûts ou encore parce que les entreprises sont plus à même d'utiliser une technologie "clé en main" que de la développer [West et al. 2014].

Les avantages espérés de l'ouverture des frontières de l'entreprise sont nombreux. La littérature, bien que généralement descriptive, présuppose que de telles pratiques permettent :

- une réduction du temps nécessaire pour arriver sur le marché (time-to-market),
- une réduction des coûts,
- un partage des risques entre partenaires,
- une augmentation du nombre d'idées générées,
- un transfert de connaissances entre les entreprises,
- l'accession à de nouveaux marchés,
- la résolution plus rapide de problèmes technologiques.

Concrètement, il existe une grande variété de possibilités pour incorporer de nouvelles idées, connaissances ou technologies. Ces idées peuvent provenir :

- du département de R&D interne,
- de l'achat de licences,
- d'efforts de R&D mutualisés,
- d'alliances stratégiques telles que :
 - l'investissement dans le capital d'une jeune entreprise innovante (corporate venture capital)
 - la création d'une entité indépendante partagée équitablement par au moins deux entreprises (joint-venture)
 - ou encore l'acquisition d'une start-up.

Cependant, l'implémentation de certaines activités sera privilégiée dans certain secteur d'activité. Ainsi, Bianchi et al. [2011] ont déterminé qu'il existe trois types d'activités d'innovation ouverte majoritaires dans le secteur biopharmaceutique :

- le licensing (cession ou achat de licences de brevets),
- les alliances stratégiques,
- les services scientifiques et techniques (fournisseur et client).

Chacune de ces stratégies entraîne une durée d'accès à de nouvelles technologies plus ou moins longue, des avantages tels qu'un partage des risques du marché, l'accès à des technologies de pointe mais également des désavantages, tels qu'une incertitude élevée et un haut degré d'implication demandé aux équipes impliquées. L'ensemble de ces facteurs apparaissent comme des paramètres freinant la propagation du paradigme de l'innovation ouverte en entreprise.

2.4.3. Les freins à l'Open Innovation

Dans leurs travaux, Gassmann et al. [2010] ont identifié différents risques liés à l'ouverture des frontières de l'entreprise. En effet, ce changement de politique de management de l'innovation s'accompagne de risques évidents, notamment en termes de propriété intellectuelle [Pisano 2006]. L'échange d'informations et de connaissances force les différents acteurs à protéger leurs idées. Néanmoins, cette stratégie est considérée une solution non pas alternative mais complémentaire pour faire face à l'essoufflement de certains programmes de recherche menés en interne. De plus, ce paradigme implique une profonde modification de la structure organisationnelle de l'innovation au sein de l'entreprise [Lowman et al. 2012]. Ces freins peuvent ainsi être regroupés en trois catégories :

- Les freins culturels, tels que l'impossibilité de motiver les partenaires potentiels, des challenges inconnus ou trop flous ainsi que des phénomènes de résistance interne tels que les syndromes "Not Invented Here" (NIH) et "Not Sold Here" (NSH).
- Les freins organisationnels tels que les barrières administratives, l'identification d'employés ayant les bonnes compétences, le manque de connaissances internes et de personnel qualifié, les coûts de coordination, complexité accrue due à l'équilibre entre

activités quotidiennes et activités d'innovation ouverte ou encore le manque de temps et de ressources financières.

- Les freins stratégiques : clarification contractuelle de la propriété industrielle, risques de perte de propriété intellectuelle.

Afin de résumer schématiquement l'ensemble des freins à l'innovation ouverte décrits dans la littérature, l'image suivante (Figure 27) met en lumière l'inadéquation des pratiques avec le discours mis en avant par les entreprises.



Figure 27 : Représentation des freins à l'innovation ouverte (extrait de marketoonist.com)

2.4.3.1. Les freins culturels

Le syndrome « Not Invented Here »

Le syndrome du "Not Invented Here" (NIH) est un concept introduit par Katz et Allen [1982] qui est désormais très largement cité dans la littérature [Chesbrough et al. 2006; Lichtenthaler et al. 2006]. Ce syndrome fait référence au biais négatif observé lors de l'évaluation des idées ou des inventions externes à l'entreprise par rapport à celles développées en interne. Cette attitude a priori négative est décrite comme un frein évident à l'exploitation de connaissances externes. La notion de "syndrome" traduit également cette connotation négative puisqu'elle fait référence à un écart par rapport à une solution idéale basée sur un raisonnement purement économique [Mehrwald 1999; Lichtenthaler et al. 2006].

Plusieurs degrés de ce syndrome ont été identifiés dans la littérature. Dans sa thèse de doctorat, Mehrwald [1999] utilise le terme de syndrome NIH selon une définition très restrictive. Selon lui, les technologies externes considérées sont celles ayant été développées par des universités, d'autres entreprises (concurrentes ou non) ou d'autres types d'organisations. Dans des travaux plus récents, Lichtenthaler et Ernst [2006] ont étendu cette première définition en intégrant les technologies provenant d'autres départements de la même entreprise; voire même des technologies développées par d'autres équipes projets d'un même département. Bien que de nombreuses études théoriques aient été réalisées sur le sujet, certaines d'entre-elles visent à analyser empiriquement les origines et les conséquences de ce syndrome.

C'est le cas des travaux de thèse de Mehrwald qui mettent en lumière deux conséquences principales de ce syndrome en exploitant les interviews réalisées dans 53 grandes entreprises

allemandes. Premièrement, cela se traduit par une évaluation biaisée des technologies externes due principalement à un manque d'informations. Cet aspect culturel s'accompagne d'un impact négatif sur la capacité de l'entreprise à intégrer des sources de connaissances externes et renouveler ainsi son socle de connaissances. Le fait d'identifier une influence du syndrome « NIH » au sein d'une entreprise ne semble pas porter à conséquence si elle suit un processus d'innovation fermée. Cependant, l'incorporation d'idées, de connaissances et de technologies provenant de l'environnement extérieur de l'entreprise est très largement répandue et constitue une des pierres angulaires d'une stratégie basée sur l'innovation ouverte [Chesbrough 2003]. On comprend donc tout l'enjeu d'identifier ce frein au sein d'une entreprise afin d'envisager l'ouverture du processus d'innovation de cette dernière.

Le syndrome « Not Sold Here »

En parallèle, le syndrome « Not Sold Here » ou « Not Share Here » est également vu comme une résistance à l'intégration de pratiques d'innovation ouverte dans l'entreprise. Il s'agit d'un frein évident, notamment pour le flux sortant du modèle de l'innovation ouverte [Gassmann et al. 2004]. En effet, cela se base sur la volonté de certaines personnes de ne pas chercher d'alternatives à la commercialisation d'un nouveau produit si cela est impossible en utilisant les voies classiques couramment déployées par l'entreprise [Chesbrough 2003; Chesbrough et al. 2006].

Cette inadéquation entre la volonté des décideurs et l'attitude des employés impliqués crée une résistance interne à l'adoption de ce paradigme [Sondergaard et al. 2011]. Cependant, des alternatives existent, notamment la mise en place de « récompenses » ou de primes pour favoriser l'identification d'opportunités de licensing. Ainsi, Burcharth et al. [2014] ont étudié empiriquement l'impact des syndromes NIH et NSH sur l'adoption de pratiques d'innovation ouverte entrante et sortante, respectivement. Il a été observé que ces phénomènes ont des impacts négatifs dans toutes les strates de l'entreprise, mais qu'ils peuvent être compensés en partie par des programmes de formation des employés, individuels ou collectifs.

2.4.3.2. Les freins organisationnels

Chesbrough [2003] met en évidence la nécessité pour les entreprises de modifier leur organisation interne afin de rendre plus poreuse les frontières de l'entreprise, et ainsi bénéficier des sources de connaissance externes. C'est notamment le cas d'IBM et d'Intel qui ont effectué une modification globale de leur processus d'innovation afin d'adopter ce nouveau paradigme [Chesbrough 2003]. Par ailleurs, il est à noter que l'adoption d'une attitude plus ouverte nécessite une capacité de l'organisation à travailler de façon collaborative en interne [Adelhelm et al. 2009]. En revanche, l'ouverture des frontières de l'entreprise ne s'accompagne pas nécessairement d'une disparition du département de R&D interne. En effet, la capacité d'une entreprise à reconnaître et intégrer ce socle de connaissances nécessite une expertise interne marquée. Cette capacité d'absorption des idées externes [Cohen et al. 1990] est donc un critère de différenciation fort entre les grandes multinationales et les PME dans l'adoption de telles pratiques. Les ressources limitées des PME ne leur permettant pas d'intégrer aisément des idées de l'écosystème externe.

Un exemple de modification organisationnelle marquée permettant d’embrasser le modèle de l’innovation ouverte est celui adopté par l’entreprise Evonik (grand groupe chimique allemand) et de son initiative Creavis [Oenbrink 2014]. Afin d’ouvrir ses frontières, cette entreprise a opéré une modification progressive de son organisation interne globale en trois entités distinctes :

- Le « Corporate funded project ». Il s’agit d’un concours d’idées interne évalué par un jury interne à l’entreprise. Ce type de pratique permet d’ajouter de la valeur aux projets actuels de l’entreprise, via un processus d’innovation fermé.
- Le « Project house » incubant des projets portés par des spécialistes de différents départements et des partenaires externes (universités, instituts de recherche et clients). L’objectif est de faire émerger de nouveaux projets d’innovation incrémentale ou de rupture.
- Le « Science to Business Center (S2B) » basé sur un financement privé/public visant clairement à développer des projets d’innovation de rupture via un processus d’innovation ouverte.

Cette stratégie basée sur une ouverture progressive des pratiques d’innovation se retrouve également chez Beiersdorf, le leader allemand des cosmétiques avec des marques telles que NIVEA, Eucerine, Labello etc... En effet, différents projets ont été menés en interne afin d’intégrer les fournisseurs dans le cadre de projets communs (project house), de travailler avec les chercheurs de ses fournisseurs (incubation lab) pour finalement aboutir à la plateforme d’innovation ouverte Pearlfinder [Enkel et al. 2014]. Cette plateforme est à l’origine de plusieurs "success stories", telles que l’anti-transpirant NIVEA Invisible for Black & White issu de la collaboration avec des experts du textile et des universitaires.

2.4.3.3. Les freins stratégiques

Au premier abord, la définition même des droits de propriété intellectuelle semble être en contradiction avec les pratiques proposées par le modèle de l’innovation ouverte. En effet, un brevet est un droit exclusif accordé à une entreprise qui lui permet d’interdire l’exploitation de sa technologie par des tiers. Il peut également être considéré comme un monopole temporaire accordé par un ou des états à l’entreprise le possédant [Jaffe et al. 1998], dans le but de promouvoir les inventions et le progrès technique [Griliches 1998]. Or, l’innovation ouverte préconise au contraire de permettre aux autres entreprises de profiter, moyennant contrepartie financière ou non, de la propriété intellectuelle externe ; brisant ainsi la situation de monopole accordée à l’entreprise. Ce paradoxe n’en est cependant pas vraiment un puisque ce sont l’ensemble des pratiques visant à conférer de la valeur à ses actifs immatériels qui s’inscrivent parfaitement dans le cadre défini par l’innovation ouverte. C’est pourquoi la gestion de la propriété intellectuelle peut également être considérée comme un paramètre stratégique de ce modèle.

Tout d’abord, la concrétisation et la formalisation de l’invention sous la forme d’une demande de brevet est une base de travail préliminaire à de futurs accords de collaboration entre différentes structures. En effet, la rédaction des demandes de brevets suit des standards très

précis si bien qu'il constitue un document de communication pertinent pour l'échange d'informations techniques. Par ailleurs, le rôle de la propriété intellectuelle dans le management stratégique d'une entreprise est un paramètre connu de longue date [Pisano 2006]. Cela est particulièrement vrai dans l'industrie pharmaceutique, secteur pour lequel la propriété intellectuelle est un levier stratégique clé [Judd 2013]. Par ailleurs, peu d'entreprises communiquent sur leur capacité et leur volonté d'externaliser des idées développées en interne. Plusieurs raisons peuvent être envisagées à ses barrières, telles qu'une crainte de diffuser des connaissances stratégiques et ainsi donner des « joyaux » aux autres entreprises [Kline 2003].

En parallèle, des pratiques non-commerciales de partage de la propriété intellectuelle émergent. Ainsi, l'initiative WIPO Re:Search lancée en Octobre 2011 consiste en une plateforme d'échanges entre les laboratoires pharmaceutiques et les organismes de recherche. L'objectif est de partager gratuitement la connaissance et la propriété intellectuelle afin de trouver des traitements pour des maladies tropicales négligées telles que la malaria ou la tuberculose. Initiée par GSK, cette initiative a été rejoint par d'autres Big Pharmas tels que Pfizer, Sanofi ou encore AstraZeneca désireux de faire avancer la recherche pour le traitement de ces maladies et ainsi redorer leur blason auprès du grand public [Ziegler et al. 2014]. Ce type d'initiative tend à nuancer la vision bloquante de la propriété intellectuelle dans le processus d'innovation ouverte.

2.5. L'Open Innovation dans les bio-industries

Le modèle formalisé par Chesbrough [2003] est issu de l'observation des pratiques des secteurs de haute technicité, tels que l'aérospatial, les télécoms, l'électronique ou encore le secteur du logiciel. C'est également le cas de l'industrie pharmaceutique, décrite dans la littérature comme pionnière dans l'adoption de pratiques d'innovation ouverte [Gassmann et al. 2010] et comme un terrain favorable à son implémentation [Bianchi et al. 2011]. Cette partie vise ainsi à mettre en évidence les caractéristiques d'adoption de l'innovation ouverte dans les secteurs bio-industriels majeurs.

2.5.1. Dans le secteur pharmaceutique

On observe ces dernières années un changement de politique d'innovation nécessaire pour assurer la pérennité des grands secteurs bio-industriels. Le modèle de l'Open Innovation commence donc à s'implanter chez les « big-pharmas » tels que Pfizer ou GSK de façon structurée par la création de « laboratoires ouverts » [Kar 2010]. Ces derniers centralisent des compétences scientifiques internes et externes dans des centres de recherche indépendants. Certaines pratiques sont ainsi devenues des standards dans l'industrie pharmaceutique [Gassmann et al. 2010]. C'est notamment le cas du Creative Center (CC) de Bayer [Sandmeier et al. 2004] ou encore de la plateforme Innocentive d'Eli Lilly. Ces exemples de bonnes pratiques industrielles sont en partie responsables de l'adoption de pratiques d'innovation ouverte par d'autres acteurs de ce secteur. L'industrie pharmaceutique a également été l'un des secteurs de haute technologie à s'appuyer fortement sur des collaborations avec le monde de la recherche publique. L'activité soutenue de recherche de nouvelles molécules d'intérêt a été un moteur pour l'émergence de telles pratiques [Khanna 2012]. Le Tableau 6 met ainsi en évidence les différents partenariats public-privé mis en place dans le secteur pharmaceutique :

Tableau 6 : Partenariats public-privé dans le secteur pharmaceutique, adapté de [Khanna 2012]

Partenariat	Description
GSK et l'Imperial College	Etabli en 2003 pour la recherche de nouvelles molécules antidouleur
AstraZeneca et l'Imperial College	Recherche d'anticancéreux
Centers for Therapeutic Innovation (CTI)	Partenariat d'Open Innovation entre Pfizer, des universités et des hôpitaux. Action de la recherche amont jusqu'à la preuve de concept sur humain. Investissement supérieur à \$300 millions en 5 ans.
Manchester Collaborative Center for Inflammation Research (MCCIR)	Collaboration entre GSK, AstraZeneca et l'Université de Manchester pour la recherche de traitements anti-inflammatoires
Sanofi Aventis - AVIESAN	Collaboration entre Sanofi Aventis et des laboratoires de recherche de pointe (Inserm, Institut Pasteur...) Nouvelles thématiques de recherche telles que le vieillissement, les maladies immuno-inflammatoires, les maladies infectieuses et la médecine régénérative.
MERCK - VGTI - FL	Collaboration entre Merck et le Vaccine & Gene Therapy Institute de Floride. Découverte et validation de nouvelles cibles pour le traitement du VIH. Identification de l'efficacité de biomarqueurs
California Institute for Biomedical Research (CalIBR)	Association à but non lucrative sponsorisée par Merck à hauteur de 90 millions de \$ sur 7 ans Collaboration entre CalIBR et de nombreux partenaires académiques internationaux.

Par ailleurs, le modèle d'adoption de l'innovation ouverte dans le secteur pharmaceutique proposé par Bianchi et al. [2011] présenté en Figure 28 présente la multitude d'acteurs externes pouvant être impliqués dans le développement de nouvelles stratégies thérapeutiques.

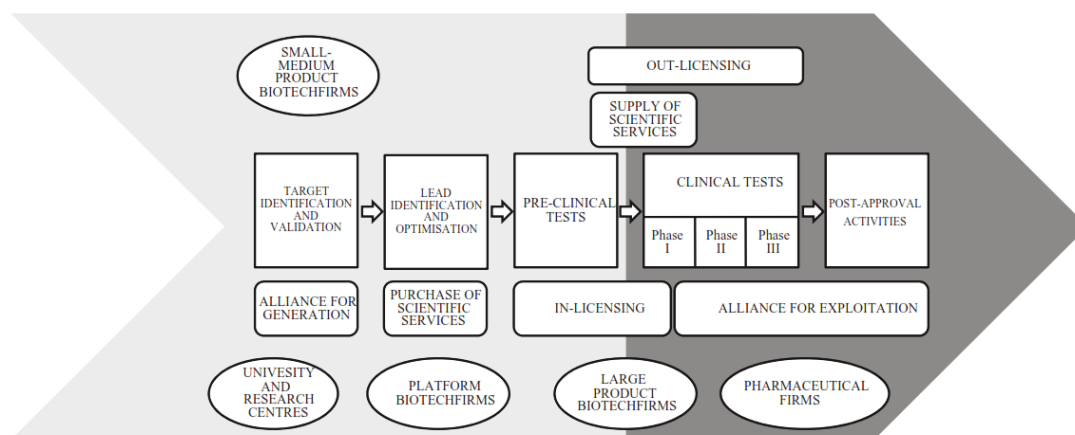


Figure 28 : Modalités d'adoption de l'innovation ouverte dans le secteur pharmaceutique, extrait de [Bianchi et al. 2011]

Que ce soient avec des startups de biotechnologie, des centres de recherche universitaires ou des laboratoires pharmaceutiques, l'ensemble des étapes du développement d'un nouveau médicament peuvent être réalisées en collaboration avec des partenaires externes. Cependant, l'externalisation des activités de recherche dans ce secteur peut présenter certaines limites, notamment une perte de connaissances clés lors du développement de nouvelles molécules, comme décrit par Lowman et al. [2012].

Par ailleurs, Adelhelm et al. [2009] ont mis en évidence la difficulté d'organiser ces activités d'un point de vue opérationnel dans les PME pharmaceutiques. Cette observation est couplée au déséquilibre observé entre les flux entrants et sortants et qui tend à montrer une difficulté pour ce type de structure à partager son socle de connaissance interne. Des problèmes de communication à l'interface des différents départements de l'entreprise ne permettent pas d'obtenir la flexibilité nécessaire pour profiter pleinement de ce type de pratiques. En effet, une coopération interne facilitée apparaît comme un prérequis pour réussir des activités de collaboration externe et intégrer pleinement une stratégie basée sur l'innovation ouverte.

2.5.2. Dans le secteur cosmétique

Dans le secteur cosmétique, un certain nombre d'initiatives isolées sont décrites dans la littérature. C'est notamment le cas de Natura, une entreprise leader du secteur cosmétique au Brésil. Cette entreprise a commencé à intégrer des pratiques d'ouverture de son modèle d'innovation [Ferro 2009; Varrichio et al. 2012]. Débutées en 2006, l'alignement stratégique de cette entreprise avec l'innovation ouverte est caractérisée par la création d'un département dédié ayant conduit à des partenariats universitaires forts [Ades et al. 2013]. Ces pratiques se retrouvent également au sein d'autres grands groupes cosmétiques. L'initiative de L'Oréal de fonder avec Nestlé Innéov, une joint-venture spécialisée dans le nouveau marché des nutricosmétiques, est également considérée comme une vision ouverte du processus d'innovation. Innéov combine en effet l'expertise en nutrition et en sécurité alimentaire de la R&D de Nestlé et la connaissance en dermatologie de la Recherche et Innovation (R&I) de L'Oréal [Mathiesen 2007]. Par ailleurs, le lien étroit qu'il existe entre les fournisseurs ingrédients et les formulateurs de produits finis est une des particularités de ce secteur. Ces derniers s'appuient très largement sur leurs fournisseurs pour redynamiser la mise sur le marché de nouveaux produits, même si ces flux sont encore peu décrits dans la littérature.

2.5.3. Dans le secteur agro-alimentaire

Le secteur agro-alimentaire constitue un terrain d'expérimentation intéressant pour évaluer l'émergence de l'innovation ouverte dans des secteurs de faible technicité [Sarkar et al. 2008]. En effet, ce secteur d'activité est bien souvent décrit comme un marché mature et de faible croissance. Par ailleurs, les innovations radicales sont relativement rares ce qui peut s'expliquer par un investissement en R&D relativement faible [Costa et al. 2006]. Cependant, le secteur de l'agroalimentaire est caractérisé par une demande de plus en plus hétérogène et par un nombre croissant d'acteurs le long de la chaîne de développement de produits. Ces paramètres constituent un terrain propice à l'ouverture des frontières de l'entreprise. Il apparaît que l'adoption de ces pratiques est encore dans une phase d'apprentissage dans ce secteur [Bigliardi et al. 2012]. On observe ainsi une multitude d'initiatives isolées caractéristiques de l'émergence de ce concept même si il n'existe pas encore de modèle parfaitement adapté à ce secteur

[Gassmann et al. 2010]. Bigliardi et Galati [2012] proposent ainsi trois modèles distincts adoptés par les industries agro-alimentaires. Le modèle présenté en Figure 29 est considéré comme le plus représentatif de la chaîne de valeur agro-alimentaire, même si son implémentation effective est plus délicate :

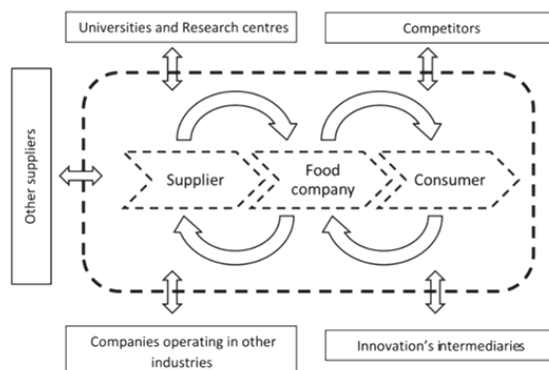


Figure 29 : Modèle d'innovation ouverte adopté par l'agro-alimentaire, extrait de [Bigliardi et al. 2012]

Ce modèle nommé "Want, Find, Get, Manage" également adopté par GSK a été formalisé par Slowinski et al. [2010] comme étant la succession de quatre phases complémentaires :

- identification par l'entreprise des connaissances externes dont elle a besoin (Want),
- identification du ou des bons partenaires pour acquérir ces connaissances (Find),
- acquisition et partage de connaissances, de préférence de façon équitable (Get),
- et gestion de la collaboration entre les différents partenaires (Manage).

Les fournisseurs jouent ainsi un rôle prépondérant dans ce modèle considéré comme une première étape à l'implémentation d'un processus d'innovation ouverte complet [Traitlet et al. 2011]. Afin de satisfaire une clientèle de plus en plus exigeante dans ce domaine, P&G, le pionnier de l'Open Innovation avec son programme Connect and Develop, ainsi que IFF (International Flavors and Fragrances) s'appuient sur l'expertise de leurs clients et de leurs fournisseurs pour concevoir de nouveaux produits [Sarkar et al. 2008]. Par ailleurs, General Mills a créé un réseau d'innovation mondial permettant de générer de nouvelles idées en collaboration avec ses fournisseurs, d'autres entreprises, des inventeurs ou des structures académiques [Khan et al. 2013]. A noter également que le management de l'innovation dans des secteurs agroalimentaires émergeant, tels que la nutraceutique, a également été questionné [Sankaran et al. 2007].

2.5.4. Dans le secteur de l'environnement

Il s'agit du secteur bio-industriel majeur pour lequel les exemples concrets de pratiques d'innovation ouverte sont peu nombreux. L'exemple le plus pertinent provient de la collaboration entre Électricité de France (EDF) et Innocentive, une entreprise spécialisée en crowdsourcing et en Open Innovation mettant en relation des industriels nommés "seekers" avec des fournisseurs d'idées appelés « solvers » au nombre de 250 000 présents dans 200 pays. En effet, EDF possède un certain nombre de problèmes techniques à résoudre, tels que le développement de nouvelles méthodes de mesure de la pollution de l'eau, des méthodes d'analyse des cultures et la nécessité de systèmes de capture des nitrates issus de l'agriculture. Ainsi, la récompense associée à ce dernier projet a été remportée par Patrick Fuller, doctorant

à la Northwestern University de Chicago. De la même manière, NineSigma, une entreprise leader dans les services liés à l'innovation ouverte (crowdsourcing, implémentation d'outils de gestion de l'innovation ouverte) s'est spécialisée dans l'accompagnement des entreprises possédant des problématiques de protection de l'environnement et de développement durable, ce qui couvre désormais 60% de son expertise.

On observe également une évolution des modèles de capital-risque proposés par les grandes entreprises du secteur de l'environnement. Il ne s'agit plus seulement de financer des projets de recherche mais d'offrir la possibilité de tester de nouvelles technologies en interne ou encore d'assurer un support de commercialisation des technologies de demain. C'est sur ce modèle qu'est basé le Veolia Innovation Accelerator, plateforme d'échanges entre Veolia et de jeunes entreprises innovantes dans les secteurs de l'environnement. Concrètement, cinq start-ups ont ainsi eu l'opportunité de développer leurs technologies avec le support de Veolia dans des domaines tels que le traitement des eaux usées, la valorisation des déchets ou encore le transport.

2.6. Les intermédiaires de l'innovation

Les parties précédentes ont mis en évidence que les secteurs bio-industriels majeurs commencent à adopter le modèle de l'innovation ouverte dans leur culture d'entreprise. Or, puisque ce modèle présuppose une utilisation des flux de connaissance interne et externe, nous remarquons que la question de la gestion de l'interface est une thématique de recherche encore trop peu investiguée. C'est pour cette raison que nous nous attardons dans la partie suivante à recenser différents travaux relatifs aux intermédiaires de l'innovation, puis nous focaliserons notre attention sur une nouvelle forme d'intermédiation : les plateformes d'innovation ouverte.

2.6.1. Les intermédiaires classiques

La littérature s'accorde à dire que les PME [van de Vrande et al. 2009] et les grands groupes [Mortara et al. 2011] montrent un intérêt croissant pour le modèle de l'Open Innovation. Cependant, l'implémentation de telles pratiques ne peut pas être réalisée facilement par tous les types d'entreprises [Perkmann et al. 2007]. C'est pourquoi, un certain nombre d'intermédiaires facilitant ces échanges se sont développés. Ils varient principalement dans leur façon d'identifier et de diffuser de nouvelles sources d'idées et de technologies [Chesbrough 2006]. C'est pourquoi de nouveaux acteurs ayant compris l'intérêt de se spécialiser dans le domaine se sont développées et proposent aux grands groupes de les accompagner dans l'implémentation de cette politique au sein de leur entreprise. C'est notamment le cas de Bluenove, un cabinet de conseil en management de l'innovation, leader français en innovation ouverte et collaborative [Duval 2011].

Les intermédiaires de l'innovation, également nommés "third parties" (tierce personne) [Mantel et al. 1987] ou "bridgers" (passerelles) [Bessant et al. 1995] dans la littérature, sont définis par Howells [2006] comme "une organisation ou une personne agissant comme un agent ou un courtier dans chaque aspect du processus d'innovation entre deux acteurs ou plus". Le rôle croissant de ces intermédiaires au sein du processus d'innovation est reconnu. En effet, les activités visées recouvrent à la fois la prestation de services, la négociation de transactions en cours et les services de conseil. Ils apportent ainsi une fonction de support pour la résolution de

problèmes [Hargadon et al. 1997], pour le transfert de technologie [Bessant et al. 1995] ou encore pour créer des réseaux entre des organisations ayant un but commun.

L'activité "résolution de problèmes" peut s'effectuer par le biais de consultants, de marchés de l'innovation ou de courtiers de connaissances et d'idées. L'objectif est d'accompagner les entreprises n'ayant pas les connaissances ou les ressources qualifiées pour résoudre un problème spécifique ou pour générer de nouvelles idées. Pour ce faire, ces intermédiaires peuvent s'appuyer sur des experts externes (industriels ou académiques) ou alors apporter leurs propres connaissances à leurs clients. Ainsi, les théories de conception innovante telles que la TRIZ ou la théorie C-K peuvent être déployées par ce type d'intermédiaires afin de résoudre ces problèmes techniques rencontrés par l'entreprise. Cette première activité est résumée schématiquement en Figure 30.

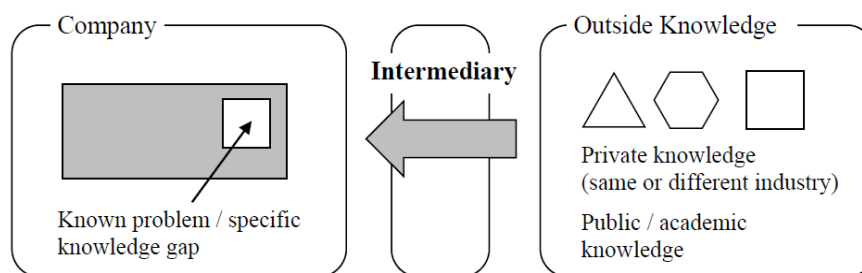


Figure 30 : Intermédiation pour la résolution de problèmes, extrait d'Agogué et al. [2013]

En parallèle, l'activité de transfert de technologie permet aux inventeurs de tout type de trouver le marché d'application de leur nouvelle technologie. Elle s'effectue principalement par des organismes spécialisés tels que des cabinets de valorisation, des incubateurs ou encore des capitaux-risqueurs [Agogué et al. 2013]. Depuis trente ans, des cabinets de conseil en management de l'innovation ont pénétré ce marché en offrant une large gamme de services, de la recherche de financements pour ces projets au choix d'une politique de management de l'innovation [Buijs 1987; Muller et al. 2012].

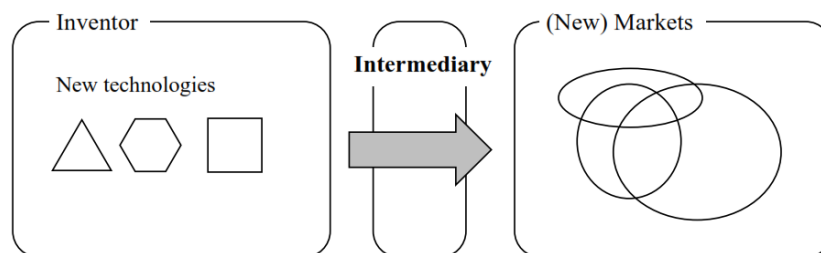


Figure 31 : Intermédiation pour le transfert de technologie, extrait d'Agogué et al. [2013]

Afin d'atteindre différents marchés, une entreprise ou un inventeur individuel peut faire appel à ce type d'intermédiaires pour faciliter le transfert de connaissances et de technologies, entre les entreprises d'un même secteur ou au-delà des frontières du secteur d'activité envisagé initialement. L'objectif est d'accompagner des inventeurs particuliers ou collectifs ne possédant pas les ressources nécessaires pour amener leurs inventions sur un marché. Cela peut être dû à

un manque de ressources humaines et temporelles, un manque de connaissance du marché visé ou encore une non-adéquation avec le business model de l'entreprise.

L'action de ces intermédiaires ne se résume cependant pas uniquement à créer des liens entre des acteurs générant des connaissances et les industries pouvant les exploiter. Cela passe également par des activités de marketing afin de convaincre les deux types d'acteurs et de gestion des conflits d'intérêt pouvant exister au-delà de l'aspect purement financier. Leur rôle de support technique permet de mettre en évidence d'autres applications de la technologie et d'étudier leur valorisation dans d'autres secteurs d'activité. Finalement, les principales fonctions de ces intermédiaires sont résumées dans le Tableau 7 [Agogué et al. 2013].

Tableau 7 : Principaux rôles des intermédiaires de l'innovation, adapté de [Agogué et al. 2013].

Fonction	Exemples
Connecter	Etablir des connections entre les organisations génératrices de connaissance et les acteurs externes du marché.
Impliquer et mobiliser	Réaliser des activités de marketing afin d'attirer des investisseurs.
Résoudre et éviter les conflits	Gérer l'équilibre entre les intérêts purement financiers et les objectifs non financiers.
Stimuler l'innovation	Recherche active de nouvelles technologies et transfert de connaissances.

2.6.2. Les plateformes d'Open Innovation

Cependant, l'innovation ouverte n'est pas un modèle borné par les frontières géographiques puisqu'il implique la recherche d'idées au niveau mondial. C'est pourquoi certains intermédiaires ont développé des plateformes en ligne afin d'englober la communauté la plus diversifiée. L'objectif de ces plateformes dématérialisées est de permettre aux inventeurs et entreprises de proposer ou vendre leurs idées ou leurs technologies à des tiers à la recherche de solutions innovantes. Il s'agit donc de marchés au sens économique du terme, où les propriétaires de technologies (knowledge owners) et les chercheurs d'idées (knowledge seekers) représentent l'offre et la demande [Chesbrough 2006].

Ces plateformes possèdent plusieurs appellations dans la littérature. Ainsi, Natalicchio et ses collaborateurs parlent de marchés d'idées (market for ideas) [2014] tandis que Verona et ses co-auteurs [2006] les définissent comme des courtiers de connaissance virtuels (virtual knowledge brokers). D'autres appellations plus concrètes existent, telles que plateformes transactionnelles [Jesic et al. 2011], accélérateurs de l'innovation ouverte (Open Innovation Accelerators) ou encore marchés de connaissance ou de technologies. Dans la suite de ce mémoire, nous faisons le choix arbitraire d'utiliser l'appellation générique "plateformes d'open innovation" pour désigner ces intermédiaires.

Cette nouvelle forme d'intermédiation s'inscrit dans une volonté de décomposer le processus d'innovation en étapes distinctes [Gassmann et al. 2004]. En effet, ces plateformes ont pour principal objectif de faciliter le listing, la recherche et l'échange de connaissances, d'expertise

et d'idées ayant un potentiel économique. L'achat et la cession de licences de brevets entre organisations apparaissent comme une illustration concrète du modèle à double flux proposé par Gassmann et Enkel [2004]. Ces intermédiaires de l'innovation assurent une fonction de support en proposant des services adaptés à l'échange de connaissances. Cela passe par un cadre structuré pour la rédaction d'offres de technologies (modèles de document de présentation de la technologie, exemple de Material Transfer Agreement etc...) pour les organisations désireuses de valoriser différemment leurs idées internes.

En parallèle, ils accompagnent les acheteurs en leur proposant des services personnalisés tels qu'une estimation de la valeur des droits de propriété intellectuelle, une assurance d'un nombre minimal de réponses aux demandes de technologies. A titre d'exemple, la plateforme Innovation Exchange propose d'appuyer les entreprises lors de l'étape de définition du problème et dans l'évaluation des différentes solutions qui seront proposées.

2.6.3. Typologie des intermédiaires de l'innovation ouverte

Une très grande variété de plateformes d'innovation ouverte coexistent, telles que Yet2.com créée en 1999, NineSigma (2000), Innocentive (2001) ou encore IdeaConnection (2007). Cependant, elles restent différenciées par des modes de fonctionnement et des business models très variés [Bakici et al. 2012; Hossain 2012]. Une typologie des plateformes d'Open Innovation est ainsi présentée dans le Tableau 8 et en Figure 32.

Tableau 8 : Typologie des plateformes d'Open Innovation, adapté de Bakici et al. [2012]

Type	Description	Exemples
Groupe d'experts	Le challenge est pris en charge par un groupe d'experts spécifique	NineSigma YourEncore IdeaConnection
Création d'un réseau	Construction de communautés et de réseaux	TopCoder Communispace Inpama
Marketplace (Marché de technologies)	Echange de droits de propriété industrielle, de nouveaux produits et de technologies	Yet2.com Connect and Develop (P&G) Innoget NineSights
Brainstorming	Plateformes de brainstorming	Atizo Openidea Shareyourbrain
Recherche par diffusion	Les problèmes des "technology seekers" sont résolus par une communauté de "solvers"	Connect and Develop (P&G) InnoCentive InnovationXChange

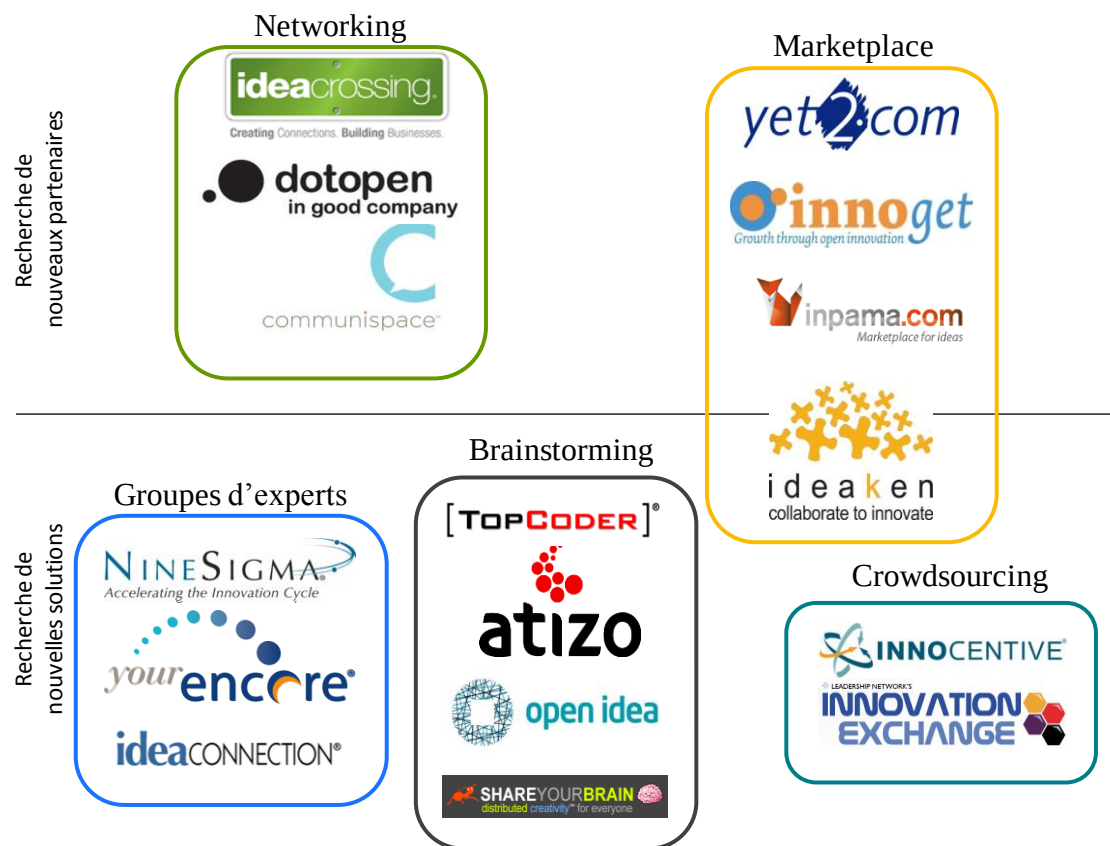


Figure 32 : Segmentation des différents types de plateforme d'innovation ouverte

Battistella et ses collaborateurs [2013] ont également réalisé une cartographie des plateformes d'innovation ouverte en fonction de leur rôle dans le processus d'intermédiation, comme présenté en Figure 33.

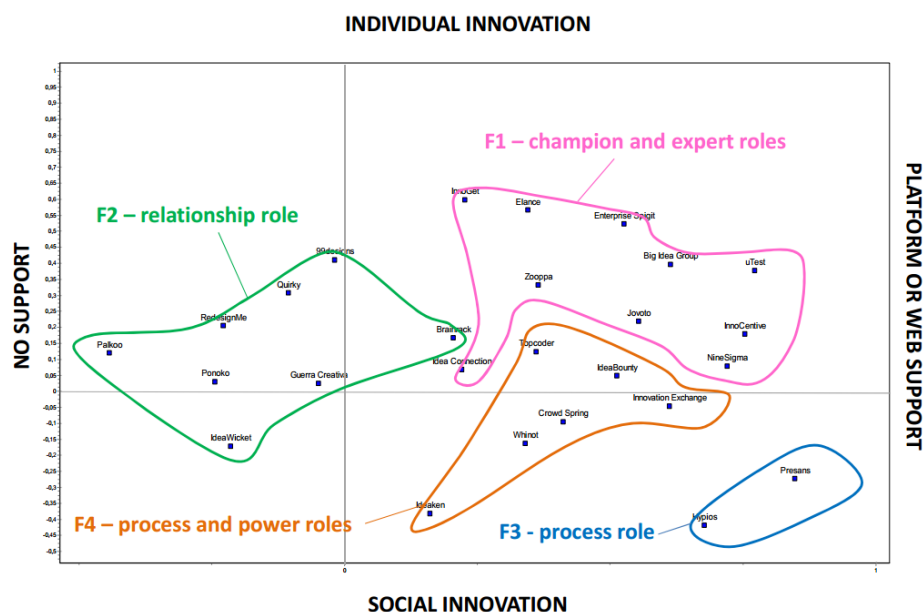


Figure 33 : Cartographie des plateformes d'innovation ouverte, extraite de [Battistella et al. 2013]

Ainsi, quatre groupes ont été mis en évidence par cette segmentation :

- les plateformes visant à regrouper les problématiques d'industriels et des chercheurs indépendants capables d'y répondre (champion and expert role),
- les plateformes jouant un rôle d'intermédiaire marqué afin de créer des interactions fortes entre ses membres (relationship role),
- les plateformes directement impliquées dans le processus d'innovation en tant qu'acteurs (process and power roles),
- les plateformes basées sur des outils de web sémantique et de moteurs de recherche automatisés (process role). Ces dernières ne représentent cependant qu'une minorité de celles présentes sur le marché.

Notons également que les mécanismes de rémunération de ces plateformes diffèrent très fortement. Ainsi, la plateforme innoget.com se rémunère en amont dès la diffusion d'une demande ou d'une offre de technologie tandis que la plateforme Yet2.com prélève une commission sur les échanges ayant eu lieu sur sa plateforme. Dans la suite de ce chapitre, nous focaliserons notre attention sur les plateformes de type « marketplace ». Elles nous semblent être les plus appropriées pour apporter des éléments de réponse à notre problématique industrielle; à savoir valoriser les technologies brevetées issues d'un laboratoire afin de leur conférer une réalité bio-industrielle. C'est pourquoi ces dernières ont constitué un des outils majeurs dans la réalisation de nos différentes expérimentations.

Afin de détailler plus précisément les différentes plateformes, nous nous focalisons sur leur mode de gestion. La littérature met ainsi en évidence deux grands modes de gouvernance de ces plateformes; les plateformes internes et les plateformes externes [Adamczyk et al. 2012].

2.6.3.1. Les plateformes internes

Les plateformes internes sont caractérisées par une gouvernance assurée par une entreprise unique. Il s'agit très généralement d'une multinationale qui utilise sa renommée et ses moyens financiers pour attirer de nouvelles sources d'idées externes. L'exemple le plus souvent cité dans la littérature est celui de la plateforme Connect and Develop (C&D) de Procter & Gamble (P&G). Créée en 2001, il s'agit d'une véritable vitrine des nouvelles pratiques d'innovation pour cette entreprise [Huston et al. 2006]. L'objectif affiché est ambitieux puisqu'il vise à ce que 50% des nouveaux produits développés par P&G comprennent une part significative de collaboration externe. Cependant, ce type de plateforme interne présente des limites. Ainsi, il a été observé que le nombre de propositions de technologies innovantes est très faible dans les pays où P&G n'a pas de centre de recherche, comme la France [Dodgson et al. 2006]. Cette initiative a par la suite été suivie par un autre géant des produits de consommation : Unilever (U-partner Open Innovation Submission Portal) puis par Anheuser-Busch InBev, le plus grand brasseur au monde. Ces pratiques tendent également à se diffuser dans les autres grands secteurs bio-industriels. Dans le secteur pharmaceutique, Eli Lilly a inauguré la plateforme Open Innovation Drug Delivery (OIDD). Il s'agit d'une plateforme permettant aux chercheurs du monde entier de proposer de nouvelles molécules pouvant présenter une activité thérapeutique [Lee et al. 2011]. Ce type de plateforme présente plusieurs intérêts pour les différents acteurs concernés :

- La protection de la propriété intellectuelle. Cela se traduit concrètement par la rédaction d'un Material Transfer Agreement, le cryptage des données échangées, l'accès à un serveur sécurisé et à la nécessité d'un accord pour que Eli Lilly accède aux informations structurales des molécules soumises.
- Des bénéfices pour les chercheurs, notamment l'accès gratuit aux plateformes de criblage de l'entreprise, des échanges confidentiels et la réception d'un rapport complet sur les données biologiques des composés soumis.
- Des bénéfices pour l'entreprise. Ce type de pratique permet potentiellement de renouveler le pipeline de nouvelles molécules, de collaborer avec des universitaires et de réaliser des publications communes.

Ces plateformes internes permettent donc aux industriels les ayant déployées de diversifier leurs sources de connaissances. En effet, au-delà des idées fournies par leurs fournisseurs, clients et employés, l'intégration de nouvelles technologies issues d'inventeurs isolés ou d'universitaires permet de redynamiser certaines pistes de réflexion en interne. Cependant, puisque toutes les entreprises ne possèdent ni les ressources nécessaires ni la visibilité de ces grands groupes, des initiatives visant à développer des plateformes "externes" ont vu le jour.

2.6.3.2. Les plateformes externes

Les plateformes externes sont celles présentant la plus grande diversité puisqu'elles ne dépendent pas exclusivement d'un grand groupe. Nous présentons ici celles ayant la plus grande visibilité sur le marché.

YourEncore (yourencore.com) est l'une des premières plateformes externe fondée conjointement par Eli Lilly et P&G en 2003, ensuite rejoints par Boeing. A sa création, il s'agissait d'une plateforme permettant à ses membres de rentrer en contact avec des experts à la retraite pour résoudre des problématiques spécifiques [Hossain 2012]. Aujourd'hui, il s'agit d'une entreprise spécialisée en Open Innovation qui s'appuie sur un large réseau de plus de 7500 chercheurs à la retraite et employés en tant qu'experts pour des laboratoires pharmaceutiques [Talaga 2009].

NineSigma a été fondé en 2000 et se déclare comme étant le leader sur le marché des intermédiaires de l'innovation. Cette entreprise guide ses clients pour la recherche de nouvelles idées, technologies ou produits en les connectant avec les inventeurs du monde entier. NineSigma fait appel à une équipe de recherche de professionnels afin d'identifier les experts ayant la capacité de répondre à une problématique donnée. L'ensemble des solutions proposées sont résumées au client et dans l'éventualité où l'une d'entre elles convienne, un accord de confidentialité est signé entre les différents acteurs.

Yet2.com a été fondé en 1999 dans le Massachusetts comme un marché de technologies, permettant le rapprochement entre les acheteurs et les vendeurs de technologie. L'objectif est de faciliter le transfert d'informations entre les entreprises de tailles différentes, de secteurs d'activité différents et géographiquement éloignées. Selon l'entreprise, la communauté de ses clients couvre 50% de la R&D mondiale, que ce soit des entreprises présentes dans sa communauté en ligne ou des multinationales ayant fait appel à ses services [Hossain 2012].

L'un des freins rencontrés est la diffusion des solutions [Nell et al. 2011]; c'est pourquoi Yet2.com a décidé de recentrer ses activités dans le support et le conseil aux entreprises.

Innoget est une plateforme espagnole créée en 2007 suite au regroupement de professionnels des domaines du management de l'innovation et du transfert de technologie. Elle gère une communauté mondiale de plus de 100,000 utilisateurs ayant accès gratuitement aux besoins et demandes de technologies d'organisations internationales à la recherche de co-développement, d'acquisition de technologies, de licensing ou d'autres types de collaboration.

Dans la suite de ce mémoire, nous focalisons plus spécifiquement notre attention sur les plateformes d'innovation ouverte opérant dans les secteurs bio-industriels.

2.6.4. Exemples de plateformes bio-industrielles

Plateformes pharmaceutiques

Comme nous l'avons vu précédemment, l'industrie pharmaceutique a été l'un des premiers secteurs industriels à avoir anticipé l'intérêt de stratégies basées sur l'innovation ouverte [Adelhelm et al. 2009; Talaga 2009; Khanna 2012]. Cela se traduit concrètement par des initiatives lancées par de grands laboratoires pharmaceutiques. Ainsi, Eli Lilly est à l'origine des intermédiaires tels qu'Innocentive et YourEncore, en partenariat avec d'autres industriels majeurs. Par la suite, ce Big Pharma a développé sa propre plateforme interne sous l'acronyme OIDD (Open Innovation Drug Discovery). Cette plateforme décrite précédemment est l'un des exemples les plus avancés de plateforme d'innovation ouverte interne dans le secteur pharmaceutique. D'autres exemples plus récents peuvent également être listés, tels que la plateforme développée par AstraZeneca qui place ainsi le partenariat et la collaboration au cœur de sa stratégie de développement.

Plateformes cosmétiques

La plateforme Pearlfinder de Beiersdorf traduit le changement de culture qui s'opère au sein de l'industrie cosmétique. Ainsi, selon Andreas Clausen, Responsable des Partenariats de Beiersdorf, "il n'est plus question de savoir s'il faut faire de l'innovation ouverte ou pas. Il est question désormais de savoir comment le faire." C'est dans cette optique qu'a été créée la plateforme Pearlfinder permettant aux inventeurs indépendants, aux universitaires comme aux fournisseurs d'ingrédients de proposer leurs idées innovantes aux départements R&D et Packaging du géant allemand. Cette plateforme est basée sur le respect des échanges et sur la protection des informations communiquées, notamment par la signature d'accords de confidentialité et de Material Transfer Agreement (MTA).

L'initiative du "Natura Campus" du leader brésilien des produits cosmétiques reflète également la volonté des grands groupes de ce secteur à communiquer sur leur capacité à déployer des pratiques d'innovation ouverte [Ferro 2009].

Par ailleurs, les fournisseurs d'ingrédients des secteurs cosmétiques et pharmaceutiques intègrent également ce type de pratique, ce qui confirme sa propagation tout le long de la chaîne de valeur des secteurs bio-industriels. C'est le cas de SEPPIC et de l'initiative Sepp'innove. Définie comme une politique partenariale au service de l'innovation et de la performance,

l'objectif est de nouer des relations fortes avec d'autres fournisseurs d'ingrédients, des universités ou des pôles de compétitivités.

Plateformes agro-alimentaires

Dans le secteur agroalimentaire, la plateforme indépendante Allfoodexperts réunit également des experts du secteur afin d'apporter des réponses à haute valeur ajoutée aux problématiques industrielles. L'objectif affiché est de devenir une référence en termes d'échange d'informations dans la chaîne de valeur agro-alimentaire.

Hormis cette plateforme généraliste, certaines initiatives d'industriels du secteur émergent. C'est notamment le cas de la plateforme G-WIN mise en place par General-Mills (6^{ème} groupe alimentaire mondial) qui vise à améliorer et accélérer le processus d'innovation interne. L'objectif est de s'appuyer sur l'expertise de chercheurs externes capables de fournir des solutions innovantes dans les domaines des produits finis, du packaging, des procédés de fabrication, des ingrédients ou encore dans les technologies digitales.

Ainsi, même si ce secteur d'activité est décrit dans la littérature comme un secteur de choix pour l'adoption ce paradigme, les initiatives concrètes de formalisation d'outils adaptés, telles que les plateformes d'innovation ouverte, sont encore peu décrits dans la littérature.

2.6.5. Performance de ces plateformes

La question de la performance de ces intermédiaires de l'innovation a rapidement été soulevée dans la littérature [Howells 2006; Lichtenthaler et al. 2006], s'appuyant sur des cas d'étude concrets dès l'étape de développement de nouveaux produits [Bahemia et al. 2010]. Ainsi, Sieg et al. [2010] se sont intéressés aux problèmes managériaux soulevés par l'utilisation de la plateforme Innocentive par sept grands acteurs de l'industrie chimique. Il a été montré que ces entreprises ont dû faire face à trois challenges bien distincts, à savoir :

- lister les chercheurs en interne capables de travailler avec l'intermédiaire de l'innovation choisi;
- sélectionner les "bons" problèmes; et
- formuler correctement ces problèmes pour aboutir à de nouvelles solutions.

Ainsi, des défaillances dans l'une de ces trois étapes peuvent être à l'origine de la difficulté de concrétiser les échanges par le biais de ces intermédiaires. Plus particulièrement, c'est la bonne formulation du problème qui semble jouer un rôle primordial dans la performance de ces pratiques.

Il a également été montré qu'il peut exister un déséquilibre évident entre les informations fournies dans l'offre de technologie postée et les besoins de l'entreprise à la recherche d'une solution innovante [Silveira et al. 2010]. D'une part, le fournisseur de technologie est tenté de donner une information peu détaillée, afin d'éviter de transférer l'ensemble de la connaissance technique sans contrepartie financière. L'entreprise à la recherche d'une nouvelle technologie doit ainsi évaluer cette dernière sur la base d'informations incomplètes. En parallèle, l'entreprise à la recherche d'une solution évite au maximum de dévoiler des informations stratégiques. L'objectif étant de présenter son problème de façon suffisamment claire pour obtenir des retours

adaptés. C'est ce déséquilibre, communément désigné sous l'appellation de "Paradoxe d'Arrow" [Arrow 1971], que les plateformes d'innovation ouverte tentent de minimiser en accompagnant leurs clients dans ces trois challenges.

Par ailleurs, certaines limites proviennent de la nature même des acteurs mis en relation par ces plateformes. Ainsi, du point de vue des propriétaires de technologie, les barrières mises en évidence par la littérature sont :

- la sur-évaluation de la valeur de leur idée [Silveira et al. 2010],
- une volonté d'éviter tout problème d'expropriation de l'idée. Ainsi, les informations transmises sont peu détaillées afin d'éviter la copie [Morgan et al. 2010],
- le syndrome « Not Sold Here » (NSH), souvent compensé par des primes ou 'incentives', notamment pour l'identification d'opportunités de licensing ayant une valeur économique importante [Lichtenthaler et al. 2011].

En parallèle, d'autres paramètres bloquant la performance de ces plateformes proviennent des organisations à la recherche de nouvelles technologies. C'est notamment le cas :

- du syndrome Not Invented Here [Arora et al. 2010]. Ce syndrome déjà décrit dans la littérature comme un frein au modèle de l'innovation ouverte l'est également pour l'adoption des outils qui lui sont rattachés,
- de la capacité de transfert technologique. En effet, l'achat d'une licence de brevet n'assure pas à l'entreprise qu'elle possède toutes les ressources nécessaires pour intégrer cette technologie externe,
- du rôle de la R&D interne. Ce département de l'entreprise doit avoir une action proactive dans la recherche d'idées externes. D'après Tapscott et al. [2008], l'activité de recherche interne et l'exploration d'idées externes se doivent d'être complémentaires. C'est notamment le cas de la plateforme Connect & Develop (C&D) qui permet à P&G de répondre rapidement et à moindre coût aux problématiques sortant du cœur de compétence de ses équipes de Recherche & Développement.

L'ensemble de ces arguments vise à expliquer le faible taux de réussite des plateformes décrit dans la littérature [Lichtenthaler et al. 2008]. Diverses actions compensatrices sont proposées par ces auteurs, à savoir :

- Le développement de services intégrés visant à appuyer les entreprises dans leur démarche. Ce type d'initiatives est de plus en plus implémenté par les plateformes.
- Favoriser la synergie entre ces services d'intermédiation et des activités internes,
- Favoriser la synergie entre ces services d'intermédiation et des activités de réseau interentreprises,
- La promotion des compétences internes pour le management de transactions de technologies,
- Le développement d'un support actif pour le transfert de technologies,
- L'alignement de ces services avec la politique d'innovation de l'entreprise.

2.7. Synthèse

Cette revue de la littérature "méthodologique" a mis en évidence la dimension collaborative croissante au sein du processus d'innovation. Le modèle intégrant totalement cette dimension est celui de l'innovation ouverte formalisé par Chesbrough en [2003] puisqu'il préconise l'utilisation intensive des flux de connaissances internes et externes tout au long du processus d'innovation. Le secteur pharmaceutique est ainsi considéré comme un des pionniers dans l'adoption de l'innovation ouverte [Bianchi et al. 2011]. Ces pratiques diffusent également vers les autres secteurs bio-industriels majeurs, que ce soit la cosmétique [Ades et al. 2013] ou l'agro-alimentaire [Sarkar et al. 2008; Bigliardi et al. 2012]. Cette observation confirme la diffusion rapide du modèle de l'innovation ouverte des secteurs de haute technicité vers l'ensemble des secteurs industriels [Chesbrough et al. 2006].

En effet, malgré des limites variées, qu'elles soient culturelles [Katz et al. 1982], organisationnelles [Chiaroni et al. 2011] ou stratégiques [Lee et al. 2010], les principaux avantages de l'innovation ouverte consistent en un partage des risques et une diminution des coûts de recherche et de la durée de commercialisation. Néanmoins, la gestion de l'interface entre l'entreprise et son environnement proche est une thématique de recherche encore peu investiguée. Nous nous sommes donc intéressés aux nouvelles formes d'intermédiation opérant dans les différentes phases du processus d'innovation. A ce titre, les plateformes d'échange de connaissances (nommées plateformes d'innovation ouverte) ont tout particulièrement retenus notre attention, du fait de leur diversité de mécanismes de fonctionnement [Bakici et al. 2012] et de leur business models [Chesbrough 2006]. Néanmoins, les travaux visant à évaluer leur performance effective à l'aide de cas d'études concrets sont encore peu nombreux [Lichtenthaler et al. 2008]. Il s'agit là du principal constat tiré de notre revue de la littérature "méthodologique" et qui guidera la formalisation de notre problématique de recherche.

Ainsi, le choix a été fait d'illustrer le rôle de ces nouvelles formes d'intermédiation de l'innovation en nous appuyant sur un cas d'étude concret ; à savoir un procédé de synthèse de particules d'argile breveté car possédant un potentiel applicatif dans les secteurs bio-industriels. Or, puisque les bio-industries se reposent sur un socle de connaissances important et varié, il nous est apparu nécessaire de positionner le projet EBISilc[®] par rapport aux différentes stratégies de synthèse d'argile décrites dans la littérature. Pour se faire, nous introduirons l'évolution des différents procédés de modification d'argiles naturelles, de synthèse d'argiles synthétiques et semi-synthétiques. Finalement, nous étudierons plus en détails les procédés de synthèse d'organosilicates par voie sol-gel qui constitue le cœur technique de ce projet. Ainsi, cet état de l'art "technique" nous conduira à justifier la représentativité du procédé EBISilc[®] comme cas d'études de nos travaux de thèse.

3. Etat de l'art : procédés de synthèse d'argile

3.1. Généralités sur les argiles naturelles

Le terme « argile » est un terme polysémique représentant d'une part des sols (roches sédimentaires) composés de particules de petite taille, généralement inférieure à 2µm. Une argile naît majoritairement par altération des roches et change de propriétés physico-chimiques en fonction de l'évolution géologique et des conditions environnementales [Errais 2011]. D'autre part, ce terme fait référence aux minéraux constitutifs de cette fraction. Ces sols sont en effet composés essentiellement de minéraux (phyllosilicates - silicates en feuillets), de silices (colloïdale ou quartz) et d'oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium [Rotenberg 2007].

Dans le cadre de notre projet, nous nous focaliserons sur les phyllosilicates qui sont les principaux minéraux argileux. L'utilisation de ces minéraux présente un grand intérêt dans de nombreux secteurs industriels. Cela est dû à leurs propriétés absorbantes qui résultent de leur grande surface chargée, de leur pouvoir de gonflement ainsi qu'à leur abondance dans la nature. Dans la partie suivante, nous rappelons la structure et la nomenclature des minéraux argileux en nous focalisant plus particulièrement sur ceux qui possèdent un potentiel applicatif dans les bio-industries.

3.1.1. Classification des argiles naturelles

Les minéraux argileux sont constitués en grande majorité de phyllosilicates [Guggenheim et al. 1995] caractérisés par une structure en feuillets de tétraèdres SiO_4 liés de façon covalente à des feuillets d'octaèdres métalliques (Fe^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} ...). Les couches tétraédriques (T) sont liées aux couches octaédriques (O) selon des arrangements variables, formant ainsi des feuillets d'une épaisseur moyenne de 1 nm. Ces feuillets sont séparés par une distance nommée interfeuillelet pouvant être vide ou contenir des molécules d'eau et/ou des cations, comme représenté en Figure 34.

