



DIRECTION DES SCIENCES DE LA MATIÈRE

**PROPOSITION POUR UNE LIGNE  
DÉDIÉE À LA MATIÈRE MOLLE,  
AUX MATÉRIAUX DE GRANDE  
DIFFUSION ET AUX MATÉRIAUX  
NON-CRISTALLISÉS SUR SOLEIL**

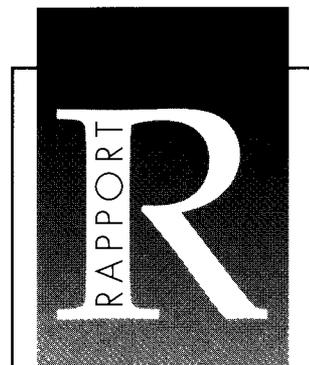
Gestion INIS  
Proc. enreg. le : 16/6/38  
N° : FR 9805514  
Destination : I.I.+D.D.

par

**DIAT Olivier, NÉ Frédéric, ZEMB Thomas**

DIRECTION DES SCIENCES DE LA MATIÈRE  
DÉPARTEMENT DE RECHERCHE  
SUR L'ÉTAT CONDENSÉ,  
LES ATOMES ET LES MOLÉCULES  
SERVICE DE CHIMIE MOLÉCULAIRE

CEA / Saclay



**RAPPORT  
CEA-R-5780**

DIRECTION DE L'INFORMATION  
SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE

CEA/SACLAY 91191 GIF-SUR-YVETTE CEDEX FRANCE

**1998**

**RAPPORT CEA R 5780 - DIAT Olivier, NÉ Frédéric, ZEMB Thomas**

**"PROPOSITION POUR UNE LIGNE DÉDIÉE A LA MATIÈRE MOLLE, AUX MATÉRIAUX DE GRANDE DIFFUSION ET AUX MATÉRIAUX NON-CRISTALLISÉS SUR SOLEIL"**

**Résumé** - La ligne proposée ici, pour s'insérer dans le cadre du projet synchrotron "SOLEIL", est optimisée pour l'étude par diffusion des rayons X de la matière molle, des matériaux de grande diffusion comme le bois, les ciments, les verres, et des matériaux non-cristallisés dans leur ensemble.

Le projet est prévu pour permettre la succession d'utilisateurs divers sans réglages. Il faut donc minimiser les temps de réglages optiques, tout en conservant le caractère pluridisciplinaire des possibilités d'analyses. Cette volonté primordiale a conduit à un certain nombre d'impératifs techniques. Le premier point, essentiel, est que la longueur d'onde devra être fixe vers 12 keV. Les miroirs de focalisation, les distances optique-échantillon et échantillon-détecteur ainsi que la taille du détecteur conduisent à une gamme de vecteurs d'onde accessible large. Le taux de rejection sera plus bas, et la dynamique angulaire plus grande que ceux observés actuellement sur les lignes synchrotron opérationnelles. Nous souhaitons que cette installation soit, et demeure, complémentaire d'installations plus spécifiques, comme par exemple d'une ligne optimisée pour la réflectivité ou la diffusion par incidence rasante. Par contre, nous envisageons une adaptation rapide et pratique en configuration "très petits angles", sur un modèle de caméra de type Bonse et Hart.

Un appareillage répondant à ces caractéristiques, véritable "Instamatic" de l'espace réciproque, répondra aux besoins d'une large communauté de physico-chimistes, et permettra une quantité appréciable d'expériences par unité de temps.

**1998 - Commissariat à l'Energie Atomique - France**

**RAPPORT CEA R 5780 - DIAT Olivier, NÉ Frédéric, ZEMB Thomas**

**"PROJECT FOR A BEAM LINE CONSECRATED TO SOFT CONDENSED MATTER, COMMON HETEROGENEOUS MATERIALS AND NON-CRYSTALLINE MATERIALS ON SOLEIL"**

**Summary** - This project is a part of the "SOLEIL" synchrotron project. The camera proposed is optimized for small angle x-ray scattering in the domain of soft condensed matter, common heterogeneous materials such as wood, cements, glass, and more generally non-crystalline materials.

