

## Titre du projet : Nouveaux cristaux analyseurs pour un spectromètre d'absorption X haute résolution

Volet : Appel d'Offres Recherche (AO03)

Porteur du projet : HAZEMANN Jean-Louis

Laboratoires impliqués : FAME

## Bilan du projet pour l'année 2013

### Bilan d'activité (1 page max)

La somme de 18k€ a été attribuée à ce projet en 2013. Deux opérations ont été lancées : 1) achat de 2 cristaux courbes Ge331 et 2) modification du spectromètre existant (rayon de courbure 0,5m → 1m). Les différents tests et expériences effectués ont montré tout l'intérêt qu'il y avait à travailler avec des cristaux analyseurs de rayon de courbure d'1m, en dépit de la diminution de l'angle solide associé à chaque cristal par rapport à la configuration à 0,5m. Plusieurs raisons à cela :

- la qualité des cristaux (moins courbés, ils présentent moins de défauts),
- le plus grand choix de cristaux, de par la plus grande facilité à les fabriquer (il est donc plus facile de trouver la réflexion qui va permettre d'avoir un angle de Bragg proche de 90°),
- la surface du cristal s'éloigne moins du cercle de Rowland, plus proche des conditions optimales de l'approximation de Johann.

Le spectromètre à 5 cristaux a été modifié pour pouvoir travailler avec ce rayon de courbure. Cette modification s'est limitée à changer la plaque support, les autres mouvements (linéaires ou de rotation) sont demeurés inchangés. Cette opération a été finalisée en novembre 2013.

Différents projets ont depuis lors bénéficié de ce financement.

*Cristaux courbes.* La ligne possède maintenant un jeu de 5 cristaux Ge331. Ces cristaux ont été utilisés pour un projet environnemental en décembre 2013 (projet 30.02.1061, *Cerium speciation in aquatic mesocosms using High Energy Resolution Fluorescence Detected X-ray Absorption Spectroscopy*, Rose et al.). Ces mesures HERFD ont permis de déterminer de manière non-ambigüe la présence ou non de Ce<sup>III</sup> en faible quantité dans un sédiment ou dans des organismes soumis à la présence de Ce<sup>IV</sup>.

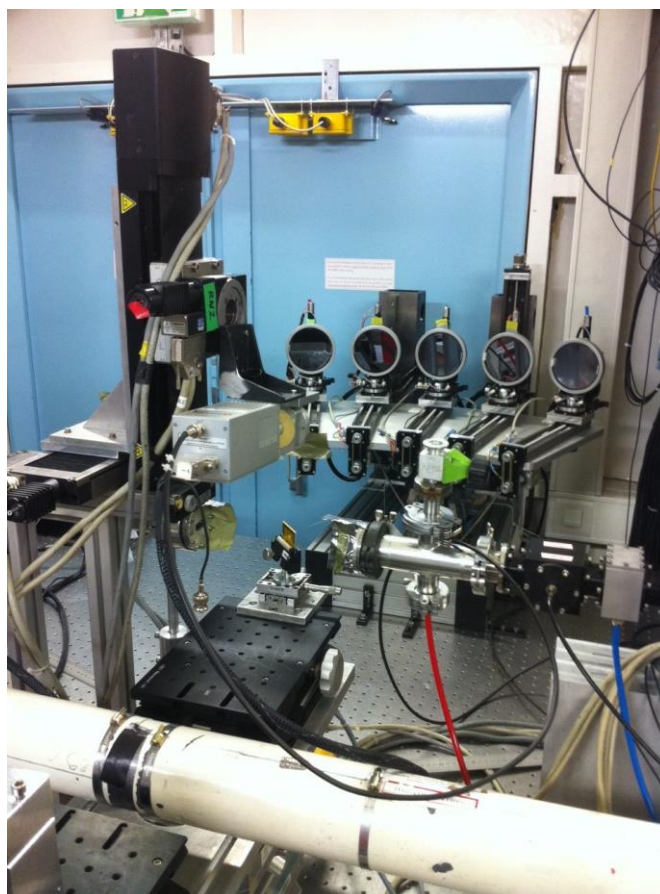
*Spectromètre @ 1m.* Outre le projet "cérium", différents projets ont bénéficié de l'adaptation du spectromètre, avec une résolution en énergie accrue, parmi lesquels le projet d'Amélie Bordage (30.02.1065, *In situ site-selective EXAFS investigation of the transformation of nanoconfined Co(II)Co(III) Prussian Blue Analog into oxide*) où une résolution en énergie de l'ordre de l'eV a permis de séparer les contributions "Co haut spin" et "Co bas spin" du signal total, et le projet d'Agnès Gorczyca (CH-4097, *Characterization of supported bimetallic catalysts by XANES spectroscopy : high-resolution experiments supported by ab initio calculations*) où les mesures HERFD-XANES sur des clusters de Pt<sub>13</sub> se sont avérées être sensible à la présence et à la quantité d'H à leur surface.