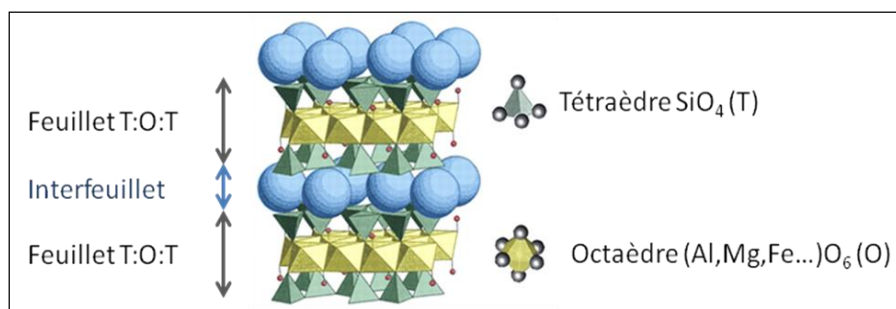


Figure 34 : Représentation schématique d'une argile de type 2:1 ou T/O/T

Etant donnée la variété de propriétés structurales et chimiques des minéraux argileux, les géologues se sont accordés sur une classification homogène selon des critères structuraux et chimiques. Ainsi, quatre niveaux d'organisation ont été mis en évidence par White [2005] :

- les plans, constitués par les atomes ;
- les couches tétraédriques ou octaédriques, formées par une combinaison de plans;
- les feuillets, formés par des combinaisons de couches;
- et le minéral, constitué de l'empilement de plusieurs feuillets (Figure 35).

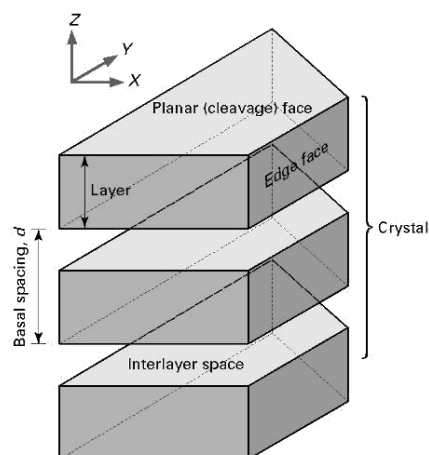


Figure 35 : Structure général d'un phyllosilicate, extrait de White [2005]

Il existe une grande variété de classifications des argiles naturelles. Ici, nous retenons la classification proposée par l'AIPEA (Association Internationale Pour l'Etude des Argiles) qui repose sur trois critères :

- le type de feuillet (1:1 ou 2:1),
- la charge globale du feuillet,
- et la nature des cations interfoliaires [Errais 2011].

Pour des raisons de lisibilité, les seuls paramètres structuraux retenus dans ce mémoire sont la combinaison des feuillets et la nature des espèces présentes dans l'interfeuillet. La classification simplifiée qui en résulte est présentée dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Classification des argiles naturelles, d'après Gailhanou [2005].

Combinaison des feuillets	Espèces présentes dans l'interfeuillet	Groupe	Principales espèces
Tétraèdre/Octaèdre (abrégié T/O) 1:1	Vide	serpentinite- kaolinite	Kaolinite – Lizardite
	H ₂ O		Halloysite
T/O/T 2:1	Vide	talc - pyrophyllite	Pyrophyllite - Talc
	Cations	smectite	Montmorillonite - Hectorite - Beidellite - Saponite
		vermiculite	Vermiculite dioctaédrique et trioctaédrique
	Cations + H ₂ O	mica	Muscovite - Biotite - Céladonite - Phlogopite
		illite	Illite
		mica dur	Margarite - Clintonite
T/O/T/O 2:1:1	Feuillet d'hydroxydes	chlorite	Clinochlore - Nimité

3.1.2. Relations structure – propriétés physiques

A l'exception du talc et de la pyrophyllite, les argiles de type 2:1 présentent des substitutions isomorphes dans les couches tétraédriques et octaédriques, phénomènes ayant lieu lors de la cristallisation de ces minéraux. La substitution des ions Si^{4+} par des ions Al^{3+} dans la couche tétraédrique (présente dans l'illite ou la beidellite) ou celle des ions Al^{3+} par des ions de valences inférieures comme Mg^{2+} ou Fe^{2+} dans la couche octaédrique (stevensite ou vermiculite) créent des charges négatives au sein du feuillet [Bleam et al. 1988]. Ces substitutions sont en grande partie responsables de la capacité d'échange cationique (C.E.C) des argiles. En effet, ces charges locales sont compensées par la présence dans l'espace interfeuillet de cations (cations compensateurs); principalement des cations alcalins Na^+ , Li^+ ou K^+ , hydratés ou non; et pouvant être substitués par d'autres cations de taille variable. L'ensemble de ces phénomènes permet d'obtenir une neutralité électrique globale responsable de la cohésion de ces édifices macromoléculaires.

Le déséquilibre de charge local confère aux argiles de type 2:1 des propriétés de gonflement variables d'une sous-famille à l'autre. En effet, l'alternance des couches T/O/T minimise l'influence de la charge des couches octaédriques (O) comparée à celle des couches tétraédriques (T). Ainsi, les sous-familles caractérisées par des substitutions isomorphes dans les couches octaédriques, telles que les smectites, présentent des interactions entre feuillets plus faibles. Elles possèdent ainsi des propriétés de gonflement supérieures aux sous-familles caractérisées par des substitutions dans les couches tétraédriques, telles que les vermiculites. Ces propriétés dépendent également de la nature du cation compensateur; le gonflement sera d'autant plus important que les cations compensateurs présents seront petits et peu chargés [Montes-H et al. 2003].

Les différences structurelles existant entre les argiles de type 1:1 et 2:1 sont à l'origine de leur différence de comportement physique. Les argiles 2:1 possèdent des propriétés de gonflement et sont largement utilisées industriellement, que ce soit comme agents rhéologiques ou comme charge polymérique. En revanche, puisque les argiles de type 1:1 ne possèdent pas d'espace interfoliaire, elles ne sont ni gonflantes, ni exfoliables, d'où un nombre d'applications industrielles plus restreint.

3.2. Applications bio-industrielles des argiles

Les minéraux argileux sont largement utilisés pour de multiples applications industrielles. D'un point de vue rhéologique, ils sont par exemple appréciés pour leurs capacités à retarder la sédimentation de particules en suspension dans un liquide ou pour leur caractère épaississant. D'autre part, leur polarité permet également d'envisager des applications dans les domaines exploitant les phénomènes d'échanges d'ions, tels que l'absorption de métaux lourds [Bhattacharyya et al. 2008]. Enfin, leurs propriétés physiques trouvent de nombreuses applications dans les industries du ciment [Minet 2003], du traitement de papier, de la céramique ou des pigments.

Dans les secteurs bio-industriels tels que la cosmétique ou l'industrie pharmaceutique, ce sont leur taille colloïdale et leur structure cristalline qui leur confèrent des propriétés

particulièrement intéressantes [Carretero 2002]. Les argiles majoritairement utilisées dans les produits cosmétiques sont :

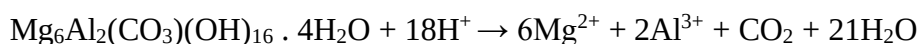
- Parmi les argiles de type T/O (1:1) : la kaolinite (ou kaolin) présente à la fois dans les masques et dans le maquillage [Prasad et al. 1991].
- Parmi les argiles de type T/O/T (2:1) :
 - le talc est utilisé dans les poudres pour bébés, le maquillage ou les sticks anti transpirants [Zazenski et al. 1995],
 - les smectites (montmorillonite modifiée ou non, hectorite et saponite), sont présentes dans les formulations complexes [Murray 2000],
 - les micas, utilisés principalement dans le maquillage et les vernis à ongles,
- Parmi les argiles fibreuses ayant une structure de base 2:1 en ruban: la palygorskite, utilisée dans des laits ou dans des masques [Galan 1996].

Dans l'industrie cosmétique, leur action en tant qu'agents rhéologiques et leur positionnement à l'interface eau/huile permettent en effet de limiter les phénomènes de déstabilisation des émulsions ; notamment la coalescence. Ainsi, les smectites (montmorillonite, bentonite, hectorite) sont utilisées dans les émulsions huile-dans-eau (H/E) comme agents rhéologiques ; la rhéologie finale étant fonction de la quantité et du type d'argile utilisée [Lagaly et al. 1999]. Sous forme de poudre, les argiles sont très souvent incorporées au sein de maquillages puisqu'elles apportent opacité à la peau et permettent de couvrir les rougeurs. Finalement, certaines argiles telles que les bentonites ou la kaolinite possèdent des propriétés astringentes fortement recherchées pour des applications anti-transpirantes [Carretero et al. 2010].

Dans l'industrie pharmaceutique, les minéraux argileux sont également largement utilisés. Les argiles naturelles ou synthétiques ont toute leur utilité dans l'industrie pharmaceutique que ce soit en tant qu'excipient ou en tant que principe actif. Parmi plus de 4500 espèces de minéraux, environ trente sont utilisées dans des préparations pharmaceutiques [Carretero et al. 2010]. Cependant, pour des raisons techniques et/ou économiques, les argiles peuvent également être synthétisées en laboratoire.

C'est notamment le cas des hydroxydes double lamellaires (HDL) largement utilisés en tant que principes actifs ayant des propriétés antiacides ou comme hôtes pour des molécules bioactives. En effet, ces matériaux, également appelés argiles anioniques, possèdent une structure lamellaire composée de feuillets chargés positivement. Cette charge portée par le feuillet est compensée par la présence d'un anion hydraté dans l'interfeuillet. Cette caractéristique particulière des HDL permet la rétention de biomolécules chargées négativement dans l'interfeuillet [Aguzzi et al. 2007], telles que l'ibuprofène [Rojas et al. 2012].

Leur constitution chimique particulière permet également d'employer ces matériaux en tant que principe actif. Ainsi, l'action antiacide de l'hydrotalcite (HDL) peut être retranscrite par l'équation suivante :



Selon l'activité thérapeutique recherchée, les argiles peuvent être administrées par voie orale ou par voie topique, comme résumé dans le Tableau 10 adapté de Carretero et al.[2010].

Tableau 10 : Activité thérapeutique des phyllosilicates

Phyllosilicate	Administration	Activité thérapeutique ou action cosmétique
Smectite	Orale et topique	Pharmaceutique (antiacide, pansement gastro-intestinal, anti diarrhéique et protection dermatologique) Cosmétique (crèmes, poudres et émulsions)
Palygorsite	Orale et topique	Pharmaceutique (antiacide, pansement gastro-intestinal et anti diarrhéique) Cosmétique (crèmes, poudres et émulsions)
Sepiolite	Orale et topique	Pharmaceutique (antiacide, pansement gastro-intestinal et anti diarrhéique) Cosmétique (crèmes, poudres et émulsions)
Kaolinite	Orale et topique	Pharmaceutique (pansement gastro-intestinal, anti diarrhéique, protection dermatologique, anti inflammatoire et anesthésique local) Cosmétique (crèmes, poudres et émulsions)
Talc	Topique	Pharmaceutique (protection dermatologique) Cosmétique (crèmes, poudres et émulsions)
Mica	Topique	Cosmétique (maquillage)

En tant qu'excipients, les minéraux argileux peuvent être utilisés seuls ou au sein de formulations plus complexes [Viseras et al. 2007; Carretero et al. 2009]. La modification de la libération de principes actifs est une des applications les plus évidentes [Rodrigues et al. 2013]. En effet, des effets de synergie entre les argiles et les molécules d'intérêt ont été observés. Ces matériaux permettent en effet d'améliorer la solubilité de molécules peu solubles ou encore de contrôler la libération de molécules d'intérêt. Par ailleurs, les argiles sont utilisées pour faciliter la dispersion de principes actifs, en tant qu'agents de stabilisation de suspension ou encore pour modifier la viscosité des formes semi-solides. Finalement, leurs propriétés colloïdales permettent de les employer en tant que co-émulsionnants ou comme additifs rhéologiques.

Néanmoins, les argiles naturelles ne sont utilisées qu'après diverses étapes de préparation, de purification et de traitement ; étapes souvent longues et coûteuses. Par ailleurs, des questionnements concernant la pureté chimique et minéralogique de ces matériaux apparaissent dans la littérature [López-Galindo et al. 2007; Silva et al. 2011]. C'est pourquoi des analogues semi-synthétiques ou entièrement synthétiques sont préparés en laboratoire pour pallier ces contraintes. Nous distinguons donc dans cette partie et les suivantes trois types d'argiles :

- les argiles naturelles, extraites directement du sol et subissant plusieurs étapes de purification comme décrit dans cette partie §3.2,
- les argiles semi-synthétiques, issues de la fonctionnalisation d'argiles naturelles selon différentes stratégies exposées dans la partie §3.3,
- et les argiles entièrement synthétiques, préparées selon plusieurs procédés de synthèse présentés dans la partie §3.4.

3.3. Stratégies de fonctionnalisation

Hormis quelques exceptions, l'argile naturelle est hydrophile et donc généralement incompatible avec des milieux apolaires. La modification de l'argile a donc généralement pour but de la rendre lipophile et de multiples stratégies de fonctionnalisation se sont développées dans cette optique.

3.3.1. Fonctionnalisation par échange cationique

La capacité d'échange cationique (C.E.C.) caractérise l'aptitude des argiles à substituer les cations M^+ présents à la surface ou dans l'espace interfeuillet par d'autres cations (tels que K^+ , Na^+ , H^+ , Ca^{2+} , NH_4^+ etc...). Il est exprimé en nombre de milliéquivalents de cations susceptibles d'être réversiblement adsorbés par 100g d'argile [Sparks 2003]. Cette capacité spécifique est exploitée afin de remplacer les cations compensateurs présents dans l'interfeuillet (principalement des cations alcalins Na^+ , Li^+ , K^+ ...) par des cations contenant des chaînes hydrophobes et en particulier des chaînes alkyles. L'objectif de ce type de stratégie est donc d'améliorer l'affinité des argiles avec les milieux apolaires, comme représenté en Figure 36.

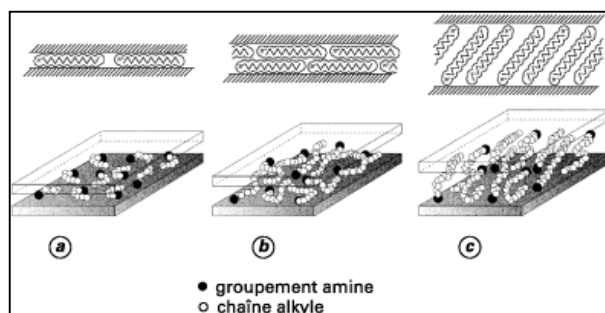


Figure 36 : Conformations adoptées par l'ion alkylammonium dans les organoclay
[Lefebvre et al. 2007]

Les argiles naturelles modifiées par ce type de fonctionnalisation sont les hectorites et les bentonites, du fait de leurs remarquables propriétés d'exfoliation (séparation des feuillets). Les cations organiques majoritairement utilisés sont des cations alkylammonium ; à savoir des amines aliphatiques placées en milieu acide afin de protoner la fonction amine. Plus précisément, il s'agit de sels d'alkylammonium de formule générale $[(CH_3)_3NR]^+ ; X^-$ ou $[(CH_3)_2NR_2]^+ ; X^-$; R étant une chaîne alkyl classiquement en C_{16} et C_{18} (hexadecyltrimethylammonium et dioctadecyldimethylammonium; respectivement) et X^- un contre ion, tel que l'ion chlorure Cl^- [Xi 2006].

Cette stratégie conduit à une famille de composés désignés sous l'appellation "organoclay" ou argiles organomodifiées et s'avère relativement simple en termes de réalisation technique. On parle ainsi d'argiles semi-synthétiques car basées sur la fonctionnalisation d'argiles naturelles par liaison faible. Il existe une grande variété d'organoclay commerciaux pour des applications industrielles variées. Ces dernières sont résumées dans le Tableau 11 ci-dessous.

Tableau 11 : Fournisseurs et applications des organoclays, d'après de Paiva et al. [2008]

Fournisseur	Région	Dénomination commerciale	Applications
Southern clay	USA	Cloisite® Garamite® Claytone®	Nanocomposites de polymère Additif rhéologique
Nanocor	USA	Nanomer®	Nanocomposites de polymère
Süd Chemie (Clariant)	Allemagne	Nanofil®	Nanocomposites de polymère
Laviosa Chimica Mineraria	Italie	Dellite®	Nanocomposites de polymère
Bentec (groupe Laviosa)	Italie	Viscogel®	Additif rhéologique
Elementis Specialities	International	Gamme des Bentone® Bentone Gel® Thixcin®	Nanocomposites de polymère Additifs rhéologiques

Cette stratégie de fonctionnalisation par échange cationique reste cependant limitée par la diversité de molécules organiques cationiques commercialement disponibles. Par ailleurs, la stabilité thermique et chimique de ces matériaux n'est pas optimale du fait de la fonctionnalisation par liaison faible [He et al. 2006].

3.3.2. Fonctionnalisation par intercalation de molécules

Il est également possible d'insérer dans l'espace interfeuillet des argiles des molécules ou des polymères non chargés. Même si l'intercalation de petites molécules organiques de type ester, alcool [Tran et al. 2006] et alkylamine [Yehia et al. 2012] est relativement aisée pour certaines classes de phyllosilicates, cette méthode s'avère plus difficile pour l'intercalation de polymères. C'est notamment le cas des polyéthylène-glycol (PEG) [Baker et al. 2004] et du polystyrène (PS) [Khvan et al. 2007] du fait de la faible capacité de séparation des feuillets (exfoliation) de la majorité des phyllosilicates, à l'exception des smectites.

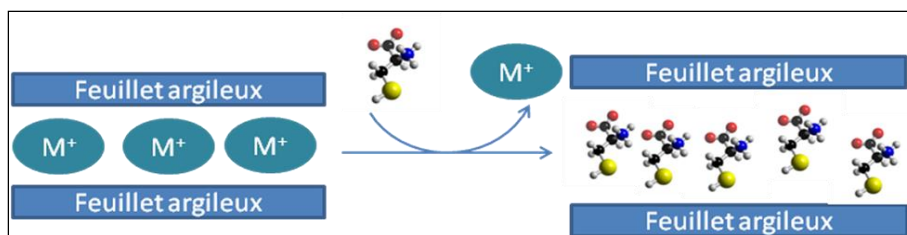


Figure 37 : Fonctionnalisation par intercalation de molécules organiques simples

D'autres méthodes visant à réaliser la polymérisation *in situ* au sein de l'espace interfeuillet ont été mises au point. Dans un premier temps, les monomères sont insérés dans l'espace interfeuillet de l'argile puis, dans un second temps, la réaction de polymérisation est déclenchée thermiquement, chimiquement ou par traitement UV [Stadtmueller et al. 2005]. Cette méthode reste néanmoins limitée par la capacité d'exfoliation des argiles naturelles décrite dans le §3.1.2.

3.3.3. Fonctionnalisation par greffage covalent (silanisation)

Les argiles sont caractérisées en outre par la présence en surface de groupements silanols (Si-OH) plus ou moins nombreux en fonction du type d'argile considéré. Même si les phyllosilicates possèdent un nombre limité de groupements silanols accessibles, ils peuvent servir de point d'ancrage pour la fixation chimique de molécule fonctionnelle ou d'un fragment fonctionnel d'une molécule. La fixation covalente qui en résulte par la formation d'un pont siloxane (Si-O-Si) permet une bonne stabilité du matériau fonctionnalisé du fait de la force de ces liaisons. Les molécules utilisées pour ce type de greffage covalent sont des molécules organiques bi-fonctionnelles, et plus particulièrement des organoalkoxysilanes de formule générique $R-Si(OR')_3$. En effet, ces molécules possèdent d'une part une chaîne latérale R fonctionnelle : amine [He et al. 2005], époxy [Matejka et al. 2000] ou thiol [Nakanishi et al. 2008] mais également des groupements alkoxy $-OR'$ facilement hydrolysables en conditions acide ou basique. L'hydrolyse permet donc de générer des intermédiaires capables de se greffer sur les groupements silanols en surface de l'argile (Figure 38).

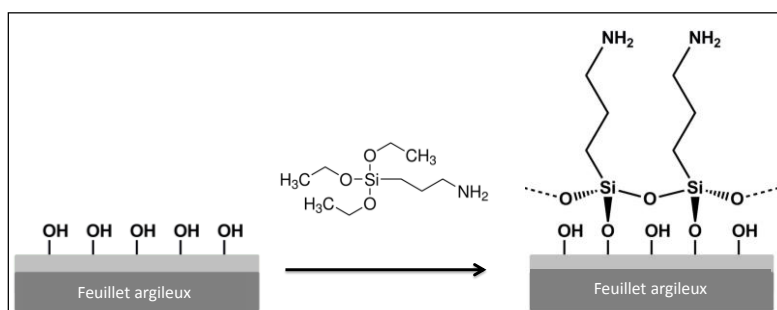


Figure 38 : Exemple de fonctionnalisation par greffage covalent

Ce type de fonctionnalisation est largement documenté et est également utilisé pour la fonctionnalisation de matériaux amorphes afin de leur conférer des propriétés particulières, telles qu'une certaine hydrophobie [Shang et al. 2010] ou de l'hydrophilie [Yeo et al. 2006]. D'autres types d'applications apparaissent, notamment pour greffer des biomolécules (sondes d'ADN simple brin (ssDNA), enzymes etc...) sur des matériaux inorganiques silanisés [Sarkar et al. 1989; Pasquardini et al. 2011], comme illustré ci-dessous en Figure 39 :

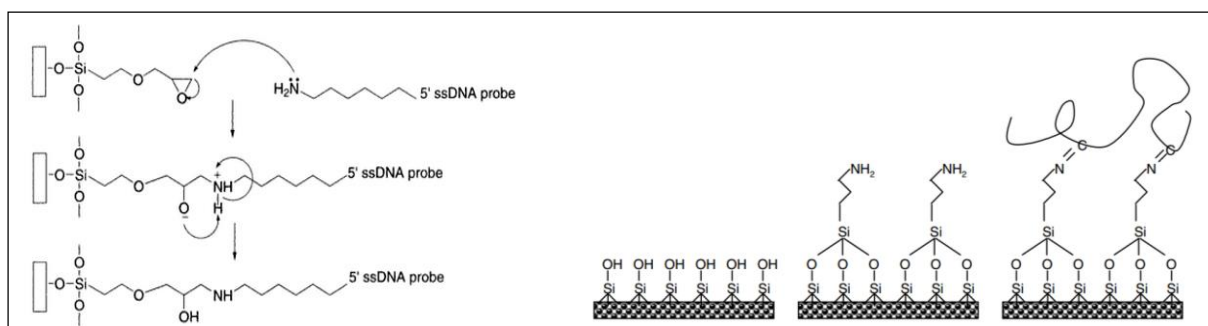


Figure 39 : Stratégies de silanisation pour le greffage de biomolécules

3.4. Procédés de synthèse d'argiles

3.4.1. Généralités

Malgré la richesse et la diversité des minéraux argileux naturels, leur hétérogénéité ainsi que leur faible affinité pour les milieux apolaires limitent l'étendue de leurs applications industrielles potentielles. Par ailleurs, le contrôle de la pureté chimique et minéralogique est un questionnement récurrent au sein de la communauté scientifique et industrielle. En effet, l'extraction de minéraux argileux des carrières ne peut garantir la reproductibilité de la composition des fractions prélevées étant données les variations géologiques et environnementales. L'absence de métaux lourds ou de matériaux minéraux fibreux de type chrysotile (amiante) n'est que très rarement garantie. Or les fibres de palygorskite (argile fibreuse) de taille supérieure à 5µm sont classées comme potentiellement cancérigènes pour l'Homme (groupe 2B) par l'Agence International de Recherche contre le cancer [López-Galindo et al. 2007].

Des études récentes s'intéressent également à la présence éventuelle d'éléments toxiques (métaux lourds, argiles fibreuses) dans les argiles utilisés dans les compositions pharmaceutiques et cosmétiques [López-Galindo et al. 2007; Silva et al. 2011]. En effet, ces matériaux sont utilisés de longue date dans les préparations cosmétiques et pharmaceutiques et les différentes pharmacopées imposent des caractérisations physico-chimiques relativement strictes (granulométrie, présence d'impuretés, teneur en eau, contamination microbienne etc...). Néanmoins, il n'y a que peu d'informations disponibles dans la littérature quant à leur pureté chimique ; c'est-à-dire l'absence de métaux lourds et de radio-isotopes. C'est pour l'ensemble de ces raisons que différents procédés de synthèse d'argiles ont été mis au point afin de parfaitement contrôler la composition des matériaux utilisés.

L'une des contraintes industrielles consiste à utiliser une source de silicium (Si) peu coûteuse et, dans la mesure du possible, renouvelable. Ainsi, le silicate de sodium Na_2SiO_3 (et le silicate de potassium K_2SiO_3), obtenus par réaction entre la silice SiO_2 et le carbonate de sodium Na_2CO_3 (ou le carbonate de potassium K_2CO_3 respectivement), constituent une source de silicium bon marché largement utilisée à l'échelle industrielle. Combinée à des sels de métaux correspondant aux cations métalliques de l'argile désirée, la réaction conduit généralement à un précipité amorphe ensuite partiellement cristallisé par traitement thermique. Différentes étapes "process" (filtration, lavage, séchage, broyage...) sont ensuite nécessaires pour obtenir un produit final ayant la granulométrie désirée. On peut citer à titre d'exemple les Laponites® (lithium-magnesium-sodium silicates) commercialisées par Rockwood et principalement utilisées pour leurs propriétés thixotropiques [Li et al. 2012] ; ou encore les hydrotalcites (hydroxydes double lamellaires HDL) commercialisés par Süd Chemie (Clariant).

D'autres projets de synthèse de phyllosilicates apparaissent tels que le projet Nanotalc porté par l'Université de Toulouse en partenariat avec Imerys® Talc [Dumas et al. 2013]. Les particules sont synthétisées à partir de métasilicate de sodium ($\text{Na}_2\text{SiO}_3, 5\text{H}_2\text{O}$) et de chlorure de magnésium hexahydraté ($\text{MgCl}_2, 6\text{H}_2\text{O}$) par synthèse hydrothermale ; c'est-à-dire à haute pression et à haute température. Ce projet vise à substituer le talc naturel utilisé pour de très

nombreuses applications telles que la formulation de peintures ou afin d'améliorer les propriétés physiques des matières plastiques. Mais comme cité précédemment, le talc naturel est également largement utilisé dans les secteurs bio-industriels, notamment dans les produits cosmétiques (poudre pour bébés, vernis à ongle et fonds de teint) ou dans l'industrie pharmaceutique, principalement en tant qu'excipient. En effet, cette argile particulière est considérée comme chimiquement inerte. On comprend donc qu'il existe un véritable intérêt industriel pour le développement de procédés de synthèse d'argiles.

3.4.2. Synthèse d'organosilicates par voie sol-gel

Pour faire face aux difficultés de fonctionnaliser de façon optimale les argiles naturelles avec des chaînes organiques, certains auteurs, Fukushima et Tani [1995] en tête, ont mis en place un procédé de synthèse de phyllosilicates à partir de précurseurs fonctionnels et de sels métalliques. Les organoalkoxysilanes utilisés, de formule générale $R-Si-(OR')_3$ apportent à la fois une source de silicium constitutif du squelette inorganique des silicates mais également des fonctionnalités spécifiques apportées par les chaînes organiques latérales. La présence de groupement facilement hydrolysables (typiquement des chlorures ou des fonctions alkoxy -OR' methoxy ou ethoxy) permet de contrôler la polymérisation de ces composés par un procédé basé sur la chimie sol-gel. Le procédé sol-gel est particulièrement bien adapté pour ce type de synthèse puisque les hybrides organiques-inorganiques sont synthétisés à basse température (généralement à température ambiante) ce qui ne compromet pas la stabilité des groupements organiques greffés. Par ailleurs, après hydrolyse, l'oxophilie du silicium est un véritable moteur des étapes de condensation.

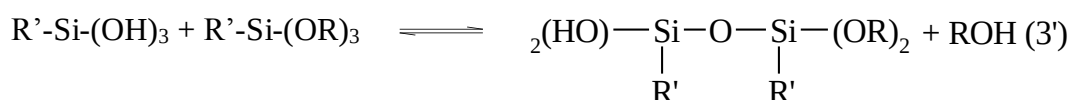
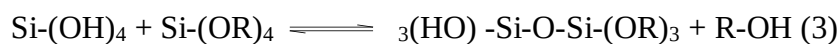
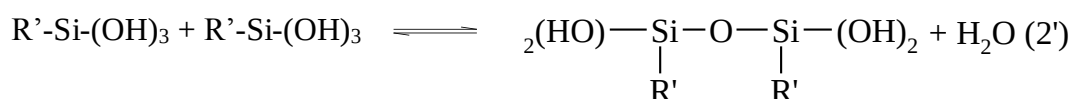
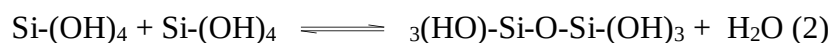
3.4.2.1. La chimie sol-gel

Le procédé sol-gel permet de synthétiser des matériaux complexes à partir de précurseurs moléculaires agissant tels des monomères d'une réaction de polymérisation. Les précurseurs les plus utilisés pour ce type de synthèse sont des alkoxydes métalliques de formule générale $M(OR)_4$ où le métal M est choisi parmi le Silicium (Si), le Titane (Ti), le Zirconium (Zr), l'Étain (Sn), le Cérium (Ce) ou encore l'Aluminium (Al) et le groupement R est un groupement alkyle à courte chaîne, typiquement le groupement méthyle ou éthyle. Dans le cadre de nos travaux, nous nous focaliserons plus particulièrement sur les précurseurs à base de silicium à savoir les alkoxydes de formule générale $Si-(OR)_4$ et plus particulièrement aux organoalkoxysilanes de formule générale $R'-Si-(OR)_3$ où le groupement R' est un groupement fonctionnel. Puisque la liaison Si-C est stable par hydrolyse, et ce contrairement à la majorité des liaisons métal-carbone, les groupements organiques sont conservés dans les matériaux synthétisés.

Le procédé sol-gel est basé sur deux étapes ayant lieu à température ambiante. La première étape (1) consiste en l'hydrolyse des précurseurs pour former des monomères réactifs (groupements silanols Si-OH libres) et libérant ainsi un alcool, généralement du méthanol (Me-OH) ou de l'éthanol (Et-OH) :



L'étape de précipitation / condensation correspondant à la polymérisation inorganique peut être schématisée de la façon suivante selon deux mécanismes compétitifs d'oxolation (2 et 2') et d'alcoxolation (3 et 3') :



Il a été montré que de nombreux paramètres de synthèse avaient une influence sur l'équilibre réactionnel et donc sur le type de composé synthétisé. On peut citer notamment la nature du solvant (aqueux ou alcoolique), la quantité d'eau dans le mélange, la température de réaction, la nature de l'organoalkoxysilane et notamment celle de la chaîne latérale qu'il porte ainsi que l'ajout d'un catalyseur de nature variée. En effet, la modification du pH est un paramètre d'importance sur la vitesse de disparition du monomère et sur la forme du produit obtenu, comme cela est illustré en Figure 40.

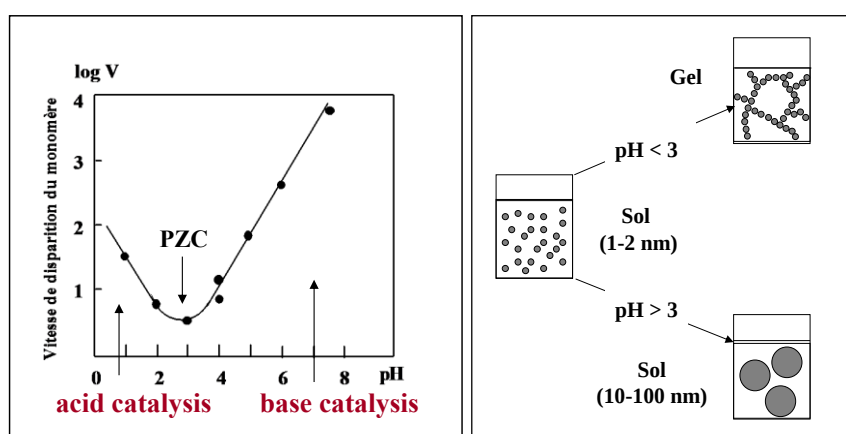


Figure 40 : Influence du pH sur la vitesse de disparition du monomère (gauche) et sur la forme du produit obtenu (droite)

En catalyse acide (pH < 3) on observe une protonation de Si-OH ou de Si-OR qui deviennent de meilleurs groupes partants tandis qu'en catalyse basique (pH > 3), ce sont OH⁻ et Si-O⁻ qui deviennent réactifs car meilleurs nucléophiles comparés à H₂O ou Si-OH, respectivement. En catalyse acide, la réaction de polymérisation va s'effectuer en bout de chaîne, ce qui conduit à des polymères linéaires (fibres).

- Catalyse acide de l'hydrolyse (HCl, H₂SO₄, HNO₃, CH₃COOH, HF) [Ro et al. 1989]

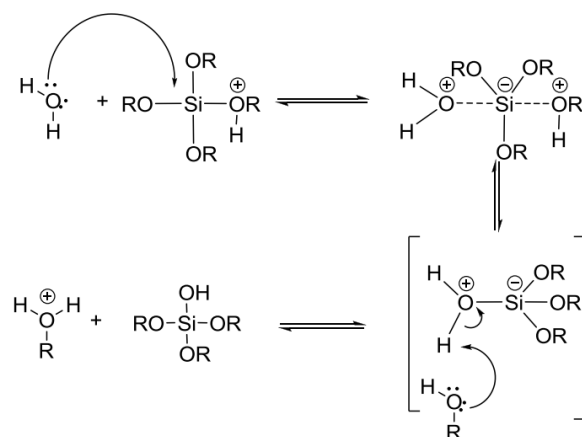


Figure 41 : Mécanisme d'hydrolyse par catalyse acide

En catalyse basique, l'attaque se fait sur le silicium en milieu de chaîne, ce qui conduit à des polymères branchés voire à des billes sphériques. On parle alors du procédé Stöber qui permet de contrôler la taille des billes de silice synthétisées par voie sol-gel [Stöber et al. 1968].

- catalyse basique de l'hydrolyse (NaOH, NH₄OH) [Pope et al. 1986]

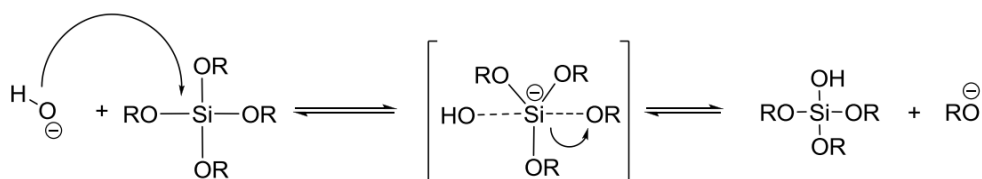


Figure 42 : Mécanisme d'hydrolyse par catalyse basique

Nous citons enfin les catalyseurs nucléophiles (KF, NaF, DMF, NH₄F, n-Bu₄NF) conduisant également à des intermédiaires avec un atome de silicium pentacoordiné :

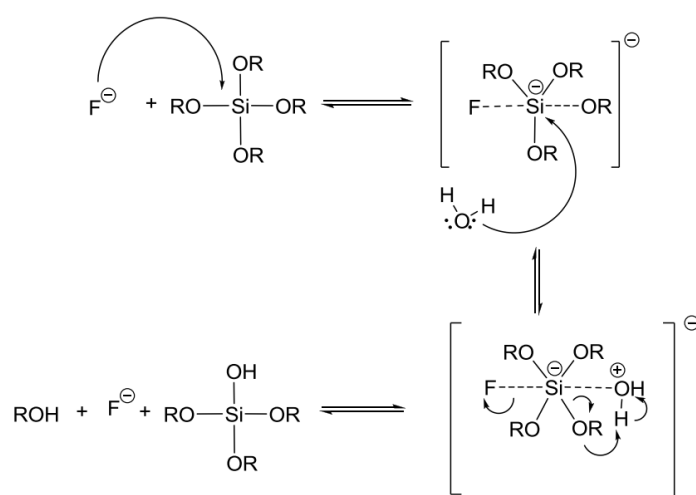


Figure 43 : Mécanisme d'hydrolyse par catalyse nucléophile

3.4.2.2. *Revue de littérature des différents organosilicates synthétisés*

Ce sont Fukushima et Tani [1995; 1996] qui furent les premiers à reporter la synthèse d'organophyllosilicates par procédé sol-gel en utilisant le 3-méthacryloxypropyltriméthoxy silane ($\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OMe})_3$) combiné à des chlorures de magnésium (ou de nickel) hexahydratés comme précurseurs de synthèse. Ce procédé a conduit à la formation d'organosilicates de magnésium (ou de nickel) lamellaires possédant des groupements organiques fixés de façon covalente au squelette inorganique, c'est-à-dire avec une liaison Si-R intacte. L'hydrolyse des groupements alkoxy se fait à température ambiante et l'ajout rapide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) concentrée conduit à la condensation des précurseurs. Le pH de la solution est donc fortement alcalin ($\text{pH} > 12$) et les espèces majoritaires en solution sont $[\text{SiO}(\text{OH})_3]^-$, $[\text{SiO}_2(\text{OH})_2]^{2-}$, $[\text{R}-\text{SiO}(\text{OH})_2]^-$ et $[\text{R}-\text{SiO}_2(\text{OH})]^{2-}$; comme cela est décrit par Minet [2003]. Ces intermédiaires vont ainsi se condenser avec les cations métalliques présents en solution et entraîner la co-précipitation des organosilicates. Cette synthèse conduit à la formation d'un squelette inorganique constitué de tétraèdres simples (SiO_4) et de tétraèdres fonctionnalisés ($\text{R}-\text{SiO}_3$) tandis que les sels de métaux divalents ou trivalents forment les feuillettes d'octaèdres (Figure 44).

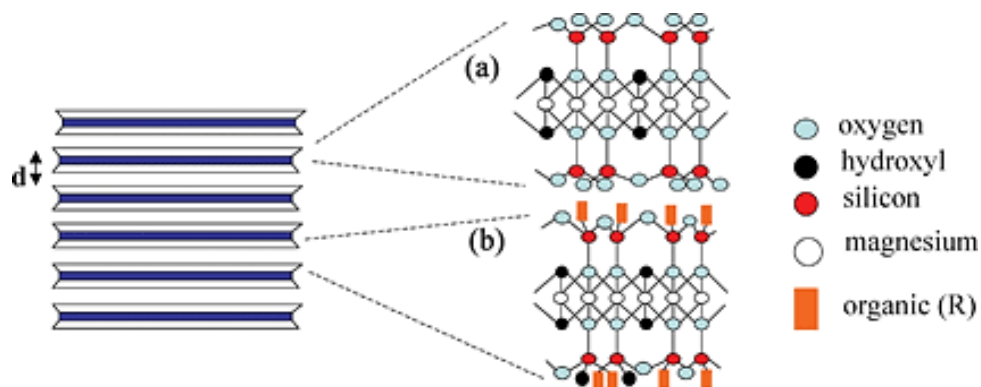


Figure 44 : Représentation schématique d'organosilicates obtenus par voie sol-gel, extrait de [Patil et al. 2008]

Une très grande variété d'organosilanes et de cations métalliques ont été investigués, avec des applications potentielles très variées; comme résumé dans le Tableau 12 ci-dessous :

Tableau 12 : Organosilicates synthétisés par voie sol-gel

Cation(s) utilisé(s)	Groupelement organique du (des) silane(s) utilisé(s)	Applications potentielles évoquées ou investiguées	Référence(s)	Groupelement organique du (des) silane(s) utilisé(s)	Applications potentielles évoquées ou investiguées	Référence(s)
Mg (feuillet type talc)	3-(methacryloxy)propyl	Aucune (caractérisation)	[Fukushima et al. 1995; Fukushima et al. 1996; Burkett et al. 1997; Ukrainczyk et al. 1997]	3-chloropropyl 5-amino-1,3,4-thiadiazole-2-thiol	Élimination de métaux lourds	[Sales et al. 2006]
	Chaines alkyles : methyl / isobutyl / pentyl / octyl et dodecyl	Aucune (caractérisation)	[Ukrainczyk et al. 1997; Jaber et al. 2002; Patil et al. 2004]	N-phenylaminomethyl phenethyl	Nanocomposites	[Gallego et al. 2008]
	methyl / phenyl 3- mercaptopropyl 3-aminopropyl 3-(methacryloxy)propyl	Nanocomposites	[Burkett et al. 1997]	2-aminophenyl disulfide-glycidoxy propyl	Élimination de métaux lourds	[Moscofian et al. 2008]
	glycidoxypropyl 3-(2-aminoethyl-3-aminopropyl) 1-propenyl 3-dihydro-1H-imidazolpropyl	Elimination de métaux lourds	[Whilton et al. 1998]	(3-urea-dodecyl)-propyl (synthétique)	Aucune (caractérisation de la stabilité chimique)	[Moscofian et al. 2008]
	6-amino-4-azahxyl 9-amino-4,7-diazanonyl	Catalyse	[da Fonseca et al. 1999]	glycidoxypropyl-thiourée (synthétique)	Élimination de métaux lourds	[Dey et al. 2009]
	3-mercaptopropyl	Élimination de métaux lourds	[da Fonseca et al. 2000] [Lagadic et al. 2001]	3-mercaptopethyl-carbamothioatepropyl	Élimination de métaux lourds	[Badshah et al. 2011]
	3-propylurée-propyl 3-pentylurée-propyl 3-heptylurée-propyl	Agent de sorption pour l'extraction de molécules organiques polluantes	[Silva et al. 2002]	N,N-methylene-bisacrylamide mercaptopropyl	Élimination de métaux lourds	[Badshah et al. 2013]

Cation(s) utilisé(s)	Groupe ment organique du (des) silane(s) utilisé(s)	Applications potentielles évoquées ou investiguées	Référence(s)
Mg (feuillet de type talc)	3-aminopropyl	Activité antimicrobienne	[Chandrasekaran et al. 2011]
		Lavage du sol in-situ	[Lee et al. 2011]
		Nanostructures avec biomolécules (protéines)	[Patil et al. 2004]
		Nanocomposites polymère/silicate	[Bharathwaj et al. 2010]
		Catalyse	[da Fonseca et al. 1999]
		Applications biomédicales	[Han et al. 2011]
		Libération contrôlée d'actifs	[Holmström et al. 2007; Yang et al. 2013]
		Absorption de colorant	[Lee et al. 2011]
		Élimination de métaux anioniques toxiques	[Lee et al. 2011]
		Élimination de polluants	[Lee et al. 2012]
		Élimination de métaux lourds	[Lagadic 2006]
		Lyse membranaire	[Choi et al. 2013]

Ni (feuillet de type talc)	3-methacryloxypropyl	Aucune (caractérisation)	[Fukushima et al. 1995; Fukushima et al. 1996]
	3-glycidoxypropyl 1,12-diaza-3,4:4,10-dibenzo- 5,8-dioxacyclopentadecane- (3-glycidoxypropyl) ₂	Séparation chromatographique	[Hong et al. 1997]
	3-aminopropyl 6-amino-4-azahexyl 9-amino-4,7-diazanonyl	Propriétés magnétiques et optiques	[Guillot et al. 2002]
	ethanolamine- glycidoxypropyl diethanolamine- glycidoxypropyl	Élimination de métaux lourds	[Melo Jr et al. 2008]
	O-thiocarbamate (synthétique)	Élimination de métaux lourds	[Badshah et al. 2011]
	3-urea-aminopropyl (synthétique)	Absorption de colorant	[Alencar et al. 2014]

Cation(s) utilisé(s)	Groupelement organique du (des) silane(s) utilisé(s)	Applications potentielles évoquées ou investiguées	Référence(s)
Al (feuillelet de type pyrophyllite)	phenyl / isobutyl / pentyl / octyl / dodecyl 3-methacryloxypropyl	Charge pour polymères, agent de sorption, support catalytique, capteurs chimiques, élimination de métaux lourds.	[Ukrainczyk et al. 1997]
	3-aminopropyl	Lavage du sol in-situ	[Lee et al. 2011]
	hexadecyl	Nanomatériaux	[Chastek et al. 2005]
	(3-urea-dodecyl)-propyl (synthétique)	Aucune (caractérisation de la stabilité chimique)	[Moscofian et al. 2008]
	glycidoxypopyl- thiourée (synthétique)	Élimination de métaux lourds	[Dey et al. 2010]

Ca (feuillelet de type smectite)	méthyl, éthyl, n-butyl, n- hexyl, n-dodecyl, n- octadecyl, phenyl, aminopropyl et 3-methacroyloxypropyl	Matériaux cimentaires	[Minet et al. 2004]
	3-aminopropyl	Applications biomédicales	[Han et al. 2011]
		Lyse membranaire	[Choi et al. 2013]

Cu (feuillelet de type talc)	3-mercaptopropyl	Catalyse	[da Fonseca et al. 2000]
------------------------------------	------------------	----------	-----------------------------

Zn (feuillelet de type talc)	3-mercaptopropyl 3-aminopropyl N-propyl- ethylenediamine	Élimination de métaux lourds	[da Fonseca et al. 2004]
------------------------------------	---	---------------------------------	-----------------------------

Fe (feuillelet de type talc)	3-aminopropyl	Lavage du sol in-situ	[Lee et al. 2011]
------------------------------------	---------------	-----------------------	-------------------

Mg et Li (feuillelet de type hectorite)	phenyl 3-methacroyloxypropyl 3-acroyloxypropyl	Aucune (caractérisation)	[Carrado et al. 2001]
--	--	--------------------------	-----------------------

Différents enseignements apparaissent au vu de cette revue des procédés de synthèse d'organosilicates par voie sol-gel. Tout d'abord, les premières synthèses réalisées avaient pour objectif d'étudier la structure des matériaux préparés et peu d'applications concrètes étaient proposées [Fukushima et al. 1995; Fukushima et al. 1996; Burkett et al. 1997; Mann et al. 1997; Ukrainczyk et al. 1997; Whilton et al. 1998].

Plusieurs techniques analytiques ont ainsi été déployées afin de caractériser ces hybrides. Nous pouvons citer la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) permettant de caractériser qualitativement le squelette inorganique ainsi que la présence effective des chaînes latérales au sein des matériaux. Ces résultats sont généralement confirmés par l'analyse élémentaire investiguant la teneur (exprimée en pourcentage) en éléments tels que : le métal (Mg, Al, Ni, Ca, Cu, Zn ou Fe), le silicium, le carbone, l'oxygène, l'hydrogène ou encore l'azote, selon le type de précurseur utilisé.

La diffraction des rayons X (DR-X) est une technique utilisée classiquement afin de s'assurer du caractère amorphe ou ordonné des matériaux synthétisés ; et évaluer l'épaisseur de l'espace interfeuille le cas échéant. Les techniques de Microscopie Electronique à Transmission (MET) et à Balayage (MEB) sont également largement utilisées pour s'assurer respectivement du caractère lamellaire des particules et obtenir une évaluation de leur taille. Plus récemment, la spectroscopie RMN du solide (^{13}C et ^{29}Si principalement) se positionne comme une technique permettant d'analyser la structure interne du squelette inorganique. Par ailleurs, étant données les applications visées, des techniques plus spécifiques telles que l'Analyse Thermogravimétrique (ATG), l'analyse calorimétrique (Differential Scanning Calorimetry DSC) ou encore la mesure de la surface spécifique des particules (méthode BET) sont couramment utilisées.

Par la suite, les équipes de recherche se sont intéressées aux mécanismes mis en jeu lors de ce type de synthèse. Cela a conduit Minet et ses collaborateurs à étudier l'influence de la longueur de la chaîne alkyle des silanes utilisés (de C_1 à C_{18}) sur l'espace interfeuille d'organophyllosilicates calciques [Minet et al. 2004]. Il a été montré que l'espace interfeuille, correspondant à la distance basale d_{001} du spectre de diffraction, était proportionnellement lié au nombre d'atomes de carbones de la chaîne latérale du silane utilisé, comme représenté en Figure 45.

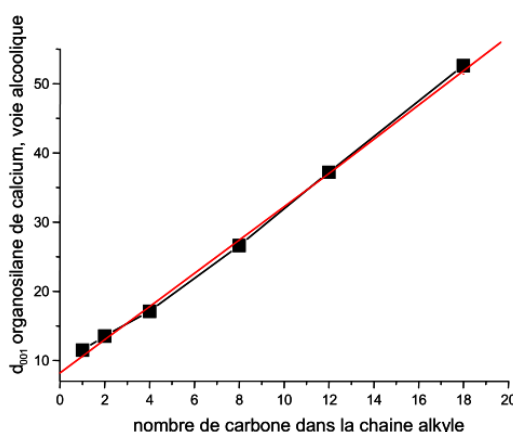


Figure 45 : Relation entre l'espace interfeuille et le nombre d'atomes de la chaîne alkyle, d'après Minet [2003]

La relation linéaire qui en découle donne $d_{001} = 8,3 + 2,4n$; où n représente le nombre d'atomes de carbone de la chaîne latérale. Le coefficient de la pente proche de 2 tend à confirmer que les chaînes sont perpendiculaires au feuillet inorganique et en vis-à-vis. Par ailleurs, ces travaux tentent de trouver une explication à l'état ordonné des matériaux synthétisés. Cet ordre proviendrait de l'arrangement des précurseurs en solution. En effet, à partir de l'hexadécylsilane (chaîne en C_{16}), un arrangement lamellaire des précurseurs en solution a été observé par diffraction des rayons X. Le caractère ordonné observé serait ainsi dû à une réplique de l'ordre préétabli en solution. La structure plus ou moins lamellaire est donc fonction des précurseurs utilisés mais également des paramètres du procédé de synthèse. Minet et ses collaborateurs ont montré qu'une étape d'hydrolyse des précurseurs permet d'obtenir des matériaux ayant un degré d'organisation supérieur. Dans ces travaux, il est à noter que d'autres chaînes latérales fonctionnelles ont été investiguées, telles que les chaînes vinylique, aminopropyle et mercaptopropyle. Par ailleurs, Chastek et ses collaborateurs ont synthétisé des aluminosilicates à partir d'hexadécylsilane afin d'obtenir des matériaux possédant un espace interfeuillet suffisamment important (environ 5 nm) pour y insérer des billes de polystyrène nanométriques [Chastek et al. 2005]. Les organosilicates obtenus présentent des chaînes alkyles interpénétrées dans l'interfeuillet, comme représenté en Figure 46.

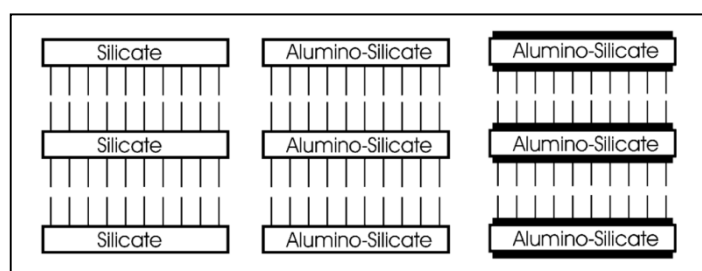


Figure 46 : Structure schématique d'organosilicates synthétiques, extrait de Chastek et al. [2005]

Ce résultat est particulièrement intéressant dans le cadre de notre projet. En effet, l'exposition des chaînes latérales vers le milieu externe conditionnera l'affinité des particules avec un milieu polaire ou apolaire.

Les premières applications concrètes de ces matériaux ont très rapidement été décrites dans la littérature. La première d'entre elles consiste à préparer des particules d'organosilicates pour leur incorporation au sein de matrices polymériques de type polystyrène ou poly(benzyl méthacrylate). On parle alors de nanocomposites à matrice polymère. L'objectif est d'améliorer les propriétés physiques et thermiques de ces matériaux en s'appuyant sur la compatibilité des organosilicates avec les milieux apolaires [Burkett et al. 1997; Chastek et al. 2005; Chastek et al. 2005; Bharathwaj et al. 2010]. Des applications plus novatrices sont également décrites. Ainsi, les propriétés magnétiques et optiques de ces matériaux ont été investiguées par Guillot et ses collaborateurs [2002]. Par ailleurs, la possibilité d'obtenir des particules intégrant des chaînes réactives a également ouvert la piste à de nouvelles applications, notamment dans les secteurs bio-industriels.

3.4.2.3. *Applications bio-industrielles des organo(phylo)silicates*

Il apparaît que la grande majorité des applications récemment décrites dans la littérature ont un lien avec les problématiques bio-industrielles actuelles. Tout d'abord, dans le secteur de l'environnement, c'est la capacité des organosilicates à capter un très grand nombre de polluants qui est étudiée. Parmi la longue liste des éléments considérés comme des métaux lourds, la complexation d'un certain nombre d'entre eux par des organosilicates a été investiguée :

- le cobalt, [Whilton et al. 1998],
- le nickel [Lagadic 2006],
- le mercure [Sales et al. 2006],
- le baryum [Melo Jr et al. 2008],
- le chrome, le manganèse, le zinc [Dey et al. 2009],
- le fer [Badshah et al. 2011; Badshah et al. 2013],
- le cuivre, le plomb et le cadmium [da Fonseca et al. 2004; Moscofian et al. 2008].

A quelques exceptions près, la plupart des travaux réalisés dans cette thématique sont ceux de l'équipe brésilienne du Professeur Claudio Airoidi de l'Université d'État de Campinas, au Brésil. Leurs travaux s'appuient sur l'utilisation de silanes commerciaux tels que le mercaptopropyl-triethoxysilane ou de silanes préparés en laboratoire possédant un pouvoir de complexation de ces éléments. Par ailleurs, l'élimination d'autres types de polluants est également décrite dans des articles plus récents, que ce soient :

- des colorants industriels, tels que le vert de malachite [Lee et al. 2011], ou encore le Reactive Yellow GR, le Reactive Red RB et le Reactive Blue RN [Moscofian et al. 2012; Alencar et al. 2014] ;
- des métaux anioniques toxiques, tels que $[\text{HAsO}_4]^{2-}$, $[\text{CrO}_4]^{2-}$ ou $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ [Lee et al. 2011];
- ou des polluants inorganiques et organiques tels que les ions fluorures (F^-), les nitrates (NO_3^-) et les phosphates (PO_4^{3-}) [Lee et al. 2012].

Des applications de ces hybrides dans le secteur pharmaceutique apparaissent également dans la littérature. Bien que les argiles naturelles soient utilisées de longue date dans ce secteur, l'utilisation des organosilicates synthétiques n'était pas documentée. La première étape a ainsi consisté à étudier la cytotoxicité de ces hybrides [Han et al. 2011]. Il a été montré que les aminosilicates à base de calcium et de magnésium présentaient une cytotoxicité in-vitro faible, et ce même aux fortes concentrations (1000 $\mu\text{g/mL}$). Ces premiers résultats permettent donc d'envisager l'utilisation de ces matériaux comme excipients innovants pour la libération contrôlée de principes actifs. Les résultats obtenus montrent que ce type d'hybride en tant qu'excipient permet une libération contrôlée de l'ibuprofène [Holmström et al. 2007] et l'augmentation de la biodisponibilité du flurbiprofène [Yang et al. 2013]. En effet, des interactions stériques et électrostatiques entre les chaînes fonctionnelles des aminosilicates et ces molécules d'intérêt ont été mises en évidence.

Par ailleurs, des applications des organosilicates dans le secteur biomédical émergent. L'exploitation des propriétés antimicrobiennes des aminosilicates de magnésium

[Chandrasekaran et al. 2011] pour le traitement de carries [Lee et al. 2013] est une piste intéressante. On note également des applications plus fondamentales telles que la modification bactérienne se basant sur la capacité des aminosilicates à lyser la membrane cellulaire [Choi et al. 2013]. Ces travaux rejoignent l'application antimicrobienne de ces particules décrite par Chandrasekaran et ses collaborateurs [2011] représentée en Figure 47.

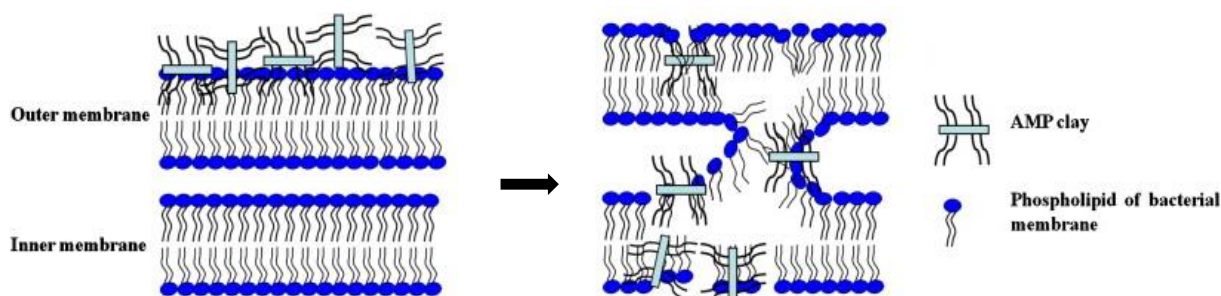


Figure 47 : Action d'aminosilicates sur la membrane bactérienne, d'après Chandrasekaran [2011]

Finalement, l'essor des applications bio-industrielles tend à confirmer la pertinence du projet EBISilc® vis-à-vis des problématiques auxquelles ces secteurs doivent faire face. En effet, les préoccupations environnementales sont croissantes pour tous les industriels, désireux de réduire leurs rejets dans l'environnement. C'est pourquoi le développement de nouvelles technologies permettant de capter des polluants de plus en plus complexes est une thématique de recherche qui dépasse les frontières des laboratoires académiques.

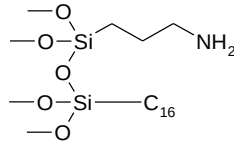
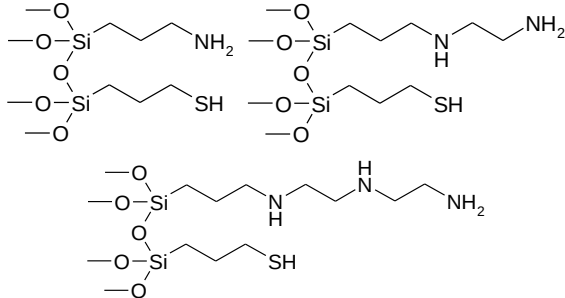
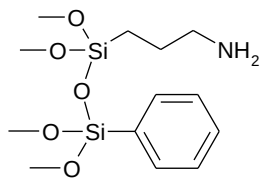
L'industrie pharmaceutique souhaite quant à elle intégrer de nouvelles molécules dans son pipeline. Ainsi, plutôt que de rechercher de nouveaux principes actifs via des processus longs et coûteux, une alternative de choix consisterait à moduler la libération de molécules dont l'activité est déjà prouvée mais présentant des problèmes de biodisponibilité. Le développement d'excipients innovants permettant de moduler cette biodisponibilité est donc une alternative de choix pour faire face aux difficultés rencontrées par les grands laboratoires pharmaceutiques.

3.4.2.4. *Limites des procédés décrits*

Il apparaît au vu de notre état de l'art que le talc est l'argile naturelle ayant servi le plus souvent de modèle avec l'utilisation d'un sel de magnésium (nitrate ou chlorure) et un ratio Silicium/Magnésium de 4/3. Par ailleurs, il est intéressant de noter que la combinaison de deux sels n'est que très rarement étudiée. Cela est très probablement dû à la volonté de s'appuyer sur des structures d'argiles naturelles bien définies.

Par ailleurs, peu de procédés mettant en jeu plusieurs silanes fonctionnels au sein de la même synthèse sont décrits dans la littérature. Les quelques exemples de double fonctionnalisation relevés sont présentés dans le Tableau 13 :

Tableau 13 : Procédés de synthèse d'organosilicates basés sur un mélange de deux organosilanes

Référence	Application visée	Représentation moléculaire de la double fonctionnalisation
[Patil et al. 2004]	Préparation de nanoparticules protéine-organoclay	
[Moscofian et al. 2012]	Absorption de colorants industriels	
[Lee et al. 2013]	Activité antibactérienne de composites polypropylène / organosilicates (traitement caries)	

Ces stratégies de double fonctionnalisation visent à améliorer l'affinité des particules avec différents milieux ou à conférer une activité synergétique entre deux chaînes fonctionnelles. Ces stratégies sont particulièrement récentes et les applications potentielles sont encore peu investiguées.