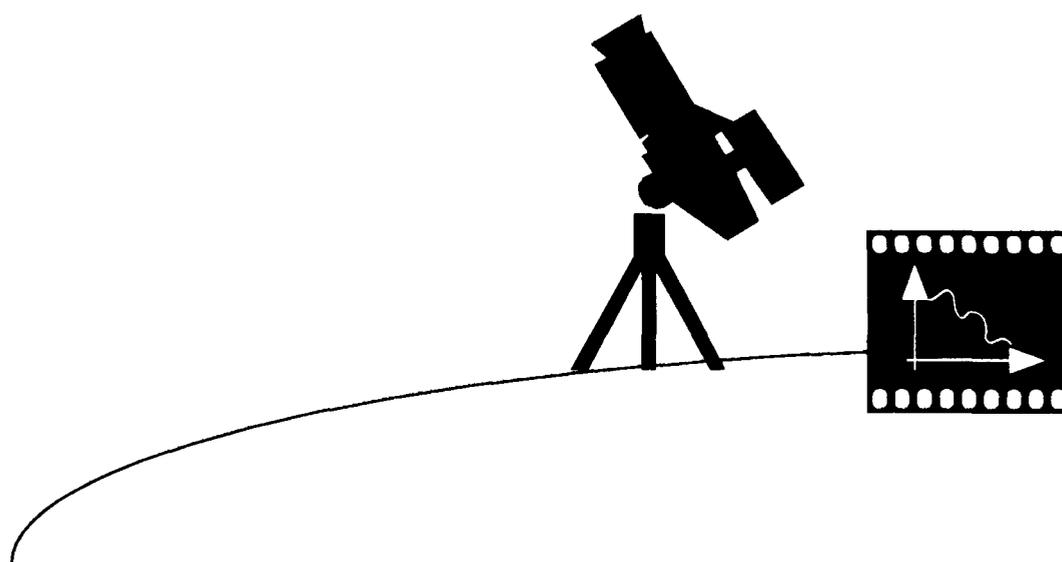
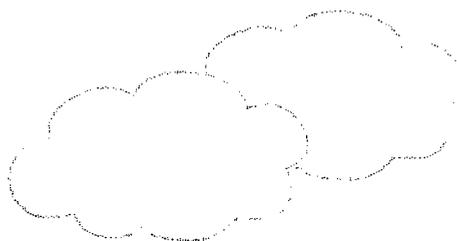
The beam line is designed to allow a quick succession of different users without time consuming adjustments. Therefore, optical settings are minimized, taking into account the pluridisciplinary nature of the analysis possibilities. To this end, the technical requirements are as follows. First, and essentially, the wave-length has to be fixed and set around 12 keV. Focusing mirrors, optics to sample and sample to detector distances, and the size of the detector allow for a wide range of wave vector to be used. Rejection rate will be lower, and angular dynamical range will be larger than any of the current synchrotron lines. We want this line to be, and to stay, complementary to more specific systems, such as reflectivity experiments or grazing angle scattering experiments. However, we are thinking of an adaptation to ultra small angle scattering mode, based on the Bonse and Hart camera.

Such equipment, actually a kind of "Instamatic" of the reciprocal space, will fulfill to the need of chemical engineers, biophysicists or material scientists interested in hard as well as soft condensed matter. It will allow a large amount of experiments per time unit.

**1998 - Commissariat à l'Energie Atomique - France**

**Proposition pour une ligne dédiée  
à la matière molle,  
aux matériaux de grande diffusion  
et aux matériaux non-cristallisés  
sur SOLEIL**

**A X  
S S**



**Olivier Diat, Frédéric Né, Thomas Zemb**

décembre 1997

- Rapport CEA-R-5780-

CEA Saclay  
Direction des Sciences de la Matière  
Département de Recherche sur l'Etat Condensé, les Atomes et les Molécules  
Service de Chimie Moléculaire

PROPOSITION POUR UNE LIGNE DÉDIÉE À LA MATIÈRE MOLLE,  
AUX MATÉRIAUX DE GRANDE DIFFUSION  
ET AUX MATÉRIAUX NON-CRISTALLISÉS SUR SOLEIL

par

DIAT Olivier, NÉ Frédéric, ZEMB Thomas

-Janvier 1998-

# PROPOSITION POUR UNE LIGNE DEDIEE A LA MATIERE MOLLE, AUX MATERIAUX DE GRANDE DIFFUSION ET AUX MATERIAUX NON-CRISTALLISES SUR SOLEIL

Olivier Diat (°), Frédéric Né et Thomas Zemb (\*)

CEA/Saclay - DRECAM/SCM 91191 Gif sur Yvette

(°) ESRF, BP 220, 38043 GRENOBLE

(\*) e-mail : zemb@nanga.saclay.cea.fr

## Sommaire :

I - Objectifs scientifiques	p.3							
II - Objectifs techniques	p.6							
<table border="1"><tr><td>Longueur d'onde fixe <math>\lambda \approx 1 \text{ \AA}</math></td></tr><tr><td>Focalisation 1:1</td></tr><tr><td>Vecteur d'onde minimal <math>10^{-3} \text{ \AA}^{-1}</math></td></tr><tr><td>Vecteur d'onde maximal <math>0,6 \text{ \AA}^{-1}</math></td></tr><tr><td>Taux de rejection <math>&lt; 10^{-9}</math></td></tr><tr><td>Dynamique angulaire <math>&gt; 60</math></td></tr><tr><td>USAXS en option</td></tr></table>		Longueur d'onde fixe $\lambda \approx 1 \text{ \AA}$	Focalisation 1:1	Vecteur d'onde minimal $10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$	Vecteur d'onde maximal $0,6 \text{ \AA}^{-1}$	Taux de rejection $< 10^{-9}$	Dynamique angulaire $> 60$	USAXS en option
Longueur d'onde fixe $\lambda \approx 1 \text{ \AA}$								
Focalisation 1:1								
Vecteur d'onde minimal $10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$								
Vecteur d'onde maximal $0,6 \text{ \AA}^{-1}$								
Taux de rejection $< 10^{-9}$								
Dynamique angulaire $> 60$								
USAXS en option								
III - Réalisation	p.10							
1 - Cabine optique								
2 - Cabine expérimentale								
IV - Comparaison avec les caméras existantes	p.13							
V - Communauté concernée	p.15							

## I - Objectifs scientifiques :

Depuis les travaux précurseurs de A. Guinier, mettant en évidence la diffusion aux petits angles sur des alliages due aux zones précipitées, on sait que toutes les hétérogénéités d'échelle mésoscopique dans les solides et les liquides produisent des signaux de diffusion aux petits angles. Les signaux de diffusion permettent l'accès à la microstructure de la matière condensée sur des échelles du nanomètre au micromètre.