## Bilan du projet pour l'année 2015

### Bilan d'activité *(1 page max)*

Avec la somme restante (2735€) nous avons acheté une rotation motorisée permettant l'alignement angulaire du détecteur en vis à vis des cristaux. Cet alignement permet de collimater parfaitement le faisceau diffracté et focalisé par les cristaux (par des fentes) et ainsi de s'affranchir des faisceaux diffusés par ces mêmes cristaux. Cette collimation diminue le fond continu de comptage et améliore la qualité des données. Depuis cette amélioration, 4 expériences utilisant ce dispositif ont été réalisées.

### Illustrations - avec légende et crédit *(à envoyer également séparément)*



Spectromètre à 5 cristaux @ 1m sur l'instrument national FAME (photo : O. Proux). L'angle du détecteur est maintenant optimisé via une platine de rotation (RN2)

### Production scientifique *(articles scientifiques, actes de congrès...)*



Ce projet est soutenu par le Laboratoire d'Excellence OSUG@2020 (ANR10 LABX56) financé par le programme d'Investissements d'Avenir lancé par l'Etat et mis en oeuvre par l'ANR.



- Gorczyca A., Moizan V., Chizallet C., Proux O., Delnet W., Lahera E., Hazemann J.-L., Raybaud P., Joly Y., "Monitoring morphology and hydrogen coverage of subnanometric Pt/ $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles by in situ HERFD-XANES and quantum simulations", *Angewandte Chemie* **53** (2014) 12426 –12429 (<http://dx.doi.org/10.10010.1002/anie.201403585>)
- Gorczyca A., "Caractérisation de catalyseurs métalliques supportés par spectroscopie XANES. Apports du calcul quantique dans l'interprétation des spectres expérimentaux", *Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble* (2014)
- Bordage A., Trannoy V., Proux O., Vitoux H., Moulin R., Bleuzen A., "In Situ Site-Selective K-edge XAS: A Powerful Probe of the Transformation of Mixed-Valence Compounds", *Physical Chemistry Chemical Physics* **17** (2015) 17260-17265 (<http://dx.doi.org/10.1039/C5CP02591E>)
- Tella M., Auffan M., Brousset L., Morel E., Proux O., Chanéac C., Angeletti B., Pailles C., Artells E., Santaella C., Rose J., Thiéry A., Bottero J.-Y., "Chronic dosing of a simulated pond ecosystem in indoor aquatic mesocosms: Fate and Transport of  $\text{CeO}_2$  nanoparticles", *Environmental Science: Nano* (accepté 09/2015) (<http://dx.doi.org/10.1039/C5EN00092K>)

**Bilan financier succinct** (avec suivant les cas : co-financements éventuels, équipements achetés, missions, recrutements divers, fonctionnements divers...)

Achat des cristaux (XRSTech) :	13465 € (18050 \$)
Adaptation du spectromètre :	2000 €
Achat platine de rotation :	2735 €

**Annexes si besoin ou lien sur des sites existants et pérennes jusqu'à la fin du Labex (2020)**

Site de la ligne FAME :

<http://www.esrf.eu/home/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM30B/experimental-end-stations.html>