Le projet EBISilc® s'appuie sur la robustesse des méthodes de préparation d'organosilicates précédemment évoquées. L'objectif vise à conférer de nouvelles fonctionnalités aux particules synthétisées tout en investiguant d'autres structures. Outre la fonctionnalité hydrophobe apportée par des chaînes alkyles, il s'est avéré intéressant de synthétiser des particules possédant plusieurs fonctionnalités pour notamment préparer des particules amphiphiles, à la fois hydrophile et lipophile. Par ailleurs, d'autres combinaisons de cations métalliques ont été utilisées.

3.5. Spécificités du projet EBISilc®

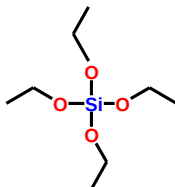
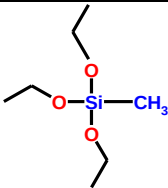
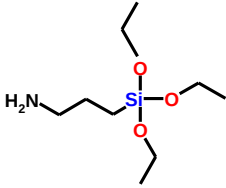
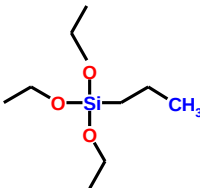
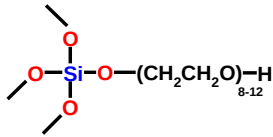
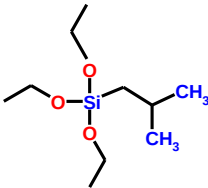
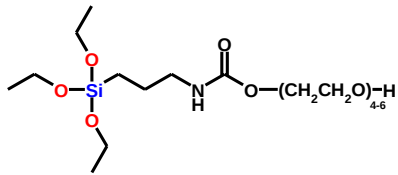
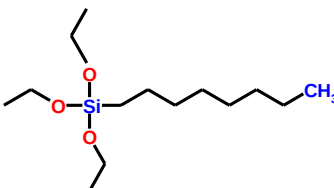
Dans le cadre du projet EBISilc®, l'objectif est de synthétiser des particules qui présenteront plusieurs types de chaînes fonctionnelles liées de façon covalente (Si-C) à leur structure, ce qui leur procure une stabilité chimique supérieure comparée aux argiles naturelles fonctionnalisées par échange cationique (§3.3.1). La première double fonctionnalisation envisagée consiste à combiner des chaînes latérales lipophiles et hydrophiles. C'est cette double fonctionnalisation hydrophile / lipophile, qui constitue l'activité inventive du projet et qui sera résumée sous l'appellation "amphiphilie" dans la suite de ce document.

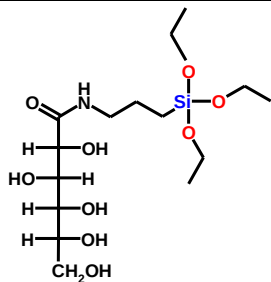
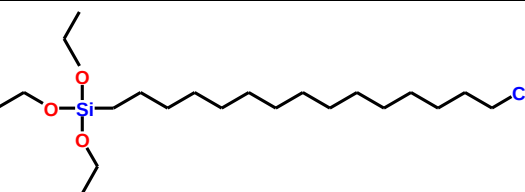
Par ailleurs, le procédé de synthèse a pour ambition de conférer aux particules synthétisées une structure comparable à celle des argiles naturelles. Néanmoins, du fait de l'utilisation de précurseurs fonctionnalisés et pour éviter toute ambiguïté, nous parlerons préférentiellement

d'organosilicates (ou d'organophyllosilicates si la structure lamellaire est confirmée) plutôt que de particules d'argile dans la suite de ce document.

Dans le cadre du projet, cinq silanes lipophiles et cinq silanes hydrophiles ont été investigués en prenant en compte leur coût à l'échelle industrielle, leur toxicité relative et leur réactivité. L'évaluation de ces deux derniers paramètres se base sur l'échelle HMIS (Hazardous Material Information System) classant la toxicité, l'inflammabilité et la réactivité des molécules. Par ailleurs, leur coût à l'échelle industrielle est estimé à partir des données des fournisseurs. L'ensemble de ces informations sont résumées dans le Tableau 14.

Tableau 14 : Silanes étudiés dans le cadre du projet EBISilc®

Silanes hydrophiles		Silanes lipophiles	
 tetraethoxysilane (TEOS)	SIT7110.0 HMIS 2-2-1 LD50 6270mg/kg (Légèrement toxique) ~ 20€/kg	 methyl-triethoxysilane (MTES) (INCI : METHYLTRIETHOXYSILANE)	SIM6555.0 HMIS 1-3-1 LD50:12500 mg/kg (Légèrement toxique) ~ 31€/kg
 aminopropyl-triethoxysilane (AMEO) (INCI : AMINOPROPYL TRIETHOXYSILANE)	SIA0610.0 HMIS 3-1-1 LD50 : 1780 mg/kg (Modérément toxique) ~ 39€/kg	 n-propyl-triethoxysilane (PTEO)	SIP6917.0 HMIS 2-2-1 LD50>5110 mg/kg (Légèrement toxique) ~ 104€/kg
 poly(ethylene glycol)-trimethoxysilane (4140 et 4144) (INCI : METHOXY PEG-10 PROPYL TRIMETHOXYSILANE)	SIA6492.7 HMIS 2-2-1 LD50 > 2000 mg/kg (Modérément toxique) ~ 28€/kg	 isobutyl-triethoxysilane (IBTEO)	SII6453.5 HMIS 2-2-1 LD50> 5000mg/kg (Légèrement toxique) ~ 43€/kg
 N-(triethoxysilylpropyl)-O-polyethylene-oxide urethane	SIT8192.0 HMIS 2-1-1 LD50 N.D. <i>Non commercial</i>	 n-octyl-triethoxysilane (OCTEO) (INCI : TRIETHOXYCAPRYLYLSILANE)	SIO6715.0 HMIS 2-1-0 LD50> 5110 mg/kg (Légèrement toxique) ~ 50€/kg

 N-(3-triethoxysilylpropyl)-gluconamide	SIT8189.0 HMIS 2-4-1 LD50 N.D. <i>Non commercial</i>	 <i>n</i>-hexadecyl-triethoxysilane SIH5922.0 HMIS 2-1-1 LD50 N.D. <i>Non commercial</i>
---	---	---

L'objectif affiché est donc de développer des matériaux présentant des caractéristiques d'amphiphilie au sens premier du terme ; c'est-à-dire qu'ils intègrent des groupements organiques hydrophiles et lipophiles. Cette double fonctionnalisation, représentée schématiquement en Figure 48, correspond à l'activité inventive revendiquée lors de la demande de brevet européen (EP 2430163) [Lhéritier et al. 2013]. Cependant, il est à noter que l'agencement des chaînes hydrophiles et lipophiles présenté est totalement arbitraire.

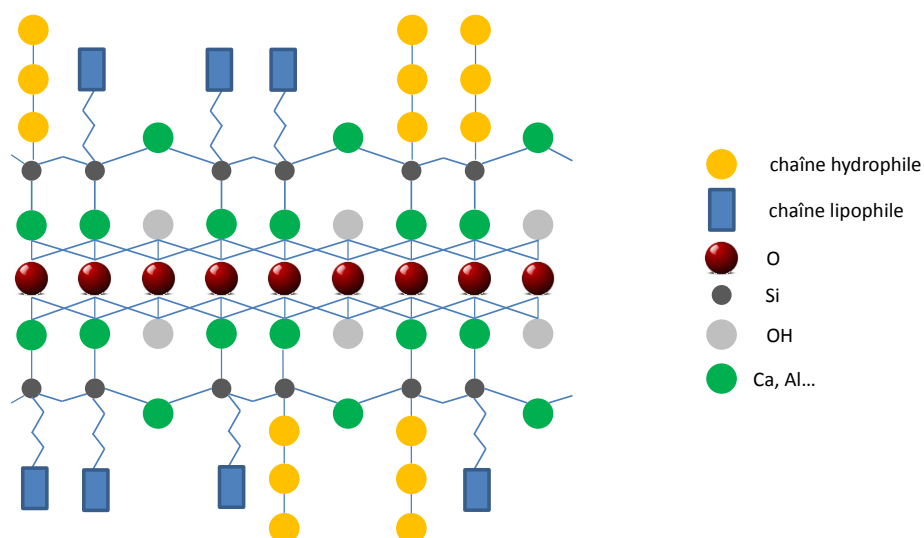


Figure 48 : Représentation de la double fonctionnalisation hydrophile / lipophile

Ce type de matériaux présente ainsi un potentiel particulier pour la stabilisation d'émulsions, à la frontière entre des émulsions stabilisées par des particules solides, appelées émulsions de Pickering [Pickering 1907], et des émulsions classiques stabilisées par des molécules tensioactives.

4. Problématique de recherche et hypothèses de résolution

4.1. Introduction

Dans cette partie, nous souhaitons mettre en évidence les principaux enseignements tirés de la revue de la littérature afin de dégager une problématique de recherche adaptée à notre contexte industriel. Pour ce faire, nous dressons dans un premier les constats tirés de notre état de l'art bicéphale. Ces constats nous permettront de mettre en évidence une problématique de recherche originale basée sur l'expertise de nos deux laboratoires d'accueil. Trois hypothèses de résolution seront alors formalisées afin de répondre à cette problématique et nous présenterons les pistes de réflexion nous ayant conduit au déploiement de trois expérimentations visant à éprouver la validité de nos hypothèses.

4.2. Problématique générale

Il est unanimement reconnu que l'innovation est à la fois un facteur de réussite pour l'entreprise mais également un facteur de croissance économique au niveau national. Cependant, le contexte économique de plus en plus contraint a entraîné une diminution des budgets de recherche et de développement. C'est notamment le cas dans les secteurs bio-industriels majeurs, qui connaissent une diminution du nombre de nouveaux produits mis sur le marché.

Bien que de nombreuses aides publiques existent pour soutenir l'effort de recherche et de développement de nos entreprises (Crédit d'Impôts Recherche, subventions BpiFrance, statut de Jeune Entreprise Innovante etc...), il apparaît également primordial de formaliser de nouveaux modèles de conception de produits permettant de redynamiser ces secteurs. Ainsi, la recherche de nouvelles sources de connaissances au-delà des frontières de l'entreprise apparaît être une solution de choix, en particulier dans les secteurs bio-industriels. En effet, ces secteurs sont caractérisés par une technicité élevée et par un contexte réglementaire contraint, du fait des forts impacts sociétaux des bioproduits. Ces paramètres, à la fois moteurs et freins à l'innovation, doivent donc être intégrés au sein des futurs processus de conception déployés par les entreprises de nos secteurs d'intérêt.

4.3. Synthèse de l'état de l'art et constats

Il apparaît que le concept de l'innovation ouverte est un concept récent puisqu'il n'a été proposé par Chesbrough [2003] que depuis une dizaine d'années. Critiqué par certains car il ne formaliserait que des pratiques ancestrales [Trott et al. 2009], ce modèle a néanmoins connu une propagation rapide des secteurs de haute technicité (aérospatial, pharmaceutique) vers d'autres secteurs d'activité moins techniques. Ses principaux avantages sont d'une part une apparente simplicité et le fait de proposer une désignation commune à des pratiques diverses et variées. Mais sa plus grande force réside très probablement dans son potentiel de diffusion au sein de la communauté industrielle. Le fait que ce paradigme soit adopté par de très grands groupes, tels que Procter et Gamble (P&G) et Philips, a en effet permis de lui donner une véritable légitimité et d'apporter une dynamique de recherche dans cette thématique. Concrètement, cela se traduit par un nombre croissant de conférences et de publications dans le domaine (cf. Figure 24, source Scopus).

Ainsi, comme tout concept récent, la première étape a largement consisté en une description des meilleures pratiques illustrées par des cas industriels [Chesbrough 2003; Dodgson et al.

2006; Lee et al. 2011]. Cette analyse très descriptive reste limitée par le peu de publications visant à analyser les modalités d'implémentation de ce modèle. En effet, bien que des pratiques d'ouverture soient depuis longtemps initiées au niveau industriel, la prise en compte des différentes méthodologies et des outils pour y parvenir n'est que très peu décrite. Cette observation constitue la première limite de notre revue de la littérature.

Par ailleurs, il apparaît que l'innovation ouverte est bien implantée dans le secteur pharmaceutique en tant que secteur de très haute technicité [Bianchi et al. 2011; Khanna 2012]. Ces pratiques d'ouverture commencent à s'implémenter dans les autres grands secteurs bio-industriels, et plus particulièrement dans l'industrie cosmétique et agro-alimentaire. Cependant, peu d'études tentent d'analyser les spécificités de ces secteurs caractérisés par une adoption plus tardive. Il s'agit là du deuxième constat que nous faisons quant à l'émergence de ce paradigme dans les bio-industries. Finalement, les premières publications relatives à l'adoption de l'innovation ouverte ont tenté de proposer des modèles d'intégration au sein des différents secteurs d'activité.

Puisque l'innovation ouverte modélise des flux entrants et sortants, la gestion de l'interface entre l'entreprise et son environnement proche est une thématique de recherche prometteuse. L'étude des nouvelles formes d'intermédiation telles que les plateformes d'innovation ouverte constitue un domaine de recherche en plein essor. L'état de l'art réalisé montre en effet un effort important de compréhension de leurs mécanismes de fonctionnement [Bakici et al. 2012], de leur business models [Chesbrough 2006] et également de leur performance intrinsèque [Lichtenthaler et al. 2008]. Néanmoins, les travaux visant à évaluer leur performance effective à l'aide de cas d'études concrets sont encore peu nombreux [Sieg et al. 2010]. Il s'agit là du constat principal tiré de notre revue de la littérature en sciences de la conception et de l'innovation et qui guidera la formalisation de notre problématique de recherche.

Dans un second temps, et afin de vérifier la pertinence de notre cas d'études, une revue de la littérature des procédés de synthèses d'argile a été réalisée. Cette analyse bibliographique a montré que les argiles naturelles sont largement utilisées dans les secteurs bio-industriels pour de multiples applications. A titre d'exemple, une trentaine d'argiles naturelles sont utilisées dans l'industrie pharmaceutique comme principes actifs ou comme excipients [Carretero et al. 2009; Carretero et al. 2010], comme agents rhéologiques dans les produits cosmétiques [Lagaly et al. 1999] ou comme agent de dépollution dans le secteur de l'environnement [Choy et al. 2007]. Cependant, la question de la pureté minéralogique et chimique de ces matériaux émerge dans la littérature [López-Galindo et al. 2007] puisqu'elle limite leur utilisation dans les bio-industries. C'est pourquoi plusieurs stratégies de préparation d'argile synthétiques ont été développées, afin de leur conférer des propriétés physico-chimiques novatrices. C'est notamment ce que propose la synthèse d'organosilicates par voie sol-gel réalisée à partir d'organoalkoxysilanes et décrite par Fukushima et Tani [1995; 1996]. Les organosilicates synthétisés par ce procédé possèdent de multiples applications, en particulier pour les secteurs bio-industriels, que ce soit dans le secteur pharmaceutique (libération contrôlée de principes actifs [Yang et al. 2013] et activité antimicrobienne [Chandrasekaran et al. 2011]) ou dans le secteur de l'environnement (élimination de métaux lourds [Lee et al. 2011] et absorption de colorants industriels [Moscofian et al. 2012]).

Les ingrédients synthétiques doivent par ailleurs répondre aux principes de la chimie douce, avec régénération du solvant. De tels ingrédients doivent justifier d'une performance supérieure aux ingrédients utilisés habituellement et posséder si possible une connotation naturelle. Ainsi, dans le cadre du projet EBISilc[®], nous utiliserons indifféremment la dénomination "organosilicate" ou "argile synthétique".

D'autre part, les applications investiguées dans la littérature scientifique sont variées et multisectorielles. Cependant, les limites mises en évidence concernent l'affinité des organosilicates synthétisés pour différents milieux. Les seuls exemples d'organosilicates possédant une affinité pour les milieux polaires et apolaires s'appuient sur une synthèse réalisée à partir d'un mélange d'organoalkoxysilanes [Patil et al. 2004; Moscofian et al. 2012; Lee et al. 2013]. Or, il s'agit là du cœur inventif de la technologie EBISilc[®] ; à savoir une double fonctionnalisation obtenue à partir d'un mélange d'au moins un précurseur silane hydrophile et d'au moins un précurseur silane lipophile. C'est pourquoi la technologie brevetée par le laboratoire EBInnov[®] apparaît comme particulièrement adaptée pour répondre aux problématiques principales des secteurs bio-industriels, en recherche constante de nouveaux ingrédients polyfonctionnels.

4.4. Enoncé de la problématique de recherche et hypothèses de résolution

La prise en compte des sources de connaissances externes et l'externalisation de projets internes, formalisée sous la dénomination d'innovation ouverte, connaît un intérêt croissant au sein de la communauté scientifique et industrielle. Par ailleurs, comme nous avons pu l'appréhender dans l'état de l'art, ces pratiques prennent une place croissante dans les secteurs bio-industriels. Notre problématique de recherche s'énonce donc de la façon suivante :

Comment formaliser un processus de conception dans les bio-industries intégrant l'évolution des modèles d'innovation de ces secteurs ?

Cette problématique s'appuie donc sur l'évolution des modèles d'innovation observée dans les secteurs bio-industriels majeurs. L'objectif est d'en déduire un processus de conception adapté aux problématiques actuelles de ces secteurs. Pour ce faire, nous nous appuierons sur un cas d'étude concret : la valorisation d'un procédé de synthèse d'organosilicates par voie sol-gel. En effet, la revue de la littérature dans ce domaine a montré que cette technologie est particulièrement en adéquation avec les attentes des industriels des secteurs bio-industriels. Afin de répondre à cette problématique de recherche originale, trois hypothèses de résolution complémentaires ont été formulées, avec pour objectif final de formaliser un processus de conception et d'innovation dans le domaine des bio-industries.

4.4.1. Première hypothèse de résolution

Notre revue de la littérature a mis en évidence le caractère pionnier du secteur pharmaceutique dans la formalisation et l'implémentation opérationnelle de pratiques d'ouverture. Concrètement, cela se traduit par des partenariats publics-privés forts [Khanna 2012], par l'émergence des start-ups biotechnologiques considérées comme une source de connaissance externe [Bianchi et al. 2011] et par la création de plateformes d'échange de technologies [Lee

et al. 2011]. Ainsi, malgré l'influence cruciale de la gestion de la propriété intellectuelle dans ce secteur d'activité, des pratiques impactantes et ambitieuses ont vu le jour.

L'étude bibliographique effectuée a par ailleurs révélé que les autres secteurs bio-industriels majeurs commençaient à investiguer ces pratiques afin de faire face à leur contexte d'innovation de plus en plus contraint. Dans le secteur cosmétique, des initiatives isolées apparaissent, que ce soit au sein de multinationales telles que Beiersdorf [Bilgram et al. 2011], Procter & Gamble [Huston et al. 2006] ou de fournisseurs d'ingrédients cosmétiques. Finalement, dans le secteur agroalimentaire, c'est le modèle Want-Find-Get-Manage (WFGM) qui semble prédominer, du fait de l'influence toute particulière des fournisseurs dans ce secteur d'activité [Bigliardi et al. 2012]. L'ensemble de ces observations nous permet de formaliser notre première hypothèse de résolution : **Le paradigme de l'innovation ouverte est intégré de façon opérationnelle dans les secteurs bio-industriels majeurs** (hypothèse H1).

4.4.2. Seconde hypothèse de résolution

Le modèle de l'innovation ouverte s'appuie sur l'utilisation croissante des flux de connaissance internes et externes, afin d'accélérer le processus de conception de nouveaux produits. Or, il a été montré dans le chapitre précédent que les études réalisées à l'interface de ce modèle sont rares. En effet, les travaux relevés s'attardent à investiguer les mécanismes et des processus déployés par ces plateformes pour mettre en relation les acteurs de l'innovation [Bakici et al. 2012] ou à décrire certaines bonnes pratiques telles que la plateforme Connect & Develop de P&G [Huston et al. 2006]. Par ailleurs, la grande diversité de ces nouvelles formes d'intermédiation n'est investiguée que depuis très peu de temps [Natalicchio et al. 2014], de même que la question de leur performance intrinsèque [Lichtenthaler et al. 2008].

L'utilisation de ce type d'intermédiation dans une grande variété de secteurs industriels a été décrite, que ce soit dans l'industrie chimique [Sieg et al. 2010], le secteur de l'énergie [Chesbrough 2012] ou encore l'industrie motocycliste [Sawhney et al. 2005]. Ainsi, il apparaît que l'étude de la performance des plateformes d'échanges de technologie n'est que très rarement décrite dans les secteurs bio-industriels autres que le secteur pharmaceutique. Nous posons donc l'hypothèse que dans nos secteurs d'intérêt, **les pratiques des intermédiaires de l'innovation sont performantes pour diffuser la technologie vers de nouveaux partenaires** (hypothèse H2).

4.4.3. Troisième hypothèse de résolution

L'état de l'art technique a mis en évidence la multitude d'applications auxquelles la technologie EBISilc® apporte un élément de réponse partiel ou total. Or, chaque secteur bio-industriel est soumis à un contexte d'innovation particulier, que ce soit en termes d'attentes techniques, réglementaires, marketing etc.... C'est pourquoi il apparaît nécessaire d'adapter la conception de notre technologie en fonction des spécifications industrielles de chaque secteur et/ou de chaque application visée. Par ailleurs, l'intégration de pratiques d'innovation ouverte dans le processus de conception de produits nouveaux a déjà été investiguée dans la littérature [Christiansen et al. 2013]. Ainsi, il a été montré que le management des droits de propriété intellectuelle est l'une des composantes principales pour optimiser un processus de conception axé innovation.

Nous posons donc l'hypothèse que cette complexité peut en partie être résolue par les plateformes d'innovation ouverte permettant le rapprochement des différents acteurs [Natalicchio et al. 2014]. La centralisation de l'ensemble des demandes de technologies et d'applications issues des échanges avec les industriels de nos secteurs d'intérêt peuvent être compilées au sein de documents uniques regroupant l'ensemble des spécifications soulevées. De tels documents peuvent ainsi servir de base de travail pour d'une part évaluer le potentiel d'innovation de la technologie et fournir des guidelines pour son éventuel re-conception. Nous formalisons donc notre dernière hypothèse de résolution de la façon suivante : **La convergence vers un cahier des charges "innovation" et la reconception permettent d'augmenter le potentiel d'innovation d'une technologie** (hypothèse H3).

4.5. Synthèse

La revue de la littérature a mis en évidence l'évolution des pratiques d'innovation dans les secteurs bio-industriels majeurs. Cette dernière est caractérisée par un aspect collaboratif croissant avec une ouverture des frontières de l'entreprise. Par ailleurs, l'état de l'art technique mettant en évidence les différents procédés de synthèse d'organosilicates décrits dans la littérature a confirmé l'adéquation de la technologie EBISilc® avec les problématiques auxquelles doivent faire face les secteurs bio-industriels majeurs.

Nous avons alors mis en évidence une problématique de recherche originale adaptée à notre contexte de recherche et industrielle : **Comment formaliser un processus de conception dans les bio-industries intégrant l'évolution des modèles d'innovation de ces secteurs ?**

Afin d'apporter des éléments de réponse à cette question, trois hypothèses de résolution ont été formulées. La première d'entre elles présuppose que le modèle de l'innovation ouverte est effectivement implanté de façon opérationnelle dans les secteurs bio-industriels majeurs (H1). Les résultats obtenus ont conduit à poser la question de la performance des outils mis à la disposition des acteurs de l'innovation, en l'illustrant par un cas d'étude concret : la synthèse d'un nouvel ingrédient pour nos secteurs d'intérêt. Pour ce faire, nous avons ensuite proposé l'hypothèse selon laquelle les pratiques des intermédiaires de l'innovation (ouverte) sont performantes pour diverger vers de nouveaux partenaires (H2). Finalement, nous finalisons notre processus de conception axé innovation en posant l'hypothèse que la convergence vers un cahier des charges "innovation" et la re-conception permettent d'augmenter le potentiel d'innovation de la technologie (H3). Afin d'éprouver la validité de ces hypothèses de résolution, le chapitre suivant présente les trois expérimentations réalisées.

4.6. Pistes de réflexion et choix d'actions adaptées

Afin de confirmer la validité de nos hypothèses de résolution, il conviendra d'une part de valider le choix du modèle de l'innovation ouverte. Cette validation terrain devra être la plus représentative possible de nos secteurs d'intérêt. Afin d'évaluer la performance des pratiques de l'innovation ouverte, il conviendra de déployer deux stratégies différentes en s'appuyant sur un cas d'études concret. Les enseignements obtenus devront être synthétisés afin de formaliser un modèle de conception ayant pour but d'accroître le potentiel d'innovation de l'invention. Voici résumés les objectifs des expérimentations présentées dans le Chapitre 5.

5. Expérimentations

5.1. Première expérimentation : Evaluation de l'émergence du modèle de l'innovation ouverte dans les secteurs bio-industriels

5.1.1. Objectifs

L'objectif de cette expérimentation exploratoire est d'évaluer la validité de notre première hypothèse de recherche (H1) selon laquelle **le paradigme de l'innovation ouverte est adopté de façon opérationnelle dans les grands secteurs bio-industriels.**

Cette démarche expérimentale nous est apparue nécessaire pour confirmer à la fois l'intérêt du modèle d'innovation choisi mais également pour évaluer la validité des secteurs bio-industriels comme cadre d'étude pour la réalisation de nos expérimentations.

L'enquête réalisée vise à apporter une vision opérationnelle aux travaux concluant sur une adoption effective de l'innovation ouverte par les grands secteurs bio-industriels; que ce soit dans l'industrie pharmaceutique [Bianchi et al. 2011], dans l'industrie cosmétique [Varrichio et al. 2012], dans l'agro-alimentaire [Bigliardi et al. 2012] et dans le secteur de l'environnement [Brodschii 2011]. L'objectif affiché est de faire le parallèle entre les différents enseignements issus de la littérature relatifs à l'adoption du paradigme de l'innovation ouverte et la vision de professionnels effectivement impliqués dans le processus d'innovation de ces entreprises. Les résultats obtenus devront ainsi nous permettre de confirmer la connaissance du modèle et de ses spécificités (moteurs, freins) et d'évaluer son implémentation effective dans nos secteurs d'intérêt.

5.1.2. Protocole

Dans le cadre de cette expérimentation, un questionnaire en ligne a été adressé à l'ensemble des anciens étudiants de l'Ecole de Biologie Industrielle (EBI). Ce choix se justifie par une volonté d'obtenir un taux de réponse suffisamment important pour réaliser une analyse statistique des résultats, ce que des interviews individuels n'auraient pas permis. Au total, un échantillon de 1485 individus a été interrogé. Le questionnaire comprenait 25 questions, avec une alternance de questions semi-ouvertes et d'échelles de Likert à 4 points (sans réponse neutre); le tout pour une durée approximative de 5 minutes. La conception du questionnaire avait pour but de le rendre le plus informatif possible tout en maximisant le taux de retour par le choix de questions courtes et une durée totale faible. Les retours obtenus de mi-juillet à mi-septembre 2013 (deux mois) ont ainsi été analysés.



Figure 49 : Protocole de soumission du questionnaire en ligne

Au total, 214 personnes ont répondu entièrement au questionnaire sans qu'aucune relance n'ait été effectuée (choix arbitraire). Cela correspond à un taux de retour proche de 15%, ce qui est particulièrement satisfaisant et probablement dû au choix d'une population cible encore attachée aux activités de l'EBI. Nous dépassons ainsi le minimum de 100 participants au total et sommes proches de celui de 10 répondants par variable, tel que recommandé par Hair et al. [2010]. Dans un premier temps, l'analyse descriptive des répondants est présentée en Figure 50.

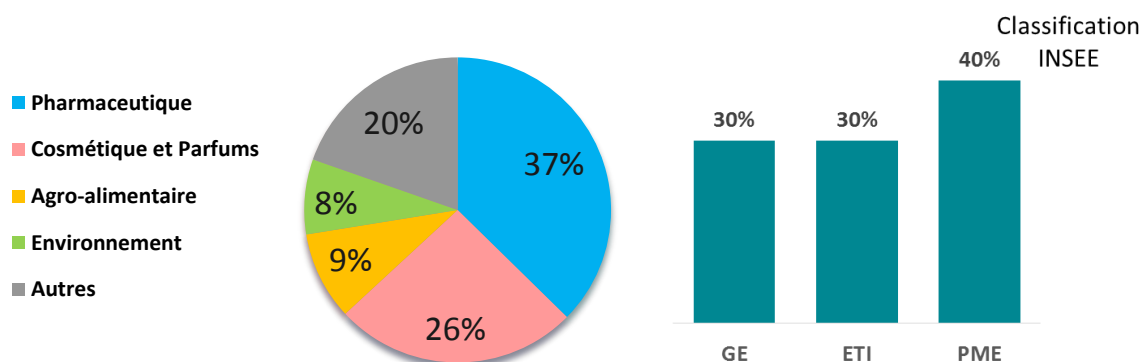


Figure 50 : Analyse descriptive des répondants

La ventilation des secteurs d'activité des répondants est conforme à celle du placement des anciens étudiants de l'EBI ; à savoir une majorité dans les secteurs bio-industriels pharmaceutique (37%) et cosmétique (26%) puis dans les secteurs de l'agroalimentaire et de l'environnement à parts quasiment égales (9% et 8% ; respectivement). Les autres secteurs de placement (20%) sont assez variés puisqu'il peut s'agir d'autres bio-industries, telles que des entreprises de biotechnologie et de diagnostic, ou de secteurs d'activité non bio-industriels tels que l'automobile, l'énergie ou les télécoms par exemple. Cette dernière catégorie est intégrée à l'analyse descriptive de notre échantillon et nous sert de point de référence pour les analyses comparatives présentées dans les parties suivantes.

De plus, nous observons une très bonne répartition dans les trois grandes catégories d'entreprises, selon la classification de l'INSEE :

- 30% des répondants proviennent de Grandes Entreprises (GE) de plus de 5000 salariés;
- 30% des répondants travaillent dans des Entreprises de Taille Intermédiaire (ETI), de 250 à 4999 salariés;
- et 40% dans des Petites et Moyennes Entreprises (PME), de moins de 250 salariés.

Cette homogénéité est d'autant plus intéressante qu'une analyse comparative sera réalisée en fonction du secteur d'activité et de la taille de l'entreprise dans laquelle les personnes interrogées travaillent.

Par ailleurs, la distribution du nombre d'années d'expérience des répondants représenté en Figure 51 est en accord avec l'évolution du nombre de diplômés de l'école pour chaque promotion. Notons toutefois une meilleure implication des promotions les plus récentes ce qui peut s'expliquer soit par une meilleure mise à jour de leurs coordonnées soit par leur implication plus récente dans l'ensemble des activités de l'école.

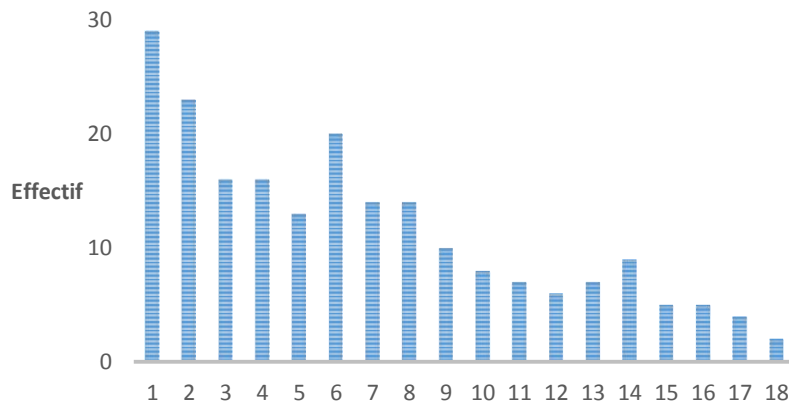


Figure 51: Nombre d'années d'expérience professionnelle des personnes interrogées

5.1.3. Résultats obtenus

5.1.3.1. Connaissance de l'innovation ouverte

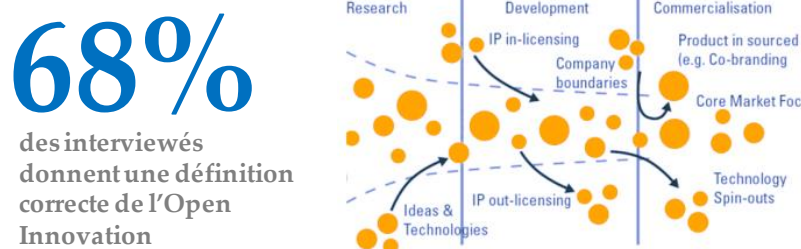


Figure 52 : Connaissance de l'innovation ouverte

Il a été observé que 68% de l'ensemble des répondants donnent une définition correcte de l'innovation ouverte; qui est définie comme un effort collaboratif visant à travailler sur un projet avec des gains partagés. Ce résultat confirme donc la bonne connaissance du modèle dans ces secteurs. Il doit cependant être mis en parallèle avec les résultats d'une étude réalisée en 2011 par Bluenove (bluenove.com), un cabinet de conseil en management de l'innovation ouverte. Après avoir interrogé 144 représentants de 60 grandes entreprises françaises (tous secteurs confondus), Bluenove a montré qu'environ 95% des personnes interrogées donnaient une définition correcte de l'innovation ouverte. Ainsi, il apparaît que la connaissance du modèle est plus faible dans le cadre de notre étude. Plusieurs raisons peuvent être évoquées :

- notre population cible n'était pas entièrement constituée de décideurs de l'entreprise puisqu'elle présente un nombre d'années d'expérience professionnelle fortement dispersé (Figure 52); ce qui constitue une différence significative entre les deux enquêtes,
- le questionnaire n'étant pas équivalent dans les deux études si bien que la formulation de la question a pu influencer la réponse des personnes interrogées,

- le choix d'une question à choix multiples a de toute évidence eu une influence sur la réponse. Ainsi, les autres réponses obtenues sont réparties de la façon suivante : 13% des répondants considèrent que l'innovation ouverte consiste à externaliser totalement ses activités de R&D, 11% qu'il s'agit de faire appel à des consultants externes tandis que seulement 2% résument ce modèle à un unique échange de droits de Propriété Intellectuelle (PI).

5.1.3.2. *Engagement dans l'innovation ouverte*

Il a été observé que 38% des répondants considèrent que leur entreprise a été impliquée dans un projet d'innovation ouverte en 2012. En revanche, seulement 19% d'entre eux déclarent avoir été personnellement impliqués dans ce type de projet (Figure 53).

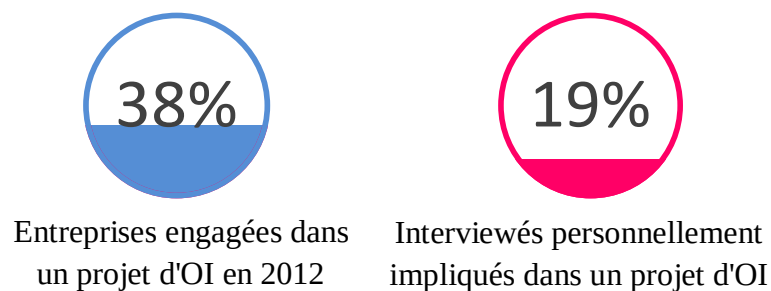


Figure 53 : Engagement collectif (gauche) et personnel (droite) dans l'innovation ouverte

Puisque ces résultats regroupent l'ensemble des acteurs du processus de conception interrogés (R&D, marketing, production, décideurs...), on observe un déséquilibre entre l'engagement de l'entreprise dans l'innovation ouverte et l'implication personnelle des personnes interrogées. Cette observation peut se traduire de la façon suivante : les pratiques d'innovation ouverte sont réalisées par les autres. Ce premier résultat pose ainsi la question de l'adéquation entre la perception du modèle et son implémentation opérationnelle dans l'entreprise.

Par ailleurs, il a été observé que plus la taille de l'entreprise est importante, plus ses salariés considèrent qu'elle a mené un (ou des) projet(s) d'innovation ouverte au cours de l'année 2012 (Figure 54).

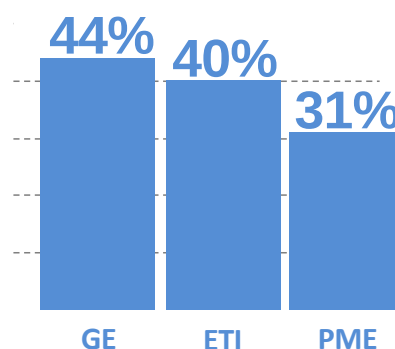


Figure 54 : Engagement collectif dans l'innovation ouverte selon la taille de l'entreprise

Ce résultat soulève la question de l'implémentation de pratiques d'ouverture dans des entreprises de taille variable, problématique ayant déjà été investiguée dans la littérature [van de Vrande et al. 2009; Mortara et al. 2011]. Il a ainsi été montré que les PME ouvrent leur processus d'innovation principalement pour répondre aux demandes de leurs clients ou pour ne pas se

faire distancer par leurs concurrents tandis que les grandes entreprises implémentent des pratiques d'innovation ouverte pour répondre à des problématiques ponctuelles ou pour modifier leur processus d'innovation dans sa globalité.

Ces observations réalisées à l'échelle macroscopique posent la question de l'influence du secteur d'activité et du département de l'entreprise sur l'implémentation opérationnelle de pratiques d'innovation ouverte. C'est pourquoi une analyse de la vision ouverte du processus d'innovation en fonction du secteur d'activité des personnes interrogées a été réalisée (Figure 55).

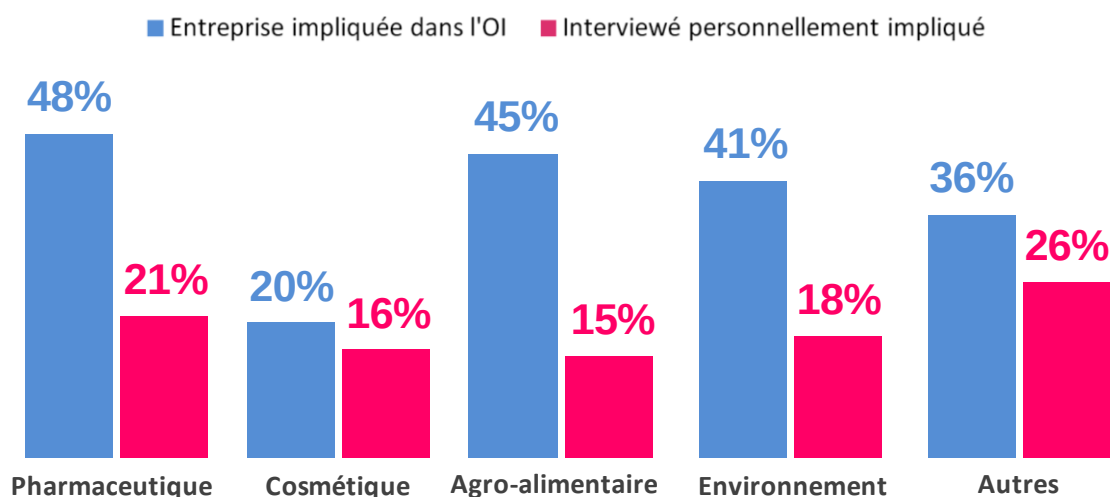


Figure 55 : Engagement collectif et personnel selon le secteur d'activité

Il apparaît que le déséquilibre entre la vision personnelle et collective de l'implémentation de pratiques d'innovation ouverte est moins marqué dans le secteur cosmétique que dans les autres secteurs bio-industriels. Ce résultat est particulièrement intéressant puisqu'il met en évidence que :

- les interviewés du secteur cosmétique ne sont que 20% à considérer que leur entreprise est proactive dans ces pratiques, contre 38% en moyenne pour l'ensemble des secteurs bio-industriels. Cette observation est à mettre en parallèle avec le faible nombre de publications scientifiques traitant de l'adoption de ce paradigme dans le secteur cosmétique [Ferro 2009; Varrichio et al. 2012],
- dans les autres secteurs bio-industriels majeurs, il existe un déséquilibre évident entre l'implication des personnes interrogées et la vision ouverte du processus d'innovation de leur entreprise. Notons également que ce déséquilibre est moins marqué dans les secteurs d'activité non bio-industriels.

Afin de compléter ces résultats, une analyse de ces paramètres a également été réalisée à l'échelle des différents départements de l'entreprise, comme cela est représenté en Figure 56.

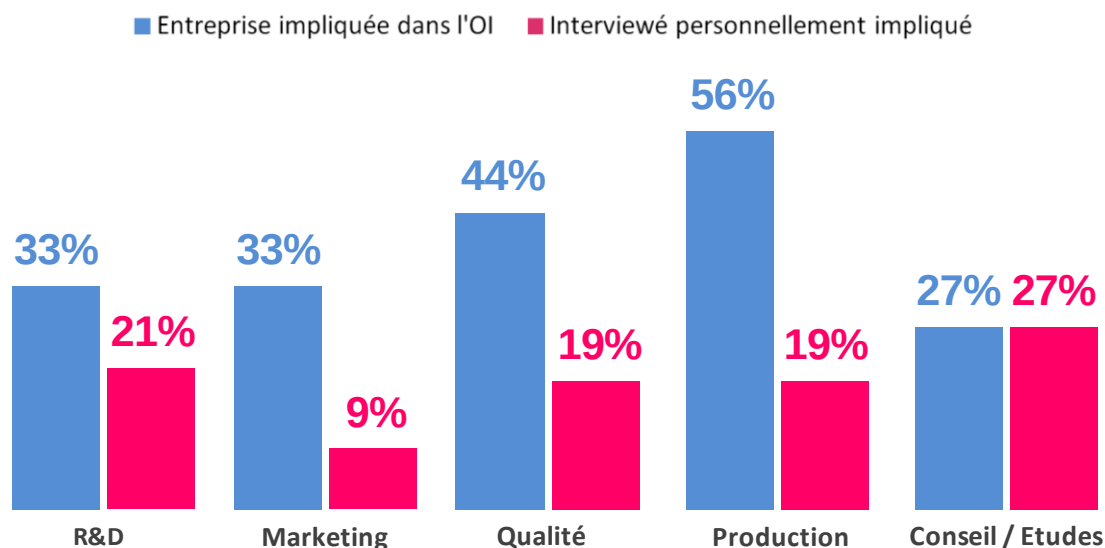


Figure 56 : Engagement collectif et personnel selon le département de l'entreprise

Il a été observé que le déséquilibre entre la vision ouverte du processus d'innovation de l'entreprise et sa mise en pratique opérationnelle par les personnes interrogées se retrouve également à l'échelle du département de l'entreprise.

Ainsi, dans les départements de R&D et marketing, un tiers des personnes interrogées considèrent que leur entreprise a réalisé des activités d'innovation ouverte en 2012, mais seulement 21% (9% respectivement) d'entre elles ont été personnellement impliquées. Ainsi, les personnes travaillant dans un département marketing se sentent moins impliquées dans l'implémentation de pratiques d'innovation ouverte.

Par ailleurs, les répondants issus des départements "Production" et "Qualité"; *a priori* plus éloignés du processus d'innovation, sont nombreux à avoir une vision ouverte du processus d'innovation de leur entreprise (44% et 56%, respectivement), tout en se sentant autant impliqués dans ces pratiques que le département de Recherche & Développement. Ce type de résultat met en lumière l'implication de l'ensemble des départements dans l'évolution globale du processus d'innovation d'une entreprise.

Finalement, cette analyse réalisée à l'échelle macroscopique a été complétée afin de hiérarchiser les différents moteurs et freins à l'innovation ouverte dans nos secteurs d'intérêt.

5.1.3.3. Moteurs de l'innovation ouverte

L'importance des cinq moteurs pour initier des pratiques d'innovation ouverte les plus décrits dans la littérature a été investiguée en s'appuyant sur des échelles de Likert à quatre points. Les résultats obtenus sont présentés en Figure 57.

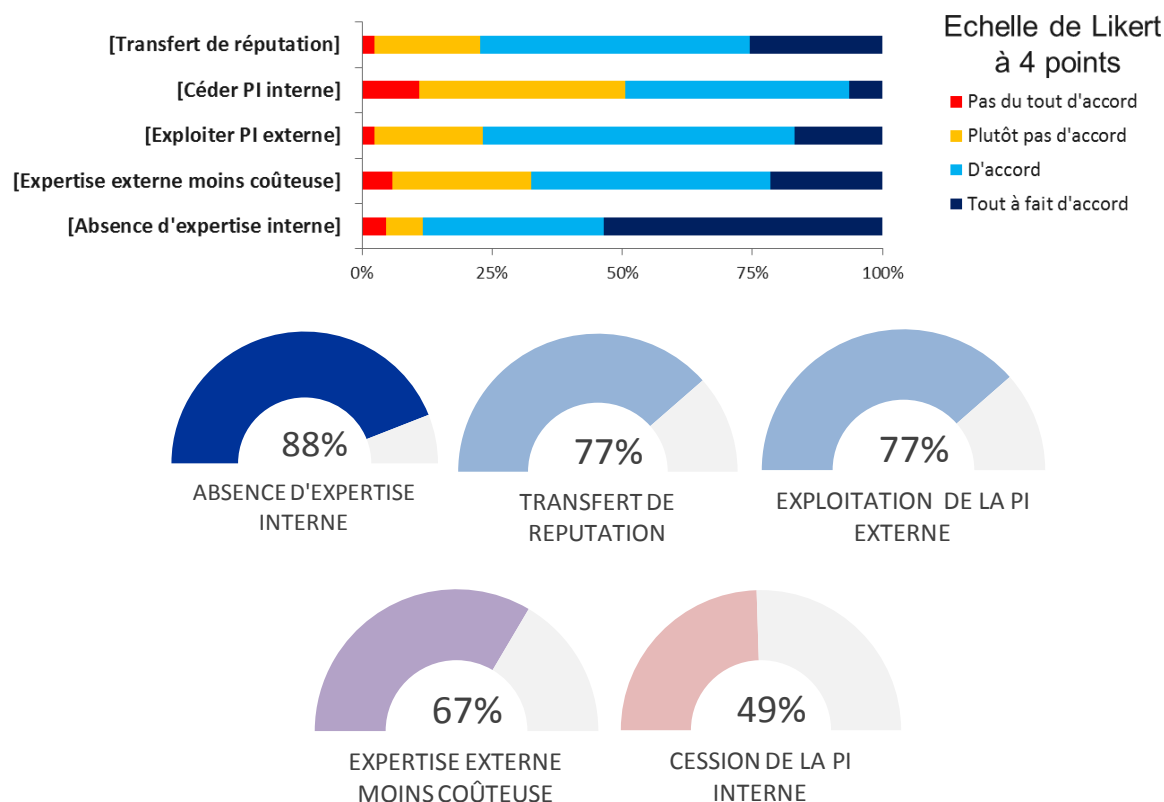


Figure 57 : Différents moteurs à l'implémentation de pratiques d'innovation ouverte

Analyse descriptive

Tout d'abord, notons que l'absence d'expertise interne est l'un des principaux moteurs pour initier une stratégie d'innovation ouverte. Ce résultat est en accord avec le postulat de Chesbrough [2003] selon lequel la connaissance utile se trouve également et préférentiellement dans l'écosystème externe de l'entreprise.

Le fait de céder des droits de propriété intellectuelle possédés par l'entreprise est avancé par moins de la moitié des répondants (49%) alors que l'exploitation de droits de PI externes est citée par plus des trois quarts des personnes interviewées (77%). Ce résultat est révélateur du déséquilibre entre les flux de l'innovation ouverte décrit dans la littérature. En effet, diverses études bibliographiques [Gassmann et al. 2004; West et al. 2014] ont montré que les pratiques d'innovation ouverte "entrantes" sont plus souvent étudiées et mises en pratiques que des pratiques d'innovation ouverte "sortantes", ce qui se traduit concrètement par un déséquilibre dans la volonté d'échange de droits de PI. On retrouve donc ici certains freins à l'innovation ouverte, telle que la volonté de ne pas céder de "joyaux" aux autres entreprises [Kline 2003].

Analyse statistique des résultats

Les données obtenues par le biais d'échelles de Likert se présentent sous la forme d'effectifs ayant répondu « Pas du tout d'accord » « Pas d'accord » « D'accord » ou « Tout à fait d'accord »

aux questions posées; ces réponses étant codées de 1 à 4. Il s'agit donc de données ordinales; c'est-à-dire que l'on peut statuer sur le fait qu'un score soit supérieur à un autre, mais pas de combien il lui est supérieur. Le calcul de la moyenne de ce type de données n'a donc pas lieu d'être. C'est pourquoi l'analyse statistique s'appuie sur des tests non-paramétriques utilisés lorsque la distribution des variables ne suit pas la loi normale. Dans le cadre de notre étude, deux tests ont été réalisés : le test du Khi2 (χ^2) et le test exact de Fisher. Le choix entre l'un de ces deux tests est conditionné de la façon suivante : si chaque case du tableau des effectifs attendus est supérieure ou égale à 5, alors l'analyse se base sur un test du χ^2 . Sinon, on réalise un test exact de Fisher.

Cette étude statistique a mis en évidence des différences statistiquement significatives entre les groupes interrogés pour certains moteurs de l'innovation ouverte. C'est notamment le cas du transfert de réputation grâce à des partenaires de renom cité par 91% des personnes travaillant dans un département Marketing contre 67% des chercheurs travaillant en Recherche et Développement. Cette différence peut s'expliquer par des différences culturelles ou à des problématiques "métiers" dues aux formations des personnes interrogées.

Par ailleurs, l'exploitation de la propriété intellectuelle externe est citée par 88% des grandes entreprises contre 69% des ETI. Ce résultat peut s'expliquer par des caractéristiques particulières des grands groupes qui possèdent, entre autres, des départements juridiques spécialisés dans l'identification d'opportunités de licensing bénéfiques à l'entreprise. Par ailleurs, l'acquisition de droits de PI externes nécessite des budgets importants, ce qu'une entreprise de taille intermédiaire ne peut pas toujours se permettre.

Finalement, la cession des droits de PI internes est une pratique plus souvent réalisée dans l'industrie pharmaceutique (55%) que dans l'industrie cosmétique (38%). Même si cette différence n'est pas statistiquement significative, elle tend à confirmer que le secteur pharmaceutique est un des pionniers en termes d'ouverture des frontières de l'entreprise [Bianchi et al. 2011], par rapport aux autres grands secteurs bio-industriels.

Les résultats issus de l'analyse statistique sont résumés dans le Tableau 15 ci-dessous :

Tableau 15 : Analyse statistique des moteurs de l'innovation ouverte

Moteur considéré	Groupes comparés	p-valeur
Transfert de réputation grâce à des partenaires de renom	Marketing / R&D	0.044 (Fisher)
Exploitation de la PI externe	Grande entreprise / ETI	0.058 (Fisher)
Cession de PI interne	Pharmaceutique /	0.097 (χ^2)
	Cosmétiques	0.101 (Fisher)

5.1.3.4. Freins à l'innovation ouverte

Afin de mettre en évidence les spécificités des secteurs bio-industriels dans l'adoption de pratiques d'innovation ouverte, l'importance des freins les plus souvent cités dans la littérature a également été étudiée (Figure 58).

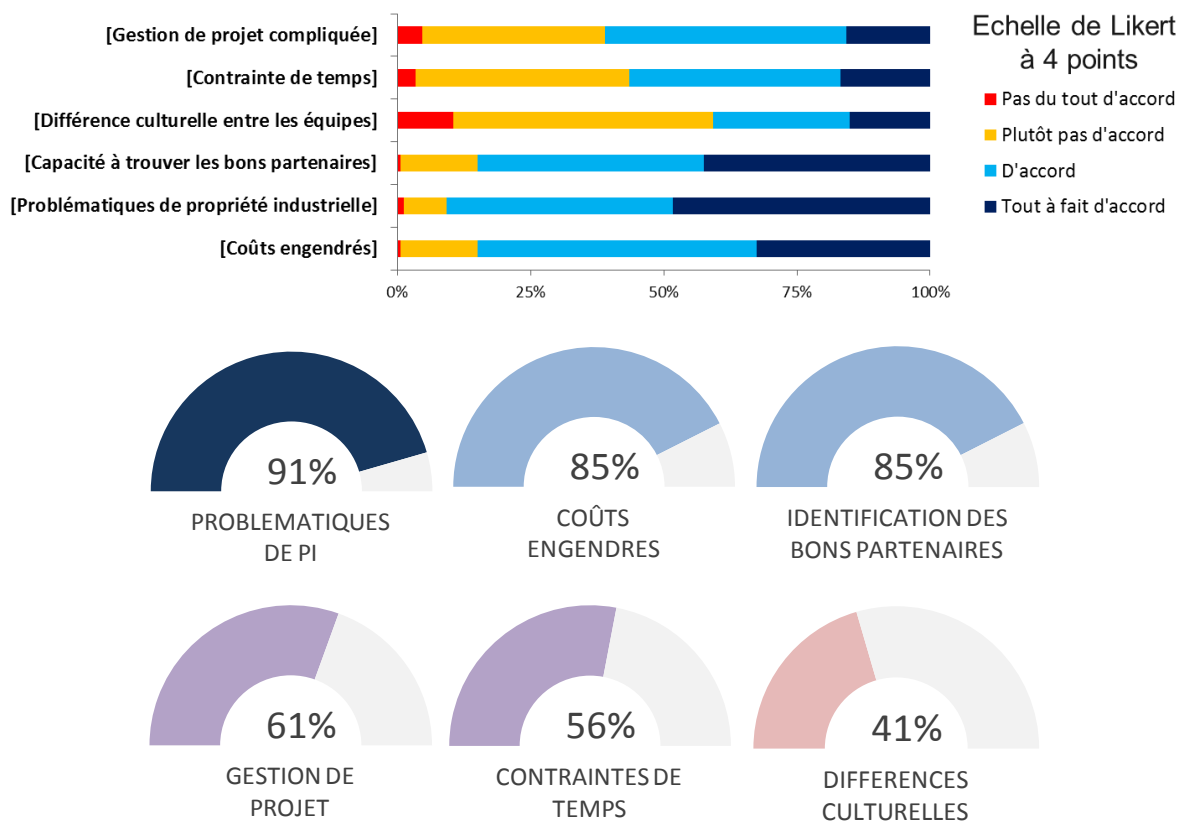


Figure 58 : Différents freins à l'implémentation de pratiques d'innovation ouverte

Analyse descriptive

Au vu des résultats, il apparaît que les problématiques de propriété intellectuelle constituent un frein majeur (91%), ce qui corrobore le fait qu'il s'agisse du frein stratégique le plus souvent cité dans la littérature. Il apparaît ensuite que les coûts engendrés et l'identification des bons partenaires (85%) constituent un frein majeur pour initier une ouverture du processus d'innovation. Ces considérations pratiques ne sont cependant que peu décrites dans la littérature scientifique, alors qu'elles présentent une importance particulière pour le déploiement opérationnel de l'innovation ouverte. Finalement, et dans une moindre mesure, la gestion de projet, les contraintes de temps et les différences culturelles sont considérées comme des freins moins importants car cités respectivement à hauteur de 61%, 56% et 41%. Ainsi, nous observons une bonne adéquation entre les caractéristiques de résistance décrites dans la littérature et la vision des acteurs bio-industriels interrogés.

Analyse statistique des résultats

L'analyse statistique des résultats n'a cependant montré aucune différence significative pour l'identification des freins à l'innovation ouverte en fonction de la taille de l'entreprise, de son secteur d'activité ou du département de l'entreprise considéré. Cette homogénéité au sein des différents secteurs bio-industriels majeurs peut s'expliquer par des caractéristiques communes,

telles que leur contexte réglementaire contraint, le rôle stratégique de la propriété intellectuelle et des coûts de recherche élevés dès les phases amont du processus de conception.

Néanmoins, cette absence de différence significative pose également la question de la validité des retours obtenus, à savoir s'ils proviennent de l'expérience des personnes interrogées ou alors de préjugés sur l'innovation ouverte. A titre d'exemple, l'absence de différence significative entre les grandes entreprises et les PME en ce qui concerne les problématiques de coût engendré est surprenante. En effet, les grands groupes ne sont pas soumis aux mêmes contraintes que les PME, notamment en termes de facilité d'accès à des ressources humaines ou financières.

5.1.3.5. Connaissance des plateformes d'innovation ouverte

La dernière partie du questionnaire avait pour objectif d'évaluer la connaissance et l'utilisation d'un des outils de l'innovation ouverte; à savoir les plateformes d'innovation ouverte. Pour ce faire, la question posée visait à présenter les principales plateformes de type "marketplaces" présentes sur le marché, qu'elles soient internes ([Connect and Develop](#) de Procter and Gamble) ou externes ([Yet2.com](#) et [innoget.com](#)), et évaluer leur connaissance voire leur utilisation par les personnes interrogées. Les résultats obtenus sont présentés en Figure 59.

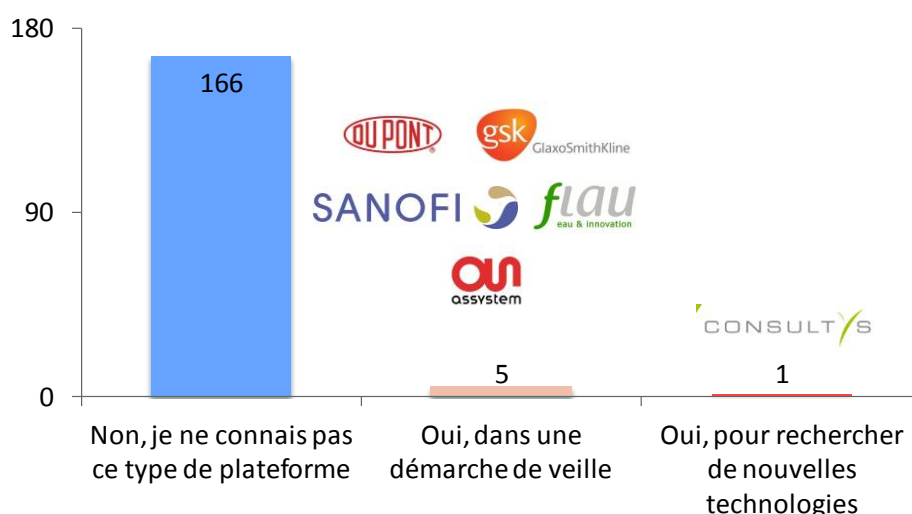


Figure 59 : Connaissance et utilisation des plateformes d'innovation ouverte dans les bio-industries

Il apparaît que ce type d'outil de l'innovation ouverte est peu connu des personnes interrogées. Ainsi, parmi les 172 répondants travaillant dans les secteurs bio-industriels, seuls cinq ont déjà consulté ces plateformes dans une démarche de veille (3%) tandis qu'une seule personne a concrètement utilisé ces plateformes pour la recherche de nouvelles idées ou technologies. Notons cependant que parmi ces six répondants, trois d'entre eux proviennent du secteur pharmaceutique; ce qui rejoint le caractère pionnier de ce secteur dans le développement des plateformes d'échange de connaissances [Sawhney et al. 2005].

Ainsi, ce type d'outil de l'innovation ouverte semble être peu utilisé dans ces secteurs qui, paradoxalement, possèdent une bonne connaissance du modèle. Ce premier résultat tend donc à montrer qu'il existe un manque de maturité des secteurs bio-industriels dans l'adoption de ces outils, par rapport à d'autres secteurs industriels telles que la chimie [Sieg et al. 2010], le secteur des biens de consommation [Huston et al. 2006] ou celui de l'énergie [Chesbrough 2012].

C'est pourquoi la seconde expérimentation décrite dans le paragraphe suivant a pour objectif d'étudier plus en détails ces nouvelles formes d'intermédiation et de les comparer à celles proposées par des intermédiaires de l'innovation dits "classiques", et plus particulièrement celles d'un cabinet de conseil en management de l'innovation.

Ainsi, l'objectif principal de cette expérimentation sera d'évaluer la performance de ces pratiques pour la mise en évidence de potentiels partenaires de co-développement. Pour ce faire, l'étude qualitative s'appuiera sur le cas concret de la valorisation du projet EBISilc® : un nouvel ingrédient pour les secteurs bio-industriels. L'analyse comparative de la performance des deux stratégies déployées se basera sur l'utilisation du triptyque de performance (pertinence, efficacité et efficience) permettant de mettre en évidence les points communs et les spécificités de chacune de ces deux approches.

5.1.4. Synthèse et limites

Cette expérimentation exploratoire a permis, par le biais d'un questionnaire en ligne, d'évaluer l'émergence du modèle de l'innovation ouverte dans les secteurs bio-industriels. Les principaux résultats tendent à confirmer les diverses spécificités relevées dans la littérature; à savoir une bonne connaissance du modèle dans ces secteurs particuliers ainsi que la gestion de la propriété intellectuelle considérée comme un frein à l'implémentation de telles pratiques. Par ailleurs, le déséquilibre entre les flux entrants et sortants du modèle qui est largement décrit dans la littérature scientifique est également mis en évidence par ce questionnaire. Ce résultat confirme donc la bonne connaissance du modèle et de ses principales caractéristiques par les personnes interrogées.