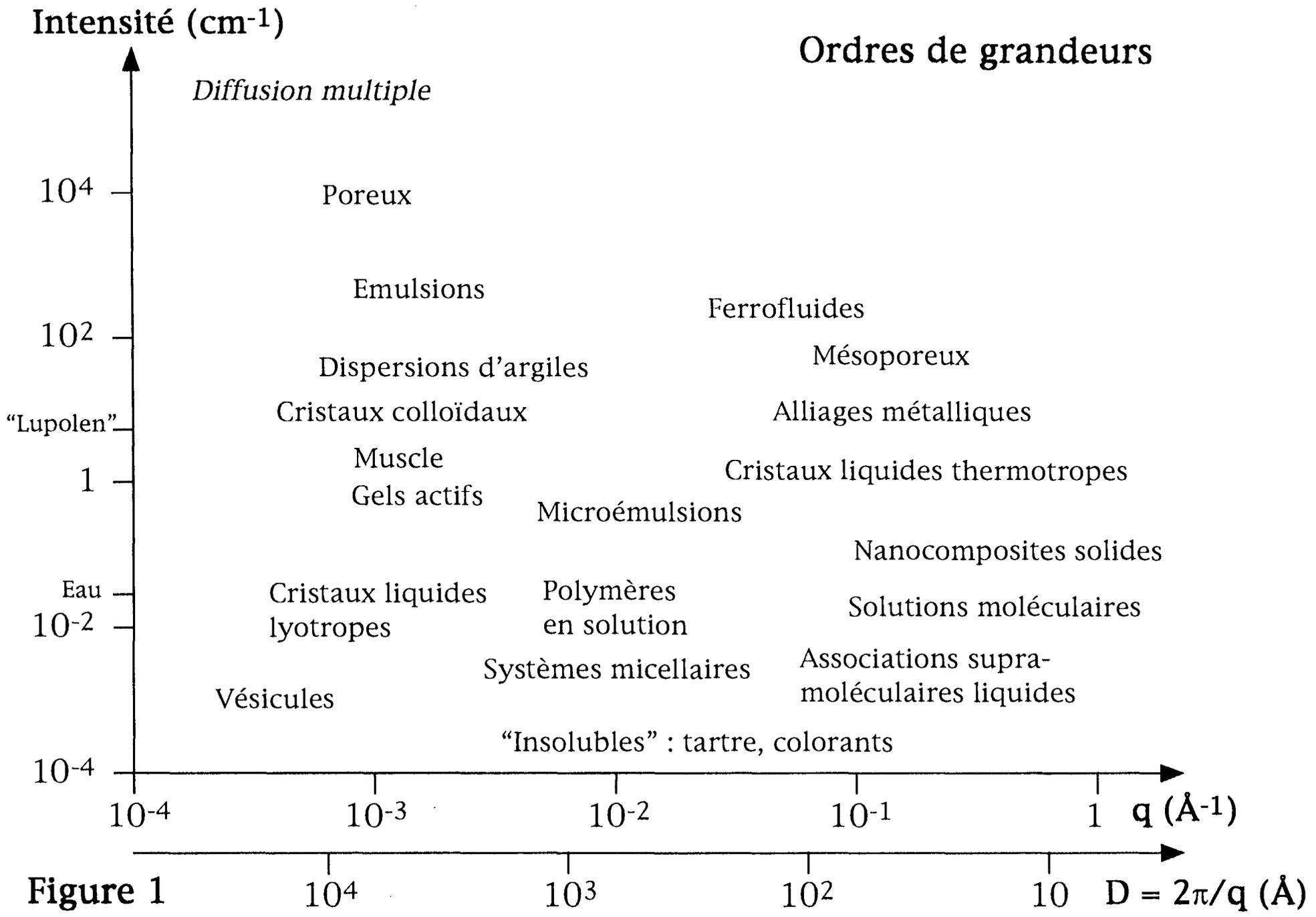
L'objectif de la ligne proposée est de permettre une mesure rapide, simple, fiable et performante de la diffusion produite après traversée d'un échantillon de volume typique  $1 \text{ mm}^3$ .

La liste des échantillons sur lesquels on a besoin de déterminer la structure mésoscopique recouvre l'ensemble des fluides complexes, des matériaux poreux, de tous les composites solides, des alliages et des systèmes biomimétiques. Même des domaines aussi spécialisés que la mise au point de vésicules adaptées au transfert génique reposent sur la connaissance structurale des agrégats constitués de lipides et de chaînes macromoléculaires cationiques que sont les ADN de transfection. Le domaine des fluides complexes comprend les exemples industriellement importants des émulsions et des polymères.

Le but du montage proposé est la caractérisation des échantillons non cristallisés, qui sont étudiés aussi bien par les chimistes, que par les biologistes ou les physiciens. Une liste pluridisciplinaire et non exhaustive des différents types d'échantillons analysables est représentée sur la figure 1. L'abscisse logarithmique indique les ordres de grandeur du vecteur de diffusion  $q$  (ou de la période spatiale associée par la relation de Bragg), et l'ordonnée donne l'ordre de grandeur de la probabilité de diffusion par les hétérogénéités, encore appelée section efficace différentielle. La figure 1 illustre simplement que tous les domaines de la Matière Molle sont concernés par une possibilité de mesure de l'espace réciproque sur trois ordres de grandeur de vecteur de diffusion et sur six décades d'intensité des signaux mesurés.