Certaines disparités existent pour l'identification des moteurs et des freins à l'adoption de pratiques d'ouverture en fonction de la taille de l'entreprise, du secteur d'activité et même du département considéré. Cependant, peu de différences statistiquement significatives ont été mises en évidence par le biais de ce questionnaire. Cette observation soulève ainsi la question de la dualité entre l'expérience acquise et les préjugés pour la réponse à ce type d'enquêtes. Par ailleurs, il a été observé une faible connaissance d'un des outils de l'innovation ouverte que constituent les plateformes en ligne. En effet, seules six personnes interrogées ont répondu positivement, sur un total de 172 répondants travaillant dans les secteurs bio-industriels. Ce faible taux tend à montrer une connaissance et une utilisation limitée de ces outils au sein de nos secteurs d'intérêt.

Notons cependant que certaines limites de cette expérimentation exploratoire peuvent être mises en évidence. Il s'agit d'une part de l'homogénéité de formation des personnes interrogées, toutes issues de l'Ecole de Biologie Industrielle. Nous nuancerons cette homogénéité par la grande variété de profils d'ingénieurs à la sortie de l'école. En effet, le choix d'une spécialisation en dernière année (Recherche, Conception, Production, Marketing, Qualité etc...) leur permet de se placer dans les différents départements de l'entreprise. Par ailleurs, il a été observé que les promotions les plus récentes avaient plus facilement répondu à ce questionnaire. L'échantillon est donc représenté par des personnes ayant une expérience professionnelle plutôt faible (médiane = 5 ans). De plus, la distribution des répondants étant conforme à la ventilation des anciens étudiants de l'EBI, elle n'est pas homogène dans les quatre secteurs bio-industriels

majeurs. Néanmoins, le taux de retour de l'ordre de 15% (214 répondants) nous permet d'obtenir une population représentative dans les quatre secteurs d'activité considérés.

5.1.5. Discussion

Finalement, il apparaît d'une part que les répondants possèdent une bonne connaissance des principales caractéristiques du modèle de l'innovation ouverte et de ses limites, confirmant ainsi sa propagation effective du secteur pharmaceutique vers d'autres secteurs d'intérêt (cosmétique, agroalimentaire et environnement). Par ailleurs, la mise en évidence des principaux moteurs et freins à l'implémentation de ces pratiques confirme les différents enseignements tirés de la littérature. Les secteurs bio-industriels constituent donc un terrain d'étude favorable pour évaluer la performance de pratiques d'ouverture pour la conception de nouveaux produits adaptés aux problématiques de ces secteurs. Il s'agit là du principal constat issu de cette première expérimentation.

Cependant, au vu des résultats préliminaires obtenus concernant la connaissance et l'utilisation de plateformes d'innovation ouverte, il apparaît que cet outil n'est globalement pas intégré au sein des entreprises interrogées. Ce résultat vient donc nuancer notre hypothèse (H1) selon laquelle l'innovation ouverte est intégrée opérationnellement dans les secteurs bio-industriels majeurs. L'une des perspectives de cette expérimentation initiale visera à intégrer des enseignements de sensibilisation au modèle de l'innovation ouverte au sein des cursus d'ingénieurs, et en particulier au sein des secteurs bio-industriels. Par ailleurs, une telle initiation pourra également être implémentée en entreprise à destination de cellules de veille ou de responsables innovation. Comme nous le verrons, cette observation a été à l'origine du projet de l'expérimentation #3.

C'est également suite à ces observations qu'a été initiée la seconde expérimentation, présentée dans le chapitre suivant. Cette dernière aura ainsi pour but d'identifier plus précisément les caractéristiques des nouvelles formes d'intermédiation et de les comparer à des approches plus conventionnelles, telles que celles proposées par un cabinet de conseil en management de l'innovation. L'objectif sera d'illustrer les spécificités des deux approches par l'étude d'un cas concret, nous permettant ainsi d'apporter des éléments de réponse à notre problématique industrielle de valorisation de la technologie EBISilc®.

5.2. Seconde expérimentation : performance des nouvelles formes d'intermédiation de l'innovation ouverte

Il est aujourd'hui unanimement reconnu que l'innovation est un critère de succès et de pérennité des entreprises industrielles. C'est la raison pour laquelle la mise en place de cellules innovation est devenue incontournable pour de nombreuses entreprises. Cependant, les démarches proposées sont nombreuses et avant de proposer un processus formalisé, il nous est apparu indispensable d'évaluer la performance des nouvelles formes d'intermédiation de l'innovation. C'est l'objectif de l'expérimentation présentée dans cette partie, dont les principaux résultats ont fait l'objet d'une communication orale lors de la 24^{ème} Conférence internationale de l'IPSIM (International Society for Professional Innovation Management) [Lorentz et al. 2013].

5.2.1. Objectifs

Afin de répondre à notre problématique de recherche, l'expérimentation présentée dans cette partie a pour objectif de confirmer la validité des hypothèses de résolution (H2) suivantes :

- **Les pratiques des intermédiaires de l'innovation ouverte sont performantes pour diffuser la technologie vers de nouveaux partenaires de développement.**
- **Cette phase de divergence permet d'évaluer l'adéquation de la technologie avec les demandes industrielles.**

A ce titre, l'expérimentation réalisée vise à évaluer le potentiel de pratiques d'innovation ouverte sortantes (*inside-out*) dans les secteurs bio-industriels. Plus précisément, elle a pour objectif d'évaluer l'apport des nouveaux intermédiaires dématérialisés comparés à des pratiques dites conventionnelles pour diffuser la technologie vers de nouveaux partenaires de développement.

Ainsi, l'objectif académique est d'investiguer ces problématiques grâce à un cas d'étude concret. Pour ce faire, l'analyse comparative des deux stratégies déployées se basera sur une évaluation globale de leur performance selon trois axes : l'efficacité, l'efficience et la pertinence, mettant ainsi en évidence les spécificités de l'intermédiation de l'innovation dans nos secteurs d'intérêt. Nous avons pour cela choisi comme support expérimental le projet technique EBISilc[®] en cours de développement au sein du laboratoire EBInnov[®]. Ce projet de recherche breveté nous est apparu comme un cas d'étude pertinent puisqu'il possède un potentiel applicatif marqué dans plusieurs secteurs bio-industriels majeurs. Par ailleurs, l'objectif de valorisation de cette technologie à court-terme (de l'ordre de 3 ans) est considéré comme un moteur pour tester de nouvelles approches de valorisation n'ayant pas encore été investiguées par le laboratoire.

Les objectifs industriels visés par cette expérimentation consistent également à répondre aux problématiques de conception et de valorisation rencontrées par le laboratoire EBInnov[®]. Plus précisément, cette expérimentation devra mettre en évidence des partenaires de développement potentiels, identifier les plus pertinents et initier, le cas échéant, des projets de recherche, de co-développement et/ou de transfert technologique. Nous décidons donc de schématiser les objectifs de cette expérimentation par une phase de divergence, permettant de diffuser la technologie vers différents secteurs applicatifs, dans l'objectif de mettre en évidence de potentiels partenaires de co-développement.

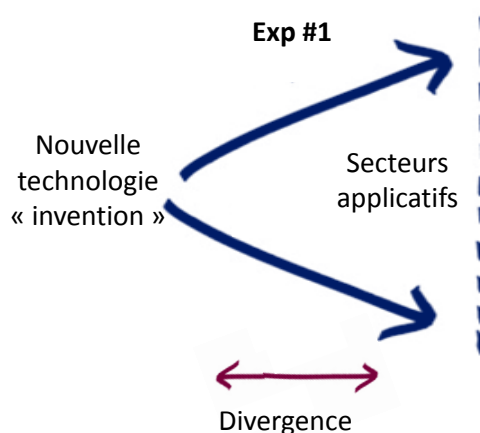


Figure 60 : Représentation schématique des objectifs de l'expérimentation #2

5.2.2. Protocole et démarche

Afin d'évaluer la validité de nos hypothèses de recherche, deux stratégies ont été déployées pour mettre en évidence des partenaires de développement potentiels. La première s'appuie sur les pratiques d'un cabinet de conseil en management de l'innovation tandis que la seconde étudie l'apport des nouvelles formes d'intermédiation, et en particulier celles proposées par une plateforme en ligne d'échange de technologies.

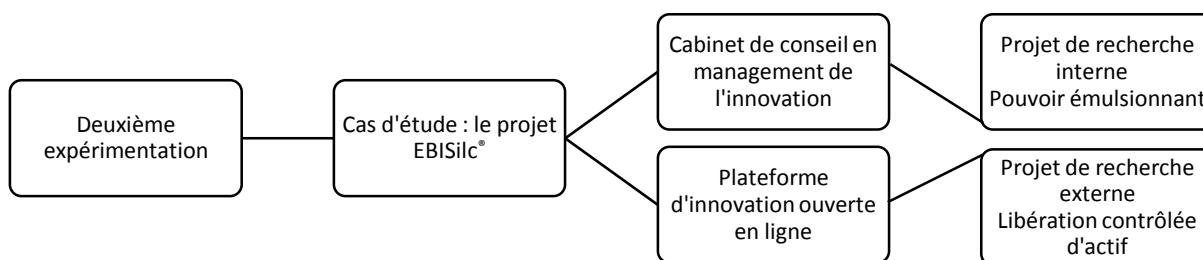


Figure 61 : Organisation de la deuxième expérimentation

5.2.2.1. Cas d'études : le projet EBISilc®

Cette expérimentation s'appuie sur un cas d'étude concret; à savoir la valorisation du procédé de synthèse d'un nouvel ingrédient pour les secteurs bio-industriels. C'est plus précisément le procédé de synthèse d'organosilicates breveté par le laboratoire EBInnov® [Lhéritier et al. 2013] qui a constitué notre cas d'étude technique. Cette technologie possède un potentiel applicatif fort dans nos secteurs d'intérêt. En effet, parmi les principaux challenges auxquels les bio-industries devront faire face, la conception de nouveaux ingrédients polyfonctionnels et de faible toxicité est une problématique de choix. Par ailleurs, la prise en compte des grands principes de la chimie verte [Cannon et al. 2009] est considéré comme un enjeu majeur pour ces secteurs.

Les particules d'argile naturelles ou fonctionnalisées sont très largement utilisées dans les secteurs de la cosmétique, de l'industrie pharmaceutique et de l'environnement. Comme présenté dans le chapitre 3, les argiles sont utilisées à la fois comme excipient mais également comme principe actif dans les préparations pharmaceutiques. Leurs propriétés épaississantes sont utilisées pour modifier la rhéologie des formulations tandis que leur haute capacité

d'absorption trouve de nombreuses applications dans les produits cosmétiques. Par ailleurs, l'utilisation d'argiles organomodifiées pour le traitement de l'eau est considérée comme une voie de valorisation pertinente dans le secteur de l'environnement.

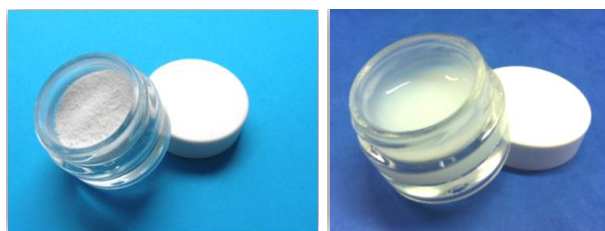


Figure 62 : Particules d'organosilicates sous forme sèche (gauche) et en suspension (droite)

Ainsi, afin de conduire cette nouvelle technologie sur son ou ses marchés applicatifs les plus prometteurs, deux pratiques d'intermédiation de l'innovation ont été comparées. Les protocoles mis en place pour chacune d'entre elles sont décrites dans les deux sous-parties suivantes.

5.2.2.2. *Cabinet de conseil en management de l'innovation*

Les cabinets de conseil en innovation accompagnent des entreprises de toutes tailles dans leurs projets de management et de financement de l'innovation. Quasiment inexistant il y a vingt ans, le métier de conseil en innovation s'est largement développé ces dernières années. Le dynamisme observé dans ce secteur se traduit concrètement par un nombre croissant de cabinets spécialisés et par la création de l'Association des Conseils en Innovation (ACI, anciennement ASCOFI) forte de plus de 40 sociétés membres et d'environ 1000 consultants spécialisés.

Afin de valoriser la technologie EBISilc[®], un appel d'offre auprès de trois cabinets de conseil a été réalisé. Le choix a été fait de nous appuyer sur l'expertise d'un cabinet de renom ayant appréhendé au mieux la problématique de valorisation posée. En Juin 2011, soit quatre mois avant le début de nos travaux de thèse, deux consultants (ingénieurs-docteurs) spécialisés dans les secteurs bio-industriels ont été mandaté afin de réaliser une étude de caractérisation des axes de valorisation du procédé EBISilc[®]. L'approche présentée en Figure 63 s'appuie sur une méthodologie structurée en trois étapes.

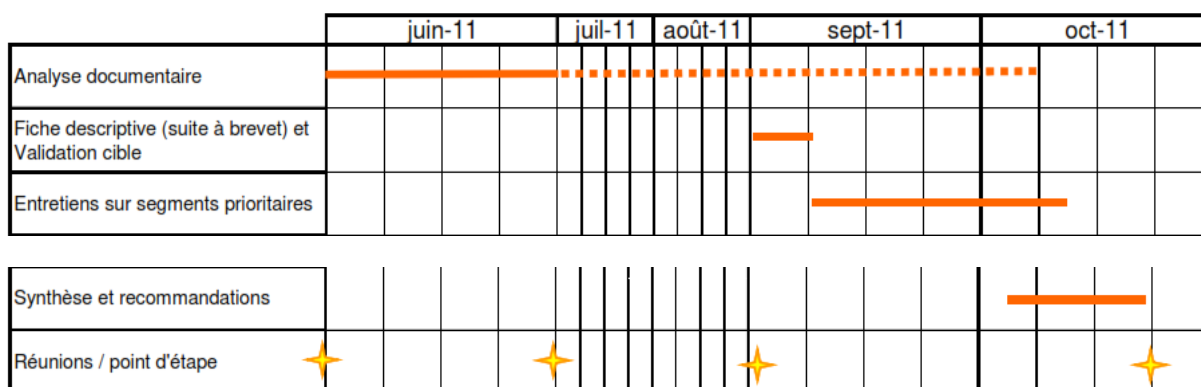


Figure 63 : Méthodologie (haut) et planning de travail (bas) du cabinet de conseil en innovation

La première étape de veille technologique s'est appuyée sur des bases de données de brevets, des publications scientifiques et l'analyse de marchés avec pour principaux objectifs :

- la mise en évidence des principaux marchés applicatifs afin d'orienter les interviews,
- le ciblage des secteurs les plus prometteurs par l'application d'un premier filtre basé sur des critères réglementaires et économiques. L'objectif est de mettre en évidence les secteurs présentant le plus grand intérêt pour la technologie et d'obtenir une durée de mise sur le marché la plus courte possible si une opportunité de co-développement est identifiée.

La seconde étape a eu pour objectif de concevoir un document de communication présentant la technologie EBISilc®. Cette fiche disponible en Annexe 1 : Document de communication a servi de base de travail pour la réalisation des interviews téléphoniques et comporte plusieurs champs visant à décrire précisément le laboratoire ainsi que la technologie proposée :

- Une description du laboratoire EBInnov®,
- Les principales caractéristiques techniques du projet EBISilc®,
- Les premiers résultats applicatifs obtenus,
- Les développements futurs envisagés,
- Les modalités de collaboration souhaitées.

La dernière étape de cette approche a consisté en une session d'interviews téléphoniques dans les différents secteurs priorisés. Les données ont été collectées en Novembre 2011 durant deux semaines par le biais d'interviews semi-dirigées de 29 responsables R&D et Marketing directement impliqués dans le processus d'innovation des entreprises. L'échantillon consiste ainsi en une distribution représentative d'entreprises (n = 24) réparties dans les différents secteurs applicatifs. Les interviews, d'une durée comprise entre 30 minutes et 1 heure, ont été réalisées par les deux consultants mobilisés dans le cadre de cette étude. Ils ont pris la forme d'échanges semi-structurés et semi-ouverts suivant le guide d'entretien présenté en Figure 64 :

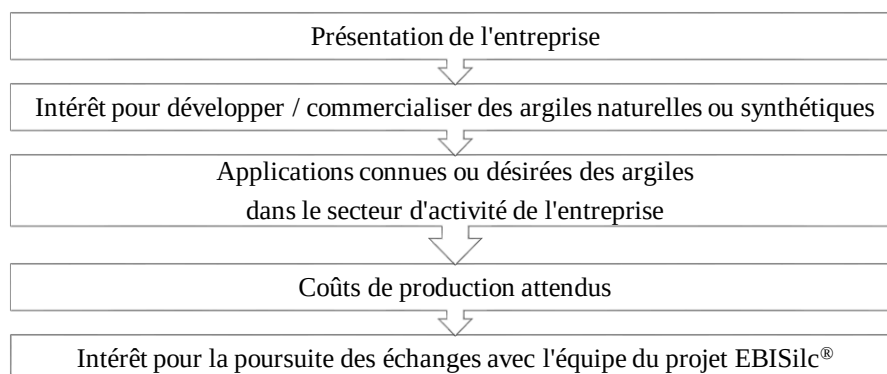


Figure 64: Guide d'entretien utilisé lors des interviews téléphoniques

Une analyse semi-quantitative des résultats a été réalisée en s'appuyant sur la retranscription écrite des contenus des interviews, représentant environ 40 pages au total. Pour chaque interview, une évaluation de l'intérêt suscité a été réalisée de façon qualitative suivant l'échelle suivante :

- un intérêt "faible" signifie que la technologie EBISilc® n'a pas suscité d'intérêt pour la personne interviewée ou pour le secteur d'activité visé,
- un intérêt "modéré" signifie que des informations complémentaires ont été demandées par la personne interviewée,
- un intérêt "marqué" est symbolisé par une demande d'échantillons et/ou par la volonté de l'interviewé de poursuivre les échanges avec l'équipe projet.

Par ailleurs, l'expertise technique a été évaluée grâce aux réponses obtenues concernant l'utilisation de particules d'argile dans les secteurs visés. Ainsi, les principaux objectifs de ces interviews ont été d'une part d'évaluer l'intérêt suscité par la technologie et d'autre part d'initier des échanges concrets avec les décideurs impliqués dans le processus d'innovation.

5.2.2.3. Plateforme d'innovation ouverte en ligne

La seconde stratégie d'innovation ouverte déployée dans le cadre de cette expérimentation se base sur l'utilisation des services d'une plateforme dédiée à l'échange de droits de propriété intellectuelle, également désignée comme un marché de technologies (technology marketplace). Ces plateformes permettent à la fois aux inventeurs de proposer leurs technologies et de trouver de potentiels partenaires de développement mais également aux industriels de poster leurs problématiques spécifiques afin de trouver une technologie externe pouvant y répondre. Parmi la grande diversité de plateformes actuelles, le choix a été fait de diffuser la technologie sur la plateforme innoget (innoget.com). En effet, cet intermédiaire s'appuie sur une large communauté puisqu'il propose plus de mille offres et demandes de technologies. Par ailleurs, cette plateforme propose une démarche simplifiée de diffusion de la technologie, combinée à une période d'essai pendant laquelle aucun frais n'est engagé. Par ailleurs, ce type d'intermédiaire interagit avec des acteurs de toute taille, de l'inventeur isolé désirant valoriser sa technologie aux multinationales à la recherche de nouvelles idées. Cette approche présente donc une certaine similitude avec des stratégies plus conventionnelles; telles que celle décrite dans la partie précédente.

Afin de proposer la technologie EBISilc® sur la plateforme sélectionnée, une fiche descriptive a été réalisée (document disponible en Annexe 2). La conception de ce document ne s'est basée que sur les informations techniques présentes dans le document de communication rédigé par le cabinet de conseil. L'objectif affiché en utilisant exactement les mêmes informations est de minimiser les biais entre les deux approches et ainsi obtenir une évaluation fiable de leur performance relative. Le document s'inspire du modèle fourni par la plateforme et est structuré de la façon suivante :

- Description de la technologie
- Aspect novateur
- Détails et spécifications techniques
- Applications potentielles

- Etat de développement
- Statut de la propriété intellectuelle
- Informations concernant l'organisation inventive
- Type de relations envisagées (cession de licence, co-développement etc...)

L'analyse des résultats s'est basée sur les échanges de mails avec les contacts (industriels ou académiques) obtenus sur une période d'un mois (Mars 2013). La différence de durée d'acquisition des données est justifiée par l'approche passive ou active de recherche de nouveaux partenaires. En effet, la stratégie basée sur la diffusion de la technologie sur une plateforme en ligne présente, selon nous, une plus grande inertie que celle basée sur des interviews téléphoniques. Finalement, pour chaque contact obtenu par le biais de cette approche, l'intérêt suscité ainsi que l'expertise technique ont été évalués sur la base des échanges initiés. L'analyse de ces deux paramètres a été réalisée suivant les mêmes critères que ceux décrits dans le paragraphe précédent (§5.2.2.2).

5.2.3. Résultats et discussion

Dans cette partie sont présentés les résultats obtenus suite au déploiement de ces deux approches (§5.2.3.1 et §5.2.3.2). Par la suite, nous présenterons une analyse comparative des deux stratégies (§5.2.3.3) en nous appuyant sur le triptyque de performance proposé par Gibert [1980].

5.2.3.1. Résultats obtenus suite à l'approche conventionnelle

L'étude menée en collaboration avec le cabinet de valorisation a eu pour principal objectif de mettre en évidence de potentiels partenaires de co-développement issus des secteurs d'intérêt les plus prometteurs. La seconde étape a permis d'en extraire des informations clés quant au développement de la technologie, telles que les applications potentielles ou encore les barrières technologiques et réglementaires identifiées.

La réalisation de la veille technologique s'appuyant sur des bases de données de brevets, des publications scientifiques et l'analyse de marchés a ainsi permis de mettre en évidence douze secteurs applicatifs potentiels, présentés dans le Tableau 16.

Tableau 16 : Domaines applicatifs investigués par l'étude du cabinet de conseil en innovation

Domaine d'application	Applications des argiles dans ce secteur	Exemples d'applications possibles de l'argile EBISilc®
Agriculture	* produits phytosanitaires * engrais	Pesticides, herbicides, insecticides
BTP	* formulation de bitume * formulation de bétons	Emulsification bitumineuse Bétons fonctionnalisés
Cosmétique	* excipient galénique * stabilisant * agent rhéologique * agent actif	Lipcare (cires), skincare, make-up, eyecare, shampoing (texture), savons liquides (texture), dentifrices (texture), crème à raser (texture), déodorants (sprays), éventuellement dans les vernis pour incorporer des vitamines (etc.)...

Environnement	* purification de l'eau * purification des sols	Résine de captation cations métaux lourds (Pd, Cd...) ou d'anions (arséniate...) Récupération d'huile dans l'eau, Elimination de suspensions
Graisses et huiles	* lubrification	Huiles minérales pour applications à haute température
Industrie agroalimentaire	* formulation aliments	Emulsifiants, épaississants, extraction d'huiles et de graisses...
Industrie chimique (chimie fine)	* purification * catalyse	Polymérisation de phases émulsionnées, chromatographie d'échange d'ions, chromatographie de phase inverse, adsorption de catalyseurs métalliques (Pd, Pt, Au, Ru...)
Industrie chimique de spécialité (adhésifs et mastics)	* chimie des polymères	Agent gélifiant et/ou thixotrope Parfois dispersion adhésifs vinyliques, acryliques, polyuréthane, latex.
Industrie chimique de spécialité (coating : peinture, encres, vernis, plastiques)	* chimie des polymères * peintures * encres * teintures * vernis	Charges de remplissage fonctionnalisées Enduit bâtiment, teinture Agent mouillant pour textile, encres d'imprimerie...
Industrie du papier	* fabrication du papier * fonctionnalisation du papier	Fabrication et recyclage du papier Encapsulation de principes actifs pour intégration dans papier (expérimental)
Industrie pétrolière	* extraction de pétrole * fluides de forage	Tensioactifs pour la dé-émulsification Formulation des boues de forage
Industrie pharmaceutique	* excipient galénique	Lotions, crèmes, gels, pommades, patches Formes injectables et vaccins Instillation auriculaire, instillation nasale, collyre, suppositoires (thixotropie, épaississant), suspensions buvables (agent mouillant)

Le Tableau 16 met en évidence douze secteurs d'activité utilisant des minéraux argileux naturels pour des applications très variées. Ce travail de veille technologique permet de mettre en évidence les principales utilisations de la technologie EBISilc® en tant que produit de substitution des argiles naturelles. L'objectif est d'obtenir une vision globale du potentiel marché de la technologie EBISilc®, en passant sous silence, pour l'instant, les autres applications potentiellement novatrices de ces particules. Par la suite, un premier filtre a été appliqué afin de réduire cette liste sur la base de considérations techniques, économiques et réglementaires présentées dans le canevas stratégique établi lors de cette étude (Figure 65).

Secteur	Alignement fonctionnel avec l'évolution des techniques du milieu	Barrières	Potentiel de croissance	Alignement tendances du marché	Alignement EBI	Oui/non
Agriculture	Solutions diminuant l'impact après application	Coût faible	Baisse produits phyto mais demande d'innovation	Vert, Biosourcé, naturel, écologique		
Chimie fine	Appli éloignée	Performance, singularité				
Adhésifs et mastics	Chimie des polymères	Coûts (pour les applications accessibles)	Faible VA, développements sur d'autres techniques	Remplacement des solvants organiques		
Graisses Huiles	rhéologie					
Environnement	Dé-émulsifiant.. Dispersants plus anecdotiques	Concurrence intense	Fort développement des activités de dépollution			
Papier	Anecdotique		Activité suit la croissance et sensible à la délocalisation			
Coatings	? Performance de stabilisation de suspensions?		Engouement pour les argiles organophiles			
BTP	Emulsions pour les bitumes	Coût, appartenance au milieu	Fort			
Cosmétique		Tox., EcoTox		Vert, Biosourcé, naturel,		
Agroalimentaire		Réglementaire	Gros volumes	Vert, Biosourcé, naturel,		
Pétrole	Forages	Performance	Fort, mais VA argile ?			
Pharmaceutique		Réglementaire Délais				

Figure 65 : Canevas stratégique réalisé par le cabinet de conseil en innovation

Six secteurs applicatifs ont été considérés comme potentiellement pertinents dans le cadre du projet; à savoir :

- le secteur des cosmétiques,
- la peinture et plus globalement le traitement de surface,
- l'environnement,
- le phytosanitaire,
- l'industrie pétrolière,
- et l'industrie pharmaceutique.

Parmi ces six secteurs, ceux en lien direct avec l'expertise de l'équipe projet ont été retenus (cosmétique, environnement, phytosanitaire et traitement de surface). En revanche, les barrières réglementaires du secteur pharmaceutique ont été considérées comme trop contraignantes pour permettre une valorisation à court terme, ce qui constituait l'objectif principal de nos travaux. C'est pourquoi ce secteur industriel a été écarté pour la suite de l'étude, malgré l'importance des potentielles retombées économiques et des multiples applications des organosilicates dans les préparations pharmaceutiques, comme cela a été présenté dans le §3.2.

Les interviews téléphoniques ont ensuite été réalisées dans les secteurs priorisés. La répartition des entretiens dans les quatre secteurs d'activité et selon l'expertise métier de l'interviewé est présenté dans le Tableau 17.

Tableau 17 : Bilan des entreprises et des professionnels interrogés

	Manager R&D	Manager marketing	Total	Fournisseur d'ingrédients	Formulateur intégrateur	Total
Cosmétiques et traitement de surface	6	11	17	10	2	12
Environnement	2	5	7	4	3	7
Phytopsanitaire	4	1	5	2	3	5

NB : Le nombre total de personnes interviewées est supérieur au nombre total d'entreprises interrogées dans les secteurs cosmétiques et traitement de surface car plusieurs salariés d'une même entreprise ont été interrogés.

Notons que les secteurs de la cosmétique et du traitement de surface ont été fusionnés du fait de la grande similitude de leurs chaînes de valeur. En effet, les fournisseurs d'ingrédients, et d'argile en particulier, sont les mêmes dans les deux secteurs d'activité. La transcription des contenus des interviews ont été synthétisés afin d'évaluer l'expertise technologique, les fonctions attendues ainsi que l'intérêt pour la technologie proposée. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 18.

Tableau 18 : Analyse des interviews dans les quatre secteurs d'activité priorités

Secteur d'activité	Expertise technologique	Fonctions attendues	Intérêt pour la technologie
Cosmétiques & traitement de surface	Forte	• Stabilisation d'émulsions • Agents rhéologiques • Libération de principes actifs • Transparence et propriétés détergentes	Marqué
Environnement	Faible	• Détoxification (air, sol, eau) • Absorption de métaux lourds • Traitement des huiles	Faible
Phytopsanitaire	Faible	• Amélioration de la biodisponibilité • Stabilisation d'émulsions • Protection de principe actif	Modéré

Notons tout d'abord qu'une uniformité de l'expertise technologique et de l'intérêt pour la technologie dans chaque secteur d'activité a été observée. C'est pourquoi chacun de ces deux paramètres a été caractérisé par une description unique pour chaque secteur.

Ainsi, il apparaît que les secteurs des cosmétiques et du traitement de surface semblent être les secteurs les plus matures concernant l'utilisation d'argiles synthétiques, plus précisément d'argiles naturelles organo-fonctionnalisées. Ils ont par ailleurs montré l'intérêt le plus fort pour la technologie proposée. En revanche, les deux autres secteurs d'activité interrogés

(Environnement et Phytosanitaire) en ont une connaissance plus faible et présentent des barrières réglementaires assez élevées, limitant l'intérêt pour la technologie EBISilc®.

Les fonctions attendues mises en évidence sont nombreuses, ce qui est en accord avec la polyvalence de la technologie proposée. Cette stratégie a ainsi permis de mieux appréhender les attentes industrielles, que ce soit en terme de réglementation, de coût de production et de performance. Ainsi, ce type d'approche est particulièrement intéressante pour valoriser des technologies encore en développement et dont les applications finales sont encore à définir plus précisément.

Par ailleurs, il a été observé une dispersion géographique de l'offre de technologie relativement faible, conditionnée majoritairement par le carnet d'adresses du cabinet de management de l'innovation. Ainsi, les entreprises interrogées sont en grande partie françaises et en totalité européennes (Allemagne, Belgique et Pays-Bas) (Figure 66).



Figure 66 : Dispersion géographique de l'offre de technologie via l'approche conventionnelle

Afin de comparer les résultats obtenus en termes de diffusion de la technologie EBISilc® via une approche dite « conventionnelle », une stratégie basée sur les nouvelles formes d'intermédiation de l'innovation ouverte a également été initiée, comme cela est présenté dans le paragraphe suivant.

5.2.3.2. Résultats obtenus suite à l'approche en ligne

L'expérimentation réalisée via l'approche en ligne a principalement consisté à mettre en évidence les caractéristiques de cette nouvelle forme d'intermédiation. Ainsi, tout comme pour l'approche conventionnelle, c'est sa capacité de diffusion de la technologie, sa capacité à mettre en relation le laboratoire EBInnov® avec de potentiels partenaires de développement et la mise en évidence des applications potentielles qui a été investiguée.

C'est dans cette optique que l'offre de technologie EBISilc® a été postée sur la plateforme innoget pendant 1 mois (Mars 2013). L'évolution du nombre d'utilisateurs actifs (personnes ayant cliqué sur le titre de la technologie) et de demandes d'informations a été suivie jour après jour durant cette période et est représentée en Figure 67.

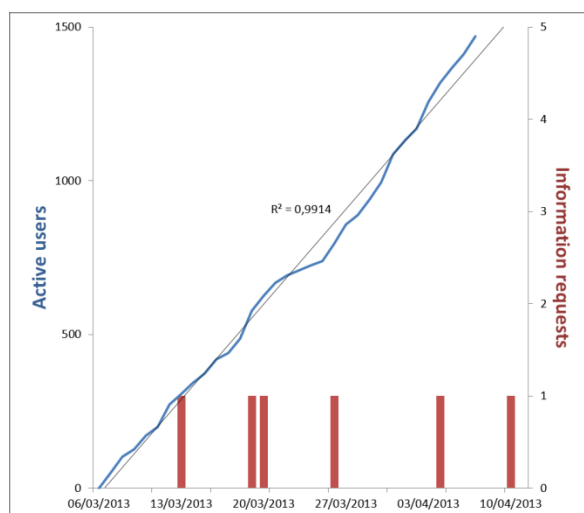


Figure 67 : Evolution des utilisateurs actifs et des demandes d'information

Une évolution quasiment linéaire du nombre d'utilisateurs actifs a été observée avec environ 1500 personnes ayant cliqué sur le titre de la technologie au bout d'un mois ; montrant ainsi un premier intérêt pour la technologie EBISilc®. Parmi ces utilisateurs actifs, six demandes d'informations complémentaires ont été reçues, dont les principales caractéristiques sont résumées dans le Tableau 19.

Tableau 19 : Contacts obtenus par l'approche en ligne

Contact	Acteur	Type d'organisation	Secteur d'activité	Pays
1	Responsable R&D	PME	Traitement de surface	Belgique
2	Chercheur	Université	Chimie	Philippines
3	Responsable marketing	PME	Chimie	Inde
4	PDG	PME	Cosmétiques	Corée du Sud
5	Responsable de laboratoire	Agence gouvernementale	Pharmaceutique	Tunisie
6	Responsable R&D	PME	Cosmétiques	Etats-Unis

Source: Plateforme d'innovation ouverte en ligne

Même si le ratio observé (6 demandes de contact sur 1500 visites) semble être faible en première approche, divers enseignements peuvent en être tirés. Tout d'abord, il a été observé que cette stratégie a conduit à des contacts issus d'organisations variées, que ce soient des industriels et majoritairement des PME, des universités et des agences gouvernementales. Ce résultat est en adéquation avec le modèle de la Triple Hélice (Triple Helix Model) proposé par Etzkowitz et Leydesdorff [2000] qui formalise l'importance des relations entre les universités, les industriels et le gouvernement dans le processus d'innovation. En effet, les interactions successives entre ces trois entités permettent selon ces auteurs d'enrichir chaque étape de la conception de produits innovants. La première étape de "production de savoir" se base sur l'interaction entre l'université et le support apporté par le gouvernement. La deuxième étape,

classiquement désignée sous l'appellation de "transfert technologique" s'appuie sur une collaboration étroite entre le monde académique et le tissu industriel. Finalement, la "mise sur le marché" de nouveaux produits s'appuie sur une collaboration entre les entreprises et le gouvernement.

Par ailleurs, une très grande dispersion géographique de l'offre de technologie a été observée. Les six contacts obtenus proviennent de quatre continents différents (Figure 68), ce qui corrobore la dimension globale proposée par le modèle de l'innovation ouverte.



Figure 68 : Dispersion géographique de l'offre de technologie via l'approche en ligne

D'un point de vue opérationnel, les contacts obtenus présentent une expertise technologique et un intérêt pour la technologie variables, comme représenté dans le Tableau 20.

Tableau 20 : Analyse des contacts obtenus par l'approche en ligne

Contact	Secteur d'activité	Expertise technologique	Fonctions attendues	Intérêt pour la technologie
1	Traitement de surface	Forte	Agent rhéologique	Marqué (demande d'échantillons)
2	Chimie / Environnement	N.D.	N.D.	N.D.
3	Chimie	Forte	Propriétés émulsionnantes Capacité d'adsorption dans l'industrie du papier, textile etc...	Marqué
4	Cosmétiques	Forte	Propriétés émulsionnantes	Marqué (échanges lors d'un salon d'ingrédients cosmétiques)
5	Pharmaceutique	N.D.	N.D.	N.D.
6	Cosmétiques	Forte	Charge minérale pour vernis cosmétiques	Marqué (demande d'échantillons)

N.D. : Non déterminé

Nous remarquons que parmi les six demandes d'informations reçues, deux d'entre elles n'ont donné aucune suite. L'une des raisons pouvant être avancée est liée au paradoxe d'Arrow [Arrow 1971] postulant une mauvaise adéquation entre les informations fournies par les 'vendeurs' et les attentes des 'acheteurs'. En effet, la plateforme choisie dans le cadre de cette expérimentation ne propose pas de service d'aide à la rédaction de l'offre de technologie ; ce qui permettrait de maximiser l'intérêt suscité tout en dévoilant le minimum d'informations stratégiques. Par ailleurs, le fait de n'utiliser que les informations fournies par le document de communication conçu du cabinet de conseil en management de l'innovation a probablement limité l'intérêt des contacts potentiels.

Par ailleurs, il a été observé que les contacts obtenus par l'approche en ligne proviennent pour la plus grande majorité de secteurs industriels ayant déjà été envisagés lors de l'approche réalisée par le cabinet de consulting. Il s'agit en effet des secteurs pharmaceutiques, de la cosmétique et du traitement de surface. Cette observation permet d'une part de confirmer la pertinence des secteurs d'activité visés lors de l'approche conventionnelle mais également d'envisager une synergie entre ces deux approches.

Ainsi, puisque ces deux approches permettent à la fois de mettre en évidence des secteurs d'application potentiels et de mettre en relation l'entreprise avec des partenaires de co-développement, une analyse comparative des deux pratiques a été réalisée. Pour ce faire, les caractéristiques observées pour chaque stratégie sont détaillées dans la sous-partie suivante.

5.2.3.3. Comparaison des deux approches

Afin de comparer ces deux approches en suivant un cadre méthodologique adapté à l'étude qualitative réalisée, nous nous sommes appuyés sur le triptyque ou triangle de performance proposé par Gibert [1980]. Ce dernier propose une définition de la performance selon trois piliers; à savoir l'efficience, l'efficacité et la pertinence (Figure 69).

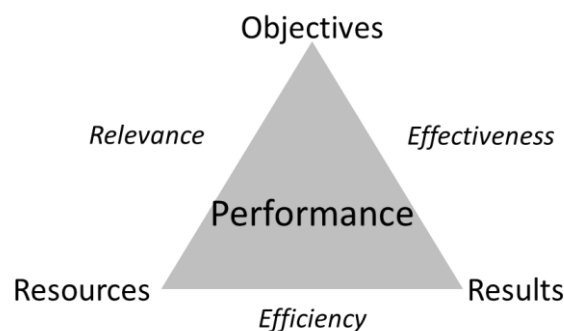


Figure 69 : Triptyque de performance, d'après Gibert [1980]

L'analyse comparative réalisée s'appuie donc sur les trois axes suivants :

- l'axe moyens-objectifs définit la pertinence comme le rapport entre les moyens déployés et les objectifs à atteindre (bonne allocation des ressources),
- l'axe résultats-moyens définit l'efficience comme le rapport entre les résultats obtenus et les moyens totaux déployés dans une activité (atteinte des objectifs au moindre coût),

- et l'axe objectifs-résultats définit l'efficacité comme l'adéquation entre les résultats obtenus vis-à-vis des objectifs fixés (atteinte des objectifs) [Maranzana 2009].

Bonne allocation des ressources

La différence la plus significative en termes de ressources allouées concerne les ressources financières engagées, en excluant celles relatives au fonctionnement interne de l'équipe projet EBI. Ainsi, le coût de l'étude réalisée par le cabinet de conseil en management de l'innovation s'élève à 15 000 euros. Cette différence s'explique principalement du fait des ressources humaines spécifiques impliquées dans chaque approche. Cela se traduit par la mobilisation de deux consultants externes dans le cadre de l'approche du cabinet de conseil, en plus de l'équipe projet. Notons cependant que l'approche en ligne ne prend pas en compte certains coûts cachés, tels que les ressources humaines internes "support" nécessaires au suivi des actions initiées après la diffusion de l'offre de technologie. Finalement, il apparaît que pour notre cas d'étude, l'approche dématérialisée est globalement moins coûteuse que l'approche conventionnelle.

Atteinte des objectifs

Les premiers résultats obtenus en termes de valorisation de la technologie sont prometteurs, notamment suite à l'approche conventionnelle. Tout d'abord, les principaux secteurs applicatifs ont pu être mis en évidence, en se basant sur des critères technologiques, réglementaires et économiques. Ainsi, les quatre secteurs d'activité prioritaires couvrent à la fois l'expertise de l'équipe projet mais également des secteurs connexes. Cela permet d'envisager la possibilité de valoriser la technologie EBISilc® dans d'autres secteurs d'activité. Par ailleurs, la prospection divergente a permis à l'équipe projet d'être également en contact avec des acteurs peu intéressés par la technologie et d'appréhender les limites applicatives de cette dernière. Des contacts concrets ont ainsi été établis via cette approche, permettant de développer des projets de recherche collaboratifs détaillés dans le chapitre suivant. En revanche, l'approche en ligne a mis en évidence certaines limites organisationnelles n'ayant pas permis de concrétiser les premiers contacts obtenus. Il apparaît donc que l'atteinte des objectifs est plus délicate via l'approche en ligne.

Atteinte des objectifs à moindre coût

La stratégie en ligne a conduit à des contacts industriels exploratoires, avec un taux de conversion en projets de recherche, partenariats ou transferts technologiques relativement faible. A cela s'ajoute une nécessité d'outils de communications et d'échanges adaptés, tels que des accords de transfert de matériel (Material Transfer Agreement), afin de répondre à leurs attentes, notamment l'envoi d'échantillons pour tester l'ingrédient. Il apparaît également que la première étape de la stratégie du cabinet d'innovation a également ciblé des secteurs industriels moins pertinents. En effet, les interviews réalisées ont montré que seuls les secteurs de la cosmétique et du traitement de surface présentaient un intérêt marqué pour la technologie proposée. Parallèlement, l'approche passive basée sur l'intermédiaire dématérialisé a permis de fait de mettre en exergue les secteurs applicatifs les plus prometteurs. Cette observation soulève la possibilité d'un effet de synergie entre ces deux approches, avec pour objectif d'améliorer la performance de ces pratiques, en minimisant les coûts et en maximisant l'adéquation des résultats obtenus vis-à-vis des objectifs fixés.

Limites

Cette expérimentation a mis en évidence certaines limites de ces stratégies pour diverger vers de nouveaux partenaires de développement. Tout d'abord, même si la retranscription des interviews est aussi fiable que possible, une perte d'informations entre l'intermédiaire de l'innovation et l'équipe projet existe. Cette limite a notamment été observée dans le cadre de l'approche conventionnelle présentant une intermédiation complète, si bien qu'aucun contact direct n'est instauré entre les industriels interrogés et l'équipe projet dans les phases amont de l'étude. Cette observation met en lumière le possible intérêt de prise de contact tripartite entre le cabinet de valorisation, l'équipe projet et l'industriel intéressé par la technologie. Par ailleurs, même si la perte d'information entre les acteurs est réduite dans le cadre de la seconde approche dématérialisée, elle requiert une plus grande mobilisation de la part de l'équipe projet, entraînant l'allocation de ressources supplémentaires.

5.2.4. Synthèse

Pour conclure, les avantages et les limites des deux approches déployées dans le cadre de cette expérimentation sont résumés dans le Tableau 21.

Tableau 21 : Avantages et limites des deux approches déployées

Type d'intermédiation	Avantages	Limites
Cabinet de conseil en management de l'innovation	- Formalisation d'un brief technologique adapté - Intermédiation complète (fonction support) - Echanges ayant abouti à des projets collaboratifs concrets	- Contacts potentiels limités au carnet d'adresses du cabinet - Coût relativement élevé
Plateforme d'innovation ouverte en ligne	- Mise en évidence d'autres secteurs de valorisation - Approche internationale et diversité des contacts - Coût relativement faible	- Intermédiation incomplète - Protection de la propriété intellectuelle peu prise en compte (variation en fonction de la plateforme choisie) - Difficulté de concrétisation des échanges initiés

Ainsi, les différentes caractéristiques observées soutiennent l'hypothèse d'une complémentarité entre les deux approches considérées. En effet, les résultats obtenus tendent à montrer que les principales limites de l'approche conventionnelle liées à la faible diversité des contacts peuvent être compensées par la diffusion de la technologie sur des plateformes d'innovation ouverte. Ce postulat est présenté plus en détails dans le Tableau 22 ci-dessous :

Tableau 22 : Représentation simplifiée de l'hypothèse de complémentarité entre les deux approches

		Cabinet de management de l'innovation	Plateforme d'innovation ouverte en ligne	Complémentarité
Contacts	Quantité	Limitée par le carnet d'adresses	Diffusion en ligne	Potentiel de contacts élevé
	Qualité	Bonne couverture chaîne de valeur et métiers	Contacts difficiles à remobiliser	Mise en évidence des secteurs d'intérêts et entretiens ciblés
	Diversité	Dispersion géographique faible	Approche internationale Contacts variés	Approche locale et globale
Coût		Faible	Elevé	Optimisé

Les caractéristiques soulevées pour chacune des deux approches nous permettent de poser l'hypothèse d'une complémentarité entre celles-ci et non une substitution de l'une par l'autre. Tout d'abord, la similitude des documents de communication tend à montrer que le support de communication fourni par la plateforme d'innovation ouverte peut servir de modèle à la diffusion de l'offre de technologie par des voies plus classiques. Ce type d'outil permettrait également de faciliter le transfert de connaissances entre l'équipe projet et les consultants mobilisés. Par ailleurs, la diffusion de l'offre de technologie par le biais d'une ou de plusieurs plateformes d'innovation ouverte dès les phases amont du projet permettrait de mettre en évidence les secteurs d'activité les plus pertinents pour valoriser la technologie. Cette discrimination permet ainsi de simplifier l'étape de veille technologique proposée par l'approche du cabinet de conseil. Puisque les contacts obtenus par cette approche sont difficilement mobilisables, nous faisons l'hypothèse d'une nécessité de contacts physiques. Ces derniers seront ciblés de façon plus précise, augmentant ainsi la probabilité de concrétisation des échanges.

5.2.5. Adéquation de la technologie avec les attentes industrielles

La phase de divergence décrite dans la partie précédente a permis de mettre en évidence de potentiels partenaires de développement ayant des attentes industrielles précises. Afin d'évaluer l'adéquation de la technologie EBISilc® vis-à-vis des applications désirées, plusieurs travaux de recherche ont été menés et les principaux résultats obtenus en termes de valorisation de la technologie sont présentés dans le Tableau 23. Notons qu'un partenaire de co-développement issu du secteur pharmaceutique a été identifié suite au travail du cabinet de conseil en innovation. C'est pourquoi nous intégrons dans cette partie l'étude réalisée puisqu'elle est indirectement liée à l'approche conventionnelle déployée.

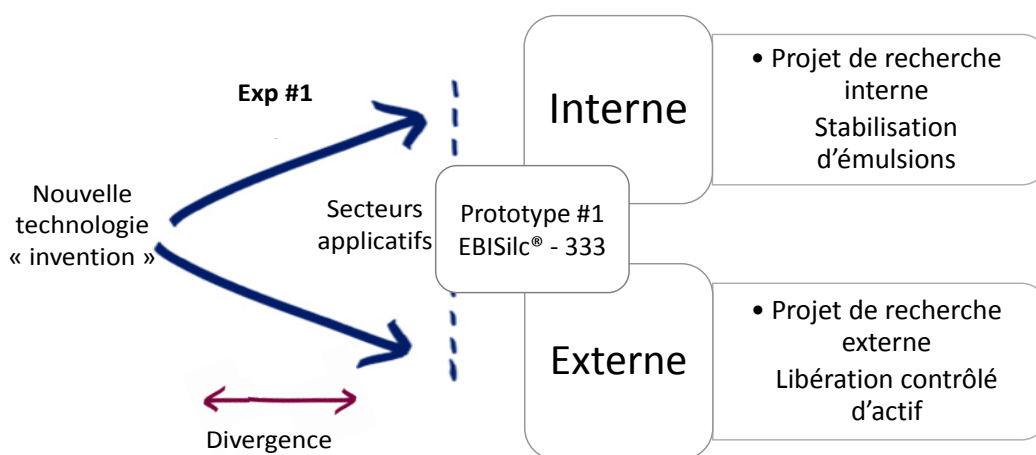
Tableau 23 : Premiers résultats de valorisation et projets de co-développement

Partenaire industriel	Type de projet
Formulateur de produits finis (cosmétique)	Projet de recherche • propriété détergente / moussante • propriétés émulsionnantes
Laboratoire pharmaceutique	Projet de recherche • étude du relargage contrôlé de principes actifs
Fournisseur d'ingrédients (cosmétique et pharmaceutique)	Projet en phase amont • propriétés émulsionnantes

Puisque les flux de connaissance internes et externes jouent un rôle tout particulier au sein du modèle de l'innovation ouverte, cette partie présente donc les résultats de travaux de recherche réalisés au sein du laboratoire EBInnov® et ceux réalisés en externe par un laboratoire pharmaceutique.

Tout d'abord, les différents contacts ont montré un intérêt marqué pour le pouvoir émulsionnant des organosilicates EBISilc® (Tableau 18 et Tableau 20). Ainsi, cette problématique étant commune à plusieurs entreprises, l'équipe projet a continué d'investiguer cette application en interne, en s'appuyant sur l'expertise du Pôle Formulation et Analyse Sensorielle du laboratoire EBInnov®. La première application étudiée consiste à orienter la synthèse d'organosilicates afin de leur conférer des caractéristiques d'amphiphilie, c'est-à-dire possédant des groupements hydrophiles et hydrophobes. Ce projet a ainsi permis de développer un premier prototype de la technologie, nommé EBISilc®-333. L'objectif affiché consistera ensuite à évaluer la capacité de ces particules à stabiliser des émulsions huile-dans-eau et eau-dans-huile.

Par ailleurs, la demande du partenaire industriel pharmaceutique étant spécifique, les travaux ont été réalisés au sein de son propre département de R&D. Les objectifs de ce projet de recherche consistent d'une part à investiguer les propriétés pharmaco-techniques des particules d'EBISilc®-333 synthétisées mais également à évaluer la capacité de ces organosilicates amphiphiles à modifier le profil de libération d'un principe actif pharmaceutique.

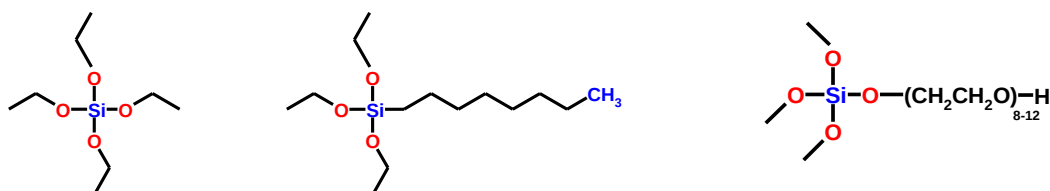


5.2.6. Projet de recherche interne à l'EBI - Stabilisation d'émulsions

Objectifs

Ce projet mené en interne s'appuie sur l'expertise du Pôle de Formulation et d'Analyse sensorielle de l'Ecole de Biologie Industrielle. L'objectif est de synthétiser des particules d'organosilicates ayant des propriétés physicochimiques modulables permettant la stabilisation d'émulsions. En effet, la stabilisation d'émulsions par des particules solides, communément désignée sous l'appellation "émulsions de Pickering" [Pickering 1907], connaît un regain d'intérêt puisqu'elle permet de s'affranchir des tensioactifs conventionnels. La première fonctionnalisation étudiée est ainsi basée sur un mélange de silanes hydrophiles et lipophiles permettant de synthétiser des particules ayant une affinité modulable pour les milieux polaires et apolaires. Cette modification de l'affinité devra aboutir à la possibilité de stabiliser des émulsions eau-dans-huile (E/H) et huile-dans-eau (H/E). Pour plus de détails, les résultats obtenus dans le cadre de cette étude ont été publiés dans le journal Powder Technology en Juin 2014 [Lorentz et al. 2014].

Afin de moduler le caractère amphiphile des particules synthétisées, une stratégie de plan de mélange a été initiée. Dans un premier temps, un mélange de trois précurseurs silanes a été utilisé, comprenant un silane structuré (tétraethoxysilane abrégé TEOS), un silane lipophile (*n*-octyltriethoxysilane abrégé OCTEO) et un silane hydrophile (poly(éthylène glycol)-trimethoxysilane abrégé 4140). Les formules chimiques de ces molécules sont présentées en Figure 70.



tetraethoxysilane (TEOS) *n*-octyl-triethoxysilane (OCTEO) poly(ethylene glycol)-trimethoxysilane (4140)

Figure 70 : Silanes utilisés dans le cadre du projet de recherche interne

Au total, quinze essais ont été réalisés, comprenant une répétition, un blanc et un point de prédiction permettant de s'assurer de la prédictibilité du modèle. L'analyse par granulométrie

laser de la taille des particules synthétisées suivant le plan de mélange est présentée dans le Tableau 24.

Tableau 24 : Plan de mélange et résultats de l'analyse granulométrique

Run	Fraction molaire (%)			Type de point	d(0.1) μm	d(0.5) μm	d(0.9) μm
	OCTEO X_1	4140 X_2	TEOS X_3				
1	30.00	0.00	70.00	Sommet	0.53	0.69	1.86
2	49.50	16.50	34.00	Intérieur	0.52	0.65	1.31
3	100.00	0.00	0.00	Sommet	0.53	0.72	1.75
4	30.00	70.00	0.00	Sommet	2.38	3.00	9.72
5	34.00	33.00	33.00	Centre	0.53	0.70	1.40
6	49.50	16.50	34.00	Intérieur	0.53	0.67	1.42
7	19.50	40.25	40.25	Intérieur	0.62	0.83	1.77
8	32.00	51.50	16.50	Intérieur	0.62	0.82	1.80
9	5.00	25.00	70.00	Sommet	(-)	(-)	(-)
10	65.00	35.00	0.00	Milieu de face	1.44	2.18	4.76
11	34.00	33.00	33.00	Centre	0.53	0.70	1.41
12	19.50	40.25	40.25	Intérieur	0.54	0.75	1.64
13	5.00	70.00	25.00	Sommet	(-)	(-)	(-)
14	0.00	0.00	0.00	Contrôle	142.05	183.33	246.53
15	44.00	32.00	24.00	Prédiction	0.55	0.78	1.90

L'approche utilisée nous a permis de modéliser les trois réponses granulométriques en fonction des fractions molaires en silanes, notées X_1 (OCTEO), X_2 (4140) et X_3 (TEOS). Les différentes distributions $d(0.1)$, $d(0.5)$ et $d(0.9)$, correspondant respectivement au premier décile, à la médiane et au neuvième décile de la distribution volumique moyenne, sont représentées graphiquement en Figure 71.

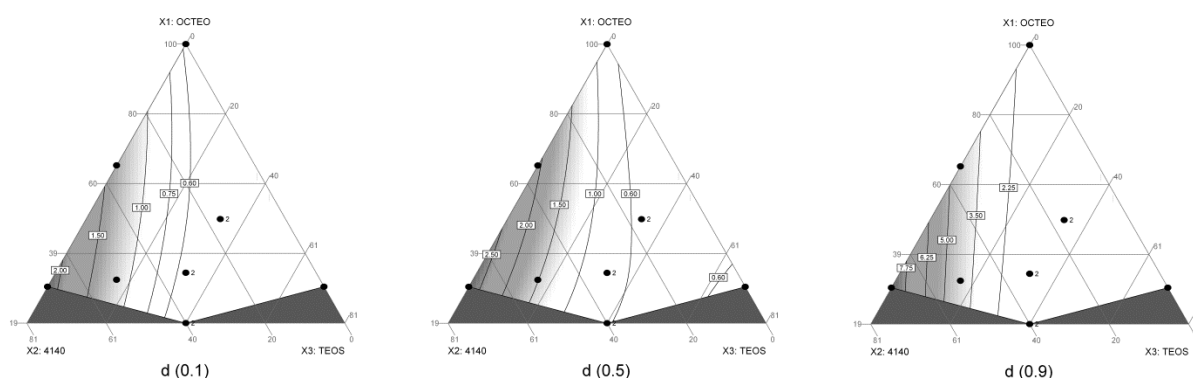


Figure 71 : Distribution granulométrique des organosilicates préparés suivant le plan de mélange

Il a été observé une dépendance forte de la taille des particules synthétisées avec la proportion de silane hydrophile utilisée. Cependant, dans la majorité des cas, une distribution unimodale

centrée aux alentours de 650 nm a été observée. Par ailleurs, la capacité de l'ensemble des particules synthétisées à stabiliser des émulsions eau-dans-silicone (E/Si) ou silicone-dans-eau (Si/E) a par la suite été investiguée. Les résultats obtenus sont présentés en Figure 72.

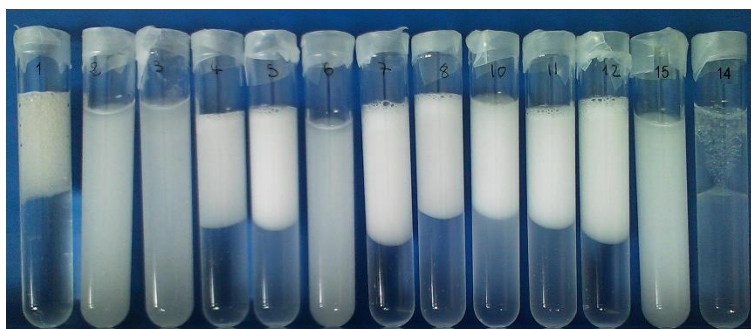


Figure 72 : Stabilité visuelle d'émulsions préparées avec des particules d'organosilicate

Tout d'abord, notons que les deux types d'émulsions ont été obtenus. Des émulsions huile-dans-eau ont ainsi été préparées avec les particules issues des Runs 1, 4, 5, 7, 8, 10, 11 et 12. Cependant, ces dernières sont toutes instables puisqu'elles présentent un phénomène de crémage. Par ailleurs, cette étude exploratoire a permis de montrer que les particules correspondant aux Runs 2, 3, 6 et 15 sont adaptées pour obtenir des émulsions eau-dans-huile stables. Les fractions molaires en silanes de ces synthèses sont présentées dans le Tableau 25 :

Tableau 25 : Composition molaire des organosilicates ayant permis la stabilisation d'émulsions E/H

Runs	Fraction molaire OCTEO	Fraction molaire 4140	Fraction molaire TEOS
2 et 6	49.50	16.50	34.00
3	100.00	0.00	0.00
15	44.00	32.00	24.00
EBISilc®-333	35.5	16.9	47.6

Ces résultats ont mis en évidence l'influence particulière du ratio en silane lipophile (OCTEO) à la fois sur la taille des particules obtenues et sur la capacité à stabiliser des émulsions E/H. Suite à ces résultats, une composition en silanes permettant la stabilisation d'émulsions E/H a été déterminée expérimentalement. Abrégée sous la dénomination EBISilc®-333, elle possède une composition relativement proche de celles des Runs 2 et 6 (Tableau 25) et sera considéré comme un premier prototype pour évaluer l'adéquation de la technologie avec les demandes soulevées par nos potentiels partenaires de développement.

Dans la suite de cette étude, l'objectif a été d'investiguer le pouvoir émulsionnant des particules EBISilc®-333. Pour ce faire, différents aspects ont été étudiés, à savoir l'influence de la polarité des huiles sur la stabilisation d'émulsions et l'effet de synergie entre les particules d'organosilicates et un tensioactif conventionnel.

Protocole expérimental

L'ensemble des huiles utilisées dans le cadre de cette étude, leur dénomination INCI (International Nomenclature of Cosmetic Ingredients) ainsi que les fournisseurs sont regroupés dans le Tableau 26.

Tableau 26 : Huiles utilisées pour l'étude de stabilisation d'émulsions eau-dans-huile

Huile	Nom INCI	Fournisseur
Octamethylcyclotetrasiloxane	Cyclomethicone	BleuStar
Huile de vaseline	<i>Paraffinum liquidum</i>	COOPER
Huile de ricin	<i>Ricinus communis</i> oil	COOPER
Huile de tournesol raffinée	<i>Helianthus annuus</i> seed oil	COOPER
Huile de macadamia	<i>Macadamia Ternifolia</i> seed oil	IES LABO
Phytosqualane	Squalane	Sophim

Le tensioactif utilisé à titre comparatif est le monooléate de sorbitan (INCI : Sorbitan Oleate) disponible sous la dénomination commerciale Montane[®] 80 (SEPPIC, France). Le HLB de ce tensioactif est de 4.3 ce qui indique qu'il est adapté pour la réalisation d'émulsion eau/huile. Notons par ailleurs que de l'eau ultra-pure a été utilisée dans le cadre de cette étude.

Protocole d'émulsification

Les particules d'argile EBISilc[®]-333 utilisées pour la stabilisation d'émulsions sont sous forme de suspension aqueuse concentrée (pH=12) avec une teneur en particules de 15% en masse sèche. Ainsi, pour une meilleure compréhension des résultats, les quantités d'argile sont exprimées uniquement en masse sèche dans la suite de cette partie. Une quantité prédéfinie d'argile EBISilc[®]-333 est mélangée avec 9g d'huile. Le mélange est ensuite homogénéisé à l'Ultra-Turrax T25 (IKA, Allemagne) avec une tête de dispersion de 10 mm de diamètre opérant à 8000 rpm pendant une minute. Après homogénéisation, une quantité suffisante pour 30g d'eau ultra-pure est ajoutée au goutte-à-goutte à température ambiante et sous agitation Ultra-Turrax (8000 rpm, 5 min.).

Caractérisation des émulsions

La conductivité des émulsions a été mesurée immédiatement après préparation à l'aide d'un conductimètre portable (Hanna Model HI 99301). L'objectif est de définir le type d'émulsion préparée. En effet, une conductivité élevée indique que l'émulsion est de type huile-dans-eau (H/E) tandis qu'une conductivité faible ($< 10 \mu\text{S.cm}^{-1}$) révèle qu'il s'agit d'une émulsion eau-dans-huile (E/H). Ces résultats ont également été confirmés par un test de dilution basé sur la solubilité de la phase externe de l'émulsion. Ainsi, une émulsion de type H/E se dilue facilement dans l'eau, à l'inverse d'une émulsion E/H.

Résultats

Synergie avec un tensioactif conventionnel

Afin d'obtenir une référence de la performance des tensioactifs classiques, nous avons déterminé le pourcentage de Montane 80 minimum nécessaire pour stabiliser une émulsion eau-dans-vaseline. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 27.

Tableau 27 : Variation de la quantité de Montane 80

Phase	Ingrédient	Pourcentage massique	Stabilité à la centrifugation (3000 rpm ; 5 min.)
A	Huile de vaseline	30.0	
	Montane 80	1.0	Instable
		3.0	Instable
		5.0	Instable
		6.0	Instable
		7.0	Stable
B	Eau ultra-pure	QSP 30g	

La quantité minimale de Montane 80 nécessaire pour stabiliser une émulsion eau-dans-vaseline déterminée expérimentalement est de l'ordre de 7%. Ainsi, afin d'évaluer l'effet synergétique potentiel de la suspension concentrée d'EBISilc[®]-333 avec le Montane 80, un mélange de ces deux émulsionnants a été réalisé. Le Tableau 28 montre l'influence de la variation d'EBISilc[®]-333 avec une quantité fixe de Montane 80 (1% massique) sur la stabilité de l'émulsion ; ainsi que l'influence de la variation de Montane 80 avec une quantité fixe d'EBISilc[®]-333 (1% massique) :

Tableau 28 : Stabilisation d'émulsions eau-dans-vaseline par synergie EBISilc[®]-333 et Montane 80

Phase	Ingrédient	Pourcentage massique	Stabilité à la centrifugation (3000 rpm ; 5 min.)
A	Huile de vaseline	30.0	
	Montane 80	1.0	
	EBISilc [®] -333	0.15	Instable
		0.3	Instable
		0.5	Instable
		0.7	Instable
		1.0	Stable
B	Eau ultra-pure	QSP 30g	

Phase	Ingrédient	Pourcentage massique	Stabilité à la centrifugation (3000 rpm ; 5 min.)
A	Huile de vaseline	30.0	
	Montane 80	0.15	Instable
		0.3	Instable
		0.5	Instable
		0.7	Instable
	EBISilc®-333	1.0	
B	Eau ultra-pure	QSP 30g	

Ainsi, il a été observé qu'un mélange de ces deux émulsionnants comprenant 1% de Montane et 1% d'EBISilc®-333 permet de stabiliser une émulsion eau-dans-vaseline (stabilité à la centrifugation à J0).

Phytosqualane

La quantité de Montane 80 nécessaire pour stabiliser une émulsion eau-dans-phytosqualane n'a pas pu être déterminée de façon précise. En effet, il a été montré qu'une quantité de 20% de tensioactif n'était pas suffisante pour obtenir une émulsion stable après centrifugation. Afin d'évaluer l'effet de synergie entre l'organosilicate EBISilc® et ce tensioactif conventionnel, le Tableau 29 met en évidence l'influence de la variation d'EBISilc®-333 (de 0.15 à 1% massique) avec une quantité fixe de Montane 80 (2% massique) sur la stabilité de l'émulsion.

Tableau 29 : Variation de la quantité d'EBISilc®-333 / Montane 80 fixe

Phase	Ingrédient	Pourcentage massique	Stabilité à la centrifugation (3000 rpm ; 5 min.)
A	Phytosqualane	30.0	
	Montane 80	2.0	
	EBISilc®-333	0.15	Instable
		0.3	Instable
		0.5	Instable
		0.7	Instable
		1.0	Stable
B	Eau ultra-pure	QSP 30g	

Ainsi, il a été observé qu'un mélange de Montane 80 (2% massique) et d'EBISilc®-333 (1% massique) permettait de stabiliser une émulsion eau-dans-phytosqualane contenant 30% massique de cette huile spécifique. Un effet synergique marqué entre le tensioactif et EBISilc®-333 a donc été mis en évidence. Le cliché en microscopie optique de cette émulsion stable présenté en Figure 73 montre un arrangement désordonné de globules mal définis. Il apparaît que l'arrangement des particules d'organosilicate à l'interface eau/huile reste encore à être élucidé.

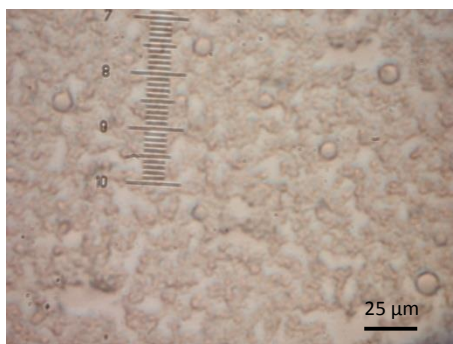


Figure 73 : Cliché en microscopie optique de l'émulsion eau/phytosqualane (x400)

Huiles végétales

La stabilisation d'émulsions à base de différentes huiles végétales (huile de tournesol, de macadamia et d'amande douce) a également été étudiée. Ces travaux ont montré qu'une étape préliminaire de neutralisation de la suspension concentrée d'EBISilc®-333 par une solution d'acide citrique à 40% était nécessaire pour obtenir une stabilité des émulsions réalisées avec des huiles végétales. Les résultats obtenus en termes de stabilisation d'émulsions sont présentés dans le Tableau 30 :

Tableau 30 : Composition des émulsions eau-dans-huiles végétales

Phase	Ingrédient	Pourcentage massique	Stabilité à la centrifugation (3000 rpm ; 5 min.)
A	Huile de tournesol	30.0	Stables
	ou		
	Huile de macadamia		
	ou		
	Huile d'amande douce		
	EBISilc®-333	1.5	
B	Eau ultra-pure	68.5	

Afin d'obtenir une compréhension plus fine du mécanisme de stabilisation, une observation en microscopie optique de ces émulsions a été réalisée (Figure 74, Figure 75 et Figure 76).

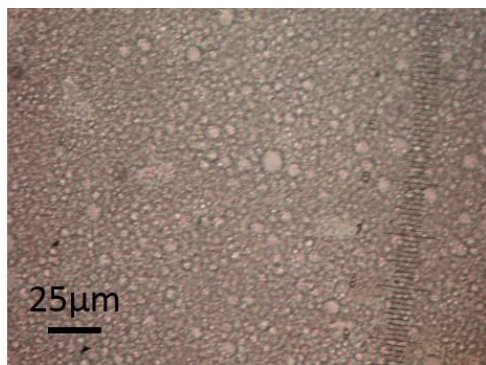


Figure 74 : Cliché en microscopie optique d'une émulsion eau/huile de tournesol (x400)

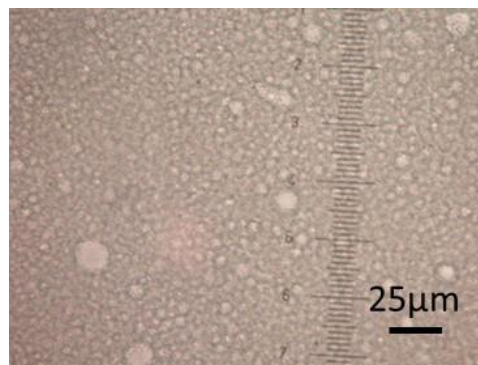


Figure 75 : Cliché en microscopie optique d'une émulsion eau/huile de macadamia (x400)

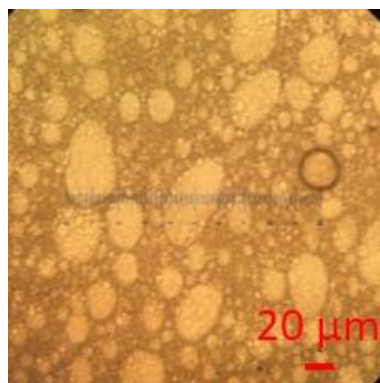


Figure 76 : Cliché en microscopie optique d'une émulsion eau/huile d'amande douce (x400)

Ces résultats ont constitué une étape préliminaire pour la préparation de formules de démonstration. Par ailleurs, ces travaux ont permis de mettre en évidence l'influence du pH sur la stabilité des émulsions et d'obtenir une compréhension plus fine des mécanismes de stabilisation des émulsions de Pickering, en comparaison avec des émulsions classiques. Ainsi, l'observation de gouttelettes de taille comprise entre 10 et 20 μm confirme l'hypothèse d'un mécanisme de stabilisation différent de celui proposé par des molécules tensioactives. Cette observation a notamment été confirmée par des tests (non présentés ici) montrant que les organosilicates préparés selon le procédé breveté n'entraînaient pas de diminution de la tension superficielle de l'eau.

Conclusion et perspectives

Les émulsions obtenues dans le cadre de cette étude sont à phase continue huileuse. Ces résultats sont en accord avec le caractère hydrophobe des particules synthétisées. En effet, Finkle et al. [2002] ont montré que les particules sont mouillées préférentiellement par la phase externe de l'émulsion. Des particules ayant un angle de contact mesuré avec l'eau (θ) inférieur à 90° stabiliseront préférentiellement des émulsions directes (H/E) tandis que des particules pour lesquels θ est supérieur à 90° stabilisent préférentiellement des émulsions inverses (E/H). Cependant, il est à noter que les particules utilisées doivent présenter une certaine affinité pour les deux milieux et ne doivent pas être totalement hydrophiles ou hydrophobes, sous peine de rester piégées respectivement dans la phase aqueuse ou huileuse.

Par ailleurs, ces émulsions sont poly-dispersées, avec une taille de gouttelettes comprise entre 10 et 20 μm . D'un point de vue macroscopique, les émulsions sont de couleur blanche, avec une texture onctueuse. L'ensemble de ces résultats ont permis de préparer une formule de



"démonstration" présentant concrètement la technologie lors d'un salon d'ingrédients cosmétiques. L'émulsion eau-dans-huile dont la formule est présentée dans le Tableau 31 contient 10% d'une solution aqueuse d'argile à 15% (soit une quantité effective d'EBISilc[®] de 1,5%); combiné à un antioxydant (Vitamine E) et un conservateur (Sepicide HB) afin de s'assurer de la conservation de la formule.

Tableau 31 : Formule de démonstration stabilisée par EBISilc®

Phase	Nom commercial	Nom INCI	Fournisseur	%
A	Huile d'amande douce	Prunus amygdalus dulcis oil	COOPER	30
	Suspension d'argile concentrée à 15%	<i>Non défini</i>	EBI	10
	Vitamine E	Tocopheryl acetate	Merck	0,5
B	Eau	Aqua	EBI	QSP
C	Sepicide HB	Phenoxyethanol & Methylparaben & Ethylparaben & Propylparaben & Butylparaben	SEPPIC	1

5.2.7. Projet de recherche externe – Libération contrôlée d'actifs

Objectifs

Le second projet de recherche a été réalisé suite à la volonté d'un laboratoire pharmaceutique d'investiguer la capacité des organosilicates EBISilc® à modifier la libération d'un principe actif pharmaceutique. Les argiles naturelles sont en effet largement utilisées dans l'industrie pharmaceutique, du fait de leur propriétés remarquables : une structure lamellaire permettant la modification de la libération de principes actifs [Rodrigues et al. 2013], une capacité d'échange cationique importante couplée à des propriétés rhéologiques particulières et une forte disponibilité. Néanmoins, ces matériaux bon marché présentent des limites, telles qu'une pureté chimique et minéralogique difficile à contrôler [López-Galindo et al. 2007].

C'est pourquoi les secteurs pharmaceutiques se sont également intéressés aux matériaux synthétiques présentant des caractéristiques semblables. C'est notamment le cas des organosilicates préparés par voie sol-gel. La première application de ces hybrides dans le secteur pharmaceutique récemment décrite par Han et al. [2011] a mis en évidence une faible cytotoxicité des aminosilicates à base de calcium et de magnésium, et ce même aux fortes concentrations (1 mg/mL). Le pouvoir de libération de principes actifs a été testé avec des molécules modèles telles que le flurbiprofène, un anti-inflammatoire faiblement soluble dans l'eau, et il a été démontré que ces hybrides permettent d'améliorer la biodisponibilité de cette molécule. Par ailleurs, Holström et al. [2007] ont utilisé ces hybrides en mélange avec d'autres polymères dans l'objectif de préparer des matrices à libération prolongée.

Dans le cadre de cette étude réalisée en partenariat avec un laboratoire pharmaceutique, ce sont les propriétés pharmaco-techniques des organosilicates EBISilc®-333 préparés selon le procédé breveté par notre équipe [Lhéritier et al. 2013] qui ont été investiguées. L'ensemble des résultats présentés dans cette partie ont fait l'objet d'une communication par affiche lors du 9^{ème} congrès mondial Pharmaceutics, Biopharmaceutics and Pharmaceutical Technology (PBP) ayant eu lieu à Lisbonne en Avril 2014.

Protocole expérimental

Synthèse de particules d'organosilicates

Un mélange de 27 mmoles de 3-hydroxy(polyéthylèneoxy)propyl]triméthoxysilane (Evonik Degussa Dynasylan® 4144), 61 mmoles de *n*-octyltriéthoxysilane (Dynasylan® OCTEO) et 82 mmoles de tétraéthoxysilane (Dynasylan® TEOS) a été homogénéisé par agitation mécanique pendant 2 minutes. Ce mélange a été ajouté à une solution contenant 30 mmoles de chlorure de calcium anhydre (CaCl₂, pureté 100%, Jeulin) et 30 mmoles de chlorure d'aluminium hexahydraté (AlCl₃·6H₂O, pureté 99%, Riedel-de Haen) dissout dans 213 mL d'éthanol à 96% (Fisher Scientifique). Après homogénéisation, 30 mL d'une solution d'hydroxyde de sodium (10.5 mol.L⁻¹) ont été ajoutés au goutte-à-goutte sous agitation hélice à 400 rpm pendant 1h30. Le mélange réactionnel a ensuite été placé à l'étuve pendant 24h à 60°C et le solide blanc gélifié obtenu a été lavé avec de l'eau Milli-Q (Millipore Corp.) puis centrifugé pour retirer le surnageant (cycle répété deux fois). Le solide a ensuite été séché à température ambiante et broyé en une fine poudre, pour finalement obtenir une masse de 25.16 g de produit sec.

Techniques de caractérisation

Analyse chimique et thermique

Les spectres infrarouges à Transformée de Fourier (FT-IR) (IR Affinity Shimadzu) ont été enregistrés à température ambiante entre 400 et 6000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} sur une moyenne de 60 scans. Les thermogrammes de calorimétrie différentielle à balayage (TA Instruments DSC 2920) ont été réalisés en creuset aluminium fermés entre 25 et 150°C avec une rampe de 10°C/min. Les mesures thermogravimétriques (TA Instruments) ont été réalisées entre 30°C et 300°C suivant une pente de 10°C/min. Les isothermes d'adsorption (DVS Advantage) ont été obtenues à 25°C en exposant le matériau à différentes valeurs d'humidité relative dans une gamme allant de 0 à 90%, par paliers de 10%.

Caractérisation structurale

Un granulomètre à diffraction laser (Malvern Mastersizer 2000) a été utilisé pour l'analyse de la taille des particules d'organosilicate en suspension dans l'eau. Afin de casser les agglomérats, tous les échantillons analysés ont été soumis à deux minutes d'ultrasons avant analyse. Les indices de réfraction utilisés sont de 1.33 pour l'eau et de 1.553 pour les particules d'organosilicate, assimilées à de la kaolinite (China clay). Les grandeurs observées sont la $d(0.1)$, $d(0.5)$ et la $d(0.9)$ représentant le diamètre des particules à 10%, 50% et 90% de la fréquence cumulée en volume.

Les spectres de diffraction des rayons X (Inel-Equinox 1000) ont été enregistrés dans une plage de mesure comprise entre 2° et 110° en 2 θ , avec un pas de 0.0289 degrés, et en utilisant la radiation $K\alpha_1$ du Cuivre ($\lambda=1.540562$ Å).

Les clichés de microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM) ont été obtenus en utilisant un microscope de type JSM 6400F (JEOL) opérant avec une tension d'accélération de 10 kV.

Paramètres pharmaco-techniques

Les essais de solubilité des organosilicates ont été réalisés dans différents milieux : l'eau (pH 2.5, 7 et 11.5), une solution de Ringer, l'éthanol, le méthanol et l'acétonitrile. Toutes les expérimentations ont été réalisées en suivant les instructions de la Pharmacopée européenne. Les comprimés (masse de 250 mg, dureté de 50 N) ont été préparés avec une presse à comprimés (Frogerais) équipé de poinçons de 8 mm de diamètre et de 7 mm de rayon de courbure.

Résultats

Caractérisation structurale des organosilicates

L'analyse granulométrique des particules en suspension a révélé une distribution en volume unimodale et une distribution en nombre submicronique centrée aux alentours de 650 nm (Figure 77). Ces résultats sont en accord avec les mesures de taille d'organosilicates synthétisés par d'autres équipes; comprises entre 44 nm [Han et al. 2011] et 1,3 μm [Chastek et al. 2005] selon la nature des sels de métaux et des précurseurs organosilanes utilisés.

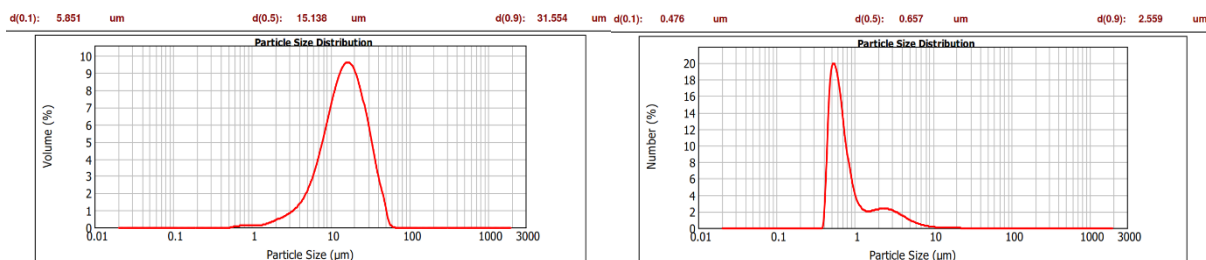


Figure 77 : Distribution granulométrique en volume et en nombre d'organosilicates en suspension

Les clichés en microscopie électronique à balayage des poudres sèches ont révélé une structure semi-cristalline, avec des agglomérats compris entre 5 à 6 μm , confirmant ainsi le phénomène d'aggrégation dû au séchage des particules. Les organosilicates synthétisés présentent par ailleurs une surface rugueuse avec une structure en "grappe de raisin", comme représenté en Figure 78.

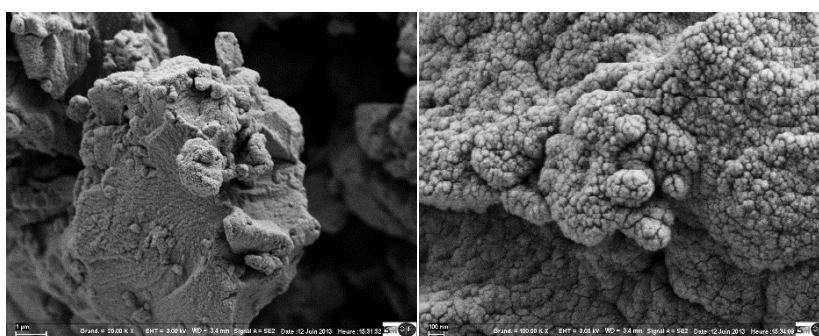


Figure 78 : Clichés de microscopie électronique à balayage MEB (barre : 1 μm à gauche, 100 nm à droite)

La caractérisation réalisée par diffraction des rayons X confirme la faible cristallinité observée par microscopie électronique. En effet, le spectre présenté en Figure 79 présente certaines différences significatives avec ceux obtenus pour des organophyllosilicates lamellaires et mono-fonctionnalisés, tels que ceux obtenus par Jaber et al. [2002].

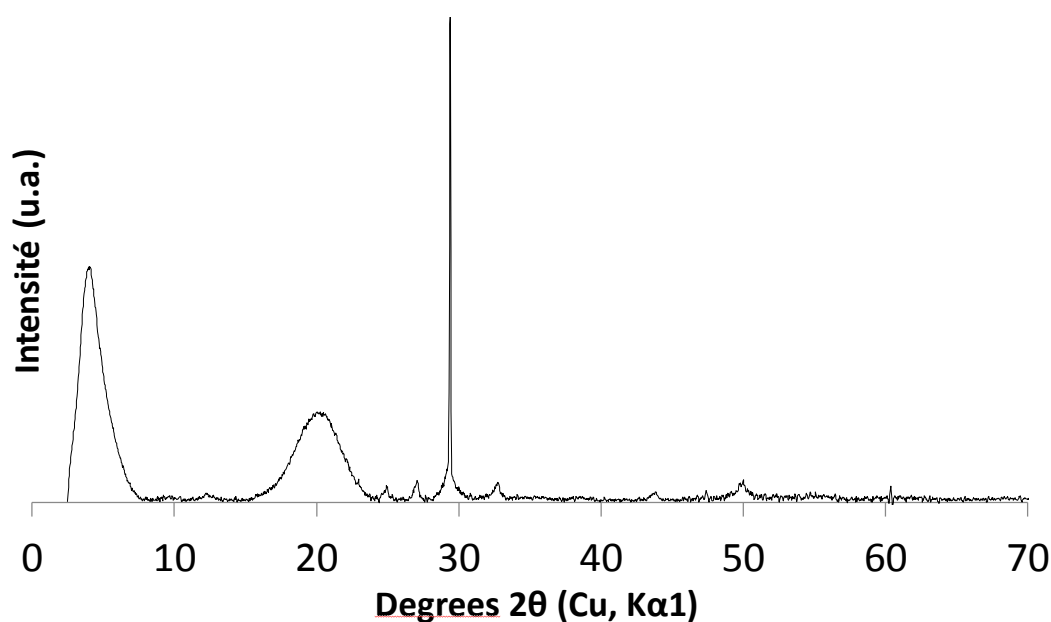


Figure 79 : Spectre de DRX des organosilicates synthétisés

Trois pics de diffraction principaux ont été observés à 4.02° , 20.27° et 29.40° en 2θ . Les deux premiers pics correspondent aux réflexions (001) et (002) tandis que le pic fin à 29.40° est attribué à un sous-produit de la synthèse. La réflexion basale en $2\theta = 4.02^\circ$ permet de déduire l'espace interfeuillelet d_{001} par application de la loi de Bragg :

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta_B}, \text{ avec } \lambda = 1.5418 \text{ \AA}.$$

L'espace interfeuillelet mesuré $d_{001} = 21.97 \text{ \AA}$ est inférieur à la distance basal d'octyl-aluminosilicates ($d_{001} = 24.94 \text{ \AA}$) [Ukrainczyk et al. 1997] et d'octyl-silicates calciques ($d_{001} = 26.6 \text{ \AA}$) [Minet et al. 2004]. Cette observation contradictoire n'est pas totalement élucidée et des études complémentaires devront être réalisées afin de mieux comprendre l'arrangement des chaînes latérales dans l'interfeuillelet. Ainsi, l'hypothèse d'une inclinaison des chaînes latérales due à la présence des chaînes latérale éthoxylées pourrait expliquer la diminution de la distance basale observée.

Le second pic observé en $2\theta = 20.27^\circ$ ($d = 4.38 \text{ \AA}$) est probablement dû à l'espacement entre les chaînes alkyles, comme cela a été proposé par Parikh et al. [1997].

Finalement, le troisième pic observé en $2\theta = 29.40^\circ$ est attribué au carbonate de calcium (CaCO_3) qui est une impureté issue du processus de carbonatation au sein du mélange réactionnel, comme décrit dans d'autres études [Taglieri et al. 2013].

Notons également que le pic en $2\theta = 60^\circ$ ($d = 1.54 \text{ \AA}$), classiquement observé pour des organophyllosilicates synthétiques et correspondant à la réflexion dans le plan (060) [Burkett et al. 1997; Jaber et al. 2002; Gallego et al. 2008], n'est pas présent dans le spectre de diffraction. Or, ce pic est caractéristique de la présence d'une couche octaédrique dans l'échantillon. Afin d'élucider cette différence significative entre les organosilicates décrits dans la littérature et ceux préparés suivant le procédé breveté, une analyse de l'échantillon par microscopie électronique à transmission (MET) a été réalisée et les clichés obtenus sont présentés en Figure 80.

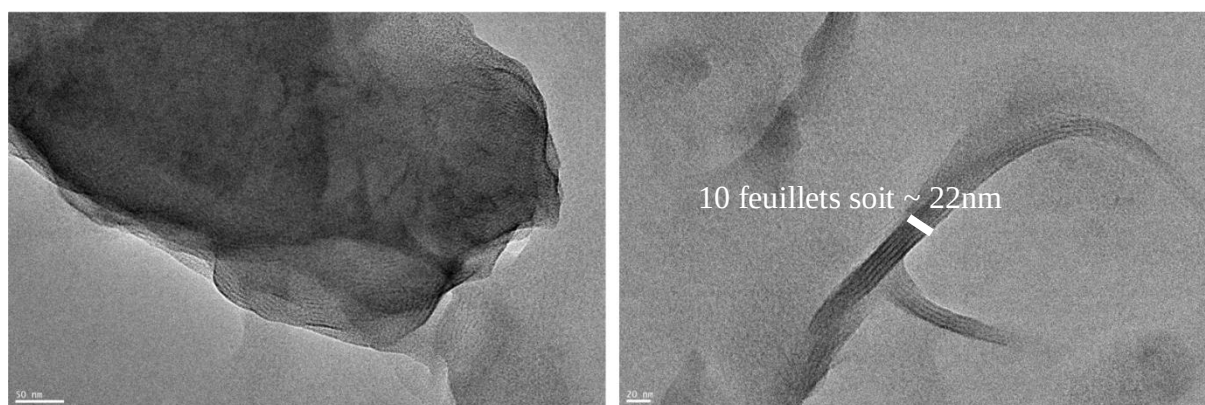


Figure 80 : Clichés de microscopie électronique à transmission MET (barre : 50 nm à gauche et 20 nm à droite)

Ces clichés mettent en évidence un mélange de matériau amorphe et de feuillets mal-définis. Ces derniers présentent une distance interfeuillelet de l'ordre de 2.2 nm, ce qui est en accord avec la valeur obtenue par DR-X ($21.97 \text{ \AA}$). Le caractère désordonné de ces feuillets est très probablement dû à la présence de chaînes latérales organiques, comme cela est décrit par Jaber

et al. [2005]. Plus précisément, l'utilisation du silane hydrophile abrégé 4144, possédant une chaîne latérale polymérique polyéthylène glycol (PEG), peut expliquer le désordre observé dans l'organisation des feuillets.

Caractérisation physico-chimique

La caractérisation chimique réalisée par spectroscopie infrarouge (Figure 81) confirme la présence d'un squelette inorganique (Si-O-Si) et la contribution effective des chaînes organiques, et notamment celle des chaînes *n*-octyl, au sein du matériau synthétisé.

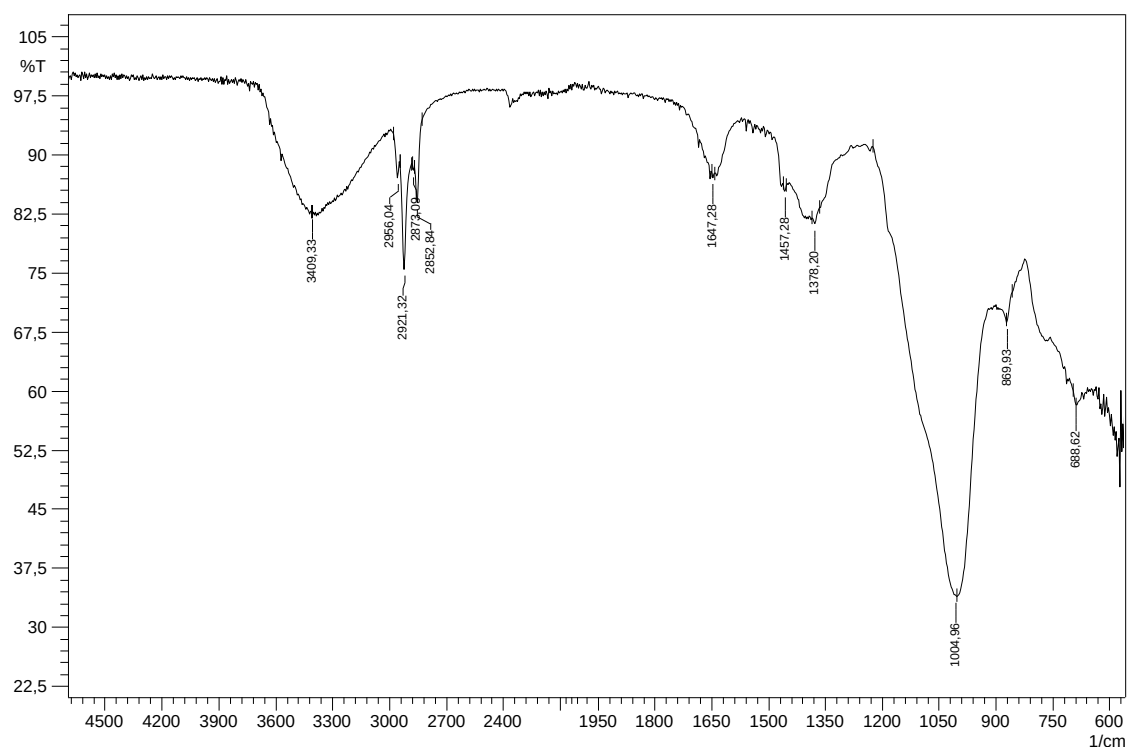


Figure 81 : Spectre infrarouge d'organosilicates préparés selon le procédé breveté

Les principaux pics caractéristiques mis en évidence sont :

- quatre pics distincts dans la zone des hautes fréquences. Les premiers situés à 2956 et 2921 cm^{-1} sont attribués aux élongations asymétriques des groupements CH_3 et CH_2 tandis que ceux présents à 2873 et 2853 cm^{-1} sont assignés aux élongations symétriques de ces mêmes groupements.
- un pic intense observé aux alentours de 1457 cm^{-1} attribué au cisaillement asymétrique de la liaison Si-C, confirmant ainsi l'intégrité de la liaison covalente des chaînes alkyles dans le matériau.

Ces deux résultats tendent ainsi à confirmer la présence effective de groupements organiques au sein de l'espace interfeuillet du matériau.

- un pic fin aux alentours de 1000 cm^{-1} caractéristique de l'élongation asymétrique des liaisons Si-O-Si. Cette vibration est généralement obtenue pour une structure de silicate tétraédrique et est en accord avec des travaux antérieurs [Ukrainczyk et al. 1997; Minet et al. 2004].

- l'absence de pics caractéristiques des groupements polyéthylène glycol (PEG) provenant du silane 4140, généralement observés entre 1020 et 1150 cm^{-1} . Ce résultat est probablement dû à leur masquage par l'élongation intense des fonctions Si-O (1002 cm^{-1}). En effet, un très léger épaulement est observé dans cette zone.
- des massifs larges situés à 3400 cm^{-1} et vers 1635 cm^{-1} attribués respectivement aux vibrations d'élongation (ν OH) et de torsion (δ H-O-H) des groupements hydroxyles des molécules d'eau présentes dans l'interfeuillet.
- une bande située aux alentours de 690 cm^{-1} attribuée aux torsions symétriques des liaisons O-Al-O du squelette inorganique.

Par ailleurs, le caractère hygroscopique des particules synthétisées peut être déterminé suite à l'analyse de gravimétrie d'adsorption de vapeur d'eau suivant l'équation suivante :

$$\frac{\text{Masse finale} - \text{Masse initiale}}{\text{Masse initiale}} \times 100$$

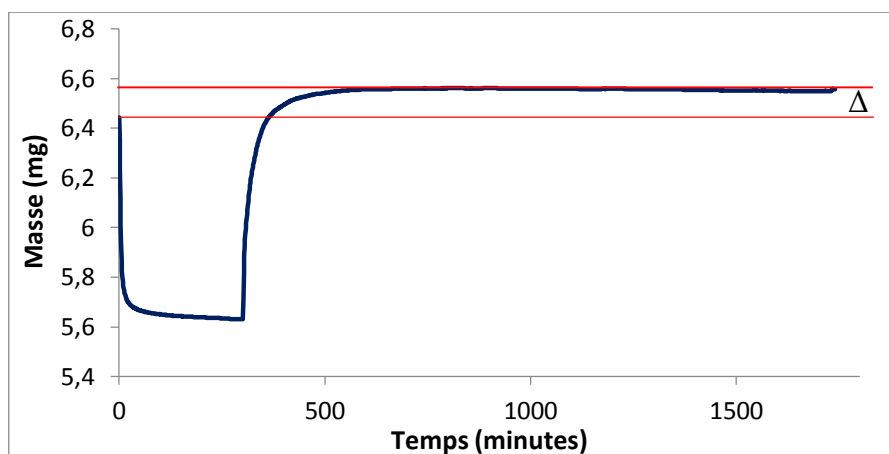


Figure 82 : Analyse de gravimétrie d'adsorption de vapeur d'eau (DVS)

Une prise en masse de l'ordre de 16% a été observée pour les particules étudiées, confirmant ainsi un caractère légèrement hygroscopique.

Dans la gamme de température étudiée, l'analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a mis en évidence un pic endothermique aux alentours de 130°C. Bien que la littérature ne soulève pas la présence de phénomènes thermiques dans cette gamme de température pour les organosilicates synthétisés par voie sol-gel, nous considérons qu'il peut être attribué à la perte d'eau soit en surface ou soit présente dans l'interfeuillet (Figure 83).

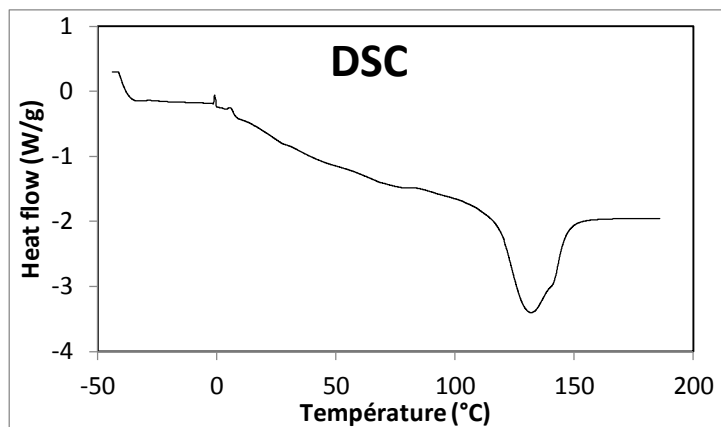


Figure 83 : Thermogramme obtenu par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Ainsi, les différentes techniques de caractérisation chimique et structurale des organosilicates ont suivi un schéma classique de caractérisation d'excipients à l'état solide. Cette étude a permis de mettre en évidence des propriétés physicochimiques particulièrement intéressantes :

- les organosilicates synthétisés présentent une structure semi-ordonnée, avec un mélange de feuillets mal définis et de matériau amorphe,
- ces feuillets possèdent une distance basale de l'ordre de 2.2 nm, valeur légèrement inférieure à celles relevées dans la littérature pour des octyl-silicates,
- la présence effective de chaînes latérales organiques au sein du matériau est confirmée par l'analyse infrarouge et est probablement à l'origine de la déformation des feuillets observée par microscopie électronique à transmission,
- le caractère hydrophobe des particules synthétisées est nuancé à la fois par l'analyse de gravimétrie d'adsorption de vapeur d'eau et par calorimétrie différentielle à balayage.

Etudes pharmaco-techniques

Dans un premier temps, il a été montré que les particules d'organosilicates synthétisées sont insolubles dans tous les milieux testés (l'eau à pH 2.5, 7 et 11.5, une solution de Ringer, l'éthanol, le méthanol et l'acétonitrile). Ce résultat vient confirmer les tests de stabilité chimique d'organosilicates réalisés par Moscofian et al. [2008] dans une gamme de pH balayant les conditions acides (pH = 2) à basiques (pH = 12).

Cette étude avait également pour but d'évaluer la performance des organosilicates pour la libération contrôlée d'un principe actif ; c'est-à-dire évaluer la capacité d'un système à délivrer un principe actif de façon continue, sur une période déterminée, avec des cinétiques prévisibles et reproductibles et suivant un mécanisme connu. Dans ce projet, ce sont des comprimés à libération contrôlée à matrice cellulosique qui ont été préparés avec 5% en masse d'organosilicates (85% d'hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), 10% d'un principe actif hydrophile (API) et 5% d'organosilicates). Ces comprimés ont été utilisés afin de tester l'influence de ce nouvel excipient sur la libération d'un principe actif fortement hydrophile, non décrit précisément pour des raisons de confidentialité.

Finalement, ces conditions expérimentales exploratoires n'ont pas permis de mettre en évidence d'influence significative des particules synthétisées sur la libération de cette molécule modèle.

En effet, le seul résultat de dissolution obtenu avec les comprimés contenant des particules d'organosilicates montre une courbe superposée à celle obtenue avec des comprimés préparés sans organosilicates.

Conclusion et perspectives

Finalement, l'étude réalisée a permis de mettre en évidence des propriétés pharmaco-techniques particulièrement intéressantes, conduisant à des applications prometteuses dans le secteur pharmaceutique. Cependant, la capacité des organosilicates EBISilc® à modifier la libération du principe actif testé dans le cadre de cette étude n'est pas significative. Le caractère hydrophobe marqué des particules synthétisées peut en partie expliquer la faible interaction avec la molécule hydrophile utilisée.

C'est pourquoi des études complémentaires pourront être réalisées ; soit en augmentant la teneur en organosilicates dans les comprimés préparés soit en modifiant le ratio des précurseurs utilisés afin d'obtenir des particules plus hydrophiles. C'est dans cette optique que le laboratoire pharmaceutique partenaire a montré un intérêt pour des particules d'organosilicates hydrophile, afin de tester leur capacité à modifier la libération d'actifs ainsi que leur pouvoir émulsionnant.

5.2.8. Bilan de la partie technique

Afin de résumer l'ensemble des résultats obtenus dans le cadre des travaux de recherche réalisés en interne ou en externe, le Tableau 32 met en évidence les conclusions tirées de ces différents projets.

Tableau 32: Premiers résultats de valorisation et projets de co-développement

Partenaire industriel	Type de projet	Etat du projet et conclusions
Formulateur de produits finis (cosmétique)	Projet de recherche - propriété détergente / moussante - propriétés émulsionnantes	Annulé thématique non prioritaire
Laboratoire pharmaceutique	Projet de recherche étude du relargage contrôlé de principes actifs	Finalisé mise en évidence des propriétés pharmaco-techniques des organosilicates EBISilc®
Fournisseur d'ingrédients (cosmétique et pharmaceutique)	Projet en phase amont propriétés émulsionnantes	Annulé - coût de la technologie trop élevé - aspects réglementaires (pureté maximale des précurseurs)

Parmi les contacts mis en évidence, seul le projet mené en partenariat avec un laboratoire pharmaceutique a abouti à un projet de recherche finalisé. Cette observation met en évidence les limites de la conception initiale pour répondre au plus près aux exigences industrielles. En effet, le prototype EBISilc®-333 testé dans le cadre de ces projets a montré un caractère hydrophobe marqué, ce qui limite le potentiel de ces particules pour répondre aux autres

applications désirées. Ainsi, les spécifications industrielles désirées se basent sur un caractère lamellaire des particules, avec des propriétés hydrophiles afin de tester le pouvoir de libération contrôlée de principe actif pharmaceutique hydrophile. Par ailleurs, la capacité de balayer un large spectre de mouillabilité des particules, qu'elles soient hydrophiles et hydrophobes, en l'absence de dérivés de l'aluminium et de poly(éthylène)glycol (PEG) est une demande fortement présente. L'objectif sera de tester leur capacité à stabiliser des émulsions des deux types, à la fois eau-dans-huile et huile-dans-eau.

5.2.9. Synthèse et limites de l'expérimentation

Cette expérimentation visait à mettre en évidence les spécificités des nouvelles formes d'intermédiation de l'innovation ouverte. Pour ce faire, la comparaison entre les pratiques des nouveaux acteurs de l'intermédiation et des pratiques plus conventionnelles a mis en évidence les spécificités de chaque approche que ce soit en termes de quantité, qualité et diversité des contacts obtenus, rapporté au coût de chaque stratégie. Par ailleurs, l'évaluation de la performance de ces pratiques basée sur le triangle de performance de Gibert [1980] constitue un cadre d'évaluation adapté à la double étude réalisée. Finalement, la mise en évidence des principales caractéristiques nous a ainsi permis de poser l'hypothèse d'une complémentarité entre les deux approches permettant de pallier les limites de chacune d'entre elles. Finalement, ces travaux ont été présentés lors du 24^{ème} congrès de l'International Society for Professional Innovation Management (ISPIM) [Lorentz et al. 2013].

Néanmoins, certaines limites de cette expérimentation peuvent être mises en évidence, la principale consistant en l'utilisation d'une seule technologie comme cas d'étude concret. Ainsi, cette observation tend à poser la question de la représentativité globale de la technologie et de sa pertinence pour nos secteurs d'intérêt. Pour répondre à ces questions, nous soutenons que cette expérimentation a mis en lumière la grande variété d'applications potentielles de la technologie EBISilc[®] dans les différents secteurs bio-industriels, ce qui en fait un cas d'étude particulièrement pertinent pour comparer des stratégies de valorisation. Par ailleurs, et afin d'apporter d'autres éléments de réponse à cette limite de représentativité, une deuxième technologie brevetée par le laboratoire EBInnov[®] a été utilisée comme cas d'étude ; toujours dans l'optique d'évaluer la performance des intermédiaires dématérialisés pour trouver de nouveaux partenaires de développement. Cependant, cette expérimentation complémentaire n'a pas permis d'apporter de nouveaux éléments puisqu'aucun contact n'a été obtenu suite à sa diffusion sur la plateforme d'innovation ouverte.

La deuxième limite mise en évidence provient de la nécessité de se doter d'outils et de documents juridiques permettant de rendre concrets les échanges obtenus. En effet, les contacts obtenus via l'approche en ligne sont relativement volatils et difficiles à remobiliser après le premier contact. Cette limite organisationnelle induit un biais dans la concrétisation des différents échanges, et peut donc apparaître comme une limite à l'analyse comparative effectuée.

5.2.10. Discussion

L'expérimentation réalisée avait pour but d'apporter des éléments de réponse aux hypothèses de résolution suivantes :

- **Les pratiques des intermédiaires de l'innovation sont performantes pour diffuser la technologie vers de nouveaux partenaires de développement.**
- **Cette phase de divergence permet d'évaluer l'adéquation de la technologie avec les demandes industrielles.**

Tout d'abord, cette expérimentation a montré que les secteurs bio-industriels majeurs (pharmaceutique, cosmétique et environnement) et mineurs (phytosanitaire) étaient enclins à envisager des projets de co-développement, que ce soit dans le cadre de l'approche conventionnelle ou de l'approche en ligne. Ces résultats viennent ainsi confirmer la bonne connaissance du modèle mise en évidence lors de la première expérimentation exploratoire réalisée par le biais d'un questionnaire en ligne destiné aux ingénieurs diplômés de l'EBI.

Par ailleurs, il a été observé que les deux pratiques déployées ont effectivement permis de diffuser la technologie vers de potentiels partenaires de co-développement. Concrètement, deux projets externes ont été menés avec un laboratoire pharmaceutique et un fournisseur d'ingrédients pharmaceutiques et cosmétiques, dans l'objectif d'accompagner le projet EBISilc® vers ses marchés applicatifs les plus prometteurs.

Les travaux réalisés ont également mis en évidence les principales caractéristiques des intermédiaires de l'innovation ouverte, nous ayant permis de postuler une complémentarité entre des approches basées sur des plateformes en ligne et celles considérées comme plus classiques. Ainsi, l'une des perspectives de cette expérimentation consisterait à intégrer ces nouvelles formes d'intermédiation au cœur des pratiques de cabinets de conseil en innovation. Une telle intégration serait d'autant plus aisée qu'elle s'appuierait sur la similarité des documents de communication permettant de diffuser la technologie. Cette complémentarité permettrait ainsi de mettre en évidence les secteurs d'application les plus prometteurs dès les phases amont, s'affranchissant ainsi de l'étape préliminaire de mise en évidence des secteurs d'activité. Par ailleurs, la diffusion à l'échelle mondiale de la technologie proposée par les plateformes d'innovation ouverte enrichirait la diversité des contacts obtenus, initialement limitée par le carnet d'adresse du cabinet de management de l'innovation. Finalement, nous considérons que l'ensemble de ces résultats nous permettent de valider les deux hypothèses de recherche éprouvées par cette expérimentation.

Après avoir évalué la performance relative des plateformes d'innovation ouverte pour diffuser une technologie vers de potentiels partenaires de co-développement, une seconde expérimentation a été réalisée afin de répondre plus précisément à notre problématique de recherche globale :

Comment formaliser un processus de conception prenant en compte l'évolution des pratiques d'innovation dans les bio-industries ?

Ainsi, les projets de recherche menés en interne et en externe ont montré les limites applicatives de la première conception réalisée. L'adéquation de cette dernière avec les attentes des industriels n'est pas satisfaisante en l'état puisqu'elle ne répond que partiellement aux attentes des partenaires industriels interrogés. C'est pourquoi il nous est apparu nécessaire d'obtenir des spécifications plus détaillées, afin de mieux appréhender les problématiques rencontrées par nos secteurs d'intérêt. Pour ce faire, nous nous appuyons sur le double flux de connaissances supporté par les plateformes d'innovation ouverte. En effet, ces dernières permettent à la fois la diffusion d'une offre de technologie de la part d'un inventeur (expérimentation #2) mais donnent également la possibilité aux industriels de chercher des technologies répondant à leurs problématiques spécifiques. Nous posons ainsi l'hypothèse que ces demandes de technologie permettent d'optimiser le potentiel d'innovation d'une invention (expérimentation #3). Nous représentons cette intégration d'informations par une phase de convergence qui aboutira à la rédaction de cahiers des charges innovation. La Figure 84 propose ainsi une représentation schématique des objectifs de cette seconde expérimentation et fait le lien entre l'expérimentation #2 décrite dans cette partie et l'expérimentation #3 décrite dans la partie suivante.

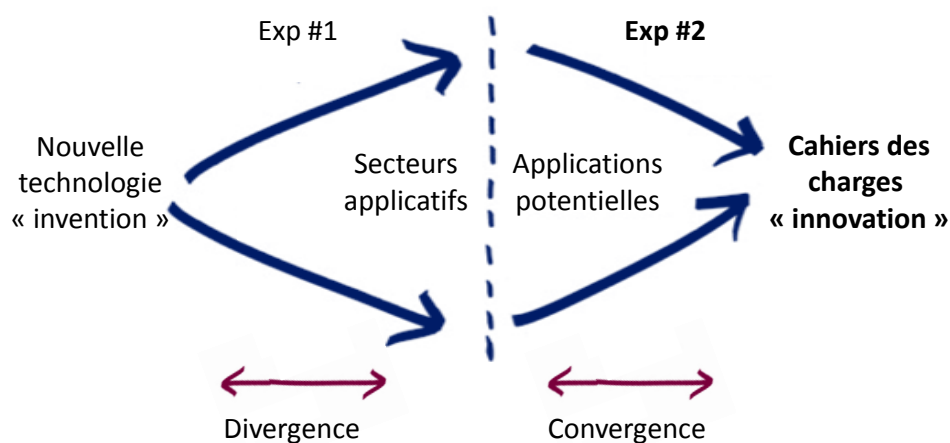


Figure 84 : Représentation schématique des objectifs de l'expérimentation #3

5.3. Troisième expérimentation : convergence vers un cahier des charges innovation

Les spécifications industrielles sont définies comme l'ensemble des contraintes pesant sur le projet de conception d'un nouveau produit. Ces dernières peuvent être intégrées au sein du projet de conception interne ou alors postées en ligne sur des plateformes d'échange de technologies. Afin de concevoir des technologies répondant au plus près aux besoins actuels des entreprises, nous proposons d'intégrer ces pratiques d'innovation ouverte afin d'augmenter le potentiel d'innovation de la technologie EBISilc®. Ce sont ces thématiques qui sont investiguées dans le cadre de cette troisième expérimentation.

5.3.1. Objectifs

L'objectif de cette expérimentation est d'intégrer les nouvelles pratiques des intermédiaires de l'innovation ouverte dans la formalisation d'un processus de conception centré innovation. En effet, les plateformes de type « marketplace » permettent aux inventeurs isolés, jeunes entreprises innovantes ou multinationales de proposer des offres de technologie (Tech Offers) qu'ils souhaitent valoriser par des voies externes. C'est ce flux sortant (*inside-out*) qui a été exploité dans le cadre de l'expérimentation #2 décrite précédemment (Figure 85).

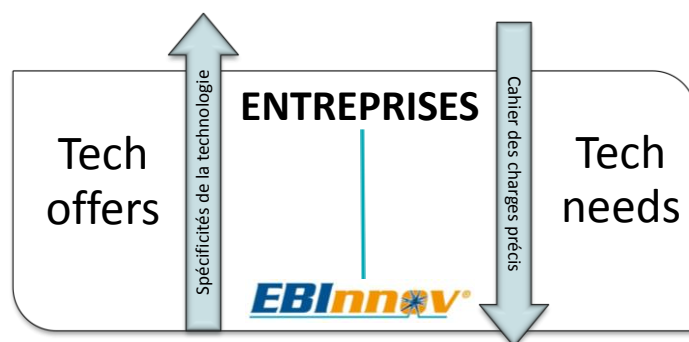


Figure 85 : Double flux de connaissances des plateformes d'innovation ouverte

En parallèle, ces plateformes permettent également aux industriels de chercher directement des technologies répondant à leurs problématiques. La recherche d'idées, concepts ou technologies (Tech Needs) à tout stade de développement doit ainsi leur permettre de débloquer certains verrous technologiques internes. C'est ce flux entrant permettant aux industriels d'intégrer de nouvelles sources de connaissances qui nous est apparu particulièrement intéressant dans le cadre de cette expérimentation. L'expérimentation décrite dans cette partie vise donc à évaluer le potentiel de ces pratiques d'innovation ouverte entrantes (*outside-in*) pour formaliser un processus de conception adapté aux secteurs bio-industriels.

Pour ce faire, différentes plateformes en ligne ont été interrogées afin de mettre en évidence les principales demandes industrielles auxquelles le projet EBISilc® apporte une réponse, qu'elle soit partielle ou totale. Ces informations ont été synthétisées au sein de cahiers des charges 'innovation' permettant de vérifier l'adéquation de la technologie aux besoins et contraintes actuelles de nos secteurs d'intérêt et, si besoin, de l'adapter en conséquence. Pour résumer, cette

expérimentation a pour objectif d'apporter des éléments de réponse à l'hypothèse de résolution (H3) suivante :

La convergence vers un cahier des charges "innovation" et la reconception permettent d'augmenter le potentiel d'innovation d'une technologie.

Nous modélisons donc les objectifs de cette expérimentation par une phase de convergence, permettant de retranscrire les applications potentielles en documents semblables à des cahiers des charges pluri-métiers (Figure 86). Ces sources d'informations externes nous permettront ainsi d'adapter la conception pour répondre aux exigences de nos secteurs d'intérêt ; et ainsi augmenter le potentiel d'innovation de la technologie EBISilc®.

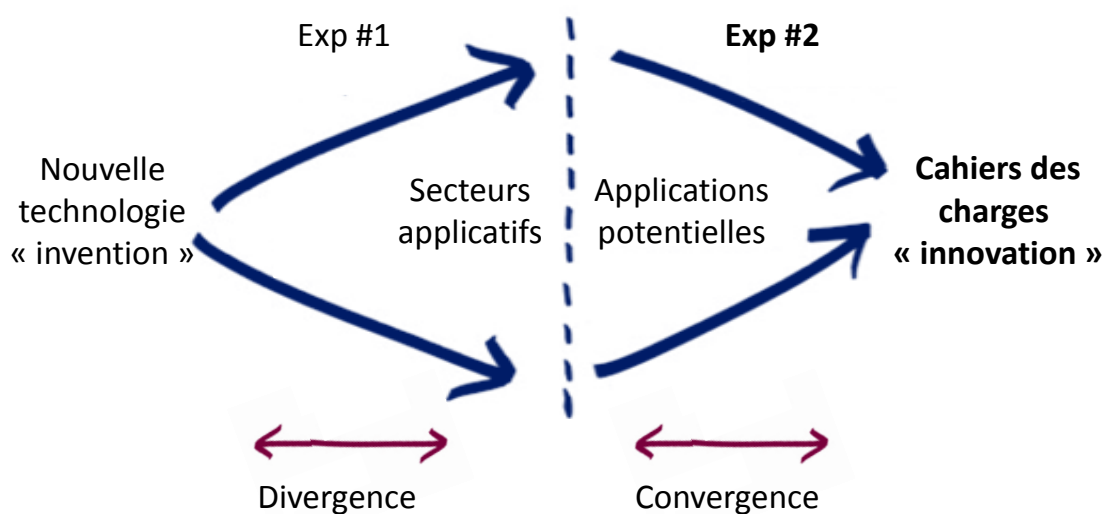


Figure 86 : Représentation schématique des objectifs de l'expérimentation #3

5.3.2. Protocole et démarche

Le protocole de cette expérimentation est composé de deux phases distinctes. La première a consisté en une intervention sous forme de cours et travaux dirigés auprès d'étudiants en dernière année de l'Ecole de Biologie Industrielle, dans le cadre du module "Méthodes et outils de conception". Au total, ce sont 52 étudiants qui ont participé à cette expérimentation lors de deux sessions réalisées en Décembre 2013 ayant suivies le format suivant :

- 45 minutes de présentation générale du modèle de l'innovation ouverte, des plateformes d'échange qui y sont rattachées et de la technologie EBISilc®,
- 45 minutes d'initiation à la recherche d'informations sur ces plateformes.

Dans le cadre de chaque session, les étudiants ont été répartis en cinq groupes dans le but d'investiguer cinq applications potentielles de la technologie EBISilc®.

La première d'entre elles consiste en l'application de la technologie dans le secteur pharmaceutique pour la libération contrôlée de principes actifs. Ce projet fait suite aux travaux de co-développement réalisés avec un laboratoire pharmaceutique et présentés dans le chapitre précédent.

La seconde application investiguée consiste à évaluer le potentiel de la technologie pour l'absorption de sébum et l'application anti-transpirante dans le secteur cosmétique. Ces

applications font suite à un besoin identifié lors d'échanges avec un formulateur de produits finis cosmétiques initiés grâce à l'approche divergente du cabinet de conseil en innovation.

Les autres applications des organosilicates EBISilc® dans le secteur des cosmétiques constituent le troisième projet étudiant. Ce projet est donc relativement ouvert et devra permettre de mettre en évidence des applications n'ayant pas encore été investiguées dans nos travaux.

L'application dans le secteur de l'environnement se basera sur la capacité des organosilicates synthétisés à éliminer des polluants complexes. Nous nous focaliserons principalement sur l'absorption de métaux lourds et de pesticides qui est de plus en plus investiguée dans la littérature [da Fonseca et al. 2004; Moscofian et al. 2008].

Le dernier projet concerne l'action antimicrobienne des particules d'organosilicates dans les différents secteurs bio-industriels majeurs (pharmaceutique, cosmétique, agroalimentaire) mais également dans des secteurs d'activité non bio-industriels. Ce projet est la conséquence du nombre croissant de publications investiguant l'activité antimicrobienne d'organosilicates synthétisés à partir d'aminopropylsilane [Chandrasekaran et al. 2011; Lee et al. 2013].

La seconde phase correspond à la synthèse des livrables finaux réalisés par les étudiants impliqués ; ces derniers étant composés de deux parties interdépendantes. Dans un premier temps, les différentes plateformes d'innovation ouverte ont permis de mettre en évidence des demandes de technologie en lien avec l'application à étudier. Ces dernières ont alors été résumées en un document unique incluant l'ensemble des spécifications industrielles soulevées. La seconde partie a consisté en la rédaction d'une offre de la technologie EBISilc® étant adaptée au cahier des charges réalisé. L'objectif est d'obtenir un document pouvant être utilisé tel quel pour répondre à une ou plusieurs demandes de technologie préalablement identifiées lors du screening des plateformes.

5.3.3. Résultats et discussion

5.3.3.1. Description des offres de technologies extraites

L'étude des différentes plateformes a permis de mettre en évidence les demandes de technologie relatives à chaque application précédemment citée. Chaque étude a été réalisée par deux groupes afin de mettre en évidence plusieurs demandes de technologies indépendantes. Les différents mots-clés utilisés pour chaque application spécifique seront détaillés dans la partie correspondante. Les mots-clés communs relatifs au procédé EBISilc® sont les suivants : clay / organoclay / silicate / phyllosilicate / organosilicate / organophyllosilicate / particles / materials.

Au final, cinq demandes de technologie ont été mises en évidence dans le secteur pharmaceutique, sept pour les applications dans le secteur des cosmétiques, quatre demandes de technologie dans le secteur de l'environnement, cinq concernant l'action anti-transpirante et anti-sébum et onze pour l'action antimicrobienne. Notons que plusieurs demandes de technologie sont redondantes car citées par les deux groupes ayant travaillé sur un même projet. Elles seront ainsi repérées en gris dans les Tableaux 1 à 5.

Ainsi, le Tableau 33 présenté ci-dessous résume l'ensemble des demandes de technologie relevées dans le secteur pharmaceutique. Les mots-clés utilisés pour mettre en évidence ces demandes de technologie sont les suivants : pharmaceutical, controlled, drug delivery, drug release, excipient, active principle, actives.

Tableau 33 : Demandes de technologie dans le secteur pharmaceutique

Titre de la demande de technologie	Entreprise	Plateforme
Seeking: topical delivery methods for ibuprofen	Courtier en technologie (USA)	Innoget.com
Delivery system for controlled release of actives	Multinationale (Asie)	Yet2.com
<i>Seeking: topical delivery methods for ibuprofen</i>	<i>Courtier en technologie (USA)</i>	<i>Innoget.com</i>
Seeking microencapsulation of probiotic bacteria to increase the stability of the bacteria in liquid food products conserved at room temperature	Multinationale biotechnologique (Europe)	Yet2.com
<i>Delivery system for controlled release of actives</i>	<i>Multinationale (Asie)</i>	<i>Yet2.com</i>
Seeking: Ways to relieve stuffy nose by adding novel sensation to saline sprays and washes	Multinationale (Amérique du Nord)	Yet2.com
Seeking: Topical delivery options for oil-soluble large molecules	PME (USA)	innoget.com

Dans le secteur pharmaceutique, cinq demandes de technologies en lien direct avec la thématique proposée ont été mises en évidence. L'application la plus demandée consiste en la capacité de libération contrôlée d'un principe actif, il apparaît qu'une seule molécule modèle a été nommée : l'ibuprofène. Or, il s'agit d'une molécule modèle largement étudiée, si bien qu'elle n'implique pas la divulgation d'informations liées à la stratégie de l'entreprise. Nous retrouvons ici l'importance de la gestion de la propriété intellectuelle dans ce type d'approche.

Par ailleurs, les demandes de technologies présentées dans le Tableau 33 proviennent exclusivement de plateformes généralistes, telles que yet2.com ou innoget.com, et non de plateformes internes aux laboratoires pharmaceutiques. Or, ce secteur est caractérisé par un essor des plateformes internes développées par les grands laboratoires pharmaceutiques (Eli Lilly, Pfizer, GSK etc...). Ce résultat est particulièrement intéressant puisqu'il tend à confirmer que les plateformes pharmaceutiques internes visent principalement à faciliter les échanges avec des universités afin de renouveler leur source de nouvelles molécules.