Le pari engagé sur cette ligne, est de rendre cette mesure accessible à un grand nombre de laboratoires et à des industriels, sans réglage spécifique préalable, avec rapidité et fiabilité. C'est la raison pour laquelle nous proposons cet "INSTAMATIC DE L'ESPACE RECIPROQUE".

En reprenant un à un les domaines cités dans la figure 1, les problématiques scientifiques suivantes nous semblent accessibles uniquement grâce à un montage de haute sensibilité, à faible taux de rejection et simple d'emploi :



- émulsions : la coalescence d'émulsions pourrait être suivie en cinétique, ainsi que la structure des fluides entre gouttes.

- les films minces de mousses : étudiés par transmission, une détermination directe de la structure dans le plan fluide/air serait possible. Ces études seraient complémentaires des déterminations par réflectivité menées sur la ligne "surfaces" proposée pour la Matière molle.

- gels polymériques ou à base de tensioactifs : étant donné l'importance industrielle dans l'agro-alimentaire et la cosmétique, les gels sont l'un des grands sujets d'étude par diffusion de neutrons grâce au contraste hydrogène / deutérium. La disponibilité d'un montage de rayons X permettrait de développer, comme en cristallographie classique, les méthodes combinées de diffusion X / neutrons, car les rayons X sont sensibles aux ions qui entrent dans la composition des gels directs ou inverses, alors que les neutrons voient essentiellement le contraste hydrogène / deutérium.

- les cristaux colloïdaux sont des capteurs chimiques très sensibles : des périodicités de l'ordre de 400 nm et des rayons de colloïdes cinq fois plus faibles que cette valeur entraînent l'existence de dispersions solides diluées qui gardent un ordre cristallin à longue distance. Cette cristallographie a permis à Jean Perrin de déterminer le nombre d'Avogadro et toute une nouvelle cristallographie au début du XX<sup>ème</sup> siècle. Ces "atomes macroscopiques" sont les transducteurs les plus sensibles pour la physico-chimie des fluides complexes des prochaines années. Toute cette cristallographie à l'échelle micronique, modèle de matière condensée où les forces d'interaction sont modulables, reste à établir.

- composites de polymères : le rapport de prospective 1997 du CNRS souligne l'importance des interphases dans les composites solides de polymères, orientés ou étirés. Les données structurales nécessaires à ce type de synthèse par mécanochimie sont accessibles uniquement sur les montages de diffusion aux petits angles sur grand instrument.

- les systèmes en faible dilution, comme les insolubles qui produisent des germes colloïdaux éventuellement flocculants, sont peu connus, car la détermination des structures ne peut se faire en laboratoire (sursaturation de carbonate de calcium conduisant au tartre, empilement de molécules de colorant peu solubles, etc...).

- les systèmes biologiques non cristallisés sont l'un des sujets classiques et qui resteront dans le domaine des fluides complexes : mesure des distributions de taille de systèmes vésiculaires, longueurs de persistance dans les phases de mono et bicouches de tensioactifs, protéines que l'on souhaite faire cristalliser sous l'action de forces faibles.

- les solutions moléculaires, poreux, mésoporeux et autres associations supramoléculaires liquides sont aussi des domaines où l'obtention rapide d'une mesure de la microstructure permet une approche raisonnée des modèles fonctionnels : comment développer des modèles prédictifs de la polymérisation inorganique en milieu hétérogène si l'on ne dispose pas des données structurales sur la phase dans laquelle se produit la nucléation ? De même, la phase dans laquelle se produit la croissance et l'objet finalement obtenu restent difficilement modélisables sans les données structurales associées : pas des réseaux, surface spécifique...

Certaines de ces mesures sont (heureusement !) faisables en laboratoire, mais la cristallinité obtenue via les diffusions aux très petits angles, le nombre d'ordre de diffractions mesurables, ainsi que les limites asymptotiques ne peuvent être obtenus que si l'on gagne trois ordres de grandeur en rapport signal/bruit, ce qui est l'objectif principal de l'instrument proposé ici.

De plus, le domaine des "Matériaux de Grande Diffusion", tel qu'il a été défini dans les cahiers de synthèse pour une stratégie du CNRS (1997), repose surtout sur des déterminations structurales en liaison avec la formulation. Doter tous les laboratoires impliqués d'un appareillage de diffusion suffisamment performant pour faire des mesures fines dans ces matériaux complexes serait une politique très coûteuse en hommes et en moyens. Sur ces domaines de Matériaux de Grande Diffusion (verres, bois, ciments, plastiques...) les développements industriels dépendront de façon critique de "la connaissance de la structure", du "passage nano-micro" et de "la physico-chimie mécanique". En particulier, les mélanges concentrés de particules solides, de molécules de tensioactifs et de polymères posent des problèmes de formulation et d'environnement liés à leur filtration, problèmes qui constituent des défis pour l'industrie chimique des dix prochaines années (cf. Rapport en Science et Génie des Matériaux - CNRS, Direction de la Stratégie - 1997).

Le montage à faible taux de rejection proposé serait un outil parfaitement adapté à des études finalisées pour l'industrie, impossibles à faire dans le cadre d'un laboratoire, même au sein d'un éventuel centre technique.

## II - Objectifs techniques :

Les trois principes initiaux qui ont été choisis et qui assurent la cohérence de l'ensemble du projet sont :

A - LONGUEUR d'ONDE FIXE, à 10 keV, (si possible 12 keV), soit  $\lambda \approx 1 \text{ \AA}$ .

B - DYNAMIQUE en angle pour une position donnée du détecteur :  $q_{\max}/q_{\min}$  de 50 à 100.

C - TAUX DE REJECTION, *i.e.* le rapport du flux en bord de piège sur le flux maximal dans le faisceau direct : inférieur à  $10^{-9}$  pour une gamme de  $q$  de  $10^{-3}$  à  $0.6 \text{ \AA}^{-1}$ , les flux s'entendant en photons par seconde et par pixel de détecteur.

Atteindre pour la première fois en routine cet ordre de grandeur du taux de rejection permettrait de mesurer une gamme d'intensité diffusée de  $10^{-4}$  à  $10^4 \text{ cm}^{-1}$  réalisée par USAXS et SAXS.

Afin d'optimiser la ligne de lumière en répondant aux objectifs scientifiques cités ci-dessus, la ligne doit être la plus simple possible dans son utilisation, c'est-à-dire stable dans sa configuration et opérationnelle à plein rendement pendant toute la durée de fonctionnement de l'anneau. Le seul réglage devra être celui de la distance échantillon-détecteur, par analogie avec la mise au point d'un appareil photo "instamatic". Pour cela, quelques spécifications techniques nous semblent impératives :

#### 1 - Longueur d'onde fixe :

Par rapport aux lignes synchrotron de diffusion aux petits angles (DPA) existantes en France - D22 et D24 au LURE (ayant une grande flexibilité d'utilisation),

D2AM à l'ESRF (CRG française avec 25% du temps de faisceau réservé pour la DPA),

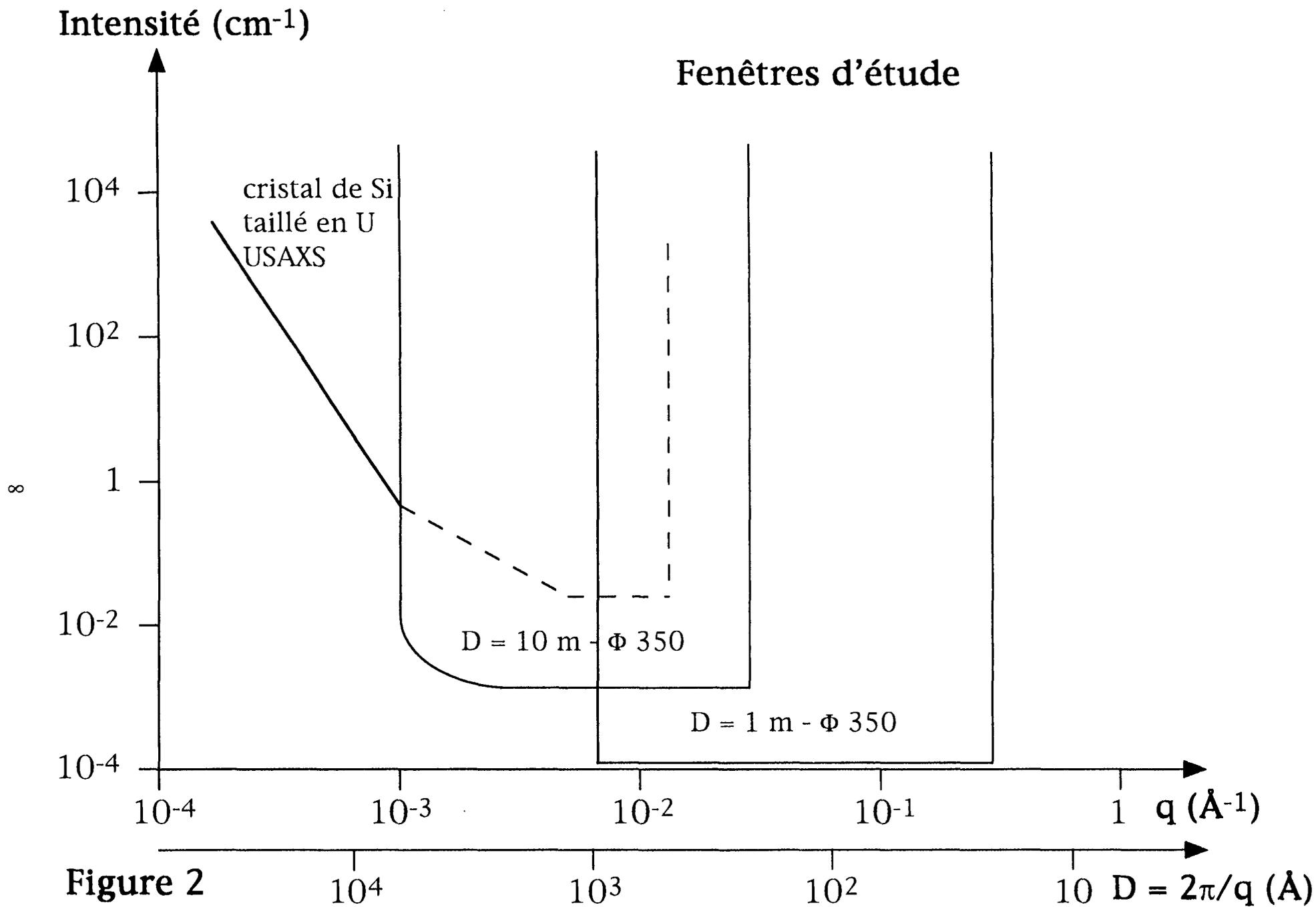
ID2 à l'ESRF (ligne ESRF "haute brillance" avec 50% du temps réservé pour la DPA)