Le Tableau 34 présenté ci-dessous détaille l'ensemble des demandes de technologies pour l'application anti-transpirante et absorption de sébum. Les mots-clés utilisés pour mettre en évidence ces demandes de technologie sont les suivants : cosmetics, antiperspirant, sweat, absorption, sebum, anti-sebum, odors, malodors.

Tableau 34 : Demandes de technologie pour l'action anti-transpirante / absorption de sébum

Titre de la demande de technologie	Entreprise	Plateforme
Seeking for new ingredients as a sweat absorbers	Entreprise de produits ménagers (Espagne)	Innoget
Seeking portable devices / technology to prevent body odour (i.e. reduce sweat, bacteria or neutralise odour), and/or sensors to assist the consumer in detecting their own body odour	Cabinet de conseil en Open Innovation (Royaume-Uni)	Innoget
Reduction or Capture of Malodors in Personal Care Applications	Multinationale (produits de consommation)	NineSights
Technologies to Prevent and Measure Body Odor	Philips Consumer Lifestyle	NineSights
<i>Reduction or Capture of Malodors in Personal Care Applications</i>	<i>Multinationale (produits de consommation)</i>	<i>NineSights</i>
<i>Seeking for new ingredients as a sweat absorbers</i>	<i>ETI (Espagne)</i>	<i>Innoget</i>
Seeking novel technologies that enable speed of action claims for anti-acne, spot and blemish treatments in consumer (over-the-counter OTC) medicated products	Multinationale (Brésil)	Innoget

Il a été observé que l'ensemble des demandes de technologie extraites sont en lien direct ou indirect avec l'application anti-transpirante ou anti-sébum. Les demandes de technologie mettent en évidence à la fois la nécessité de développer de nouveaux ingrédients permettant d'absorber le sébum ou possédant une fonction anti-transpirante mais également la nécessité de concevoir des dispositifs permettant de mesurer et de contrôler les odeurs corporelles. Bien que ces dernières applications sortent du cadre proposé par la technologie EBISilc[®], elles sont en accord avec l'application désirée.

Afin de compléter la liste des demandes de technologie dans le secteur cosmétiques, le Tableau 35 présenté ci-dessous liste l'ensemble des demandes de technologie pour d'autres applications cosmétiques. Les mots-clés utilisés pour mettre en évidence ces demandes de technologie sont les suivants : cosmetics, skin-care, lip care, cosmetics, raw materials, ingredient, formulation, emulsion, pigment.

Tableau 35 : Demandes de technologies dans le secteur cosmétique

Titre de la demande de technologie	Entreprise	Plateforme
New pigment particles and other methods for improving skin coloration, evening its tone, and masking imperfections	Multinationale (Asie)	yet2.com
Improved Performance of Cosmetic Actives	Procter & Gamble	Connect and Develop
Biomaterials and/or delivery system technologies for adhesion on wet surfaces	Courtier en technologie (Royaume-Uni)	yet2.com
Innovative raw materials / technologies that can potentially deliver a new benefit	Multinationale (Asie)	yet2.com
Seeking water base thickener or synergistic ingredients to offer longer lasting lubrication on skin	Multinationale (Brésil)	innoget
Seeking low friction solution for personal skin care devices	Multinationale biens de consommation (Europe)	SpecialChem
Seeking: Longer-Lasting Optical Benefits in Skin-Care Formulations	Multinationale (Asie)	yet2.com

Il a été observé que les demandes de technologie extraites sont très variées, sans redondance entre les deux groupes. Les applications désirées sont relativement dispersées, de la recherche de nouveaux pigments cosmétiques, de matériaux possédant de nouvelles propriétés optiques ou des additifs rhéologiques. Ainsi, la majorité d'entre elles s'inscrivent dans la thématique « soin de la peau » et présentent des spécifications industrielles communes, pouvant être synthétisées au sein d'un unique cahier des charges.

Le Tableau 36 résume l'ensemble des demandes de technologies pour une application dans le secteur de l'environnement. Les mots-clés utilisés pour mettre en évidence ces demandes de technologie sont les suivants : environment, heavy metal removal, pesticides, insecticide, removal, absorption, adsorption, treatment.

Tableau 36 : Demandes de technologies dans le secteur de l'environnement

Titre de la demande de technologie	Entreprise	Plateforme
Seeking: Cheap, effective water treatment system to enable the use and / or re-use of waste water from dirty waste water	Multinationale (Asie)	Yet2.com
Desalination solution	Veolia	Veolia Innovation Accelerator
Seeking : Solution for heavy metal and toxin removal	Multinationale (Asie)	innoget
Methods to increase insecticide uptake	Multinationale (Asie)	Yet2.com
<i>Seeking : Solution for heavy metal and toxin removal</i>	<i>Multinationale (Asie)</i>	<i>innoget</i>

L'application principale attendue dans le secteur dans l'environnement concerne le traitement de l'eau, que ce soit pour l'absorption de métaux lourds, de toxines ou encore pour des applications de désalinisation. Notons également une application anecdotique dans le secteur phytosanitaire, visant à augmenter l'assimilation d'un insecticide.

Finalement, les demandes de technologies pour l'application antimicrobienne (Tableau 37) montrent une grande diversité de secteurs d'activité visés, de la substitution d'ingrédients cosmétiques (Triclosan), dans le secteur agro-alimentaire à la recherche de conservateurs à large spectre ou encore de formulations biocides pour des applications variées. L'ensemble de ces demandes de technologies confirme cette problématique multisectorielle de recherche de nouveaux agents conservateurs, afin de substituer ceux étant sujets à controverse. Les mots-clés utilisés pour mettre en évidence ces demandes de technologie sont les suivants : microbial/antimicrobial, bacteria/antibacterial, yeast, fungus/fungi, preservative, hygiene.

Tableau 37 : Demandes de technologies pour l'action antimicrobienne

Titre de la demande de technologie	Entreprise	Plateforme
An active or other method to kill or eliminate C. difficile from hard surfaces	Multinationale (USA)	Yet2.com
Enhanced Stabilization of Beverages Against Microbials	Courtier en technologie (Royaume-Uni)	Yet2.com
Broad Spectrum Preservatives effective against mold, yeast and bacteria for use in Food & Beverage	Multinationale (Asie)	Yet2.com
Novel Hygiene Solutions for Your Office Desktop	N.C.	InnoCentive
Highly Efficient Inactivation of Fungal Biomass	N.C.	Innocentive
Topical Methods to Prevent Yeast Infections	N.C.	Innocentive
Biocide Formulation	N.C.	Innocentive
Effective Antimicrobials for Skin	Multinationale (Dispositifs médicaux)	NineSights
Replacement of Triclosan in personal care products using human and environment safe materials	Nevada Naturals (USA)	NineSights
<i>Replacement of Triclosan in personal care products using human and environment safe materials</i>	<i>Nevada Naturals (USA)</i>	<i>NineSights</i>
Seeking proven technology and / or expertise for controlling the transmission of spore-forming bacteria (e.g. Bacillus and Clostridium species)	N.C.	Innoget
Ingredients to prevent outgrowth of Clostridium botulinum and Bacillus cereus in neutral pH products	Kraft foods (USA)	NineSights

5.3.3.2. Analyse quantitative descriptive

La majorité des offres de technologie (31) proviennent de plateformes externes, telles que innoget.com, Yet2.com ou encore NineSights tandis que seulement deux d'entre elles proviennent de plateformes internes ; à savoir la plateforme Connect and Develop de Procter&Gamble et l'Innovation Accelerator de Veolia (Figure 87).

RÉPARTITION DES DEMANDES DE TECHNOLOGIE

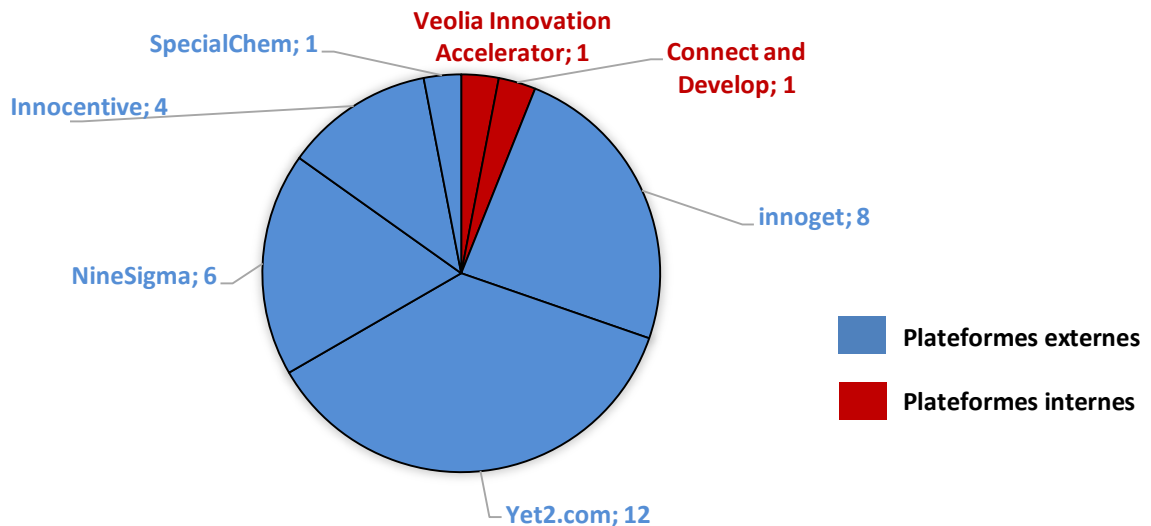


Figure 87 : Répartition des demandes de technologie en fonction des plateformes étudiées

Par ailleurs, il a été observé que le déploiement de deux groupes pour chaque projet étudié avait conduit à un nombre relativement faible de demandes de technologie redondantes. Le travail en groupe a donc principalement conduit à un nombre de demandes plus élevé et à une potentielle diminution du temps homme nécessaire à l'interrogation des plateformes. Notons également que dans le cadre de cette expérimentation, ce sont des groupes monodisciplinaires qui ont été mobilisés. Ces derniers étaient en effet constitués uniquement d'étudiants de l'EBI provenant de la même majeure Conception et Développement. Or, comme nous l'avons vu, ces demandes de technologies regroupent des informations de nature variée. Il serait donc particulièrement pertinent de constituer des groupes pluridisciplinaires (ingénieur conception, ingénieur réglementaire, marketeurs) puisque les demandes de technologie regroupent à la fois des spécifications techniques, marketing, réglementaires etc...

5.3.3.3. Formalisation des cahiers des charges innovation

Les demandes de technologies mises en évidence font apparaître des contraintes industrielles variées mais possédant des caractéristiques communes dans les différents secteurs d'activité visés. Ces spécifications industrielles peuvent ainsi être réunies au sein d'un unique document de synthèse intégrant non seulement des spécifications techniques mais également marketing, réglementaire, économique, d'état de développement et de propriété intellectuelle. Le Tableau 38 met en évidence les différentes informations contenues dans les champs des demandes de technologies :

Tableau 38 : Informations contenues dans les demandes de technologies

Champs des demandes de technologies	Informations extraites
Présentation générale de la demande	Aucune
État de l'art	Spécifications techniques voire marketing
Contraintes	Spécifications techniques, marketing et économiques
Domaines de solutions déjà envisagées	Spécifications techniques
Durée de commercialisation espérée	Etat de développement
Domaines d'applications	Contraintes réglementaires
Résultat attendu	Techniques, marketing, coût
Solutions déjà étudiées	Spécifications techniques, marketing
Description de l'entreprise demandeuse	Secteur d'activité, taille de l'entreprise et origine géographique (contraintes réglementaires)
Conditions d'octroi de licences	Statut de la Propriété Intellectuelle

La prise en compte de cette multitude de paramètres est à l'origine de la grande complexité de ce type de document, comme l'est l'innovation. C'est pourquoi nous choisissons la définition de cahier des charges "innovation" pour décrire ce document de synthèse. Un tel document fournit une vision globale des spécifications industrielles actuelles et permet de maximiser l'adéquation entre la technologie développée et les demandes industrielles.

Afin d'illustrer nos propos, nous présentons le cahier des charges synthétisant l'ensemble des demandes de technologie provenant d'industriels du secteur cosmétique (Tableau 39). Nous faisons le choix de nous focaliser sur le secteur des cosmétiques, et ce pour plusieurs raisons. Tout d'abord, il s'agit du secteur où l'intérêt pour la technologie est le plus marqué. Cette affirmation est justifiée par les résultats obtenus lors de l'expérimentation visant à comparer les pratiques des intermédiaires de l'innovation (Chapitre 5.2.4 – Expérimentation #2). Par ailleurs, les demandes de technologies obtenues dans ce secteur d'activité sont à la fois les plus nombreuses (six pour l'action anti-transpirante / anti-sébum et sept pour les autres applications dans le secteur des cosmétiques), mais également les plus précises, ce qui a permis la formalisation d'un cahier des charges "innovation" détaillé. Finalement, le secteur des cosmétiques est également celui pour lequel l'équipe projet possède la plus grande expertise. Ainsi, les cahiers des charges relatifs aux trois autres secteurs applicatifs sont renvoyés en Annexe 3.

Tableau 39 : Cahier des charges "innovation" dans le secteur des cosmétiques

Technique	Les particules doivent avoir une taille comprise entre 100 nm et 50µm (voire 100µm)		Pas de problématique de stabilité avec d'autres ingrédients cosmétiques		Pas de dérivé de l'aluminium ou de PEG
Marketing	Douceur et onctuosité supérieures	Expérience sensorielle exceptionnelle	Pas de dérivé de l'aluminium ou de PEG	Ne doit pas être d'origine animale	Pas de couleur vive (couleur préférée : blanc) et sans odeur
Réglementaire	Non toxique (profils toxicologiques disponibles)	Ne doit pas être présent dans la liste d'exclusion des matières premières en Europe, Etats-Unis et Asie		Eviter les matériaux nanométriques (<100nm)	
Coût	Inférieur à 100\$/kg				
Etat de développement	Preuve de concept ou solution prête à l'emploi	Echantillons disponibles pour évaluation	Utilisable dans des produits cosmétiques	Lancement dans les 2 à 3 ans	Les précurseurs doivent être commerciaux
Propriété intellectuelle	Bonne protection de la propriété intellectuelle combinée à une grande liberté d'action				

Légende : spécifications déjà satisfaites, spécifications non satisfaites, spécifications non testées

Adéquation de la technologie EBISilc® avec le cahier des charges

Nous remarquons que plusieurs spécifications rédigées en bleu sont d'ores et déjà satisfaites par la technologie EBISilc®.

Tout d'abord, la spécification technique/réglementaire la plus souvent relevée concerne la taille des particules devant être micronique et non nanométrique. La borne inférieure est principalement due aux problématiques liées à l'utilisation de nanoparticules, de taille inférieure à 100 nm. En effet, leur utilisation dans les produits cosmétiques est encore sujette à controverse, étant donné que la toxicité potentielle de telles particules n'est pas totalement élucidée [Nohynek et al. 2010; Bolzinger et al. 2011]. Par ailleurs, pour des raisons sensorielles et afin d'éviter que les particules ne soient ressenties par le consommateur, la borne supérieure est limitée à 50 µm, voire même 100 µm dans certaines demandes de technologie. Or, l'analyse granulométrique de l'ensemble des synthèses réalisées dans le cadre de l'expérimentation #2 ont révélées une distribution en volume unimodale et une distribution en nombre submicronique, centrée aux alentours de 730 nm (Tableau 24). Cette dernière est donc en accord avec les spécifications industrielles.

Par ailleurs, l'état de développement de la technologie doit être suffisamment avancé pour permettre l'envoi d'échantillons, tout en utilisant des précurseurs disponibles commercialement. Ces critères sont déjà remplis par la première conception de la technologie, telle que présentée dans le chapitre précédent.

Limites de la conception actuelle

En revanche, d'autres spécifications industrielles, **rédigées en rouge** dans le Tableau 39 ne sont pas encore totalement satisfaites par le prototype EBISilc®-333.

Ainsi, l'absence de dérivés de l'aluminium est très largement soulevée dans les différentes demandes de technologies exprimées dans le secteur des cosmétiques, et ce malgré une étude réalisée par le Scientific Committee on Consumer Safety [2014] de l'Union Européenne. Cette dernière a en effet confirmé que l'aluminium aux concentrations utilisées dans les produits cosmétiques est peu susceptible d'être cancérogène, qu'il n'y a aucune preuve que l'utilisation d'anti-transpirants puisse conduire à une exposition pouvant présenter un danger pour la santé et qu'il n'y a pas de preuve tangible que l'utilisation d'aluminium contenu dans les produits cosmétiques entraîne un risque de cancer du sein, de maladie d'Alzheimer, Parkinson ou toute autre maladie neurodégénérative.

Par ailleurs, les polymères poly(éthylène)glycol (PEG) sont de plus en plus décriés dans le secteur cosmétique. Bien qu'ils ne soient que légèrement irritants, ils facilitent le transfert d'impuretés qu'ils contiennent au travers de l'épiderme. Ainsi, les polluants retrouvés dans des composés PEG incluent l'oxyde d'éthylène, des composés aromatiques polycycliques et des métaux lourds, tels que le fer, le cobalt, le nickel, le cadmium et l'arsenic [Fruijtier-Pöllöth 2005].

Les différents échanges obtenus ont mis en évidence une demande marquée pour des particules plus hydrophiles, dans l'optique de stabiliser des émulsions directes huile-dans-eau (H/E). En effet, ces dernières sont plus largement présentes dans l'industrie pharmaceutique et cosmétique que des émulsions inverses eau-dans-huile (E/H). Par ailleurs, le choix des précurseurs devra prendre en compte leur disponibilité commerciale. C'est pourquoi notre attention se portera sur les précurseurs ayant été identifiés lors d'une étude de faisabilité technico-économique et réglementaire.

Travaux complémentaires à réaliser

Finalement, le cahier des charges innovation a mis en lumière différentes investigations supplémentaires qui devront être réalisées afin d'apporter des éléments de réponses aux industriels du secteur cosmétique. Ces dernières sont **rédigées en vert** dans le Tableau 39.

Tout d'abord, il conviendra d'investiguer la stabilité des organosilicates avec d'autres ingrédients cosmétiques. En effet, les formulations réalisées jusqu'alors sont des formulations de démonstration n'étant constituées que d'un nombre minimal d'ingrédients, sans actifs ou co-émulsionnants. Or, les émulsions directes ou inverses stabilisées par des particules solides possèdent des propriétés de relargage d'actifs particulièrement intéressantes [Frelichowska et al. 2009] qu'il conviendra d'investiguer.

Par ailleurs, l'étude de toxicité des organosilicates synthétisés devra être complétée. En effet, les tests d'agrément d'une nouvelle matière première en cosmétique sont très longs (supérieurs à 10 ans) et coûteux en technique. Nous pouvons néanmoins considérer que l'argile EBISilc sera déclarée comme un mélange de matières premières ayant servies à sa synthèse, sachant que ces matières premières sont connues en cosmétique. En effet, l'aspect réglementaire joue un rôle prépondérant pour la mise sur le marché de nouveaux ingrédients dans ce secteur. Finalement, plusieurs spécifications industrielles mettent en évidence l'importance des aspects

sensoriels dans le secteur cosmétique. Il est en effet attendu que les produits cosmétiques apportent douceur et onctuosité, proposant ainsi une expérience sensorielle exceptionnelle. C'est pourquoi une caractérisation plus fine des bénéfices sensoriels apportés par la technologie EBISilc® devra être réalisée.

5.3.3.4. La re-conception

La re-conception correspond à la modification d'une conception existante pour satisfaire de nouvelles exigences. Il s'agit de modifier un 'artefact' existant pour satisfaire de nouveaux besoins ou afin d'augmenter les performances de celui-ci [Maranzana 2009]. Cette définition proposée par Maranzana dans sa thèse de doctorat illustre précisément la stratégie déployée pour répondre aux exigences soulevées par les différents cahiers des charges innovation. En effet, dans le cadre de cette étude, l'ensemble des informations générées par l'étude des plateformes d'innovation ouverte ont permis de mettre en évidence les principales caractéristiques techniques, marketing, économiques et réglementaires permettant d'augmenter le potentiel d'innovation de la technologie EBISilc®, c'est-à-dire son adéquation avec les attentes du marché dans ces secteurs. L'objectif est donc d'intégrer les enseignements obtenus afin de reconcevoir la technologie et satisfaire ainsi au cahier des charges généré (Figure 88). Les sous-parties suivantes présentent la stratégie de re-conception déployée.

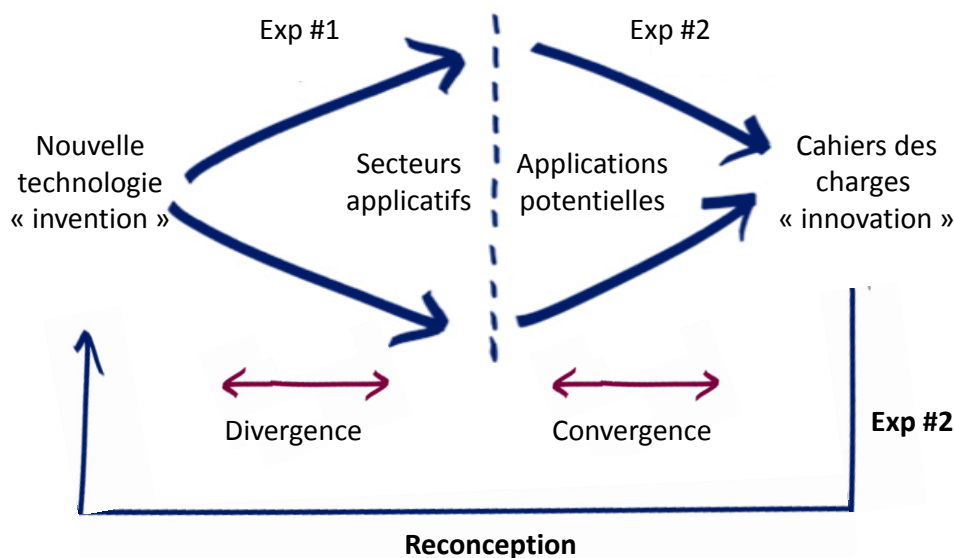


Figure 88 : La reconception : dernière étape du processus de conception axé innovation

Stratégie de re-conception déployée

L'analyse du cahier des charges innovation a mis en évidence plusieurs paramètres critiques repérés **en rouge** dans le Tableau 39. Il s'agit de spécifications industrielles communes à plusieurs demandes de technologies qui ne sont pas satisfaites en l'état par la technologie EBISilc®. Tout d'abord, la substitution de l'aluminium a été investiguée afin de répondre à l'une des spécifications techniques les plus souvent citées dans les demandes de technologies issues du secteur cosmétique.

La seconde modification a consisté à substituer le silane possédant une chaîne latérale poly(éthylène)glycol (abrégé 4140 ou 4144). En effet, ce précurseur est de plus en plus décrié et d'un point de vue technique, il a été observé qu'il était impossible de modifier le ratio de ce

silane hydrophile dans une gamme allant effectivement de 0% à 100%. Au-delà d'une fraction molaire supérieure à 40% de Dynasytan 4144, un matériau aggloméré et visqueux était obtenu ; ce dernier étant inutilisable pour la stabilisation d'émulsions de Pickering. Ainsi, le silane dérivé PEG a été remplacé par l'aminopropyltriéthoxysilane (abrégé AMEO). En effet, ce silane remplit les différents critères technico-économiques soulevés par le cahier des charges innovation, avec un coût inférieur au PEG-silane car largement utilisé en traitement de surface.

Enfin, pour des raisons techniques détaillées par la suite, la dernière étape de la stratégie de re-conception déployée a consisté en une modification de la chaîne latérale lipophile afin de substituer l'octylsilane (OCTEO) par une chaîne latérale plus courte. Les chaînes méthyle (MTES), propyle (PTES) et isobutyle (IBTEO) seront ainsi investiguées. Finalement, la stratégie de re-conception déployée est résumée schématiquement en Figure 89 et détaillée dans les paragraphes suivants.

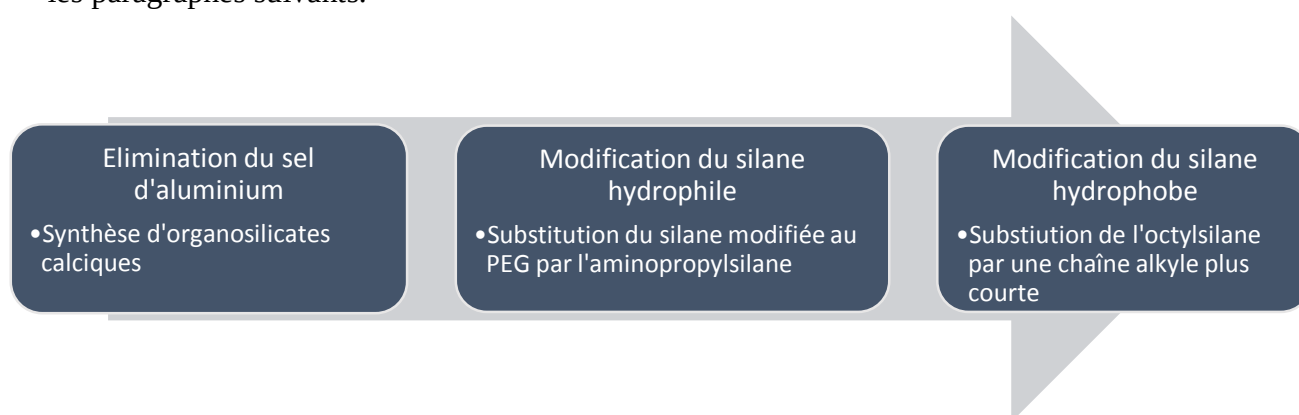


Figure 89 : Stratégie de re-conception déployée

Première étape de re-conception

La synthèse constituant notre 'prototype' EBISilc[®]-333 s'appuie sur un mélange de sels métalliques comprenant du chlorure de calcium (CaCl_2) et du chlorure d'aluminium hexahydraté ($\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$). La première étape de la re-conception a donc consisté à supprimer le dérivé de l'aluminium étant sujet à controverse. Le premier choix ayant été fait a consisté à supprimer le sel d'aluminium, et ne conserver ainsi que le chlorure de calcium. Le Tableau 40 présente le protocole de synthèse ainsi modifié.

Tableau 40 : Protocole de synthèse modifié pour supprimer le sel d'aluminium

Phase	Composé	Masse (g)	M (g/mol)	moles
A	CaCl_2 anhydre	2.2	111.1	0.02
	EtOH, 95°	71	46	1.54
B	Dynasytan 4144	5.66	634	0.009
	Dynasytan A	5.66	208	0.027
	Dynasytan OCTEO	5.66	276.5	0.021
C	NaOH	4.2	40	0.105
	Eau	10	18	0.56

Les distributions granulométriques en volume et en nombre des particules en suspension sont présentées en Figure 90.

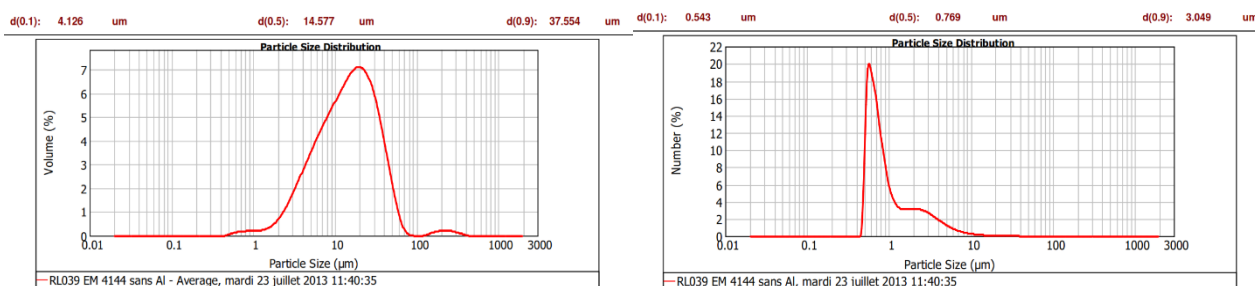


Figure 90: Distributions granulométriques de PEG-silicates calciques

Les profils granulométriques observés sont comparables à ceux obtenus dans le cadre d'une synthèse comprenant du chlorure de calcium et du chlorure d'aluminium hexahydraté. Plus précisément, une distribution en volume unimodale et une distribution en nombre centrée aux alentours de 770 nm a été observée, contre 650 nm pour des PEG-silicates alumino-calciques (Figure 77).

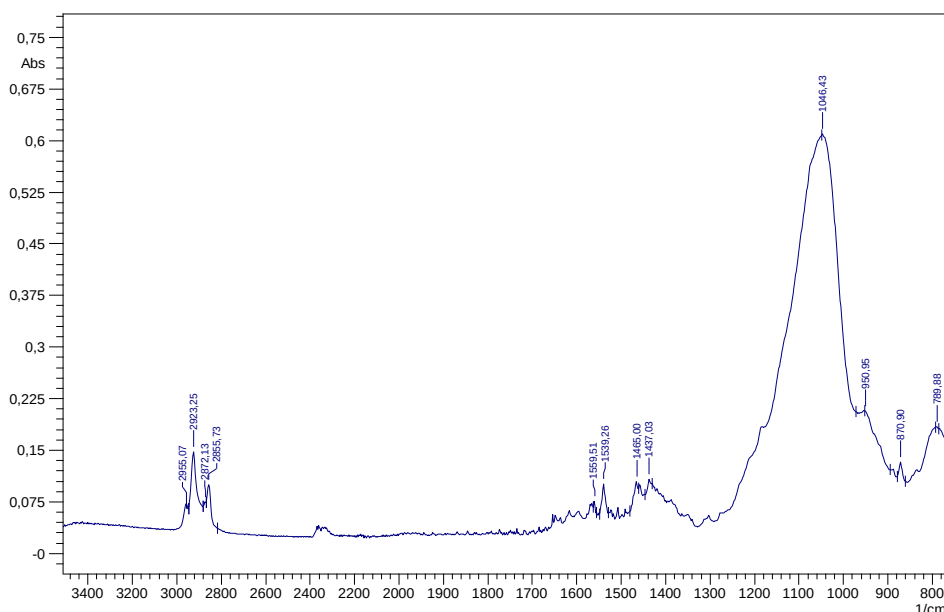


Figure 91 : Spectre infrarouge de PEG-silicates calciques

Le spectre infrarouge (Figure 91) des organosilicates calciques synthétisés en l'absence de chlorure d'aluminium présente une structure classique avec un squelette inorganique Si-O-Si représenté par un pic intense aux alentours de 1050 cm^{-1} tandis que la contribution effective des chaînes alkyles au sein du matériau est caractérisée par quatre pics distincts dans les hautes fréquences. Les premiers situés à 2955 et 2923 cm^{-1} sont attribués aux elongations asymétriques des groupements CH_3 et CH_2 tandis que ceux présents à 2872 et 2855 cm^{-1} sont assignés aux elongations symétriques de ces mêmes groupements. Ainsi, la spectroscopie infrarouge n'a pas mis en évidence de différences notables entre des organosilicates calciques et des organosilicates à base de calcium et d'aluminium (Figure 77).

La mesure de l'angle de contact avec l'eau n'a par ailleurs montré aucune différence significative entre la synthèse réalisée avec le dérivé de l'aluminium et celle issue de la re-conception (Figure 92).

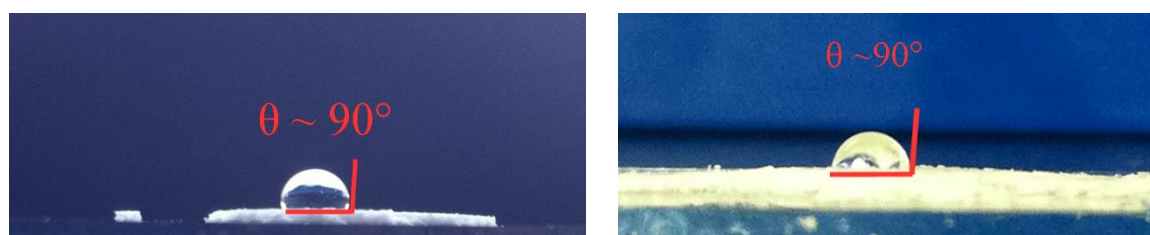


Figure 92 : Angle de contact avec l'eau de PEG-silicates aluminocalciques (gauche) et calciques (droite)

Cependant, les particules préparées sans dérivé de l'aluminium n'ont pas permis de stabiliser d'émulsions eau-dans-huile (E/H), à la différence des PEG-silicates aluminocalciques. Nous concluons donc que la mesure de l'angle de contact avec l'eau n'est pas suffisante pour prédire la capacité des particules à stabiliser des émulsions de Pickering. L'influence du sel de métal sur la structure des particules peut en partie expliquer cette différence de propriétés physico-chimiques observée suite à cette première étape de re-conception de la technologie.

Deuxième étape de re-conception

Substitution du PEG-silane

La seconde étape a consisté à substituer le silane hydrophile à base de poly(éthylène)glycol (PEG) par l'aminopropyltriéthoxysilane. Le choix s'est porté sur l'aminopropyl-triéthoxysilane pour plusieurs raisons. D'une part, il s'agit d'un des rares silanes hydrophiles disponible commercialement car largement utilisé en traitement de surface. Par ailleurs, il possède une hydrophilie intermédiaire ($\log P = 0.31$).

Le protocole de synthèse modifié est présenté dans le Tableau 41 tandis que les profils granulométriques des particules obtenues sont présentés en Figure 93.

Tableau 41 : Protocole de synthèse de substitution du PEG-silane par l'amino-silane

Phase	Composé	Masse (g)	M (g/mol)	moles
A	CaCl ₂ anhydre	1.1	111.1	0.01
	AlCl ₃ , 6 H ₂ O	2.41	241.5	0.01
	EtOH, 95°	71	46	1.54
B	Dynasylan AMEO	5.66	221.4	0.026
	Dynasylan A	5.66	208	0.027
	Dynasylan OCTEO	5.66	276.5	0.021
C	NaOH	4.2	40	0.105
	Eau	10	18	0.56

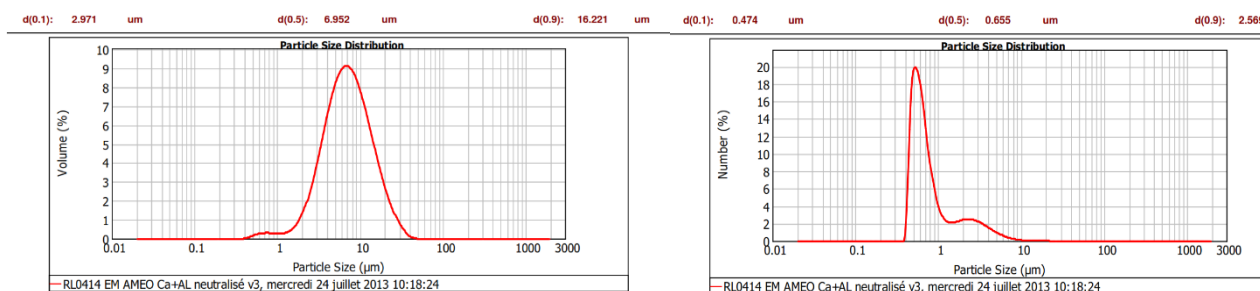


Figure 93 : Distribution granulométrique en volume et en nombre d'aminosilicates aluminocalciques

Il a été observé que les profils granulométriques (Figure 93) des amino-silicates aluminocalciques étaient quasiment identiques à ceux observées pour des PEG-silicates aluminocalciques (Figure 77), avec une granulométrie unimodale centrée vers 650 nm. Ce résultat satisfait toujours les spécifications du cahier des charges en termes de taille de particules, permettant ainsi d'investiguer le pouvoir émulsionnant de ces particules reconçues.

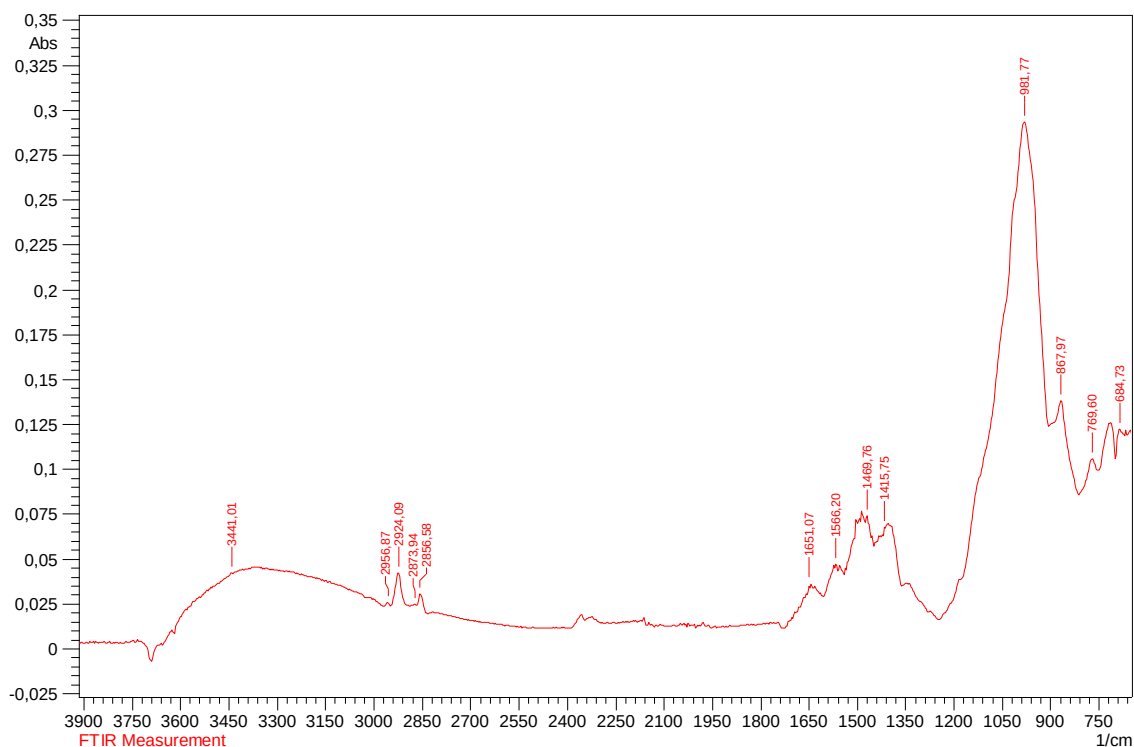


Figure 94 : Spectre infrarouge d'aminosilicates à base d'aluminium et de calcium

Le spectre infrarouge des organosilicates aluminocalciques synthétisés à partir de TEOS, d'OC-TEO et d'aminopropylsilane comme silane hydrophile (Figure 94) présente une structure classique avec un squelette inorganique Si-O-Si représenté par un pic intense aux alentours de 980 cm^{-1} . Ce décalage vers les basses fréquences peut s'expliquer par l'absence des vibrations des liaisons C-O-C confondues avec les liaisons Si-O-Si telles qu'observées dans le spectre présenté en Figure 91. La contribution effective des chaînes alkyles au sein du matériau est également caractérisée par quatre pics distincts dans les hautes fréquences à 2957, 2924, 2874 et 2856 cm^{-1} . Par ailleurs, il a été observé la présence d'un massif large à 3358 cm^{-1} caractéristique de l'élongation des liaisons NH_2 combinée à des pics mal définis entre 1400 et 1480 cm^{-1} caractéristiques des vibrations des liaisons $\text{CH}_2\text{-N}$. L'ensemble de ces données tend

à confirmer la présence effective des chaînes aminopropyl au sein du matériau synthétisé. Ainsi, la spectroscopie infrarouge a mis en évidence des différences notables entre des organosilicates synthétisés à partir de PEG-silane et ceux synthétisés à partir d'aminopropylsilane. La contribution effective des chaînes latérales hydrophobes (chaines alkyles) et hydrophiles (chaîne aminopropyle) nous permet ainsi de justifier l'appellation d'organosilicates amphiphiles.

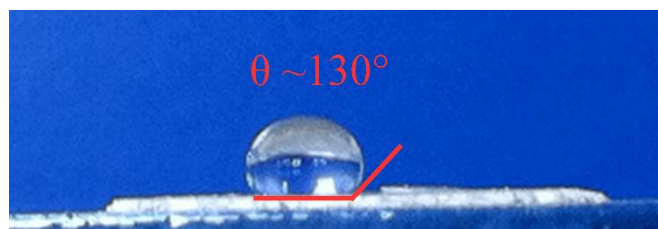


Figure 95 : Angle de contact avec l'eau d'aminosilicates à base de calcium et d'aluminium

Cependant, ces particules présentent un angle de contact avec l'eau de l'ordre de 130° (Figure 95) largement supérieur à celui observé pour des PEG-silicates aluminocalciques (~90°). Ainsi, ces particules n'ont pas permis de stabiliser d'émulsions eau-dans-huile ou huile-dans-eau. Ce résultat peut s'expliquer par l'hydrophobie trop marquée des particules synthétisées qui restent piégées dans la phase huileuse.

Suppression de l'aluminium et substitution du PEG-silane

Afin de poursuivre la stratégie de re-conception déployée, le précurseur aluminium a été supprimé de la synthèse précédente à base d'aminopropylsilane comme silane hydrophile. Le protocole de synthèse qui en découle est présenté dans le Tableau 42.

Tableau 42 : Protocole de synthèse de suppression du sel d'aluminium et de substitution du PEG-silane

Phase	Composé	Masse (g)	M (g/mol)	moles
A	CaCl ₂ anhydre	2.2	111.1	0.01
	EtOH, 95°	71	46	1.54
B	Dynasylan AMEO	5.66	221.4	0.026
	Dynasylan A	5.66	208	0.027
	Dynasylan OCTEO	5.66	276.5	0.021
C	NaOH	4.2	40	0.105
	Eau	10	18	0.56

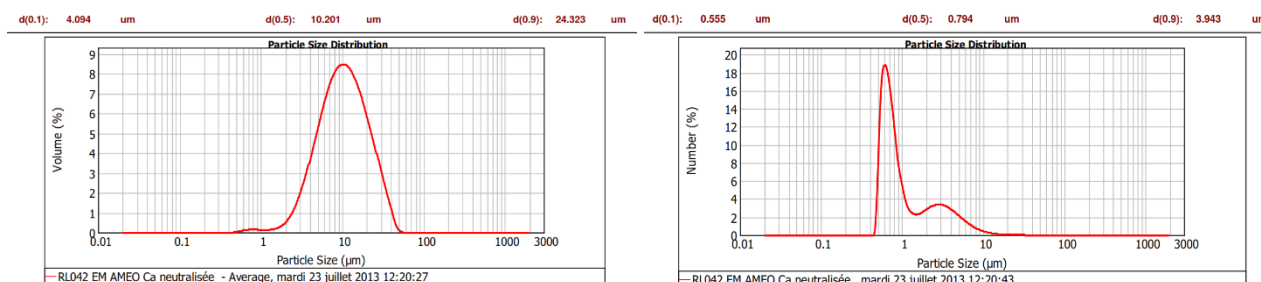


Figure 96 : Distribution granulométrique en volume et en nombre d'amino-silicates calciques

Il a été observé que les profils granulométriques (Figure 96) sont peu modifiés, avec une granulométrie en nombre centrée vers 790 nm contre 650 nm pour des amino-silicates aluminocalciques. Il apparaît donc que la suppression de l'aluminium tend à augmenter légèrement la taille des particules synthétisées, que ce soit à partir de PEG-silane ou d' amino-silane. Nous considérons néanmoins que cette différence n'est pas significative et qu'elle n'aura pas de conséquences sur la capacité des particules à stabiliser des émulsions de Pickering.

Par ailleurs, la Figure 97 représentant le spectre infrarouge d' amino-silicates calciques ne montre aucune différence significative entre ces particules sans dérivé de l'aluminium et celui de leurs homologues intégrant le chlorure d'aluminium comme précurseur de synthèse (Figure 94). Ce spectre confirme la présence d'un squelette organique Si-O-Si (1022 cm^{-1}), des chaînes alkyles hydrophobes (2855 , 2873 , 2924 et 2956 cm^{-1}) et de groupements hydrophiles avec les vibrations caractéristiques de la fonction amine (1424 et 3447 cm^{-1}).

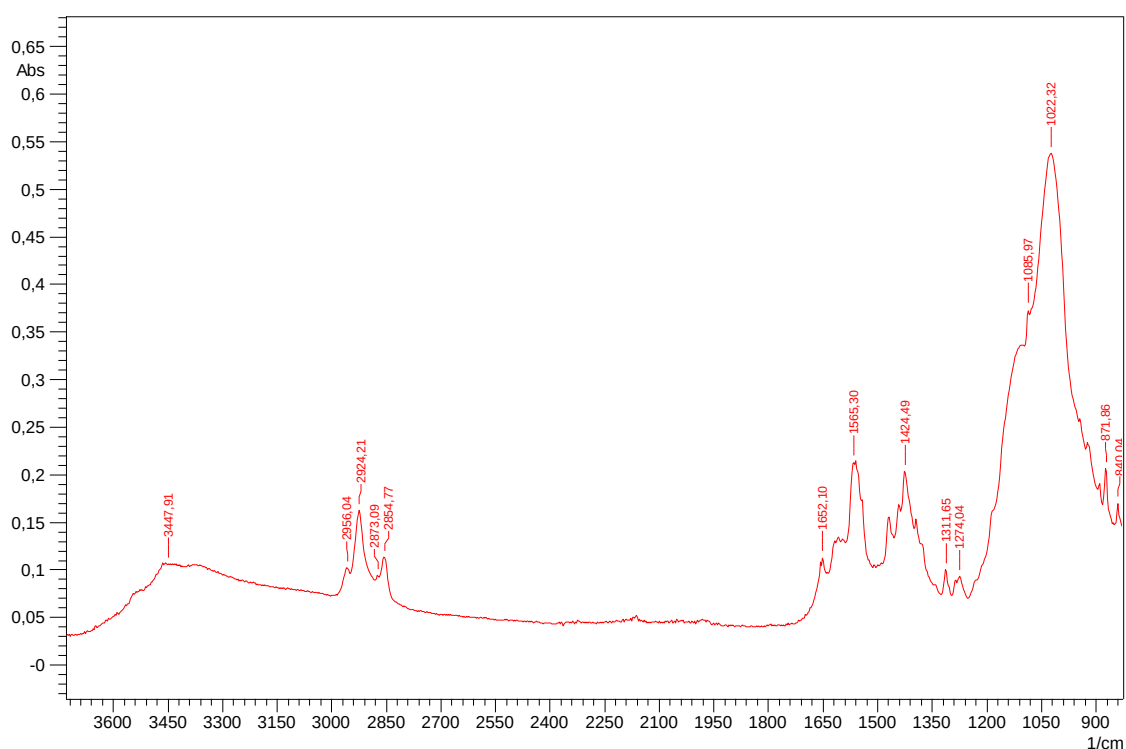


Figure 97: Spectre infrarouge d' amino-silicates calciques

Cependant, il a été observé que les amino-silicates calciques synthétisés possédaient un caractère hydrophobe marqué, avec un angle de contact avec l'eau θ estimé à 120° (Figure 98). Ce dernier est ainsi moins élevé que celui d' amino-silicates aluminocalciques ($\theta \sim 130^\circ$, Figure 95). Ces résultats viennent confirmer des travaux investiguant l'influence du sel de métal utilisé sur la mouillabilité des articles synthétisés, indépendamment des chaînes latérales présentes au sein du matériau [Jaber et al. 2003].

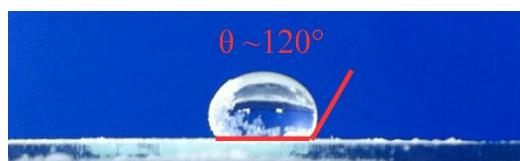


Figure 98 : Angle de contact avec l'eau d' aminosilicates calciques

Ainsi les particules synthétisées ont permis d'obtenir des émulsions huile-dans-eau (H/E) présentant un aspect gélifié mais étant instables à la centrifugation. Notons également que le caractère hydrophobe de ces particules et l'obtention d'émulsions H/E est en désaccord avec la théorie de Finkle et al. [1923] faisant la corrélation entre la mouillabilité des particules et le type d'émulsions obtenues. Ces auteurs ont montré que les particules sont mouillées préférentiellement par la phase externe de l'émulsion. Des particules ayant un angle de contact mesuré avec l'eau inférieur à 90° stabiliseront préférentiellement des émulsions directes H/E tandis que des particules pour lesquels θ est supérieur à 90° stabilisent préférentiellement des émulsions inverses E/H. Cependant, il est à noter que les particules utilisées doivent présenter une certaine affinité pour les deux milieux et ne doivent pas être totalement hydrophiles ou hydrophobes, sous peine de rester piégées dans la phase aqueuse ou huileuse ; respectivement.

C'est cette hypothèse qui a été retenue pour expliquer l'absence de stabilité des émulsions obtenues, du fait d'une trop grande hydrophobicité des particules synthétisées. La troisième étape de notre stratégie de reconception a donc consisté à modifier le précurseur silane hydrophobe. Puisque les particules synthétisées à partir d'octylsilane présentent un caractère hydrophobe trop marqué, l'objectif a donc été de diminuer la longueur de la chaîne alkyle, tout en utilisant des silanes disponibles commercialement.

Troisième étape de re-conception : substitution du silane lipophile

Un screening des silanes à chaînes alkyles courtes disponibles commercialement a été réalisé et a mis en évidence trois précurseurs envisageables présentés ci-dessous en Figure 99.

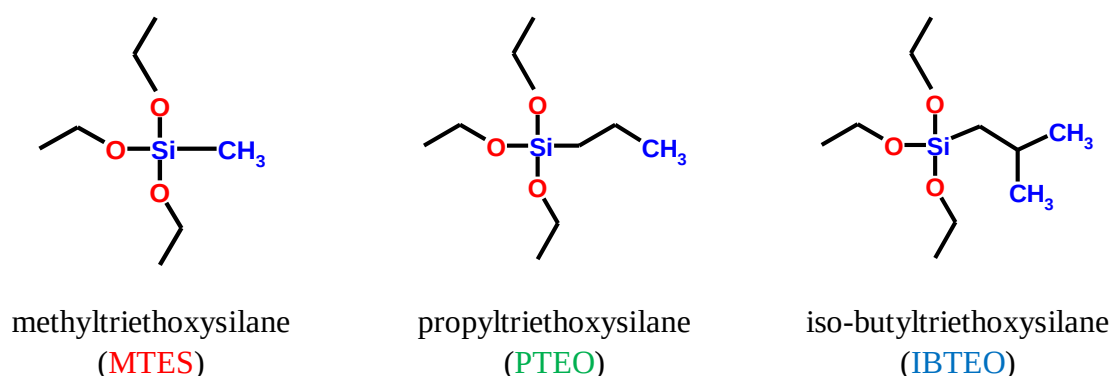


Figure 99 : Organoalkoxysilanes à chaîne alkyle courte

Différents ratios de silanes hydrophiles, lipophiles et structurels ont été investigués. Nous ne présentons ici que les synthèses (Tableau 43) ayant conduit à des résultats pertinents pour l'application considérée, à savoir la stabilisation d'émulsions directes huile-dans-eau.

Tableau 43 : Protocole de synthèse d'amino-silicates à base de silanes hydrophobes à chaînes alkyles courtes

Phase	Composé	Masse (g)	M (g/mol)	moles
A	CaCl ₂ anhydre	2.2	111.1	0.02
	EtOH, 95°	71	46	1.54
B	Dynasylan AMEO	6.46	221.4	0.029
	Dynasylan A	3.04	208	0.015

	Dynasylan MTES	5.21	178.3	
	ou			
	Dynasylan PTEO	6.02	206.4	0.030
	ou			
	Dynasylan IBTEO	6.43	220.4	
C	NaOH	4.2	40	0.105
	Eau	10	18	0.56

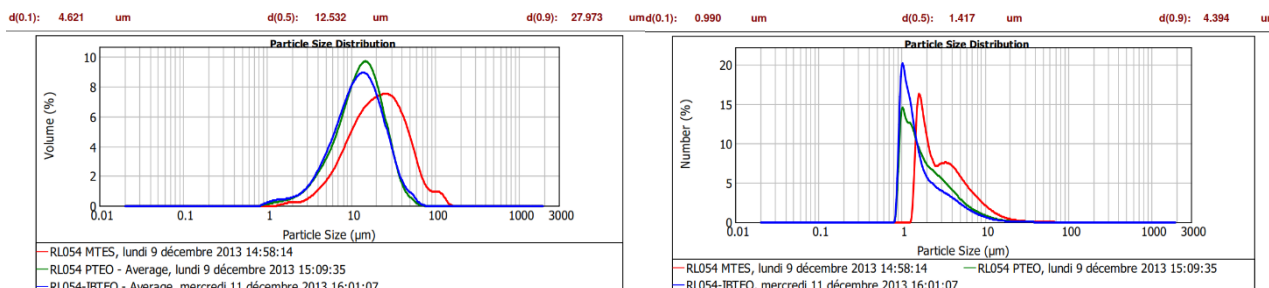


Figure 100 : Distributions granulométriques de la taille d'organosilicates à chaînes alkyles courtes

Les distributions granulométriques présentées en Figure 100 révèlent une augmentation significative de la taille des particules synthétisées en présence de silane hydrophobes ayant une chaîne alkyle de courte taille. Les particules ont une taille comprise entre 1,4 μm (IBTEO) et 2,8 μm (MTES). Cette observation doit donc être prise en considération pour évaluer l'influence de la taille des particules sur la stabilité des émulsions de Pickering préparées. La Figure 101 met en évidence les différences caractéristiques existant entre les spectres infrarouges des organosilicates synthétisés à partir de silanes à chaînes alkyles courtes.

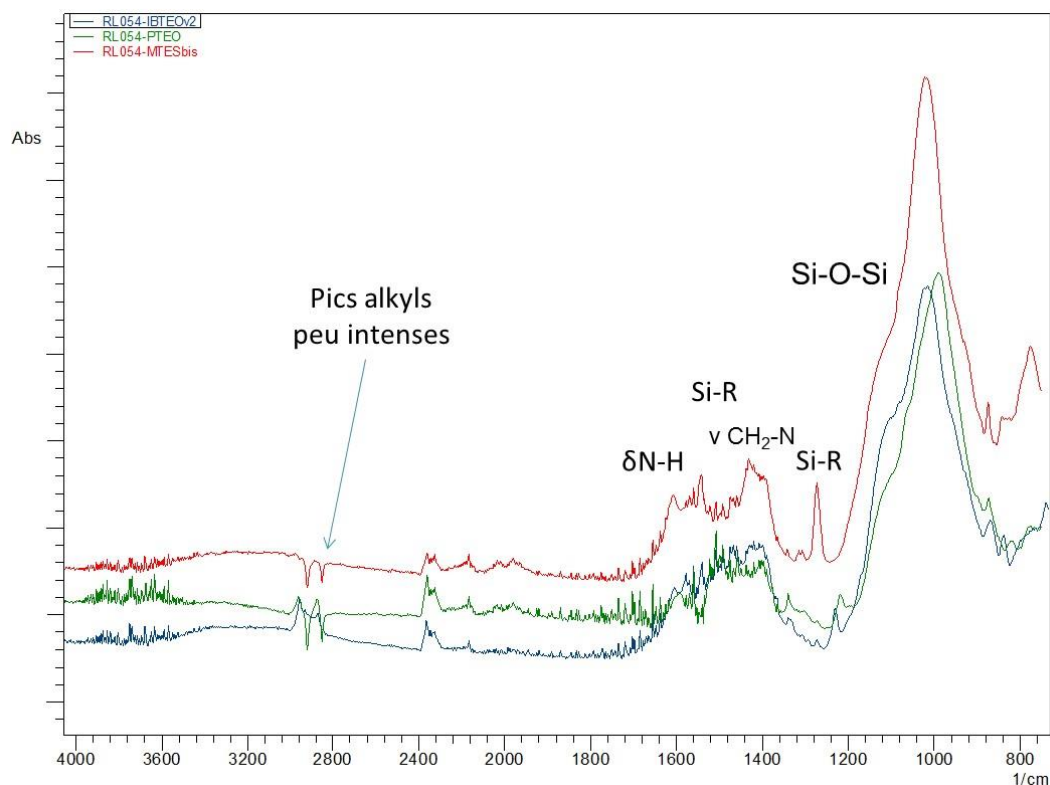


Figure 101 : Spectres infrarouge des organosilicates à chaînes alkyles courtes

La Figure 102 représente les angles de contacts avec l'eau des particules synthétisées à partir d'aminopropyl, de tétraethoxysilane et d'un silane lipophile à chaîne alkyle parmi le méthylsilane, le propylsilane ou l'isobutylsilane.

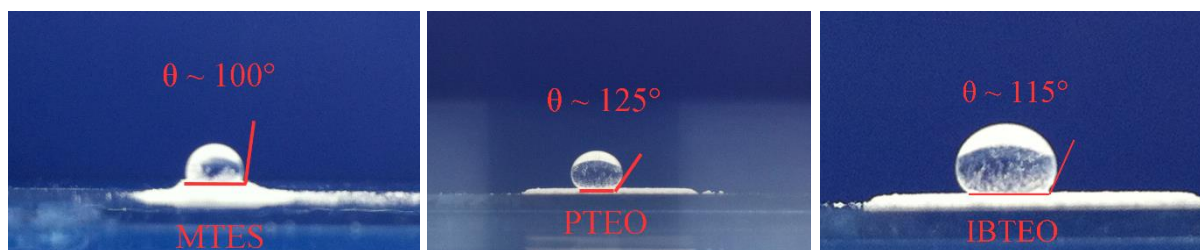


Figure 102 : Angles de contact avec l'eau d'amino-silicates ayant une chaîne lipophile de taille variable

En effet, il est admis les chaînes alkyles ramifiées, telle que l'iso-butyle, se révèlent expérimentalement moins lipophiles que son isomère linéaire (n-butyl). Concrètement, ce postulat est confirmé par le coefficient de partage octanol/eau ($\log P$) de l'isobutyltriethoxysilane (2.03) qui est inférieur à celui du propyltriethoxysilane (2.44). Cette donnée explique en partie le degré d'hydrophilie des organosilicates observé en fonction de la longueur de chaîne du silane lipophile utilisé.

5.3.3.5. Application en émulsions

Le silane hydrophobe possédant une chaîne isobutyl (IBTEO) a été considéré comme étant le précurseur lipophile le plus prometteur pour la stabilisation d'émulsions. Différents ratios des trois silanes ont été investigués et parmi l'ensemble des synthèses ayant été réalisées, la synthèse la plus adaptée pour stabiliser des émulsions huile-dans-eau était constituée d'isobutylsilane comme précurseur silane hydrophobe à hauteur de 20% molaire et de TEOS et d'AMEO à hauteur de 40%. Par ailleurs, notons que la substitution de l'octylsilane (OCTEO) par l'isobutylsilane (IBTEO) présente l'avantage d'un coût plus faible mais pose le problème de son absence de dénomination INCI. Néanmoins, sa commercialisation par la société Evonik tend à prouver que ce silane dispose d'un dossier toxicologique.

Les particules obtenues sont ainsi plus hydrophobes ($\theta \sim 115^\circ$, Figure 102) que les particules d'EBISilc[®]-333 ($\theta \sim 90^\circ$, Figure 92). Les amino-silicates calciques ont paradoxalement permis la stabilisation d'émulsions H/E diluées contenant 30% de cyclométhicone (huile de silicone) et 68% d'eau. Les émulsions préparées avec 2% de particules présentent un aspect gélifié et une quasi-stabilité sans ajout de co-émulsifiant (Figure 103). Il apparaît donc que la mouillabilité des particules ne soit pas l'unique paramètre contrôlant la capacité d'organosilicates à stabiliser des émulsions de Pickering.

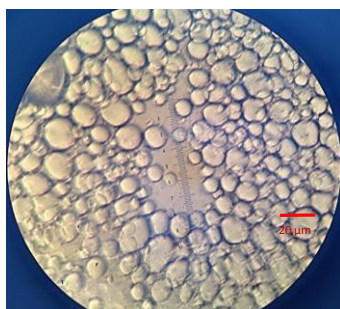


Figure 103 : Emulsion directe réalisée avec des amino-silicates à base d'isobutylsilane

Finalement, afin d'augmenter la viscosité des émulsions obtenues et obtenir une stabilité à la centrifugation, l'ajout d'une faible quantité de gomme de xanthane (à hauteur de 0.2%) a permis d'obtenir des émulsions de Pickering directes stables (Figure 104). Notons que la gomme de xanthane ne possède pas de propriétés émulsionnantes.



Figure 104 : Emulsion stabilisée par des amino-silicates à base d'isobutylsilane et par l'ajout de gomme xanthane

Ce résultat nous permet donc de valider l'hypothèse selon laquelle le procédé EBISilc[®] permet de synthétiser des particules hydrophobes et hydrophiles permettant la stabilisation d'émulsions inverses (eau-dans-huile) et directes (huile-dans-eau).