et ID1 à l'ESRF (diffusion anormale aux grands et petits angles) -

et au vu des expériences qui y sont menées, une caméra optimisée à une longueur d'onde fixe autour de 1 - 1,2 Å (c'est à dire une énergie de 10 à 12 keV) répond à plus de 80 % des besoins expérimentaux de diffusion aux petits angles non anormale. Le choix d'une longueur d'onde la plus pénétrante possible permet en outre de résoudre de nombreux problèmes de transmission avec des environnements d'échantillon complexes comportant plusieurs fenêtres (cellule haute pression, four, cellule de cisaillement, de "stopped-flow"...), de travailler avec des échantillons d'épaisseur raisonnable pour des matériaux organiques ou inorganiques (exemple d'épaisseur d'échantillon pour une transmission caractéristique autour de 80% à 11 keV : lupolen 2 mm, eau 0,8 mm, Aluminium 0,04 mm, Béryllium 5 mm, SiO<sub>2</sub> 0,08 mm), et permet une grande diversité de composition des échantillons.

De plus, les échantillons de solides ou de liquides hétérogènes comportent le plus souvent des quantités appréciables d'éléments autres que ceux des trois premières lignes du Tableau de Mendeleïev, ce qui impose donc pour leur analyse une énergie des rayons X supérieure ou égale à 10 keV.

Enfin, le choix de la longueur d'onde fixe permet d'optimiser optique, fentes et calibration des détecteurs. Le choix de la gamme de vecteurs de diffusion observée repose ainsi uniquement sur le réglage de la distance échantillon-détecteur.



## 2 - Focalisation 1:1 :

Il est beaucoup plus simple et efficace de collimater et d'éliminer la diffusion parasite à partir d'un faisceau presque parallèle qu'à partir d'un faisceau fortement convergent et de plus, les effets d'aberrations optiques et de vibration sont moindres sur des optiques peu focalisantes. Ceci conduit au choix d'un optique à focalisation 1:1.

## 3 - Vecteur d'onde minimal $10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$ :

Nous avons fixé pour objectif une valeur de  $q_{\min} = 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$  (distance de Bragg correspondant à  $0,6 \text{ \mu m}$ ) avec une détection bidimensionnelle en mode SAXS et pour la distance échantillon-détecteur maximum, et à  $q_{\min} = 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$  ( $6 \text{ \mu m}$ ) en utilisant une détection à haute résolution angulaire de type "Bonse et Hart" en mode USAXS (cf. figure 2).

## 4 - Vecteur d'onde maximal $0,6 \text{ \AA}^{-1}$ :

$0,6 \text{ \AA}^{-1}$  ( $10 \text{ \AA}$  dans l'espace réel) est une limite supérieure qui permet d'atteindre tous les comportements asymptotiques (loi de Porod, loi des films...) et de déterminer la valeur exacte du bruit de fond continu. Cette détermination de la valeur exacte du bruit de fond est actuellement le point faible des expériences de diffusion aux petits angles, car dans la gamme de vecteur de diffusion de  $0,5$  à  $0,6 \text{ \AA}^{-1}$ , le signal de DPA est négligeable devant le bruit de fond. L'intensité dans cette gamme n'est donc pas souvent mesurée avec précision.

Deux autres critères sont aussi importants pour les expériences de diffusion aux petits angles :

## 5 - Le taux de rejection :

Il est défini comme le rapport entre le flux du faisceau direct dans un pixel de l'image du faisceau direct, et le flux mesuré sur le pixel le plus intense en bord de piège (à  $10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$ ). Afin de pouvoir mesurer les diffusions les plus faibles possibles en bord de piège, au dessus du bruit de fond, nous proposons un taux de rejection  $R = 10^{-9}$ .

### Ordres de grandeur estimés :

Brillance de source en photons/sec/mrad<sup>2</sup>/mm<sup>2</sup>/( $\Delta\lambda/\lambda$ )=0.1% (à 10 keV) :  $10^{19}$

(estimée à partir d'un onduleur U34 sur SOLEIL - ref. Rayon de Soleil, n°3, juillet 1997)

Flux = Brillance x Surface du faisceau à l'entrée x Pertes =  $10^{19} \times 10^{-2} \times 4,5 \cdot 10^{-4} = 4,5 \cdot 10^{14}$  photons/seconde pour un faisceau de taille  $0,3 \times 0,6 \text{ mm}^2$  à la position échantillon, les pertes

étant dues aux fenêtres (0,5), au rendement quantique du détecteur (0,3), à l'optique (0,3), et à l'acceptance du monochromateur ( $10^{-2}$ ).

Coups/seconde en bord de piège pour une configuration petits angles =

Flux x Surface du faisceau sur l'échantillon x Transmission x Intensité x Epaisseur d'échantillon x Angle solide =  $4,5 \cdot 10^{14} \times 1 \times 10^{-1} \times 10^3 \times 10^{-1} \times 10^{-10} = 4,5 \cdot 10^5$

D'où le taux de rejection calculé de  $4,5 \cdot 10^5 / 4,5 \cdot 10^{14} = 10^{-9}$  photons/seconde.

L'objectif proposé ici est de battre le record du monde de taux de rejection, en utilisant deux fenêtres de béryllium ou de diamant monocristallin avant et après l'échantillon.

### 6 - La dynamique angulaire :

Elle est définie comme le rapport de  $q_{\max}$  sur  $q_{\min}$  en une seule acquisition ou comme le rapport de la taille du détecteur sur celle du piège, et devra être supérieur à 50 (si possible proche de 100) pour optimiser le temps d'acquisition et la qualité des spectres (minimum 2 positions du détecteur pour recouvrir la gamme de vecteurs d'onde accessibles). Cette dynamique angulaire est le nombre qui détermine la dynamique de fréquences spatiales.

De toutes ces caractéristiques, il découle que la source de rayons X synchrotron devra être un onduleur dont la période et la longueur totale seront optimisées pour obtenir la brillance la plus élevée autour de 10 à 12 keV (petite taille de source et faible divergence).

De plus, la possibilité de monter une caméra à haute résolution angulaire de type "Bonse et Hart" est d'un grand avantage seulement à la condition que l'acceptance des cristaux et la divergence du faisceau soient comparables. Pour obtenir un flux conséquent de l'ordre de  $10^{14}$  photons/seconde sur l'échantillon, cette condition n'est possible qu'avec une source de type onduleur.

### III - Réalisation :

Un des avantages de la ligne ESRF ID2 "haute brillance" est la stabilité de son optique ; c'est pourquoi la configuration d'une ligne de diffusion des rayons X aux petits angles doit être similaire, tout en éliminant les éléments et développements qui ne correspondent pas aux spécificités techniques fixées ci-dessus.

# Plan de Principe

MONOCHROMATEUR  
cristal en gorge Si111  
refroidissement  
à l'azote liquide

$\lambda$  fixe = 1,2 Å  
E = 10 keV

MIROIRS  
focalisant 1:1  
cylindriques  
traités Rhodium

Porte-échantillon

SAXS

détecteur gaz Ø 350mm

USAXS

Onduleur

0 m

10 à 20 m

Miroir - Echantillon

5 à 10 m

Echantillon - Détecteur

5 à 10 m

Figure 3

A l'heure actuelle, une seule ligne opérationnelle couvre presque l'ensemble de ces caractéristiques (au taux de rejection près). La "Beam-line Review" de mai 1997 a conclu que ces performances faisaient de ID2 - SAXS la meilleure caméra de petits angles au monde.

## 1 - Cabine optique :

### a) Optique :

Le monochromateur est un cristal à gorge Si 111 ( $\Delta E/E = 3.10^{-4}$ ) positionné à l'angle de Bragg  $9^\circ$  environ pour une longueur d'onde de  $1,1 \text{ \AA}$ , refroidi à l'azote liquide ou à l'eau (en fonction de la charge thermique qui reste à mesurer précisément en fonction des paramètres exacts de la source et de l'anneau).

2 options sont possibles pour le miroir :

- un miroir toroïdal, de focalisation 1:1, fixe et avec un angle de faisceau réfléchi de quelques mrad verticalement.

- ou deux miroirs cylindriques (focalisation longitudinale et sagittale 1:1) avec un faisceau de sortie horizontal (cf. figure 3).

### b) Fentes :

Un jeu de fentes primaires (verticales et horizontales) refroidies à l'eau en amont du monochromateur (définition de la taille du faisceau et diminution de la charge thermique incidente).

Un jeu de fentes secondaires non refroidies après le monochromateur et le ou les miroirs pour limiter le faisceau utile.

3 jeux de fentes avant la position échantillon (deux pour la collimation et un jeu de fentes anti-diffusantes le plus proche possible de l'échantillon).

## 2 - Cabine expérimentale :

### a) Environnement échantillon :

Un 3-cercles (dont 2 demi-cercles) et une translation horizontale et verticale, une adaptation simple pour expérience sous vide (passeur d'échantillon, capillaire calibré...), une accessibilité simple pour différentes cellules échantillon (four, thermostat, cellule de cisaillement, de stopped-flow, haute pression ...).

b) Détection :

Un tube à vide dans lequel un chariot supportant le détecteur peut se déplacer sur l'axe du faisceau de 0,5 à 7 m de l'échantillon (accès au détecteur simple par une large trappe latérale).

Détecteur à gaz (chambre à fils) et caméra CCD couplée à un intensificateur sont à l'heure actuelle les deux détecteurs disponibles et les plus complémentaires (résolution spatiale, dynamique et taux de comptage, surface sensible > 200 mm) et nécessaires pour des expériences de DPA statique et /ou résolue en temps.