5.3.4. Confirmation industrielle – Appel à idées Beiersdorf

Beiersdorf est une entreprise de cosmétiques basée à Hambourg, en Allemagne, comptant plus de 17,000 collaborateurs dans le monde. Le groupe possède plus de 130 ans d'expertise dans le soin de la peau et est reconnue pour son caractère innovant et pour ses produits de haute qualité. L'entreprise regroupe en effet une grande variété de marques, telles que NIVEA, Eucerin, La Prairie, Labello et Hansaplast. A l'occasion du salon d'ingrédients in-cosmetics, ayant eu lieu à Hambourg du 1^{er} au 3 Avril 2014, le géant des cosmétiques allemand a lancé un appel à idées innovantes. L'idée pouvait consister en un ingrédient, un concept novateur, une nouvelle technologie ou encore une formulation innovante en adéquation avec les marques du groupe. Cette initiative est ainsi considérée comme une extension de sa plateforme d'innovation ouverte [pearlfinder](http://pearlfinder.beiersdorf.com).

Suite aux différentes pratiques d'innovation ouverte déployées dans le cadre de nos travaux de thèse de doctorat, le laboratoire EBInnov[®] a décidé de répondre à cet appel à idées en soumettant une description du projet EBISilc[®]. Pour ce faire, un document de présentation de la technologie a été rédigé en adéquation avec les demandes de la marque. Le projet a ainsi fait partie des 23 projets sélectionnés, parmi les 66 ayant été soumis. Notons également qu'il

s'agissait de l'unique projet porté par une structure académique. Ce résultat particulièrement intéressant est révélateur de l'intérêt suscité par le projet au sein du jury composé de responsables R&D et marketing du groupe Beiersdorf. Cette première étape a permis à l'équipe projet de présenter la technologie à un jury d'experts lors du salon in-cosmetics (Figure 105).



Figure 105 : Evaluation des idées par un jury d'experts Beiersdorf (source : Beiersdorf.com)

Les trois projets ayant finalement retenus l'attention des équipes de Beiersdorf auront la possibilité de voir intégrer leur technologie au sein d'une des marques du groupe et initier des collaborations complémentaires. Cette démarche s'inscrit donc dans une volonté de chercher des idées externes et de les intégrer au sein de leur propre processus d'innovation. Il s'agit également d'un moyen permettant de faire rayonner la plateforme d'innovation ouverte du groupe.

Cette approche a permis de réaliser un document de communication répondant aux exigences soulevées par l'entreprise disponible en Annexe 4. Ce dernier résume les principales caractéristiques des formulations à base de particules EBISilc®. L'adéquation des caractéristiques techniques avec l'image de marque de Beiersdorf a permis de compléter la connaissance de la technologie. Tout d'abord, les bénéfices techniques de la technologie s'appuient sur un procédé d'émulsification à froid, la synthèse de particules personnalisables et la possibilité de stabiliser des émulsions eau-dans-huile concentrées (teneur en eau de l'ordre de 70%).

Le cahier des charges innovation présenté dans le Tableau 39 a mis en évidence des spécifications marketing axées sur une expérience sensorielle exceptionnelle due à une douceur et une onctuosité supérieures. Ainsi, afin d'argumenter quant aux bénéfices consommateurs apportés par la technologie, une comparaison de profils sensoriels a été réalisée. L'objectif a consisté à caractériser les propriétés sensorielles des émulsions stabilisées avec des particules d'EBISilc®, en comparaison avec un émulsionnant eau-dans-huile de nouvelle génération (Easynov® commercialisé par SEPPIC).

L'étude a été réalisée par 17 sujets qualifiés (étudiants de l'EBI panélistes experts) via un test comparatif. Concrètement, les deux produits formulés ont été évalués dans la même séance selon des échelles et les références-produit préétablis, en essai individuel et de manière indépendante. Le profil de chaque émulsion est basé sur 5 éléments : l'aspect, la prise en main, l'étalement, le toucher et le ressenti après application. Dans le cadre de ce protocole, l'analyse

des descripteurs est effectuée en lumière blanche et les réponses des panélistes se situent sur une échelle structurée de 0 à 10 :

- Référence-produit de valeur 10 : présence maximale de ce descripteur dans le produit.
- Référence-produit de valeur 0 : absence de ce descripteur dans le produit.

Ces références-produit ont été validées par le panel et sont disposées dans une mallette à la disposition de chaque panéliste pendant les séances d'entraînement ou de test. Cette mallette est le kit référentiel de l'EBI : Kit EBItouch®.

L'analyse sensorielle descriptive conduit à une caractérisation quantitative d'une formule cosmétique selon des descripteurs définis. Les résultats des valeurs moyennes obtenues par produit ainsi que les écarts-types pour le panel expert de l'EBI permettent de représenter graphiquement les résultats. Les profils sensoriels des deux émulsions sont présentés sous forme d'étoile produit en Figure 106 ci-dessous.

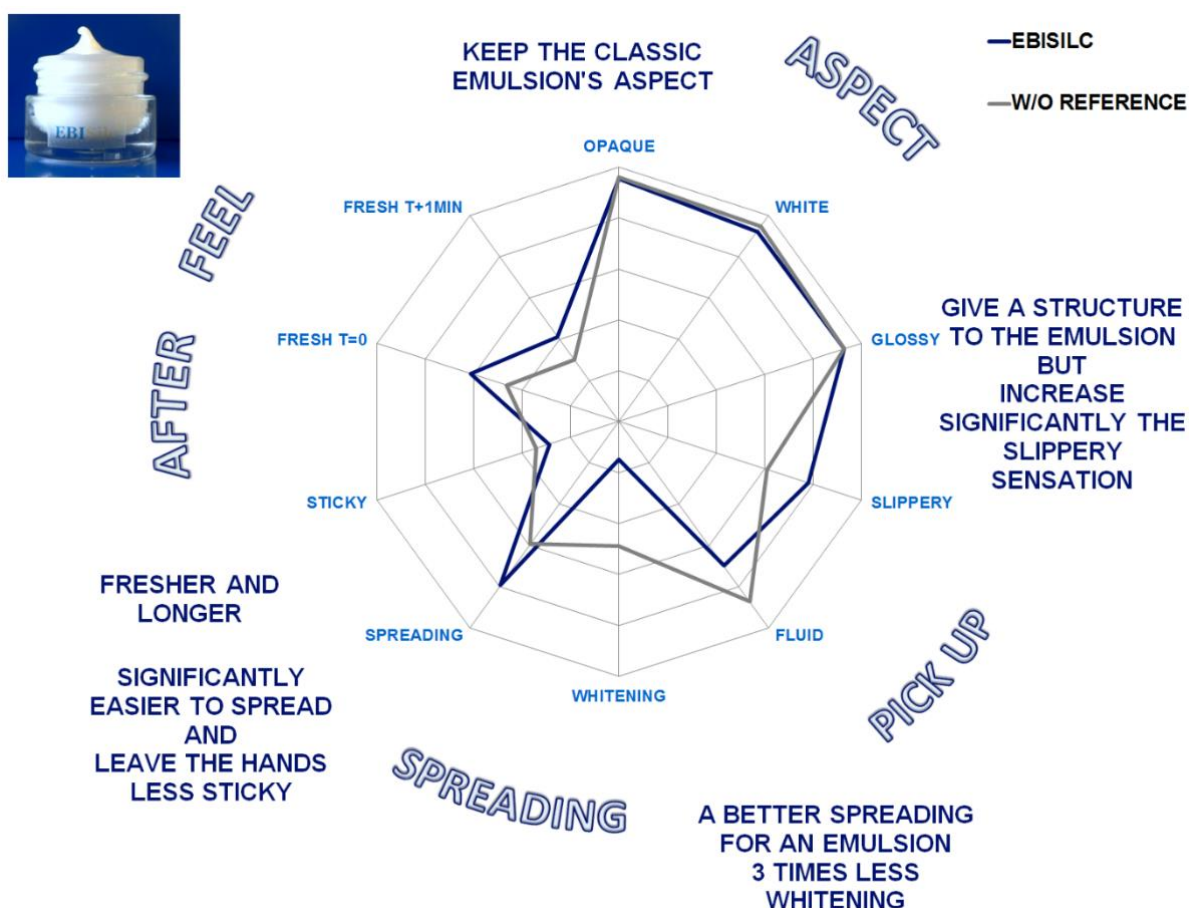


Figure 106 : Comparaison de profils sensoriels

La comparaison des profils sensoriels a montré que les émulsions stabilisées par les particules EBISilc® conservent le même aspect que des émulsions classiques et que les organosilicates donnent une structure à l'émulsion et augmentent la sensation de glissement. L'étalement est amélioré et l'émulsion laisse les mains moins collantes, tout en étant trois fois moins blanchissante qu'une émulsion stabilisée par notre référence commerciale. Par ailleurs, une sensation de fraîcheur perdurant dans le temps a été observée, cette dernière étant probablement due à la forte teneur en eau des émulsions stabilisées par EBISilc®, de l'ordre de 70%. Ces caractéristiques techniques et sensorielles viennent s'intégrer dans un discours marketing en adéquation avec les marques du groupe cosmétique allemand. En effet, la couleur blanche des particules synthétisées et des émulsions stabilisées est en adéquation avec l'image de la marque Nivea. En effet, étymologiquement, Nivea provient du latin *Nix* (neige) et *Nivis* (de neige). L'image de marque est donc fortement corrélée à cette couleur. Par ailleurs, la capacité de stabilisation d'émulsions eau-dans-huile concentrées permet d'envisager des pistes prometteuses pour des applications multiples, notamment dans les produits solaires. Or, il s'agit d'un des segments sur lequel le groupe est fortement présent, notamment avec sa marque Nivea Sun.

Finalement, le projet EBISilc® n'a pas fait partie des trois projets récompensés. Les principales raisons ayant été invoquées consistent en une absence de données toxicologiques disponibles couplée à une absence de dénomination INCI. Bien que des études récentes [Han et al. 2011; Choi et al. 2014] tendent à prouver une absence de toxicité de ces matériaux, des travaux de caractérisation supplémentaires devront ainsi être réalisés prochainement afin de pallier ces freins à la valorisation de la technologie.

5.3.5. Synthèse et limites de l'expérimentation

Cette expérimentation investiguait le potentiel des nouvelles formes d'intermédiation pour mettre en évidence les attentes industrielles actuelles de nos secteurs d'intérêt. L'utilisation du double flux d'informations supporté par les plateformes d'innovation ouverte a permis de mettre en évidence les spécifications industrielles actuelles.

L'étude des plateformes a permis d'extraire cinq demandes industrielles en lien avec notre technologie dans le secteur pharmaceutique, sept pour les applications dans le secteur des cosmétiques, quatre demandes de technologie dans le secteur de l'environnement, cinq concernant l'action anti-transpirante et anti-sébum pour les cosmétiques et onze pour l'action antimicrobienne. Ainsi, le secteur cosmétique est celui présentant le plus de demandes de technologies (treize), contre cinq dans le secteur pharmaceutique. Cette observation s'explique par le type de plateformes interrogées lors de cette expérimentation, qui sont principalement des plateformes externes. Or, l'une des caractéristiques du secteur pharmaceutique est l'adoption rapide de pratiques d'innovation ouverte, qui se traduit concrètement par la création de plateformes internes qui sont gérées par des équipes dédiées au sein des grands groupes pharmaceutiques. Par ailleurs, l'aspect stratégique des informations dévoilées est probablement un frein à la diffusion de demandes de technologies sur des plateformes externes dans ce secteur d'activité.

Il a été observé que pour l'ensemble des applications envisagées, les demandes de technologies mises en évidence présentaient des informations concordantes nous permettant ainsi synthétiser l'ensemble de ces informations au sein d'un cahier des charges axé innovation. C'est dans le secteur cosmétiques qu'il a été possible de générer le cahier des charges innovation le plus détaillé et le plus précis. Les spécifications ont ainsi permis de confronter la conception initiale aux attentes industrielles et de la réadapter pour satisfaire ces nouvelles exigences.

L'approche proposée a ainsi permis de modifier certains paramètres du procédé breveté, et en particulier la nature et le ratio des différents précurseurs de synthèse. Cette modification de la conception a, *in fine*, permis de développer des particules plus hydrophiles, et respectant au plus près le cahier des charges mis en évidence. Ces particules ont ainsi permis de stabiliser des émulsions directes huile-dans-eau, avec l'ajout de gomme de xanthane en tant qu'agent viscosant. La re-conception a ainsi permis d'adapter la technologie aux demandes industrielles et d'orienter l'exploration de nouveaux axes de valorisation. La validation industrielle de la stratégie de re-conception déployée s'est traduite concrètement par la participation à l'innovation pitch organisé par Beiersdorf, le leader allemand des produits cosmétiques.

Certaines limites de cette expérimentation peuvent néanmoins être mises en évidence. La principale réside dans l'homogénéité de l'échantillon d'étudiants impliqués dans la réalisation de l'étude. En effet, ces derniers possèdent des compétences principalement techniques, en tant que futurs ingénieurs en science de la vie. Or comme nous l'avons vu, le cahier des charges innovation regroupe une grande diversité de spécifications, à la fois techniques, marketing, réglementaires etc... Il serait donc tout à fait pertinent de constituer des groupes pluridisciplinaires afin de dégager les informations les plus pertinentes des demandes de technologies postées sur les plateformes d'innovation ouverte. Notons que, dans le cadre de notre étude, cette limitation est en partie compensée par l'implication d'étudiants ayant suivi certains enseignements de marketing de l'Ecole de Biologie Industrielle.

5.3.6. Discussion

La troisième expérimentation réalisée avait pour but d'apporter des éléments de réponse à l'hypothèse de résolution suivante :

La convergence vers un cahier des charges « innovation » et la reconception permettent d'augmenter le potentiel d'innovation d'une technologie.

Pour ce faire, l'étude réalisée a permis d'extraire l'information utile contenue dans les demandes de technologies postées par des industriels sur des plateformes d'innovation ouverte, qu'elles soient internes ou externes. Cette phase de convergence a permis de synthétiser l'ensemble de l'information au sein d'un document unique, désigné ici sous l'appellation « cahier des charges innovation ». Cette méthodologie, qui peut dans une certaine mesure s'apparenter à une étude netnographique, constitue un apport de nos travaux vis-à-vis de la formalisation de nouvelles pratiques de conception de produits. La collecte d'informations relatives aux attentes du marché en général, et des consommateurs en particulier, sur des plateformes dématérialisées constitue à notre sens une thématique de recherche originale et pleine de promesses. Dans le cadre de notre étude, cet outil a en effet permis de vérifier l'adéquation d'une technologie avec les exigences industrielles actuelles, que ce soient des

spécifications techniques, marketing, réglementaires ou encore d'état de développement et de propriété intellectuelle.

Dans un second temps, il s'est avéré que notre cas d'étude a nécessité une étape de reconception afin de satisfaire aux nouvelles exigences soulevées par le cahier des charges "innovation". Concrètement, l'étape de reconception a permis de mettre en évidence une nouvelle application de la technologie, à savoir la préparation d'émulsions directes (eau-dans-huile). L'intérêt de cette nouvelle piste applicative a par la suite été validé industriellement. En effet, le projet EBISilc[®], permettant de préparer des émulsions inverses et directes, a été sélectionné pour participer à l'appel à idées innovantes organisé par une multinationale du secteur des cosmétiques. Cette étape optionnelle de re-conception a donc joué un rôle primordial pour améliorer l'adéquation de la technologie avec les attentes actuelles du secteur.

Nous concluons donc sur une augmentation du potentiel d'innovation de la technologie, grâce au processus de conception orienté innovation proposé dans cette partie. L'objectif de cette expérimentation est en effet rempli, puisque l'ensemble des spécifications économiques, réglementaires, marketing ont été satisfaites, ce qui nous a permis d'augmenter significativement le potentiel d'innovation de la technologie. Cette affirmation est confirmée par la sélection du projet EBISilc[®] pour participer au pitch innovation de Beiersdorf. Cette confirmation industrielle nous permet donc de conclure cette partie par une validation de notre troisième hypothèse de recherche (H3). Dans le cadre de notre projet, la convergence vers un cahier des charges "innovation" et la reconception ont permis d'augmenter le potentiel d'innovation de la technologie EBISilc[®].

6. Apports de thèse, conclusion et perspectives

6.1. Apports de thèse

Cette ultime partie a pour objectif de dégager les principaux apports scientifiques et industriels de nos travaux de thèse. A ce titre, nous rappelons notre problématique de recherche générale :

Comment formaliser un processus de conception dans les bio-industries intégrant l'évolution des modèles d'innovation de ces secteurs ?

Afin de répondre à cette question, nos travaux se sont principalement appuyés sur un cas d'études concret : la synthèse de nouvelles particules d'argile dans le cadre du projet EBISilc®. Les principaux apports de nos travaux de thèse peuvent ainsi être regroupés en deux catégories distinctes. D'une part, les apports méthodologiques font suite à la construction de notre modèle de conception axé innovation adapté aux secteurs bio-industriels. D'autre part, les apports techniques font suite aux différents travaux de conception et de valorisation de la technologie EBISilc® détaillés dans ce mémoire.

6.1.1. Apports conceptuels

Les apports méthodologiques de nos travaux de thèse se décomposent en trois grandes parties car ils sont la conséquence directe des trois expérimentations menées.

Tout d'abord, la compréhension des mécanismes d'adoption du paradigme de l'innovation ouverte dans les bio-industries nous a permis de délimiter les frontières de notre terrain d'études. L'expérimentation s'est en effet appuyée sur une population cible particulièrement adaptée pour mettre en évidence les caractéristiques de l'innovation dans les secteurs bio-industriels majeurs (première expérimentation). Les résultats obtenus nous ont permis d'alimenter la définition de notre problématique de recherche dont une première ébauche a été présentée lors de la 19^{ème} édition du colloque CONFERE [Lorentz et al. 2012].

Par ailleurs, l'évaluation qualitative de la performance intrinsèque des nouvelles formes d'intermédiation pour diverger vers de nouveaux partenaires de recherche constitue un apport pour la communauté scientifique en management de l'innovation (deuxième expérimentation). En effet, les travaux investiguant ces nouvelles formes d'intermédiation sont rarement illustrées par des cas d'études techniques concrets. La comparaison des pratiques proposées par des cabinets de conseil en innovation et ces nouvelles formes d'intermédiation dématérialisées ont ainsi permis de poser l'hypothèse d'une complémentarité de ces deux approches. Les résultats de ces travaux ont ainsi fait l'objet d'une communication orale lors de la 24^{ème} conférence internationale de l'ISPIM [Lorentz et al. 2013] et feront l'objet d'un article soumis dans un journal de rang A.

Finalement, l'intégration des pratiques des intermédiaires de l'innovation ouverte au sein d'un processus de conception axé innovation constitue l'apport méthodologique le plus évident de nos travaux de thèse. En effet, la formalisation de cahiers des charges innovation à partir des informations postées par les industriels de tous secteurs sur les plateformes d'innovation ouverte a permis de guider la re-conception de la technologie afin d'accroître son potentiel

d'innovation (troisième expérimentation). Ces travaux ont ainsi fait l'objet d'une communication orale lors de la 13^{ème} conférence DESIGN [Lorentz et al. 2014].

Finalement, chaque phase du modèle de conception axé innovation proposé dans ce mémoire a donc été validée par la communauté en sciences de la conception et de l'innovation, comme cela est représenté en Figure 107.

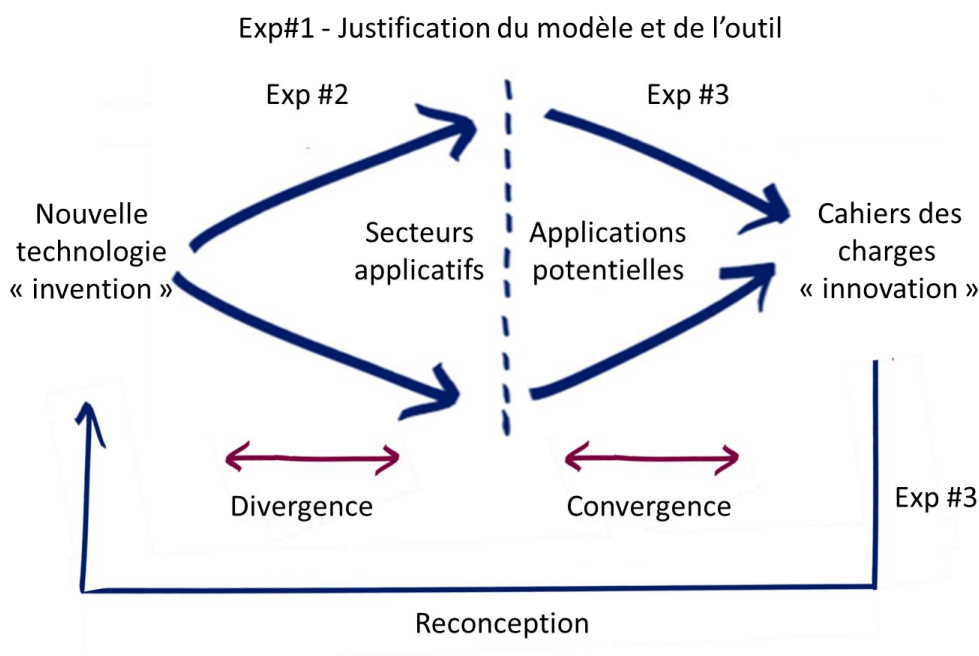


Figure 107 : Modèle de conception axé innovation proposé dans le cadre de cette thèse de doctorat

Par ailleurs, la troisième expérimentation a en partie été réalisée dans le cadre d'un enseignement dispensée à l'Ecole de Biologie Industrielle. La transposition de notre thématique de recherche en une initiation pédagogique constitue donc un apport original de nos travaux de thèse. Plus concrètement, l'un des projets intégrant ces outils méthodologiques et porté par des étudiants de l'EBI a été récompensé par le Prix de l'Innovation lors de la 21^{ème} édition du colloque CONFERE [Pensé et al. 2014].

6.1.2. Retombées applicatives

Les retombées industrielles de nos travaux de thèse font suite à l'objectif d'accompagner la valorisation d'un nouvel ingrédient pour les secteurs bio-industriels.

Tout d'abord, la principale retombée industrielle consiste en la stratégie de valorisation basée sur la complémentarité des approches de divergence conventionnelles et dématérialisées. En effet, les différents travaux réalisés en partenariat avec des entreprises des secteurs bio-industriels a permis d'apporter une visibilité non seulement au projet EBISilc[®] mais également au laboratoire EBInnov[®]. Les résultats techniques obtenus en partenariat avec un laboratoire pharmaceutique ont ainsi fait l'objet de communications poster lors de conférences spécialisées dans les secteurs pharmaceutiques (9^{ème} congrès mondial de la pharmacie, de la biopharmacie et des technologies pharmaceutiques PBP) tandis que ceux réalisés en interne ont été présentés lors d'événements du secteur cosmétique, tels que le Colloque Cosm'innov 2013.

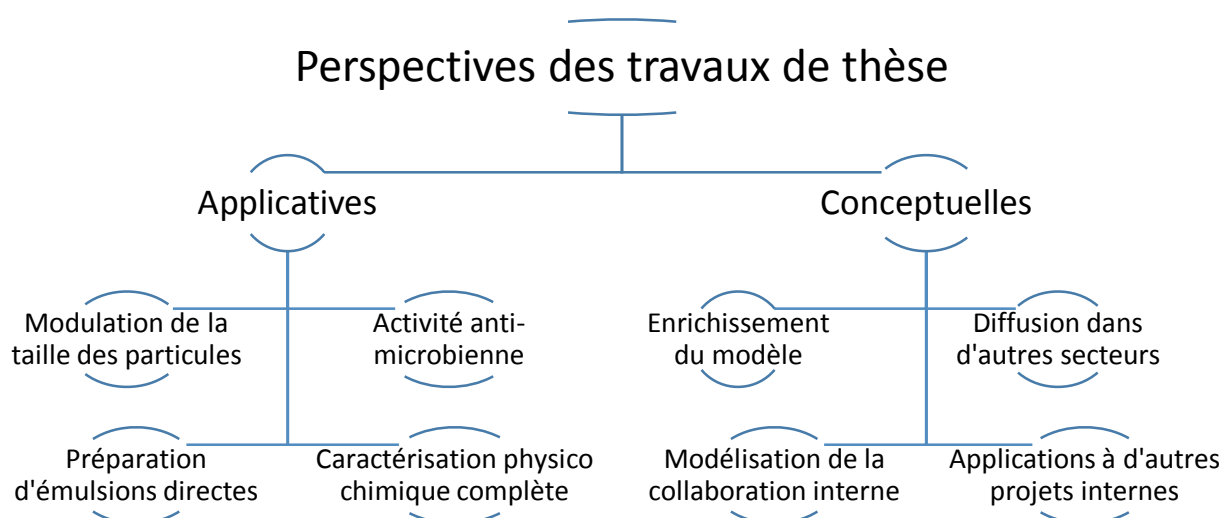
Le développement de la technologie a ainsi permis une compréhension plus fine des paramètres de synthèse, notamment par le déploiement d'une stratégie de conception basée sur les plans d'expériences et les plans de mélange. La variation des ratios de précurseurs de synthèse ont ainsi permis de mettre en évidence les paramètres de conception les plus adaptées pour répondre aux diverses applications industrielles soulevées. Les résultats obtenus via cette stratégie ont ainsi fait l'objet d'une publication dans le journal Powder Technology (IF 2.27) [Lorentz et al. 2014]. La valorisation de nos travaux passe également par l'accompagnement de la demande de brevet européen EP2567940 [Lhéritier et al. 2013]. Des investigations techniques complémentaires ont ainsi permis d'apporter des éléments de réponse significatifs au rapport de recherche préliminaire. Notons qu'à date, le processus d'acceptation de la demande de brevet est toujours en cours.

Par ailleurs, la modification des précurseurs de synthèse réalisée pendant la phase de re-conception a permis d'adapter ces dernières au contexte du secteur des cosmétiques ; en substituant certains précurseurs sujets à controverse.

D'une part, plusieurs projets de recherche ont été initiés en collaboration avec des grands comptes des secteurs bio-industriels majeurs ; à savoir un laboratoire pharmaceutique et un fournisseur d'ingrédients cosmétiques. D'autre part, une plus grande visibilité de la technologie a été apportée du fait de notre participation à plusieurs événements du secteur des cosmétiques. La promotion de la technologie lors de salons d'ingrédients cosmétiques (in-cosmetics 2013 et 2014) et la participation à des initiatives d'innovation ouverte d'une multinationale cosmétique (innovation pitch de Beiersdorf) en sont des exemples concrets.

6.2. Perspectives

Puisque nos travaux possèdent des implications à la fois techniques et méthodologiques, les perspectives de cette thèse sont doubles. Nous présentons dans un premier temps les perspectives applicatives rattachées au projet EBISilc® puis nous dégagerons les prochaines étapes concernant la modélisation et la diffusion du modèle de conception axé innovation.



6.2.1. Perspectives applicatives

Dans le cadre du projet EBISilc[®], plusieurs précurseurs ont été étudiés et ceux testés ont été choisis pour des raisons technico-économiques afin de faciliter la future industrialisation du procédé. Cependant, il existe une grande diversité de précurseurs lipophiles/ hydrophobes et il pourra être nécessaire de tester des chaînes alkyles plus longues (en C₁₆ ou C₁₈), des groupements aryles (phenyl) et d'investiguer les précurseurs de type triméthoxysilanes ; à condition de contrôler la formation des sous-produits de la réaction, et du méthanol en particulier.

Par ailleurs, les silanes dits « réactifs » de type glycidoxypropyl-silane (fonction époxy), mercaptopropyl-silane ou encore vinyl-silane pourront également être testés. En effet, étant donné la faible variété de silanes hydrophiles disponibles commercialement, il est envisageable d'investiguer la synthèse de silanes hydrophiles à partir de ces silanes réactifs. Cette stratégie, déjà décrite dans la littérature [Sales et al. 2006; Badshah et al. 2011; Badshah et al. 2013] permettrait de faire face à cette contrainte technique.

Il conviendra également d'investiguer la synthèse d'organosilicates à partir d'autres sels de métaux. En effet, il a été montré que ces derniers ont une influence particulière sur la mouillabilité des particules synthétisées. Il est également possible d'envisager la synthèse d'organosilicates colorés par modification du sel de métal. En effet, dans nos travaux, nous nous sommes focalisés sur le chlorure de calcium (CaCl₂) et le chlorure d'aluminium (AlCl₃). Or, d'autres sels tels que le chlorure de fer (FeCl₃) ou le chlorure de magnésium (MgCl₂) pourront également être utilisés.

La modulation de la taille des particules est une piste de recherche particulièrement pertinente. En effet, il a été montré que le procédé de synthèse était robuste et reproductible, conduisant à la formation de particules de taille submicronique avec une grande variété de précurseurs. C'est pourquoi une légère modification du procédé de synthèse pourrait être réalisée afin d'obtenir des particules de taille inférieure, et d'évaluer la corrélation entre la taille des particules et leur pouvoir émulsionnant. Parmi les stratégies envisageables, nous citons à titre d'exemple la synthèse en conditions de forte dilution ou la réalisation de synthèses dites « template » en présence de tensio-actifs.

La versatilité du potentiel applicatif des organosilicates EBISilc[®] pourra également être investiguée. Ainsi, la préparation d'émulsions de Pickering huile-dans-eau (H/E) fortement concentrées en huile et la caractérisation de leur profil sensoriel sont des pistes prometteuses compte tenu des demandes industrielles soulevées. Par ailleurs, la capacité des émulsions de Pickering à moduler le relargage d'actifs liposolubles ou hydrosolubles encapsulés présente un potentiel applicatif marqué [Frelichowska et al. 2009; Frelichowska et al. 2009]. Par ailleurs, une caractérisation plus fine de ces émulsions pourra également être réalisée en faisant appel à de nouvelles techniques, telles que la Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) [Drelich et al. 2010] ou par cryo-microscopie électronique à balayage (cryo-MEB) [Guillot et al. 2009].

6.2.2. Perspectives méthodologiques

Nos travaux de thèse ont mis en évidence l'importance des échanges avec l'environnement externe de l'organisation afin d'enrichir son socle de connaissances et de concevoir de nouveaux produits plus en adéquation avec les attentes du marché. Cependant, une bonne stratégie de collaboration avec l'environnement externe passe, avant tout, par une bonne

stratégie de collaboration en interne. C'est pourquoi l'une des perspectives méthodologiques de nos travaux consisterait à développer des bonnes pratiques de collaboration interne autour d'un projet de recherche unique.

En effet, d'autres applications pourront être développées en nous appuyant sur l'expertise des trois autres activités de recherche portées par le laboratoire EBInnov[®]. Ainsi, il conviendra d'investiguer non seulement les propriétés antimicrobiennes d'amino-silicates [Chandrasekaran et al. 2011; Lee et al. 2013] en collaboration avec l'activité Microbiologie mais également leur capacité à absorber des métaux lourds [Lagadic et al. 2001; Sales et al. 2006; Dey et al. 2009] avec l'activité Procédé. Finalement, des nanocomposites organosilicates / protéines [Holmström et al. 2007] pourront être préparés en collaboration avec l'activité Biologie Moléculaire. Ces perspectives de recherche transversale au sein du laboratoire EBInnov[®] sont présentées en Figure 108.

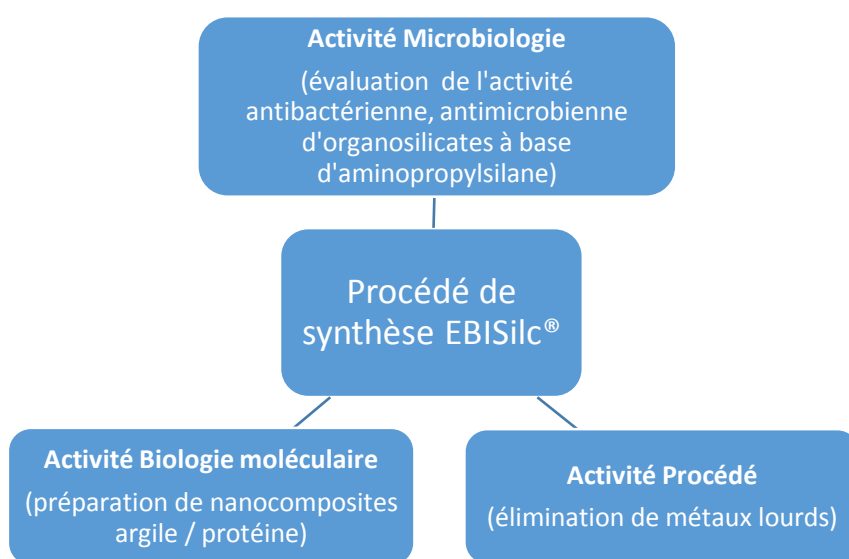


Figure 108 : Perspectives de recherche transversale au sein du laboratoire EBInnov[®]

Ainsi, le modèle de valorisation basé sur les pratiques de l'innovation ouverte que nous proposons pourra être appliqué à l'ensemble des brevets actuels du laboratoire et aux nouveaux projets à venir. L'objectif affiché étant d'augmenter le potentiel d'innovation dès les phases amont des projets en vérifiant leur adéquation avec les attentes des grands secteurs bio-industriels. Comme cela a été révélé suite à nos différentes expérimentations, une stratégie alliant approche conventionnelle et approche dématérialisée permettrait d'atteindre cet objectif ambitieux, à la condition que des ressources internes spécifiques soient mobilisées.

Les résultats de cette seconde expérimentation ont permis de poser l'hypothèse d'une complémentarité des approches conventionnelles et en ligne pour mettre en évidence des partenaires de recherche, de co-développement ou de cession de licences. Il conviendra donc d'éprouver cette complémentarité hypothétique dès les phases amont d'un projet de recherche ancré dans nos secteurs d'intérêt. A ce titre, le laboratoire EBInnov[®] constituerait un terrain expérimental parfaitement adapté à ce type d'expérimentation.

L'expérimentation #3 a permis de révéler le potentiel des plateformes d'innovation ouverte pour synthétiser les spécifications industrielles actuelles dans des documents uniques, baptisés "cahiers des charges innovation". Cependant, la constitution de groupes monodisciplinaires pour interroger ces plateformes semble avoir limité l'analyse des demandes industrielles.

C'est pourquoi des groupes pluridisciplinaires pourront être créés pour étudier les différentes plateformes et ainsi mettre en évidence les exigences industrielles nous paraît être une perspective de choix pour compléter les enseignements tirés de notre seconde expérimentation. Une telle approche pourra être déployée en milieu industriel afin de valider sa performance de mise en évidence des attentes actuelles des secteurs bio-industriels.

6.3. Conclusion de thèse

Les travaux de thèse présentés dans ce mémoire ont eu pour principal objectif de formaliser un modèle de conception et d'innovation adapté aux secteurs bio-industriels. Pour ce faire, nos travaux se sont appuyés sur un cas d'étude concret : la synthèse d'un nouvel ingrédient polyfonctionnel devant répondre aux problématiques actuelles de ces secteurs.

D'un point de vue technique, les travaux réalisés ont permis d'enrichir l'état de la connaissance du procédé de synthèse d'organosilicates par voie sol-gel. L'influence des paramètres critiques du procédé sur les propriétés physico-chimiques des particules obtenues a été investiguée. Il a été observé que le procédé breveté permettait l'obtention de particules de taille submicronique, et ce de façon reproductible. Les particules préparées possèdent une mouillabilité modulable en fonction de la nature et du ratio des précurseurs utilisés. Finalement, l'influence de ces paramètres sur la capacité des organosilicates synthétisés à stabiliser des émulsions directes ou inverses a été investiguée en détails et publiée dans un journal international à comité de lecture (IF 2.27) [Lorentz et al. 2014].

Afin de dégager une problématique de recherche originale, l'état de l'art réalisé a mis en évidence l'évolution des pratiques d'innovation de nos secteurs d'intérêt, caractérisée par un nombre croissant de stratégies s'appuyant sur le modèle de l'innovation ouverte. C'est pourquoi les différentes expérimentations réalisées en milieu industriel ont eu respectivement pour objectif de valider la pertinence de ce modèle dans nos secteurs d'intérêt, d'évaluer la performance des nouvelles formes d'intermédiation de l'innovation et d'intégrer ces pratiques au sein d'un processus de conception axé innovation.

Tout d'abord, une analyse de l'évolution des pratiques d'ouverture dans les secteurs bio-industriels a été réalisée auprès des ingénieurs diplômés de l'Ecole de Biologie Industrielle. Cette dernière a en outre permis de confirmer les spécificités des secteurs bio-industriels déjà soulevées dans la littérature. Cette première étude a également permis de valider le modèle de l'innovation ouverte comme étant représentatif de l'évolution des pratiques d'innovation dans ces secteurs.

La seconde expérimentation s'est ensuite focalisée sur la gestion des flux de connaissances à l'interface du modèle proposé par Chesbrough. Plus particulièrement, notre attention s'est portée sur les différentes formes d'intermédiation et sur la performance de pratiques émergentes basées sur des plateformes en ligne. D'un point de vue opérationnel, divers contacts ont été

obtenus grâce à ces stratégies de valorisation et plusieurs projets de recherche ont été menés en collaboration avec des acteurs majeurs des secteurs bio-industriels. Les travaux réalisés nous ont ainsi permis de poser l'hypothèse d'une complémentarité entre ces nouvelles méthodes et celles proposées par des cabinets de conseil en management de l'innovation. Il semblerait en effet qu'une stratégie de valorisation basée sur une combinaison de ces approches serait pertinente dès les phases amont du processus de conception de produits.

La dernière expérimentation réalisée a permis d'extraire les spécifications bio-industrielles actuelles postées sur des plateformes d'innovation ouverte. Ces dernières, en étant regroupées au sein de cahiers des charges "innovation", constituent une source d'informations permettant d'évaluer la pertinence de la technologie développée vis-à-vis du contexte actuel. Notre cas d'étude a ainsi montré qu'une étape de re-conception pouvait être nécessaire afin d'adapter le nouveau produit au nouveau cahier des charges mis en évidence. L'objectif visé consiste à ce que le produit satisfasse au mieux aux attentes industrielles afin d'optimiser son potentiel d'innovation. Le modèle de conception axé innovation ouverte construit par nos travaux de thèse (Figure 107) répond donc à cet objectif en intégrant les spécificités de nos secteurs d'intérêt.

Chacune des expérimentations réalisées a ainsi permis d'apporter les éléments de construction du modèle proposé. Ce modèle d'innovation collaborative a pour ambition de permettre aux laboratoires de recherche, qu'ils soient académiques ou industriels, de concevoir de nouveaux produits en adéquation avec le contexte industriel et les demandes actuelles du marché. La proposition d'un modèle générique de conception axé innovation exportable dans d'autres secteurs d'activité constitue l'apport principal de nos trois années de thèse [Lorentz et al. 2013; Lorentz et al. 2014]. A l'échelle du laboratoire EBInnov[®], cette stratégie a été déployée avec succès dans le cadre du projet EBISilc[®]. Il conviendra donc de l'éprouver non seulement dans le cadre de projets déjà initiés mais également lors des futurs projets portés par notre laboratoire d'innovation bio-industrielle, et ce dès les phases amont du processus de conception.

D'un point de vue personnel, ces trois années de thèse ont été enrichissantes en tous points. D'une part j'ai eu l'occasion de rencontrer et d'échanger avec de nombreuses personnes aux profils très variés : des ingénieurs, des designers, des ergonomes mais également des personnes aux carrières diverses : des enseignants-chercheurs académiques, des responsables de R&D industriels ainsi que des consultants en management de l'innovation et des conseils en propriété intellectuelle. Cette richesse de profils a été constructive non seulement pour la réalisation de mes travaux de thèse mais également pour confirmer la direction que je souhaite donner à ma future carrière professionnelle.

Références bibliographiques

- Manuel d'Oslo 2005. *Guidelines for Collecting and Interpreting Innovation Data*, OCDE and Eurostat.
- Adamczyk, S., A. C. Bullinger, K. M. Möslin, 2012. *Innovation Contests: A Review, Classification and Outlook*, Creativity and Innovation Management, Vol. 21 (4), pp. 335-360.
- Adelhelm, S., A. Braun, G. Reger, 2009. *Open Innovation: a useful approach for pharmaceutical SMEs?*, The First International Conference on Strategic Innovation and Future Creation, Malta.
- Ades, C., A. Figlioli, R. Sbragia, G. Porto, G. A. Plonski, K. Celadon, 2013. *Implementing Open Innovation: The Case of Natura, IBM and Siemens*, Journal of Technology Management and Innovation, Vol. 8 (Special Issue ALTEC), pp. 18-25.
- Afuah, A., 2003. *Redefining firm boundaries in the face of the internet: are firms really shrinking?*, Academy of Management Review, Vol. 28 (1), pp. 34-53.
- Agogué, M., E. Berthet, T. Fredberg, P. Le Masson, B. Segrestin, M. Stoetzel, M. Wiener, A. Yström, 2013. *A contingency approach of open innovation intermediaries - the management principles of the "intermediary of the unknown"*, Proceedings of the 13th Annual Conference of the European Academy of Management, EURAM 2013 (online),
- Agogué, M., A. Yström, P. Le Masson, 2013. *Rethinking the role of intermediaries as an architect of collective exploration and creation of knowledge in open innovation*, International Journal of Innovation Management, Vol. 17 (2), pp. 1-24.
- Aguzzi, C., P. Cerezo, C. Viseras, C. Caramella, 2007. *Use of clays as drug delivery systems: Possibilities and limitations*, Applied Clay Science, Vol. 36 (1-3), pp. 22-36.
- Alencar, J. M., F. J. V. E. Oliveira, C. Airoidi, E. C. Silva Filho, 2014. *Organophilic nickel phyllosilicate for reactive blue dye removal*, Chemical Engineering Journal, Vol. 236 pp. 332-340.
- Ammar, A. A., 2010. *Adaptation et mise en place d'un processus d'innovation et de conception au sein d'une PME. TREFLE*. Bordeaux, Arts et Métiers ParisTech. Thèse de doctorat.
- Aoussat, A., 1990. *La pertinence en innovation : nécessité d'une approche plurielle. LCPI*. Paris, ENSAM. Thèse de doctorat.
- Arora, A., A. Gambardella, 2010. *Ideas for rent: an overview of markets for technology*, Industrial and Corporate Change, Vol. 19 (3), pp. 775-803.
- Arrow, K. J., 1971. *Essays in the theory of risk-bearing*, North-Holland Publishing Company Amsterdam, London,
- Badshah, S., C. Airoidi, 2011. *Layered organoclay with talc-like structure as agent for thermodynamics of cations sorption at the solid/liquid interface*, Chemical Engineering Journal, Vol. 166 (1), pp. 420-427.
- Badshah, S., C. Airoidi, 2013. *Layered inorganic-organic hybrid with talc-like structure for cation removal at the solid/liquid interface*, Thermochimica Acta, Vol. 552 pp. 28-36.
- Bahemia, H., B. Squire, 2010. *A contingent perspective of Open Innovation in new product development projects*, International Journal of Innovation Management, Vol. 14 (04), pp. 603-627.
- Baker, S., R. Begum, P. Zalupski, M. Durham, A. Fitch, 2004. *Polyethylene glycol penetration into clay films: real time experiments*, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 238 (1-3), pp. 141-149.
- Bakici, T., E. Almirall, J. D. Wareham, 2012. *The Underlying Mechanisms of Online Open Innovation Intermediaries*, ESADE Business School Research Vol. 237 (1), pp.
- Battistella, C., F. Nonino, 2013. *Exploring the impact of motivations on the attraction of innovation roles in open innovation web-based platforms*, Production Planning & Control, Vol. 24 (2-3), pp. 226-245.

- Bessant, J., H. Rush, 1995. *Building bridges for innovation: the role of consultants in technology transfer*, Research Policy, Vol. 24 (1), pp. 97-114.
- Beuzekom, B. v., A. Arundel, 2009. *OECD Biotechnology Statistics 2009*.
- Beylat, J.-L., Tambourin, P., 2013. *L'innovation Un enjeu majeur pour la France - Dynamiser la croissance des entreprises innovante*. Ministère du Redressement Productif - Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche.
- Bharathwaj, R., U. Natarajan, R. Dhamodharan, 2010. *Synthesis of poly (benzyl methacrylate)/Mg-phyllsilicate nanocomposites by surface-initiated ambient temperature ATRP*, Applied Clay Science, Vol. 48 (3), pp. 300-306.
- Bhattacharyya, K. G., S. S. Gupta, 2008. *Adsorption of a few heavy metals on natural and modified kaolinite and montmorillonite: A review*, Advances in Colloid and Interface Science, Vol. 140 (2), pp. 114-131.
- Bianchi, M., A. Cavaliere, D. Chiaroni, F. Frattini, V. Chiesa, 2011. *Organisational modes for Open Innovation in the bio-pharmaceutical industry: An exploratory analysis*, Technovation, Vol. 31 (1), pp. 22-33.
- Bigliardi, B., F. Galati, 2012. *Models of adoption of open innovation within the food industry*, Trends in Food Science & Technology, Vol. 30 (1), pp. 16-26.
- Bilgram, V., M. Bartl, S. Biel, 2011. *Getting Closer to the Consumer – How Nivea Co-Creates New Products*, Marketing Review St. Gallen, Vol. 28 (1), pp. 34-40.
- Bleam, W. F., R. Hoffmann, 1988. *Isomorphous substitution in phyllosilicates as an electronegativity perturbation: Its effect on bonding and charge distribution*, Inorganic Chemistry, Vol. 27 (18), pp. 3180-3186.
- Boly, V., 2004. *Ingénierie de L'innovation: Organisation et Méthodologies des Entreprises Innovantes*, Hermès Science Publications, Paris.
- Boly, V., J. Renaud, C. Lopez-Monsalvo, C. Guidat, 1998. *L'incertitude dans le contexte des projets innovants en PME : définition, limite de la gestion de projets, première approche méthodologique. Congrès International Francophone sur la PME*. Metz (France) Disponible en ligne : <http://www.airepme.org/images/File/1998/Borelogu.pdf>.
- Bolzinger, M.-A., S. Briançon, Y. Chevalier, 2011. *Nanoparticles through the skin: managing conflicting results of inorganic and organic particles in cosmetics and pharmaceuticals*, Wiley Interdisciplinary Reviews: Nanomedicine and Nanobiotechnology, Vol. 3 (5), pp. 463-478.
- Booz-Allen, Hamilton, 1982. *New Product Management for the 1980s*, Booz-Allen & Hamilton Inc., New-York.
- Booz, Allen, Hamilton, 1968. *Management of new products*, New-York, NY.
- Brodschii, M.-A., 2011. *Cleantech, open innovation*, Le journal de l'école de Paris du management, Vol. 89 (3), pp. 15-21.
- Broun, G., G. Danielou, 1981. *Bioindustrie : de la tradition artisanale à la pratique industrielle*, Revue d'économie industrielle, Vol. pp. 14-29.
- Brown, J. R., G. Martinsson, B. C. Petersen, 2012. *Do financing constraints matter for R&D?*, European Economic Review, Vol. 56 (8), pp. 1512-1529.
- Buijs, J. A., 1987. *Innovation can be taught*, Research Policy, Vol. 16 (6), pp. 303-314.
- Burcharth, A. L. d. A., M. P. Knudsen, H. A. Sondergaard, 2014. *Neither invented nor shared here: The impact and management of attitudes for the adoption of open innovation practices*, Technovation, Vol. 34 (3), pp. 149-161.
- Burkett, S. L., A. Press, S. Mann, 1997. *Synthesis, Characterization, and Reactivity of Layered Inorganic-Organic Nanocomposites Based on 2:1 Trioctahedral Phyllosilicates*, Chemistry of Materials, Vol. 9 (5), pp. 1071-1073.

- Caloghirou, Y., I. Kastelli, A. Tsakanikas, 2004. *Internal capabilities and external knowledge sources: complements or substitutes for innovative performance?*, Technovation, Vol. 24 (1), pp. 29-39.
- Cannon, A. S., J. C. Warner, L. Karl, 2009. *Chapter 1 - Green Chemistry: Foundations in Cosmetic Sciences*, Global Regulatory Issues for the Cosmetics Industry, pp. 1-16.
- Cantisani, A., 2006. *Technological innovation processes revisited*, Technovation, Vol. 26 (11), pp. 1294-1301.
- Carrado, K. A., L. Xu, R. Csencsits, J. V. Muntean, 2001. *Use of Organo- and Alkoxysilanes in the Synthesis of Grafted and Pristine Clays*, Chemistry of Materials, Vol. 13 (10), pp. 3766-3773.
- Carretero, M. I., 2002. *Clay minerals and their beneficial effects upon human health. A review*, Applied Clay Science, Vol. 21 (3-4), pp. 155-163.
- Carretero, M. I., M. Pozo, 2009. *Clay and non-clay minerals in the pharmaceutical industry: Part I. Excipients and medical applications*, Applied Clay Science, Vol. 46 (1), pp. 73-80.
- Carretero, M. I., M. Pozo, 2010. *Clay and non-clay minerals in the pharmaceutical and cosmetic industries Part II. Active ingredients*, Applied Clay Science, Vol. 47 (3-4), pp. 171-181.
- Chandrasekaran, G., H.-K. Han, G.-J. Kim, H.-J. Shin, 2011. *Antimicrobial activity of delaminated aminopropyl functionalized magnesium phyllosilicates*, Applied Clay Science, Vol. 53 (4), pp. 729-736.
- Chang, Y.-C., H.-T. Chang, H.-R. Chi, M.-H. Chen, L.-L. Deng, 2012. *How do established firms improve radical innovation performance? The organizational capabilities view*, Technovation, Vol. 32 (7-8), pp. 441-451.
- Chastek, T. T., E. L. Que, J. S. Shore, R. J. Lowy Iii, C. Macosko, A. Stein, 2005. *Hexadecyl-functionalized lamellar mesostructured silicates and aluminosilicates designed for polymer-clay nanocomposites. Part I. Clay synthesis and structure*, Polymer, Vol. 46 (12), pp. 4421-4430.
- Chastek, T. T., A. Stein, C. Macosko, 2005. *Hexadecyl-functionalized lamellar mesostructured silicates and aluminosilicates designed for polymer-clay nanocomposites. Part II: Dispersion in organic solvents and in polystyrene*, Polymer, Vol. 46 (12), pp. 4431-4439.
- Chesbrough, H., 2006. *Open business models: How to thrive in the new innovation landscape*, Harvard Business Press,
- Chesbrough, H., 2012. *GE's ecomagination challenge: an experiment in open innovation*, California management review, Vol. 54 (3), pp. 140-154.
- Chesbrough, H. W., 2003. *The Era of Open Innovation*, Sloan Management Review, Vol. 44 (3), pp. 35-41.
- Chesbrough, H. W., 2003. *Open innovation: the new imperative for creating and profiting from technology*, Harvard Business School Press, Boston.
- Chesbrough, H. W., A. K. Crowther, 2006. *Beyond high tech: early adopters of open innovation in other industries*, R&D Management, Vol. 36 (3), pp. 229-236.
- Chesbrough, H. W., W. Vanhaverbeke, J. West, 2006. *Open innovation: researching a new paradigm*, Oxford University Press, Oxford.
- Chiaroni, D., V. Chiesa, 2006. *Forms of creation of industrial clusters in biotechnology*, Technovation, Vol. 26 (9), pp. 1064-1076.
- Chiaroni, D., V. Chiesa, F. Frattini, 2011. *The Open Innovation Journey: How firms dynamically implement the emerging innovation management paradigm*, Technovation, Vol. 31 (1), pp. 34-43.

- Choi, H.-A., Y.-C. Lee, J.-Y. Lee, H.-J. Shin, H.-K. Han, G.-J. Kim, 2013. *A simple bacterial transformation method using magnesium- and calcium-aminoclays*, Journal of Microbiological Methods, Vol. 95 (2), pp. 97-101.
- Choi, M.-H., Y. Hwang, H. U. Lee, B. Kim, G.-W. Lee, Y.-K. Oh, H. R. Andersen, Y.-C. Lee, Y. S. Huh, 2014. *Aquatic ecotoxicity effect of engineered aminoclay nanoparticles*, Ecotoxicology and Environmental Safety, Vol. 102 pp. 34-41.
- Choy, J.-H., S.-J. Choi, J.-M. Oh, T. Park, 2007. *Clay minerals and layered double hydroxides for novel biological applications*, Applied Clay Science, Vol. 36 (1-3), pp. 122-132.
- Christiansen, J. K., M. Gasparin, C. J. Varners, 2013. *Improving design with Open Innovation: a flexible management technology*, Research-Technology Management, Vol. 56 (2), pp. 36-44.
- Cohen, W. M., D. A. Levinthal, 1990. *Absorptive capacity: a new perspective on learning and innovation*, Administrative science quaterly, Vol. 35 (1), pp.
- Coombs, J. E., R. Mudambi, D. L. Deeds, 2006. *An examination of the investments in U.S. biotechnology firms by foreign and domestic corporate partners*, Journal of Business Venturing, Vol. 21 (4), pp. 405-428.
- Cooper, F., K. Rivlin, C. I. Betton, 2007. *REACH: An Example of the New Paradigm in Global Product Regulation*, Global Regulatory Issues for the Cosmetics Industry, pp. 49-54.
- Costa, A. I. A., W. M. F. Jongen, 2006. *New insights into consumer-led food product development*, Trends in food science and technology, Vol. 17 (8), pp. 457-465.
- da Fonseca, M. G., C. Airoidi, 2000. *New layered inorganic-organic nanocomposites containing n-propylmercapto copper phyllosilicates*, Journal of Materials Chemistry, Vol. 10 (6), pp. 1457-1463.
- da Fonseca, M. G., E. C. da Silva Filho, R. S. A. Machado Junior, L. N. H. Arakaki, J. G. P. Espinola, C. Airoidi, 2004. *Zinc phyllosilicates containing amino pendant groups*, Journal of Solid State Chemistry, Vol. 177 (7), pp. 2316-2322.
- da Fonseca, M. G., C. R. Silva, C. Airoidi, 1999. *Aminated Phyllosilicates Synthesized via a Sol-Gel Process*, Langmuir, Vol. 15 (15), pp. 5048-5055.
- de Paiva, L. B., A. R. Morales, F. R. Valenzuela Diaz, 2008. *Organoclays: Properties, preparation and applications*, Applied Clay Science, Vol. 42 (1-2), pp. 8-24.
- Dey, R. K., A. S. Oliveira, T. Patnaik, V. K. Singh, D. Tiwary, C. Airoidi, 2009. *Grafting of organosilane derived from 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane and thiourea onto magnesium phyllosilicate by sol-gel process and investigation of metal adsorption properties*, Journal of Solid State Chemistry, Vol. 182 (8), pp. 2010-2017.
- Dey, R. K., T. Patnaik, V. K. Singh, S. K. Swain, M. A. de Melo Jr, C. Airoidi, 2010. *Al-centered functionalized inorganic-organic hybrid sorbent containing N and S donor atoms for effective removal of cadmium*, Solid State Sciences, Vol. 12 (4), pp. 440-447.
- Dodgson, M., D. Gann, A. Salter, 2006. *The role of technology in the shift towards open innovation: the case of Procter & Gamble*, R&D Management, Vol. 36 (3), pp. 333-346.
- Drelich, A., F. Gomez, D. Clausse, I. Pezron, 2010. *Evolution of water-in-oil emulsions stabilized with solid particles: Influence of added emulsifier*, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 365 (1-3), pp. 171-177.
- Dumas, A., F. Martin, E. Ferrage, P. Micoud, C. Le Roux, S. Petit, 2013. *Synthetic talc advances: Coming closer to nature, added value, and industrial requirements*, Applied Clay Science, Vol. 85 pp. 8-18.
- Duval, M., 2011. *Ten Effective Ways to Implement an Open and Collaborative Innovation Strategy*. XXII ISPIM Conference. Hamburg, Germany.

- Eilstein, J., E. Arbey, F. Canivet, J.-R. Meunier, J. Leclaire, D. Duché, 2008. *Characterisation of oxidative deaminase activity in the reconstructed human epidermis Episkin*, Toxicology Letters, Vol. 180, Supplement pp. 90.
- Enkel, E., O. Gassmann, H. Chesbrough, 2009. *Open R&D and open innovation: exploring the phenomenon*, R&D Management, Vol. 39 (4), pp. 311-316.
- Enkel, E., S. Heil, 2014. *Applying Cross-Industry Networks in the Early Innovation Phase*, Management of the Fuzzy Front End of Innovation, pp. 109-124.
- Errais, E., 2011. *Réactivité de surface d'argiles naturelles Etude de l'adsorption de colorants anioniques*, Université de Strasbourg. Thèse de Doctorat.
- Etzkowitz, H., L. Leydesdorff, 2000. *The dynamics of innovation: from National Systems and "Mode 2" to a Triple Helix of university-industry-government relations*, Research Policy, Vol. 29 (2), pp. 109-123.
- Ferro, A. F. P., 2009. *Open Innovation in a Cosmetic Firm : Developing Capabilities in Managing Communities*. Séminaire Laboratoire GAEL2009. Grenoble.
- Finkle, P., H. D. Draper, J. H. Hildebrand, 1923. *The theory of emulsification*, Journal of the American Chemical Society, Vol. 45 (12), pp. 2780-2788.
- Fleming, L., O. Sorenson, 2004. *Science as a map in technological search*, Strat. Mgmt. J., Vol. 25 pp. 909-928.
- Frelichowska, J., M.-A. Bolzinger, J. Pelletier, J.-P. Valour, Y. Chevalier, 2009. *Topical delivery of lipophilic drugs from o/w Pickering emulsions*, International Journal of Pharmaceutics, Vol. 371 (1-2), pp. 56-63.
- Frelichowska, J., M.-A. Bolzinger, J.-P. Valour, H. Mouaziz, J. Pelletier, Y. Chevalier, 2009. *Pickering w/o emulsions: Drug release and topical delivery*, International Journal of Pharmaceutics, Vol. 368 (1-2), pp. 7-15.
- Fruijtier-Pölloth, C., 2005. *Safety assessment on polyethylene glycols (PEGs) and their derivatives as used in cosmetic products*, Toxicology, Vol. 214 (1-2), pp. 1-38.
- Fukushima, Y., M. Tani, 1995. *An organic/inorganic hybrid layered polymer: methacrylate-magnesium(nickel) phyllosilicate*, Journal of the Chemical Society, Chemical Communications, Vol. (2), pp. 241-242.
- Fukushima, Y., M. Tani, 1996. *Synthesis of 2:1 Type 3-(Methacryloxy)propyl Magnesium (Nickel) Phyllosilicate*, Bull. Chem. Soc. Jpn., Vol. 69 pp. 3667-3671.
- Gailhanou, H., 2005. *Détermination expérimentale des propriétés thermodynamiques et étude des nanostructure de minéraux argileux*, Université Paul Cezanne Aix-Marseille III. Thèse de Doctorat.
- Galan, E., 1996. *Properties and applications of palygorskite-sepiolite clays*, Clay Minerals, Vol. 31 pp. 443-453.
- Gallego, J.-C., M. Jaber, J. Miehe-Brendle, C. Marichal, 2008. *Synthesis of new lamellar inorganic-organic talc-like hybrids*, New Journal of Chemistry, Vol. 32 (3), pp. 407-412.
- Gassmann, O., E. Enkel, 2004. *Towards a Theory of Open Innovation: Three Core Process Archetypes*, R&D Management Conference, Lisbon, Portugal.
- Gassmann, O., E. Enkel, H. Chesbrough, 2010. *The future of open innovation*, R&D Management, Vol. 40 (3), pp. 213-221.
- Gaynor, H., 1996. *The innovation of agrochemicals: regulation and patent protection*, Research Policy, Vol. 25 (3), pp. 379-395.
- Gibert, P., 1980. *Le contrôle de gestion dans les organisations publiques*, Collection Management Public, Paris.
- Giget, M., 1994. *L'innovation dans l'entreprise*, Techniques de l'ingénieur a4010.
- Giget, M., 1997. *Technology, innovation and strategy: recent developments*, International Journal of Technology Management, Vol. 14 (6), pp. 613-634.