Il est nécessaire dans certains cas de pouvoir décentrer le détecteur horizontalement par rapport à l'axe du faisceau pour élargir la gamme de vecteurs d'onde accessibles en une acquisition. L'ensemble de détection pourra pivoter autour de l'axe de l'échantillon.

c) Option "Bonse et Hart" :

Amovible mais pré-alignée sur une table optique, cette option a une mise en place et un alignement possibles en une journée, pour une utilisation par période de 15 jours minimum.

#### IV - Comparaison avec les caméras existantes :

Le même domaine de problèmes scientifiques (matière molle, métallurgie, matériaux hétérogènes, biologie, fluides complexes) est couvert en ce qui concerne la diffusion de neutrons par l'ensemble D11 et D22 à l'ILL, ainsi que par l'ensemble PAXY et PAXE au LLB. Ces deux appareillages, pour nettement moins de 5% du coût total de fonctionnement du grand instrument, drainent près de 20% des demandes de diffusion de neutrons depuis 10 ans. En diffusion de neutrons comme en diffusion de rayons X aux petits angles, la connaissance structurale des échantillons est incontournable.

Par rapport à une caractérisation en laboratoire (une vingtaine de montages de laboratoire de diffusion aux petits angles avec détection bidimensionnelle sont opérationnels en 1997 à travers le monde), aussi bien en angles mesurés qu'en dynamique de signal pour des diffusions faibles, on gagne en sensibilité sur une ligne synchrotron plusieurs ordres de grandeur, comme il est montré dans la partie "objectif technique". On est ici dans le même rapport de possibilités de mesure qu'un télescope par rapport à une lunette astronomique amateur. Dans le domaine optique, les lunettes d'amateur n'ont pas remplacé les grands instruments d'observation communs ; il n'y a aucune raison d'éliminer l'une des techniques d'observation plutôt que l'autre.

A l'ESRF, la ligne ID2 en montage "petits angles" est à l'heure actuelle la seule ligne au monde permettant des mesures qui seraient "de routine" sur le montage proposé ici. Plus de la moitié du temps de faisceau sur ID2 est actuellement utilisé pour des réglages et des ajustements, car la longueur d'onde n'est pas fixe. De plus, le taux de rejection n'est pas optimum, car il n'y a pas de recours aux monocristaux de béryllium pour les fenêtres.

Les deux montages actuels du LURE (D22 et D24) ont un avantage par rapport au laboratoire, lié à la nature même du faisceau synchrotron (flux important et vecteur d'onde minimum bas), mais ont des sensibilités inférieures aux montages de laboratoire. Le taux de rejection est notamment trop élevé pour une bonne sensibilité aux signaux faibles en bord de piège.

Les critères significatifs des différents appareillages sont résumés dans le tableau suivant. On compare une caméra de laboratoire de type Huxley-Holmes (H.H.), la ligne D22 du LURE, la ligne ID2 de l'ESRF et notre proposition de ligne Matière Molle "Instamatic" (Inst.) sur SOLEIL. Les paramètres pris en compte sont le flux ( $\Phi_0$  en photons/seconde), le vecteur d'onde minimum ( $q_{\min}$  en  $\text{\AA}^{-1}$ ), le vecteur d'onde maximum ( $q_{\max}$  en  $\text{\AA}^{-1}$ ), le taux de rejection (R), l'angle solide total pour la distance échantillon détecteur la plus courte ( $\Omega$  en radian), et la dynamique angulaire (D) définie par le rapport entre la taille du piège et le diamètre du détecteur.

Caméra	$\Phi_0$	$q_{\min}$	$q_{\max}$	R	$\Omega$	D
H. H. de laboratoire	$10^7$	$10^{-2}$	0,6	$3 \cdot 10^{-9}$	$10^{-2}$	35
D22 au LURE	$2 \cdot 10^9$	$6 \cdot 10^{-3}$	0,4	$10^{-7}$	$10^{-4}$	60
ID2 à l'ESRF	$10^{15}$	$10^{-3}$	> 0,6	$3 \cdot 10^{-9}$	$10^{-2}$	50
Inst. sur SOLEIL	$10^{15}$	$10^{-3}$	0,6	$< 10^{-9}$	$> 10^{-2}$	100

Cette proposition concerne l'étude de matériaux et de solutions dans leur aspect "massif", et non dans leur aspect "structure de surface". Elle est destinée à étudier la microstructure des échantillons en volume, du nanomètre au micron. Une autre ligne, optimisée pour étudier la structure des surfaces, serait parfaitement complémentaire de celle décrite dans ce rapport. Ces deux lignes nous semblent orthogonales, non-concurrentes, et vouloir grouper les deux objectifs nous paraît techniquement irréaliste.

## V - Communauté concernée :

\* CEA : laboratoires du DRECAM (Saclay) et du DRFMC (Grenoble).

\* CNRS : les 44 laboratoires ayant participé au GDR 1082 « Systèmes Colloïdaux Mixtes » ainsi que les 10 laboratoires du GDR « Rhéophysique ».

La section 15, ainsi que les sections 5, 16, 17, 18, 20 et 24.

Les laboratoires impliqués dans le programme “Physique et Chimie du Vivant”, dans sa partie structurale, ainsi que les laboratoires impliqués dans le futur programme “Systèmes Moléculaires Organisés”

\* Industriels : ceux impliqués dans le programme “Matériaux de Grande Diffusion”, ainsi que les industriels actuellement utilisateurs des grands instruments (ILL, LLB, LURE et ESRF).