- Griliches, Z., 1998. *Patent statistics as economic indicators: a survey*, R&D and productivity: the econometric evidence, University of Chicago Press,
- Guggenheim, S., R. T. Martin, 1995. *Definition of clay and clay mineral: joint report of the AIPEA nomenclature and CMS nomenclature committees*, Clays and clay minerals, Vol. 43 (2), pp. 255-256.
- Guillot, M., M. Richard-Plouet, S. Vilminot, 2002. *Structural characterisations of a lamellar organic-inorganic nickel silicate obtained by hydrothermal synthesis from nickel acetate and (aminopropyl)triethoxysilane*, Journal of Materials Chemistry, Vol. 12 (4), pp. 851-857.
- Guillot, S., F. Bergaya, C. de Azevedo, F. Warmont, J.-F. Tranchant, 2009. *Internally structured pickering emulsions stabilized by clay mineral particles*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 333 (2), pp. 563-569.
- Gupta, H., S. Kumar, S. K. Roy, R. S. Gaud, 2010. *Patent protection strategies*, Journal of Pharmacy and Bioallied Sciences, Vol. 2 (1), pp. 2.
- Hair, J. F., W. C. Black, B. J. Babin, R. E. Anderson, 2010. *Multivariate Data Analysis: A Global Perspective (7th ed.)*, Pearson Education, London.
- Han, H.-K., Y.-C. Lee, M.-Y. Lee, A. J. Patil, H.-J. Shin, 2011. *Magnesium and Calcium Organophyllosilicates: Synthesis and In vitro Cytotoxicity Study*, ACS Applied Materials & Interfaces, Vol. 3 (7), pp. 2564-2572.
- Hargadon, A., R. I. Sutton, 1997. *Technology brokering and innovation in a product development firm*, Administrative science quarterly, Vol. 42 (4), pp. 716-749.
- He, H., J. Duchet, J. Galy, J.-F. Gérard, 2006. *Influence of cationic surfactant removal on the thermal stability of organoclays*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 295 (1), pp. 202-208.
- He, H., J. Duchet, J. Galy, J.-F. o. Gerard, 2005. *Grafting of swelling clay materials with 3-aminopropyltriethoxysilane*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 288 (1), pp. 171-176.
- Hoffman, K., 1998. *Small firms, R&D, technology and innovation in the UK: a literature review*, Technovation, Vol. 18 (1), pp. 39-55.
- Holmström, S. C., A. J. Patil, M. Butler, S. Mann, 2007. *Influence of polymer co-intercalation on guest release from aminopropyl-functionalized magnesium phyllosilicate mesolamellar nanocomposites*, Journal of Materials Chemistry, Vol. 17 (37), pp. 3894-3900.
- Hong, Y.-S., S.-J. Kim, 1997. *A Layered Phyllosilicate Compound Containing 1,12-diaza-3,4:9,10-dibenzo-5,8-dioxacyclopentadecane*, Bull. Korean Chem. Soc, Vol. 18 (2), pp. 236-238.
- Hossain, M., 2012. *Performance and Potential of Open Innovation Intermediaries*, Procedia - Social and Behavioral Sciences, Vol. 58 pp. 754-764.
- Howells, J., 2006. *Intermediation and the role of intermediaries in innovation*, Research Policy, Vol. 35 (5), pp. 715-728.
- Hudson, J., 2000. *Generic take-up in the pharmaceutical market following patent expiry: A multi-country study*, International Review of Law and Economics, Vol. 20 (2), pp. 205-221.
- Huizingh, E. K. R. E., 2011. *Open innovation: State of the art and future perspectives*, Technovation, Vol. 31 (1), pp. 2-9.
- Huston, L., N. Sakkab, 2006. *Connect and develop: inside Procter & Gamble's new model for innovation*, Harvard Business Review, Vol. 84 (3), pp. 58-66.
- Ivo, Z., 1999. *How do you mean 'global'? An empirical investigation of innovation networks in the multinational corporation*, Research Policy, Vol. 28 (2-3), pp. 195-213.

- Jaber, M., J. Miéché-Brendlé, L. Delmotte, R. Le Dred, 2003. *New range of Al-Mg organoclays with tailored hydrophobicity: incorporation of fluoride as a local probe to study the octahedral character*, Microporous and Mesoporous Materials, Vol. 65 (2-3), pp. 155-163.
- Jaber, M., J. Miéché-Brendlé, L. Delmotte, R. Le Dred, 2005. *Formation of organoclays by a one step synthesis*, Solid State Sciences, Vol. 7 (5), pp. 610-615.
- Jaber, M., J. Miéché-Brendlé, R. Le Dred, 2002. *Mercaptopropyl Al-Mg phyllosilicate: Synthesis and characterization by XRD, IR, and NMR*, Chemistry Letters, Vol. 9 pp. 954-955.
- Jaber, M., J. Miehé-Brendle, M. Roux, J. Dentzer, R. Le Dred, J.-L. Guth, 2002. *A new Al,Mg-organoclay*, New Journal of Chemistry, Vol. 26 (11), pp. 1597-1600.
- Jaffe, A. B., M. S. Fogarty, B. A. Banks, 1998. *Evidence from patents and patent citations on the impact of NASA and other federal labs on commercial innovation*, The Journal of Industrial Economics, Vol. 46 (2), pp. 183-205.
- Jesic, D., J. Kovacevic, M. Stankovic, 2011. *Web technologies for open innovation*, Proceedings of the 3rd International Web Science Conference,
- Judd, D. B., 2013. *Open innovation and intellectual property: time for a reboot?*, Drug Discovery Today, Vol. 18 (19-20), pp. 907-909.
- Kar, S., 2010. *Open innovation : an answer for neglected diseases*, Future Medicinal Chemistry, Vol. 2 (9), pp. 1411-1415.
- Katz, R., T. J. Allen, 1982. *Investigating the Not Invented Here (NIH) syndrome: A look at the performance, tenure, and communication patterns of 50 R & D Project Groups*, R&D Management, Vol. 12 (1), pp. 7-20.
- Khan, R. S., J. Grigor, R. Winger, A. Win, 2013. *Functional food product development - Opportunities and challenges for food manufacturers*, Trends in Food Science & Technology, Vol. 30 (1), pp. 27-37.
- Khanna, I., 2012. *Drug discovery in pharmaceutical industry: productivity challenges and trends*, Drug Discovery Today, Vol. 17 (19-20), pp. 1088-1102.
- Khvan, S., J. Kim, S.-S. Lee, 2007. *Mechanistic examination of pre-exfoliating confinement of surface-active polystyrene nanobeads within pristine clay*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 306 (1), pp. 22-27.
- Kline, D., 2003. *Sharing the corporate crown jewels*, MIT sloan Management review, Vol. 44 (3), pp. 89-93.
- Kline, S. J., N. Rosenberg, 1986. *An overview of innovation.*, The Positive Sum Strategy: Harnessing Technology for Economic Growth, pp. 275-305.
- Kotsemir, M. N., D. Meissner, 2013. *Conceptualizing the Innovation Process – Trends and Outlook*. Higher School of Economics.
- Lagadic, I. L., 2006. *Schiff base chelate-functionalized organoclays*, Microporous and Mesoporous Materials, Vol. 95 (1-3), pp. 226-233.
- Lagadic, I. L., M. K. Mitchell, B. D. Payne, 2001. *Highly Effective Adsorption of Heavy Metal Ions by a Thiol-Functionalized Magnesium Phyllosilicate Clay*, Environmental Science & Technology, Vol. 35 (5), pp. 984-990.
- Lagaly, G., M. Reese, S. Abend, 1999. *Smectites as colloidal stabilizers of emulsions: I. Preparation and properties of emulsions with smectites and nonionic surfactants*, Applied Clay Science, Vol. 14 (1-3), pp. 83-103.
- Lahonde, N., 2010. *Optimisation du processus de conception : Proposition d'un modèle de sélection de méthodes pour l'aide à la décision*. LCPI. Paris, ENSAM. Thèse de doctorat.
- Lee, J. A., S. Chu, F. S. Willard, K. L. Cox, G. R. J. Sells, R. B. Peery, S. E. Oliver, J. Oler, T. D. Meredith, S. A. Heidler, W. H. Gough, S. Husain, A. D. Palkowitz, C. M. Moxham,

2011. *Open innovation for phenotypic drug discovery: the PD2 assay panel*, J. Biomol. Screening, Vol. 16 (6), pp. 588-602.
- Lee, N., S. Nystén-Haarala, L. Huhtilainen, 2010. *Interfacing Intellectual Property Rights and Open Innovation*. Lappeenranta University of Technology, Department of Industrial Management.
- Lee, Y.-C., Y.-S. Choi, M. Choi, H. Yang, K. Liu, H.-J. Shin, 2013. *Dual-end functionalized magnesium organo-(phyllo)silicates via co-condensation and its antimicrobial activity*, Applied Clay Science, Vol. 83-84 pp. 474-485.
- Lee, Y.-C., E. J. Kim, D. A. Ko, J.-W. Yang, 2011. *Water-soluble organo-building blocks of aminoclay as a soil-flushing agent for heavy metal contaminated soil*, Journal of Hazardous Materials, Vol. 196 pp. 101-108.
- Lee, Y.-C., E. J. Kim, H.-J. Shin, M. Choi, J.-W. Yang, 2012. *Removal of F^- , NO_3^- , and PO_4^{3-} ions from aqueous solution by aminoclays*, Journal of Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 18 (3), pp. 871-875.
- Lee, Y.-C., E. J. Kim, J.-W. Yang, H.-J. Shin, 2011. *Removal of malachite green by adsorption and precipitation using aminopropyl functionalized magnesium phyllosilicate*, Journal of Hazardous Materials, Vol. 192 (1), pp. 62-70.
- Lee, Y.-C., W.-K. Park, J.-W. Yang, 2011. *Removal of anionic metals by amino-organoclay for water treatment*, Journal of Hazardous Materials, Vol. 190 (1-3), pp. 652-658.
- Lefebvre, J.-M., J.-M. Gloaguen, 2007. *Nanocomposites polymères/silicates en feuillets*. Techniques de l'ingénieur Matériaux composites : présentation et renforts, Editions T.I.
- Lhéritier, A.-M., 2013. *Intégration sensorielle et sociétale dans la conception produit. Levier d'innovation dans le secteur des bio-industries*. Ecole doctorale de Grenoble. Habilitation à Diriger des Recherches.
- Lhéritier, A. M., G. Holtzinger, S. Issa, Y. Rahali, Y. Bensouda, 2013. *Method for preparing clays having novel physical-chemical properties*, EP2567940.
- Li, W., L. Yu, G. Liu, J. Tan, S. Liu, D. Sun, 2012. *Oil-in-water emulsions stabilized by Laponite particles modified with short-chain aliphatic amines*, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 400 pp. 44-51.
- Lichtenthaler, U., H. Ernst, 2006. *Attitudes to externally organising knowledge management tasks: a review, reconsideration and extension of the NIH syndrome*, R&D Management, Vol. 36 (4), pp. 367-386.
- Lichtenthaler, U., H. Ernst, 2008. *Innovation Intermediaries: Why Internet Marketplaces for Technology Have Not Yet Met the Expectations*. , Creativity and Innovation Management Vol. 17 (1), pp. 14-25.
- Lichtenthaler, U., M. Hoegl, M. Muethel, 2011. *Is your company ready for open innovation?*, Harvard Business School Press. 53: 45-48.
- Liu, H., M. B. Schmid, 2009. *Maturation of the biotechnology industry changes job opportunities for scientists*, Journal of Commercial Biotechnology, Vol. (15), pp. 199-214.
- Longueville, B., 2003. *Capitalisation des processus de décision dans les projets d'innovation : Application à l'automobile*. Laboratoire Génie Industriel. Paris, Ecole Centrale Paris. Thèse de doctorat.
- López-Galindo, A., C. Viseras, P. Cerezo, 2007. *Compositional, technical and safety specifications of clays to be used as pharmaceutical and cosmetic products*, Applied Clay Science, Vol. 36 (1-3), pp. 51-63.
- Lorentz, R., A.-M. Pensé-Lhéritier, A. Aoussat, 2012. *Implémentation d'un modèle d'innovation ouverte dans le domaine des bio-industries*, Colloque CONFERE, Venise (Italie).

- Lorentz, R., A.-M. Pensé-Lheritier, A. Aoussat, 2013. *Open innovation practices in the bio-industrial sectors*, XXIV ISPIM Conference, Helsinki (Finlande).
- Lorentz, R., A.-M. Pensé-Lheritier, A. Aoussat, 2014. *Innovation intermediation role for the design of new products in the bio-industries*, 13th International Design Conference, Dubrovnik - Cavtat (Croatia).
- Lorentz, R., Y. Rahali, S. Issa, Y. Bensouda, G. Holtzinger, A. Aoussat, A.-M. Lhéritier, 2014. *One-pot synthesis of submicron organosilicate particles for the formulation of Pickering emulsions*, Powder Technology, Vol. 264 pp. 446-457.
- Lowman, M., P. Trott, A. Hoecht, Z. Sellam, 2012. *Innovation risks of outsourcing in pharmaceutical new product development*, Technovation, Vol. 32 (2), pp. 99-109.
- Mann, S., S. L. Burkett, S. A. Davis, C. E. Fowler, N. H. Mendelson, S. D. Sims, D. Walsh, N. T. Whilton, 1997. *Sol-Gel Synthesis of Organized Matter*, Chemistry of Materials, Vol. 9 (11), pp. 2300-2310.
- Mantel, S., G. Rosegger, 1987. *The role of third-parties in the diffusion of innovations: a survey*, Innovation: Adaptation and Growth pp. 123-134.
- Maranzana, N., 2009. *Amélioration de la performance en conception par l'apprentissage en réseau de la conception innovante*. Strasbourg, Université de Strasbourg. Thèse de doctorat.
- Matejka, L., O. Dukh, J. Brus, W. J. Simonsick Jr, B. Meissner, 2000. *Cage-like structure formation during sol-gel polymerization of glycidylxypropyltrimethoxysilane*, Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 270 (1-3), pp. 34-47.
- Mathiesen, K., 2007. *When brands connect: Feedback effects from the alliance between L'Oréal and Nestlé to create Innéov*. NHH. Stockholm, Norwegian School of Economics. Thèse de doctorat.
- McDermott, C. M., G. C. O'Connor, 2002. *Managing radical innovation: an overview of emergent strategy issues*, Journal of Product Innovation Management, Vol. 19 (6), pp. 424-438.
- Mehrwald, H., 1999. *Das 'Not Invented Here'-syndrom in Forschung und Entwicklung*, Deutscher Universitaetsverlag, Wiesbaden.
- Melo Jr, M. A., F. J. V. E. Oliveira, C. Airoidi, 2008. *Novel talc-like nickel phyllosilicates functionalized with ethanolamine and diethanolamine*, Applied Clay Science, Vol. 42 (1-2), pp. 130-136.
- Meyer-Krahmer, F., U. Schmoch, 1998. *Science-based technologies: university-industry interactions in four fields*, Research Policy, Vol. 27 (8), pp. 835-851.
- Minet, J., 2003. *Synthèse et caractérisation de silicates de calcium hydratés hybrides*. Orsay, Université de Paris XI. Thèse de doctorat.
- Minet, J., S. Abramson, B. Bresson, C. Sanchez, V. Montouillout, N. Lequeux, 2004. *New Layered Calcium Organosilicate Hybrids with Covalently Linked Organic Functionalities*, Chemistry of Materials, Vol. 16 (20), pp. 3955-3962.
- Montes-H, G., J. Duplay, L. Martinez, Y. Geraud, B. Rousset-Tournier, 2003. *Influence of interlayer cations on the water sorption and swelling-shrinkage of MX80 bentonite*, Applied Clay Science, Vol. 23 (5-6), pp. 309-321.
- Morgan, J., R. Wang, 2010. *Tournaments for ideas*, California Management Review, Vol. 52 (2), pp. 77.
- Mortara, L., T. Minshall, 2011. *How do large multinational companies implement open innovation?*, Technovation, Vol. 31 (10-11), pp. 586-597.
- Moscofian, A. S. O., C. Airoidi, 2008. *Synthesized layered inorganic-organic magnesium organosilicate containing a disulfide moiety as a promising sorbent for cations removal*, Journal of Hazardous Materials, Vol. 160 (1), pp. 63-69.

- Moscofian, A. S. O., C. Pires, A. P. Vieira, C. Airoidi, 2012. *Organofunctionalized magnesium phyllosilicates as mono- or bifunctional entities for industrial dyes removal*, RSC Advances, Vol. 2 (8), pp. 3502-3511.
- Moscofian, A. S. O., C. R. Silva, C. Airoidi, 2008. *Stability of layered aluminum and magnesium organosilicates*, Microporous and Mesoporous Materials, Vol. 107 (1-2), pp. 113-120.
- Muller, A., N. Hutchins, M. C. Pinto, 2012. *Applying open innovation where your company needs it most*, Strategy & Leadership, Vol. 40 (2), pp. 35-42.
- Murray, H. H., 2000. *Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview*, Applied Clay Science, Vol. 17 (5-6), pp. 207-221.
- Nadeau, J.-P., J. Pailhes, P. Olivares, 2004. *MAL'IN Logiciel de conduite d'études, Méthodes d'Aide à L'Innovation*, pp.
- Nakanishi, T., H. Takada, H. Iida, M. Kajiura, T. Osaka, 2008. *Immobilization of gold nanoparticles on optical waveguides with organosilane monolayer*, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, Vol. 313-314 (0), pp. 234-238.
- Narayana, M. G. P. L., 2005. *A framework approach to measure innovation maturity*, Proceedings IEEE International Engineering Management Conference,
- Natalicchio, A., A. Messeni Petruzzelli, A. C. Garavelli, 2014. *A literature review on markets for ideas: Emerging characteristics and unanswered questions*, Technovation, Vol. 34 (2), pp. 65-76.
- Nell, P. S. V., U. Lichtenthaler, 2011. *The role of innovation intermediaries in the markets for technology*, International Journal of Technology Intelligence and Planning, Vol. 7 (2), pp. 128-139.
- Nobelius, D., 2004. *Towards the sixth generation of R&D management*, International Journal of Project Management, Vol. 22 (5), pp. 369-375.
- Nohynek, G. J., E. Antignac, T. Re, H. Toutain, 2010. *Safety assessment of personal care products/cosmetics and their ingredients*, Toxicology and Applied Pharmacology, Vol. 243 (2), pp. 239-259.
- OCDE, 2005. *Cadre pour les statistiques de biotechnologie*.
- Oenbrink, G., 2014. *Evonik Industries: Managing Open Innovation*, Management of the Fuzzy Front End of Innovation, pp. 227-231.
- Parikh, A. N., M. A. Schivley, E. Koo, K. Seshadri, D. Aurentz, K. Mueller, D. L. Allara, 1997. *n-Alkylsiloxanes: From Single Monolayers to Layered Crystals. The Formation of Crystalline Polymers from the Hydrolysis of n-Octadecyltrichlorosilane*, J. Am. Chem. Soc., Vol. 119 (13), pp. 3135-3143.
- Pasquardini, L., L. Lunelli, C. Potrich, L. Marocchi, S. Fiorilli, D. Vozzi, L. Vanzetti, P. Gasparini, M. Anderle, C. Pederzoli, 2011. *Organo-silane coated substrates for DNA purification*, Applied Surface Science, Vol. 257 (24), pp. 10821-10827.
- Patil, A. J., S. Mann, 2008. *Self-assembly of bio-inorganic nanohybrids using organoclay building blocks*, Journal of Material Chemistry, Vol. 18 (39), pp. 4605-4615.
- Patil, A. J., E. Muthusamy, S. Mann, 2004. *Synthesis and Self-Assembly of Organoclay-Wrapped Biomolecules*, Angewandte Chemie International Edition, Vol. 43 (37), pp. 4928-4933.
- Pensé, F., A. Potey, R. Lorentz, A.-M. Pensé-Lheritier, 2014. *Application du modèle d'innovation ouverte dans le domaine des bio-industries*, Colloque CONFERE, Sibenik (Croatie).
- Perkmann, M., K. Walsh, 2007. *University-industry relationships and open innovation: Towards a research agenda*, International Journal of Management Reviews, Vol. 9 (4), pp. 259-280.

- Pickering, S. U., 1907. *CXCVI.-Emulsions*, Journal of the Chemical Society, Transactions, Vol. 91 pp. 2001-2021.
- Pisano, G., 2006. *Profiting from innovation and the intellectual property revolution*, Research Policy, Vol. 35 (8), pp. 1122-1130.
- Pope, E. J. A., J. D. Mackenzie, 1986. *Sol-gel processing of silica: II. The role of the catalyst*, Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 87 (1-2), pp. 185-198.
- Prasad, M. S., K. J. Reid, H. H. Murray, 1991. *Kaolin: processing, properties and applications*, Applied Clay Science, Vol. 6 (2), pp. 87-119.
- Recasens, M., 2006. *Animal testing alternatives in cosmetics*, SÖFW-Journal, Vol. 132 (9), pp. 53-58.
- Ro, J. C., I. J. Chung, 1989. *Sol-gel kinetics of tetraethylorthosilicate (TEOS) in acid catalyst*, Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 110 (1), pp. 26-32.
- Rochford, L., W. Rudelius, 1992. *How involving more functional areas within a firm affects the new product process*, Journal of Product Innovation Management, Vol. 9 (4), pp. 287-299.
- Rodrigues, L. A. d. S., A. Figueiras, F. Veiga, R. M. de Freitas, L. C. C. Nunes, E. C. da Silva Filho, C. M. da Silva Leite, 2013. *The systems containing clays and clay minerals from modified drug release: A review*, Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, Vol. 103 pp. 642-651.
- Rojas, R., M. C. Palena, A. F. Jimenez-Kairuz, R. H. Manzo, C. E. Giacomelli, 2012. *Modeling drug release from a layered double hydroxide-ibuprofen complex*, Applied Clay Science, Vol. 62-63 pp. 15-20.
- Romon, N., Holtzinger G., Issa S., Pensé-Lhéritier A-M., 2011. *Démarche d'innovation en formulation*. CONFERE'11. Montbéliard.
- Rosnay, J. d., F. Gros, 1979. *Biotechnologies et bio-industrie : document complémentaire au rapport Sciences de la vie et société*, Seuil : Documentation française, Paris :.
- Rotenberg, B., 2007. *Modélisation multi-échelles du comportement de l'eau et des ions dans les argiles*, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI. Thèse de Doctorat.
- Rothwell, R., 1994. *Towards the Fifth-generation Innovation Process*, International Marketing Review, Vol. 11 (1), pp. 7-31.
- Roulet, N., 2006. *Modélisation du processus d'innovation technologique en PME - PMI*. LCPI. Paris, ENSAM. Thèse de doctorat.
- Saives, A.-L., R. Desmarteau, D. Seni, 2005. *Vers un nouveau concept de "bio-industries"?*, Economies et Sociétés, pp. 957-968.
- Sales, J. A. A., G. C. Petrucelli, F. J. V. E. Oliveira, C. Airoidi, 2006. *Some features associated with organosilane groups grafted by the sol-gel process onto synthetic talc-like phyllosilicate*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 297 (1), pp. 95-103.
- Salter, A., D. Gann, 2003. *Sources of ideas for innovation in engineering design*, Research Policy, Vol. 32 (8), pp. 1309-1324.
- Sandmeier, P., N. Jamali, C. Kobe, E. Enkel, O. Gassmann, M. Meier, 2004. *Towards a structured and integrative front-end of product innovation*, Proceedings of the R&D Management Conference (RADMA), Lisbon, Portugal.
- Sankaran, J. K., V. S. Mouly, 2007. *Managing innovation in an emerging sector: the case of marine-based nutraceuticals*, R&D Management, Vol. 37 (4), pp. 329-344.
- Sarkar, J. M., A. Leonowicz, J.-M. Bollag, 1989. *Immobilization of enzymes on clays and soils*, Soil Biology and Biochemistry, Vol. 21 (2), pp. 223-230.
- Sarkar, S., A. I. A. Costa, 2008. *Dynamics of open innovation in the food industry*, Trends in Food Science & Technology, Vol. 19 (11), pp. 574-580.

- Sawhney, M., G. Verona, E. Prandelli, 2005. *Collaborating to create: The Internet as a platform for customer engagement in product innovation*, Journal of Interactive Marketing, Vol. 19 (4), pp. 4-17.
- Schmookler, J., 1966. *Invention and Economic Growth*, Harvard University Press,
- Schumpeter, J. A., 1939. *Business cycles, a theoretical, historical and statistical analysis of the capitalist process*, Edition Mac Graw Hill,
- Scientific-Committee-on-Consumer-Safety, 2014. *Opinion on the safety of aluminium in cosmetic products*. European_Commission. SCCS/1525/14.
- Shang, S.-M., Z. Li, Y. Xing, J. H. Xin, X.-M. Tao, 2010. *Preparation of durable hydrophobic cellulose fabric from water glass and mixed organosilanes*, Applied Surface Science, Vol. 257 (5), pp. 1495-1499.
- Sieg, J. H., M. W. Wallin, G. Von Krogh, 2010. *Managerial challenges in open innovation: a study of innovation intermediation in the chemical industry*, R&D Management, Vol. 40 (3), pp. 281-291.
- Silva, C. R., M. G. Fonseca, J. S. Barone, C. Airoidi, 2002. *Layered Inorganic-Organic Talc-like Nanocomposites*, Chemistry of Materials, Vol. 14 (1), pp. 175-179.
- Silva, P. S. C., S. M. B. Oliveira, L. Farias, D. I. T. Favaro, B. P. Mazzilli, 2011. *Chemical and radiological characterization of clay minerals used in pharmaceuticals and cosmetics*, Applied Clay Science, Vol. 52 (1-2), pp. 145-149.
- Silveira, R., R. Wright, 2010. *Search and the market for ideas*, Journal of Economic Theory, Vol. 145 (4), pp. 1550-1573.
- Slowinski, G., M. W. Sagal, 2010. *Good practices in open innovation*, Industrial Research Institute, Inc. 53: 38-45.
- Sondergaard, H. A., A. L. Burcharth, 2011. *Open innovation practices and implementation barriers: unwillingness to receive and share knowledge*. DRUID Conference. Copenhagen Business School, Denmark.
- Sparks, D. L., 2003. *Ion Exchange Processes*, Environmental Soil Chemistry (Second Edition), pp. 187-205.
- Stadtmueller, L. M., K. R. Ratinac, S. P. Ringer, 2005. *The effects of intragallery polymerization on the structure of PMMA-clay nanocomposites*, Polymer, Vol. 46 (23), pp. 9574-9584.
- Stöber, W., A. Fink, E. Bohn, 1968. *Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 26 (1), pp. 62-69.
- Taglieri, G., C. Mondelli, V. Daniele, E. Pusceddu, A. Trapananti, 2013. *Synthesis and X-Ray Diffraction Analyses of Calcium Hydroxide Nanoparticles in Aqueous Suspension*, Advances in Materials Physics and Chemistry, Vol. 3 (1A), pp. 108-112.
- Talaga, P., 2009. *Open Innovation: share or die*, Drug Discovery Today, Vol. 14 (21-22), pp. 1003-1005.
- Tanayama, T., 2002. *Empirical analysis of processes underlying various technological innovations*, Technical Research Centre of Finland, Helsinki.
- Tapscott, D., A. D. Williams, 2008. *Wikinomics: How mass collaboration changes everything*, Penguin,
- Thonart, P., 2001. *Les bioindustries fertilisent la valorisation*, Biotechnol. Agron. Soc. Environ., Vol. 5 (3), pp. 131-134.
- Thouvenin, E., 2002. *Modélisation des processus de conception de produits et développement de la capacité d'innovation : application au cas des PME-PMI*. LCPI. Paris, ENSAM. Thèse de doctorat.
- Traitler, H., H. J. Watzke, I. S. Saguy, 2011. *Reinventing R&D in an Open Innovation Ecosystem*, Journal of Food Science, Vol. 76 (2), pp. 62-68.

- Tran, N. H., G. R. Dennis, A. S. Milev, G. S. K. Kannangara, P. Williams, M. A. Wilson, R. N. Lamb, 2006. *Dispersion of organically modified clays within n-alcohols*, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 297 (2), pp. 541-545.
- Trela, M., 2013. *Optimisation des performances d'innovation : Une approche combinant inventivité technique et recherche du succès commercial*. LCPI. Paris, Arts et Métiers ParisTech. Thèse de doctorat.
- Trott, P., D. A. P. Hartmann, 2009. *Why 'Open Innovation' is old wine in new bottles*, International Journal of Innovation Management, Vol. 13 (04), pp. 715-736.
- Ukrainczyk, L., R. A. Bellman, A. B. Anderson, 1997. *Template Synthesis and Characterization of Layered Al and Mg Silsesquioxanes*, The Journal of Physical Chemistry B, Vol. 101 (4), pp. 531-539.
- Utterback, J. M., 1971. *The Process of Technological Innovation within the Firm*, The Academy of Management Journal, Vol. 14 (1), pp. 75-88.
- van de Vrande, V., J. P. J. de Jong, W. Vanhaverbeke, M. de Rochemont, 2009. *Open innovation in SMEs: Trends, motives and management challenges*, Technovation, Vol. 29 (6-7), pp. 423-437.
- Varrichio, P., D. Diogenes, A. Jorge, L. Garnica, 2012. *Collaborative Networks and Sustainable Business: A Case Study in the Brazilian System of Innovation*, Procedia - Social and Behavioral Sciences, Vol. 52 pp. 90-99.
- Verona, G., E. Prandelli, M. Sawhney, 2006. *Innovation and Virtual Environments: Towards Virtual Knowledge Brokers*, Organization Studies, Vol. 27 (6), pp. 755-788.
- Viseras, C., C. Aguzzi, P. Cerezo, A. Lopez-Galindo, 2007. *Uses of clay minerals in semisolid health care and therapeutic products*, Applied Clay Science, Vol. 36 (1-3), pp. 37-50.
- West, J., M. Bogers, 2014. *Leveraging External Sources of Innovation: A Review of Research on Open Innovation*, Journal of Product Innovation Management, Vol. 31 (4), pp. 814-831.
- West, J., A. Salter, W. Vanhaverbeke, H. Chesbrough, 2014. *Open innovation: The next decade*, Research Policy, Vol. 43 (5), pp. 805-811.
- Whilton, N. T., S. L. Burkett, S. Mann, 1998. *Hybrid lamellar nanocomposites based on organically functionalized magnesium phyllosilicate clays with interlayer reactivity*, Journal of Materials Chemistry, Vol. 8 (8), pp. 1927-1932.
- White, R. E., 2005. *Principles and Practice of Soil Science: The Soil as a Natural Resource, 4th Edition*, Wiley-Blackwell,
- Xi, Y., 2006. *Synthesis, characterisation and application of organoclays*, Queensland University of Technology. Thèse de doctorat.
- Yang, L., Choi SK, H.-J. Shin, H.-K. Han, 2013. *3-aminopropyl functionalized magnesium phyllosilicate as an organoclay based drug carrier for improving the bioavailability of flurbiprofen*, International Journal of Nanomedicine, Vol. 8 (1), pp. 4147-4155.
- Yehia, A. A., A. M. Akelah, A. Rehab, S. H. El-Sabbagh, D. E. El Nashar, A. A. Koriem, 2012. *Evaluation of clay hybrid nanocomposites of different chain length as reinforcing agent for natural and synthetic rubbers*, Materials & Design, Vol. 33 pp. 11-19.
- Yeo, S., T. Kwon, C. Choi, H. Park, J. W. Hyun, D. Jung, 2006. *The patterned hydrophilic surfaces of glass slides to be applicable for the construction of protein chips*, Current Applied Physics, Vol. 6 (2), pp. 267-270.
- Zazenski, R., W. H. Ashton, D. Briggs, M. Chudkowski, J. W. Kelse, L. Maceachern, E. F. McCarthy, M. A. Nordhauser, M. T. Roddy, N. M. Teetsel, A. B. Wells, S. D. Gettings, 1995. *Talc: Occurrence, Characterization, and Consumer Applications*, Regulatory Toxicology and Pharmacology, Vol. 21 (2), pp. 218-229.
- Ziegler, N., O. Gassmann, S. Friesike, 2014. *Why do firms give away their patents for free?*, World Patent Information, Vol. 37 pp. 19-25.

Table des illustrations

Liste des figures

Figure 1 : Structuration du mémoire de thèse	9
Figure 2 : Complexité du soutien à l'innovation (adapté de Thouvenin 2002)	10
Figure 3 : Le processus de conception de produit	11
Figure 4 : Représentation graphique des activités de recherche du LCPI	12
Figure 5 : Grandes étapes de la méthode de conception globale (adapté de Aoussat 1990)	12
Figure 6 : Positionnement de la thématique de recherche au sein du LCPI	14
Figure 7: Les Pôles et la roue de l'innovation du laboratoire EBInnov®	16
Figure 8 : Des biosciences aux bio-industries.....	18
Figure 9 : Blockbusters présentant un risque générique,	20
Figure 10 : Représentation de la baisse de productivité de la recherche pharmaceutique (source : IMS Health).....	20
Figure 11 : Cycle du développement d'un médicament, extrait de Liu et al. [2009].....	21
Figure 12 : Grandes phases du projet EBISilc®	23
Figure 13 : Modèle linéaire de Booz et al. [1968] cité par Roulet [2006].....	27
Figure 14 : Le modèle science-push ou techno-push	27
Figure 15 : Le modèle demand-pull	28
Figure 16 : Modèle d'innovation proposé par Rochford et Rudelius [1992]	28
Figure 17 : Les trois grandes étapes des processus d'innovation linéaires	29
Figure 18 : Le modèle de liaison en chaîne de Kline et Rosenberg [Kline et al. 1986]	30
Figure 19 : Lien entre processus de conception et processus d'innovation, extrait de Ammar [2010].....	31
Figure 20 : Méthode globale de conception [Aoussat 1990]	32
Figure 21 : Le diamant de l'innovation totale, proposé par Giget [1994].....	33
Figure 22 : Modèle géométrique du processus d'innovation, extrait de Cantisani [2006].	33
Figure 23 : Le modèle de l'innovation ouverte [Chesbrough et al. 2006]	36
Figure 24 : Evolution du nombre de publications en lien avec l'Open Innovation (source Scopus Septembre 2014)	37
Figure 25 : Les différents flux de l'innovation ouverte, extrait de [Gassmann et al. 2004].	38
Figure 26 : Répartition des études réalisées en fonction du flux de l'Open Innovation considéré	39
Figure 27 : Représentation des freins à l'innovation ouverte (extrait de marketoonist.com) ...	41
Figure 28 : Modalités d'adoption de l'innovation ouverte dans le secteur pharmaceutique,	45
Figure 29 : Modèle d'innovation ouverte adopté par l'agro-alimentaire, extrait de [Bigliardi et al. 2012]	47
Figure 30 : Intermediation pour la résolution de problèmes, extrait d'Agogué et al. [2013] ...	49
Figure 31 : Intermediation pour le transfert de technologie, extrait d'Agogué et al. [2013]....	49
Figure 32 : Segmentation des différents types de plateforme d'innovation ouverte	52
Figure 33 : Cartographie des plateformes d'innovation ouverte, extraite de [Battistella et al. 2013].....	52
Figure 34 : Représentation schématique d'une argile de type 2:1 ou T/O/T	59
Figure 35 : Structure général d'un phyllosilicate, extrait de White [2005].....	60

Figure 36 : Conformations adoptées par l'ion alkylammonium dans les organoclays	64
Figure 37 : Fonctionnalisation par intercalation de molécules organiques simples.....	65
Figure 38 : Exemple de fonctionnalisation par greffage covalent	66
Figure 39 : Stratégies de silanisation pour le greffage de biomolécules	66
Figure 40 : Influence du pH sur la vitesse de disparition du monomère (gauche).....	69
Figure 41 : Mécanisme d'hydrolyse par catalyse acide	70
Figure 42 : Mécanisme d'hydrolyse par catalyse basique.....	70
Figure 43 : Mécanisme d'hydrolyse par catalyse nucléophile	70
Figure 44 : Représentation schématique d'organosilicates obtenus par voie sol-gel,	71
Figure 45 : Relation entre l'espace interfeuillet et le nombre d'atomes de la chaîne alkyle, d'après Minet [2003].....	75
Figure 46 : Structure schématique d'organosilicates synthétiques, extrait de Chastek et al. [2005].....	76
Figure 47 : Action d'aminosilicates sur la membrane bactérienne, d'après Chandrasekaran [2011].....	78
Figure 48 : Représentation de la double fonctionnalisation hydrophile / lipophile	81
Figure 49 : Protocole de soumission du questionnaire en ligne.....	87
Figure 50 : Analyse descriptive des répondants.....	88
Figure 51: Nombre d'années d'expérience professionnelle des personnes interrogées	89
Figure 52 : Connaissance de l'innovation ouverte.....	89
Figure 53 : Engagement collectif (gauche) et personnel (droite) dans l'innovation ouverte	90
Figure 54 : Engagement collectif dans l'innovation ouverte selon la taille de l'entreprise.....	90
Figure 55 : Engagement collectif et personnel selon le secteur d'activité	91
Figure 56 : Engagement collectif et personnel selon le département de l'entreprise	92
Figure 57 : Différents moteurs à l'implémentation de pratiques d'innovation ouverte	93
Figure 58 : Différents freins à l'implémentation de pratiques d'innovation ouverte.....	95
Figure 59 : Connaissance et utilisation des plateformes d'innovation ouverte dans les bio-industries	96
Figure 60 : Représentation schématique des objectifs de l'expérimentation #2	100
Figure 61 : Organisation de la deuxième expérimentation	100
Figure 62 : Particules d'organosilicates sous forme sèche (gauche) et en suspension (droite)	101
Figure 63 : Méthodologie (haut) et planning de travail (bas) du cabinet de conseil en innovation	101
Figure 64: Guide d'entretien utilisé lors des interviews téléphoniques	102
Figure 65 : Canevas stratégique réalisé par le cabinet de conseil en innovation	106
Figure 66 : Dispersion géographique de l'offre de technologie via l'approche conventionnelle	108
Figure 67 : Evolution des utilisateurs actifs et des demandes d'information	109
Figure 68 : Dispersion géographique de l'offre de technologie via l'approche en ligne	110
Figure 69 : Triptyque de performance, d'après Gibert [1980]	111
Figure 70 : Silanes utilisés dans le cadre du projet de recherche interne	116
Figure 71 : Distribution granulométrique des organosilicates préparés suivant le plan de mélange.....	117

Figure 72 : Stabilité visuelle d'émulsions préparées avec des particules d'organosilicate.....	118
Figure 73 : Cliché en microscopie optique de l'émulsion eau/phytosqualane (x400)	122
Figure 74 : Cliché en microscopie optique d'une émulsion eau/huile de tournesol (x400) ...	122
Figure 75 : Cliché en microscopie optique d'une émulsion eau/huile de macadamia (x400)	122
Figure 76 : Cliché en microscopie optique d'une émulsion eau/huile d'amande douce (x400)	123
Figure 77 : Distribution granulométrique en volume et en nombre d'organosilicates en suspension.....	127
Figure 78 : Clichés de microscopie électronique à balayage MEB (barre : 1µm à gauche, 100 nm à droite).....	127
Figure 79 : Spectre de DRX des organosilicates synthétisés.....	127
Figure 80 : Clichés de microscopie électronique à transmission MET (barre : 50 nm à gauche et 20 nm à droite).....	128
Figure 81 : Spectre infrarouge d'organosilicates préparés selon le procédé breveté.....	129
Figure 82 : Analyse de gravimétrie d'adsorption de vapeur d'eau (DVS)	130
Figure 83 : Thermogramme obtenu par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	131
Figure 84 : Représentation schématique des objectifs de l'expérimentation #3	135
Figure 85 : Double flux de connaissances des plateformes d'innovation ouverte	136
Figure 86 : Représentation schématique des objectifs de l'expérimentation #3.....	137
Figure 87 : Répartition des demandes de technologie en fonction des plateformes étudiées.	143
Figure 88 : La reconception : dernière étape du processus de conception axé innovation.....	147
Figure 89 : Stratégie de re-conception déployée.....	148
Figure 90: Distributions granulométriques de PEG-silicates calciques	149
Figure 91 : Spectre infrarouge de PEG-silicates calciques.....	149
Figure 92 : Angle de contact avec l'eau de PEG-silicates alumino-calciques (gauche) et calciques (droite).....	150
Figure 93 : Distribution granulométrique en volume et en nombre d'aminosilicates alumino- calciques.....	151
Figure 94 : Spectre infrarouge d'amino-silicates à base d'aluminium et de calcium.....	151
Figure 95 : Angle de contact avec l'eau d'aminosilicates à base de calcium et d'aluminium	152
Figure 96 : Distribution granulométrique en volume et en nombre d'amino-silicates calciques	152
Figure 97: Spectre infrarouge d'amino-silicates calciques.....	153
Figure 98 : Angle de contact avec l'eau d'aminosilicates calciques	153
Figure 99 : Organoalkoxysilanes à chaîne alkyle courte.....	154
Figure 100 : Distributions granulométriques de la taille d'organosilicates à chaînes alkyles courtes.....	155
Figure 101 : Spectres infrarouge des organosilicates à chaînes alkyles courtes.....	155
Figure 102 : Angles de contact avec l'eau d'amino-silicates ayant une chaîne lipophile de taille variable	156
Figure 103 : Emulsion directe réalisée avec des amino-silicates à base d'isobutylsilane	157
Figure 104 : Emulsion stabilisée par des amino-silicates à base d'isobutylsilane et par l'ajout de gomme xanthane	157

Figure 105 : Evaluation des idées par un jury d'experts Beiersdorf (source : Beiersdorf.com)	158
Figure 106 : Comparaison de profils sensoriels	159
Figure 107 : Modèle de conception axé innovation proposé dans le cadre de cette thèse de doctorat	164
Figure 108 : Perspectives de recherche transversale au sein du laboratoire EBInnov®	167

Liste des tableaux

Tableau 1 : Brevets déposés en propre par le laboratoire EBInnov®	17
Tableau 2 : Inventaire des biotechnologies, adapté de VanBeuzekom et Arundel [2009]	18
Tableau 3 : Typologies d'innovation, adapté de [Ammar 2010]	25
Tableau 4 : Matrice de Booz et Allen [Booz-Allen et al. 1982]	26
Tableau 5 : Les cinq générations de modélisation du processus d'innovation, d'après [Rothwell 1994]	35
Tableau 6 : Partenariats public-privé dans le secteur pharmaceutique, adapté de [Khanna 2012]	45
Tableau 7 : Principaux rôles des intermédiaires de l'innovation, adapté de [Agogué et al. 2013]	50
Tableau 8 : Typologie des plateformes d'Open Innovation, adapté de Bakici et al. [2012]	51
Tableau 9 : Classification des argiles naturelles, d'après Gailhanou [2005]	60
Tableau 10 : Activité thérapeutique des phyllosilicates	63
Tableau 11 : Fournisseurs et applications des organoclays, d'après de Paiva et al. [2008]	65
Tableau 12 : Organosilicates synthétisés par voie sol-gel	72
Tableau 13 : Procédés de synthèse d'organosilicates basés sur un mélange de deux organosilanes	79
Tableau 14 : Silanes étudiés dans le cadre du projet EBISilc®	80
Tableau 15 : Analyse statistique des moteurs de l'innovation ouverte	94
Tableau 16 : Domaines applicatifs investigués par l'étude du cabinet de conseil en innovation	104
Tableau 17 : Bilan des entreprises et des professionnels interrogés	107
Tableau 18 : Analyse des interviews dans les quatre secteurs d'activité priorisés	107
Tableau 19 : Contacts obtenus par l'approche en ligne	109
Tableau 20 : Analyse des contacts obtenus par l'approche en ligne	110
Tableau 21 : Avantages et limites des deux approches déployées	113
Tableau 22 : Représentation simplifiée de l'hypothèse de complémentarité entre les deux approches	114
Tableau 23 : Premiers résultats de valorisation et projets de co-développement	115
Tableau 24 : Plan de mélange et résultats de l'analyse granulométrique	117
Tableau 25 : Composition molaire des organosilicates ayant permis la stabilisation d'émulsions E/H	118
Tableau 26 : Huiles utilisées pour l'étude de stabilisation d'émulsions eau-dans-huile	119
Tableau 27 : Variation de la quantité de Montane 80	120

Tableau 28 : Stabilisation d'émulsions eau-dans-vaseline par synergie EBISilc®-333 et Montane 80	120
Tableau 29 : Variation de la quantité d'EBISilc®-333 / Montane 80 fixe	121
Tableau 30 : Composition des émulsions eau-dans-huiles végétales.....	122
Tableau 31 : Formule de démonstration stabilisée par EBISilc®	124
Tableau 32: Premiers résultats de valorisation et projets de co-développement	132
Tableau 33 : Demandes de technologie dans le secteur pharmaceutique	139
Tableau 34 : Demandes de technologie pour l'action anti-transpirante / absorption de sébum	140
Tableau 35 : Demandes de technologies dans le secteur cosmétique	141
Tableau 36 : Demandes de technologies dans le secteur de l'environnement	141
Tableau 37 : Demandes de technologies pour l'action antimicrobienne	142
Tableau 38 : Informations contenues dans les demandes de technologies.....	144
Tableau 39 : Cahier des charges "innovation" dans le secteur des cosmétiques	145
Tableau 40 : Protocole de synthèse modifié pour supprimer le sel d'aluminium	148
Tableau 41 : Protocole de synthèse de substitution du PEG-silane par l' amino-silane	150
Tableau 42 : Protocole de synthèse de suppression du sel d'aluminium et de substitution du PEG-silane	152
Tableau 43 : Protocole de synthèse d' amino-silicates à base de silanes hydrophobes à chaines alkyles courtes.....	154

Annexes

Annexe 1 : Document de communication de l'approche conventionnelle

EBISILC, VOTRE ARGILE À FAÇON



L'Association de l'École de Biologie Industrielle -EBI- est un établissement d'enseignement supérieur et de recherche fondé en 1992. Elle est spécialisée dans les technologies liées à la cosmétique, l'industrie pharmaceutique, l'environnement et l'industrie agroalimentaire.

EBInnov est le laboratoire de l'EBI dédié à l'innovation sur tout le cycle de vie des bioproduits. Agréé CIR, sa mission est la recherche appliquée, l'innovation et le transfert de technologie. **EBInnov** avec ses 20 chercheurs permanents c'est aussi annuellement :



- ◆ 40 partenariats industriels
- ◆ 2 brevets déposés
- ◆ 1 incubation de start up

Yves Rocher, Air Liquide, Veolia, BASF... font déjà confiance à l'**EBInnov**.

EBInnov propose **EBISilc** : un procédé innovant de synthèse à façon **d'argiles personnalisables** (hydrophile, hydrophobe, amphiphile, fonctionnalisation chimique...). Une sélection rigoureuse des précurseurs, vous permettra de fabriquer l'argile répondant à vos attentes fonctionnelles.

EBISilc est aujourd'hui un procédé :

- ◆ **Breveté**
- ◆ **Simple à mettre en œuvre**
- ◆ **Robuste - répété sur plus d'une vingtaine de précurseurs**
- ◆ **Utilisant des ingrédients enregistrés REACH**

EBISilc a déjà permis la conception d'une argile amphiphile capable de générer et stabiliser une émulsion E/H (Photographie 1).

- ◆ Concentration massique en argile <1% (en comparaison avec des bentones 4% et émulsifiants organiques ~2-5%)
- ◆ Stabilisation > 3 mois

Les futurs développements permettront notamment :

- ◆ l'accès à des niveaux d'HLB complètement personnalisables,
- ◆ la création et stabilisation d'émulsion H/E,
- ◆ la fonctionnalisation par groupements réactifs,
- ◆ la synthèse d'argiles colorées,
- ◆ ...



Photographie 1 : Suspension concentrée de particules d'argiles

EBInnov vous propose différents types de partenariats :

- ◆ Partenariat scientifique pour le codéveloppement d'argiles correspondant à vos applications
- ◆ Licence d'utilisation de la technologie
- ◆ Financement de la valorisation d'**EBISilc**

Pour plus d'informations, contacter :



EBInnov ◆ Yoann TIGER ◆ y.tiger@ebi-edu.com ◆ 01 30 75 59 22 ◆ <http://www.ebi-edu.com>
Erdyn ◆ Tsiresy RANAIVONDRAMBOLA ◆ tsiresy.ranaivon@erdyn.fr ◆ 01 44 16 86 09 ◆ <http://www.erdyn.fr>

Annexe 2 : Visuel de l'offre de technologie postée sur innoget.com

Below is a detailed description of this technology offer. Request information from the vendor by pressing the button "contact now"

 O-1082 EBI / France Personalizable Synthetic Clay Particles (Hydrophilic, Lipophilic, Amphiphilic, Chemically Functionalized...) TAGS : <i>amphiphilic, clay particles, clay, emulsions, cosmetics, pharmaceutical, bioindustry, phyllosilicate</i> Organization type : Research groups Type of tech offer : Technologies Current Development Status : Working prototypes Required business relationship : Adaptation of technology to other markets , New technology applications , Technology development , Patent licensing Industry : Pharmaceutical, Healthcare, Environment, Chemical, Biotechnology Domains of Knowledge : Engineering & Technology, Chemistry, Life sciences Posted on: 07/03/2013 Deadline : 02/10/2013 Active users : 630 Tech Offer ID : O-1082	View other tech offers  Why? Because a vendor organization representative will receive your request and contact you  Save as PDF  Add to bookmarks +34 937 55 62 53 Skype ID: innoget info@innoget.com
Detailed description Type of Technology Offer: Technologies Description EBInnov presents EBISilc: an innovative process for synthesizing customizable clay particles (hydrophilic, lipophilic, amphiphilic or chemically functionalized...). Thus, a rigorous selection of precursors will allow you to prepare clay particles answering your industrial expectations. In addition, EBISilc is a patented process, easily implementable, robust (already tested on about twenty precursors) and using REACH registered substances. New and innovative aspects The main benefit of the EBISilc technology is based on the versatility of the precursors used to synthesize polyfunctional clay particles. Current development have led to the preparation of amphiphilic clay particles used for the preparation of Water-in-Oil (W/O) emulsions with 1wt% of EBISilc particles, versus 4wt% of Bentone and 2-5 wt% of organic emulsifier. Further studies according to your industrial expectations could lead to : - the access to customizable HLB levels, - the preparation of stable Oil-in-Water (O/W) emulsions, - the chemical functionalization with reactive groups, - the synthesis of innovative tinted clay particles.	
Specifications EBISilc is an innovative process for synthesizing customizable clay particles (hydrophilic, lipophilic, amphiphilic or chemically functionalized...) with a wide functionalization range, a sub-micron distribution and process enhancements for scale-up objectives. For more detailed informations, including technical specifications, physico-chemical characterization and , please contact us. Main advantages of its use » The first tested application of this technology permitted to prepare stable W/O emulsions with 1 wt% of EBISilc clay particles (versus 4 wt% for Bentones and 2-5 wt% for organic emulsifiers). Moreover, the prepared emulsions have shown a stability higher than 3 months. » The EBISilc technology provides a robust, flexible and scalable process to prepare customizable clay particles with : - a sub-micron distribution - a wide functionalization range, - process enhancements for scale-up objectives. Applications » The first tested application of EBISilc particles consists in the formulation of stable Water-in-Oil (W/O) emulsions for cosmetics and pharmaceutical products. However, this technology is also of interest for many other conceivable applications in the bio-industrial sectors. Intellectual property status This new technology is under patent application. For more precisions about intellectual property status, please contact us. Additional information (attached documents) - Presentation EBI is a private technical further education establishment managed by a non-profit association, the purpose of which is to offer further education courses in industrial biology, whether in the form of initial training or continued vocational training. EBI is state-approved and authorised to teach scholarship students. It awards a Master's engineering degree recognised by the Engineering Qualifications Commission and also offers specialised 1-year postgraduate courses.	View other tech offers  Why? Because a vendor organization representative will receive your request and contact you  Save as PDF  Add to bookmarks +34 937 55 62 53 Skype ID: innoget info@innoget.com

Annexe 3 : Cahiers des charges innovation dans les autres secteurs bio-industriels

Cahier des charges "innovation" dans le secteur pharmaceutique

Technique	Libération contrôlée de l'actif, tout en le protégeant	La solution doit être formulable sous différentes formes (spray, liquide, solide, semi-solide)	Elle doit être efficace dans une gamme de pH allant de 7 à 11	
	Efficace dans une gamme de température allant de 5°C à 80°C		Pénétration rapide de l'actif	Taille inférieure à 100µm
Marketing	Elle doit être facile d'utilisation		Elle doit être biodégradable	
Réglementaire	Elle doit être stable (au moins 4 mois)	En accord avec la réglementation américaine	Non toxique (homme, environnement ou animaux)	Données cliniques de phase II disponibles
Coût	Le coût doit être inférieur à 10% du coût actuel			
Etat de développement	Proche de l'échelle industrielle			
Propriété intellectuelle	Bonne protection de la propriété intellectuelle combinée à une grande liberté d'action			

Cahier des charges "innovation" dans le secteur de l'environnement

Technique	Purifie l'eau	Efficace en conditions acides (pH < 7)	Ne nécessite pas d'énergie	Traite environ 10 litres en 2 minutes	Réduit la turbidité (< 5NTU)
Marketing	Efficace, peu coûteuse et non gourmande en énergie				
Réglementaire	En accord avec la législation concernant le recyclage de l'eau dans le pays visé		Non toxique	Non écotoxique	
Coût	Bon marché				
Etat de développement	Temps de développement inférieur à 12 mois				
Propriété intellectuelle	N.D.				

Cahier des charges "innovation" pour l'application antimicrobienne

Technique	Formulation sous forme liquide (sprayable ou lingette)	Efficace mêmes aux faibles concentrations
Marketing	Facile d'emploi et action rapide	Action visible Pas de couleur, odeur ou goût
Réglementaire	Conforme aux normes d'efficacité antimicrobienne (EN 1040 / EN 12054 / EN 1500 / EN 12791 / EN 14348 / EN 1275 / EN 1650)	
Coût	N.D.	
Etat de développement	Production à l'échelle industrielle	
Propriété intellectuelle	Protection de la Propriété Intellectuelle claire	

Annexe 4 Appel à idée - Beiersdorf innovation pitch

- Title - Please enter the title of your idea (300 characters max.)

Customizable synthetic clay-like particles (hydrophilic, lipophilic, amphiphilic...) for cosmetic applications.

- Objective - Please enter your objective (500 characters max.)

EBISilc® project aims to design innovative polyfunctional particles meeting technical, sensory and environmental specifications of cosmetic companies. The versatility of the synthesis process allows the preparation of a wide range of particles meeting your specific requirements. The first investigated application is the stabilization of emulsions by means of amphiphilic particles, also known as Pickering emulsions. Other applications are investigated to meet our industrial partners' expectations, following an open innovation strategy.

- Short Description - Please enter a SHORT description of the idea / solution, featuring the most important facts (800 characters max.)

Idea

Most of cosmetic products are emulsion based preparations stabilized by surfactants. However, these emulsifiers can show adverse effects such as potential skin-irritancy, especially for sensitive skins. That is why surfactant-free emulsions stabilized by solid particles are showing a growing interest.

Solution

EBInnov laboratory presents EBISilc®, an innovative process for synthesizing customizable clay-like particles: hydrophilic, lipophilic, amphiphilic... Thus, a rigorous selection of precursors will allow you to prepare submicron polyfunctional particles able to stabilize surfactant-free emulsions of both types: either oil-in-water or water-in-oil. By providing an alternative stabilization method, this technology enhances skin care science and answers consumer expectations.

- Uniqueness - Why is your idea innovative? What makes your idea unique? (800 characters max.)

The design of polyfunctional particles is a challenging issue for cosmetic companies. The uniqueness of the patented process lies in the preparation of clay-like particles with adjustable wetting properties. It provides new physico-chemical properties of interest and stretches the limits of classical functionalization strategies. Besides, the eco-friendly process of synthesis and the rigorous selection of precursors respond to cosmetic regulation requirements. Thus, further studies according to Beiersdorf's Brands' expectations could lead to:

- the access to customizable HLB levels,
- the functionalization with active groups,
- the synthesis of innovative colored clay particles etc...

- Consumer Benefit - Please describe the consumer insight behind your idea (800 characters max.)

EBISilc® is a multi-benefit technology which fits the desire of skin care products consumers. EBISilc® makes the formula simpler as an emulsion stabilizer; the ingredients list is shortened. It also reassures the consumers with a better understanding of the benefits related to this trustworthy product.

EBISilc® improves wear comfort thanks to its new mechanism of stabilization. The droplet encapsulation confers innovative sensory properties to EBISilc-stabilized emulsions, even for very simple formulas.

It also reduces the risk of skin irritancy and allergic reaction by decreasing the required amount of emulsifying agent. Thus, your future EBISilc® based formulas will be adapted to any type of skin: from baby's skin to mature skin. Finally, this new stabilization technology maximizes the stability of cosmetic products and extends the consumer benefits.

- Feasibility - Please describe how feasible your idea is regarding pricing, patent situation ... (800 characters max.)

The EBISilc® technology is already a robust, flexible and industrial scalable process. Indeed, the synthesis process was already tested on about twenty mixtures of precursors and takes into consideration green chemistry principles. All chemicals used as precursors are REACH registered, already used in cosmetic products and have an INCI name. Besides, only submicron particles are obtained (absence of nanoparticles).

Several cosmetic applications have already been tested such as the stabilization of Water-in-Oil (W/O) and Oil-in-Water (O/W) emulsions. The cold emulsification process uses only 1.5wt% of EBISilc® particles. Other applications of EBISilc® technology, such as the synthesis of active and/or coloured particles are promising developments.

Finally, this invention is protected by a European patent already filed by the Ecole de Biologie Industrielle ([EBI](#)). Thus, license agreement and technical cooperation (further development, testing of new applications or adaptation to specific needs) can be easily established.

- Fit into Beiersdorf Brands - Please describe why your idea fits into Beiersdorf's Brands (800 characters max.)

Just as Eucerit® was the first water-in-oil emulsifying agent, EBISilc® is an innovative stabilizer of Pickering emulsions of both types (water-in-oil or oil-in-water). Based on an Open Innovation strategy, the development of this new ingredient is tailored to meet the needs and wishes of Beiersdorf's products consumers. Indeed, beyond the innovative sensory properties, the natural shades of EBISilc® particles are white so that NIVEA products will keep their cream's pure white appearance. To reassure the consumers, the use of EBISilc® simplifies the formulas and respects all types of skin: baby's skin to mature skin, from Europe to Asia. This innovative eco-friendly process responds to consumers' changing wishes and reflects the fundamental values that Beiersdorf's group is based on; namely innovation, closeness and sustainability.

FORMALISATION D'UN MODELE DE CONCEPTION ET D'INNOVATION DANS LE DOMAINE DES BIO-INDUSTRIES : CAS DES PARTICULES D'ARGILE

RESUME : Cette thèse de doctorat a été menée dans le cadre d'un partenariat entre le Laboratoire Conception de Produits et Innovation des Arts et Métiers ParisTech et l'Ecole de Biologie Industrielle. Le projet de recherche porteur de nos travaux de thèse vise à accompagner la valorisation de nouvelles particules d'argile ayant fait l'objet d'un dépôt de brevet au sein du laboratoire EBInnov®. Ce nouvel ingrédient polyfonctionnel est destiné à satisfaire de multiples applications dans les secteurs bio-industriels, notamment dans l'industrie pharmaceutique, le secteur des cosmétiques, le phytosanitaire ou encore l'environnement. L'objectif de nos travaux de thèse est d'intégrer les spécifications techniques, sensorielles et réglementaires des entreprises de ces secteurs au sein d'un modèle de conception axé innovation. Pour ce faire, les hypothèses de recherche s'appuient sur l'émergence du paradigme de l'innovation ouverte dans ces secteurs. Nous soutenons que les nouveaux intermédiaires de l'innovation sont performants dans les bio-industries et permettent la prise en compte du potentiel d'innovation dès les phases amont du processus de conception. La validité de ces hypothèses a ensuite été vérifiée en milieu industriel par le biais d'expérimentations en lien direct avec les secteurs d'application de la technologie EBISilc®. Finalement, nous proposons un modèle de conception axé innovation prenant en compte l'évolution des modèles d'innovation dans les bio-industries.

Mots clés : conception de produits, innovation, bio-industries, innovation ouverte, particules d'argile, EBISilc®.

FORMALISATION OF A DESIGN AND INNOVATION MODEL IN THE FIELD OF BIO-INDUSTRIES: CASE OF CLAY PARTICLES

ABSTRACT: This doctoral thesis was realized within the framework of a partnership between the Product Design and Innovation Laboratory of Arts et Métiers ParisTech and the Ecole de Biologie Industrielle. The research project behind our thesis aims to support the promotion of new clay particles having been patented by the EBInnov® laboratory. This new polyfunctional ingredient is designed to satisfy several applications in the bio-industries, including the pharmaceutical and cosmetic industry, the phytosanitary sector or the environment. The aim of the thesis is to integrate the technical, sensory and regulatory specifications of bio-industrial companies in an innovation-oriented design process. Thus, the research hypotheses rely on the emerging paradigm of open innovation in these sectors. We support that the new innovation intermediaries are efficient in the bio-industries and allow the integration of the innovation potential in the early stages of the design process. The validity of these assumptions was studied by means of industry-related experiments directly linked to the main application sectors of the EBISilc® technology. Finally, we propose an innovation-oriented design process taking into account the evolution of the innovation models in the bio-industries.

Keywords : product design, innovation, bio-industries, open innovation, clay particles, EBISilc®.

