



Experiment title: INTERACTION ENTRE UNE MOLECULE AMPHIPHILE INSOLUBLE ET UN DETERGENT DANS LA SOUS-PHASE  
*Interaction between insoluble amphiphilic molecules and detergents in the water subphase ions onto surfactant micelles*

**Experiment number:**  
32-02-135

<b>Beamline:</b> BM32 – IF	<b>Date of experiment:</b> from: 27-04-2002 to: 6-05-2002	<b>Date of report:</b> 10-10-2002
<b>Shifts:</b> 18	<b>Local contact(s):</b> J.S. Micha, F; Rieutord	<i>Received at ESRF:</i>

**Names and affiliations of applicants (\* indicates experimentalists):**

**FONTAINE Philippe\***, LURE, Centre Universitaire Paris Sud, Bat 209D, BP 34, 91898 ORSAY CEDEX

**GOLDMANN Michel\***, Lab. des objets Complexes et Interfaces d'Intérêt Biologique (OCIIB), Université René Descartes, 45 Rue des Saints Pères, F-75270 PARIS CEDEX 06,

**FAURE Marie-Claude\***, Lab. des objets Complexes et Interfaces d'Intérêt Biologique (OCIIB), Université René Descartes, 45 Rue des Saints Pères, F-75270 PARIS CEDEX 06,

**MULLER François\***, Lab. des objets Complexes et Interfaces d'Intérêt Biologique (OCIIB), Université René Descartes, 45 Rue des Saints Pères, F-75270 PARIS CEDEX 06,

**Report:**

Nous étudions l'influence sur une monocouche de Langmuir d'un détergent (Triton X100) introduit dans la sous phase. Outre les études aux échelles macroscopiques (thermodynamiques) et mésoscopiques (microscopie optique de surface) réalisées en laboratoire, nos mesures ont pour but de déterminer la structure microscopique des molécules adsorbées à l'interface eau-air, après injection du détergent dans la sous-phase. Pour des concentrations faibles de détergent (bien inférieures à la cmc, concentration micellaire critique), ces mesures peuvent être réalisées sur le montage de diffraction sur surface liquide du LURE (*difliq*) en utilisant une cuve de Langmuir classique. En revanche, pour de fortes concentrations (et en particulier au dessus de la cmc) on observe que le détergent abaisse tellement la tension de surface de l'eau que le ménisque s'effondre. Le liquide mouille alors les bords de la cuve en PTFE et déborde. Dans le projet proposé en 2001, nous avons demandé l'utilisation de la ligne BM32 pour effectuer des mesures à ces concentrations supérieures à la cmc. En effet, pour résoudre ce problème de ménisque, nous avons mis au point une cuve de Langmuir avec des bords hauts et intégrant des fenêtres en Kapton. Le niveau du liquide est inférieur à la hauteur des bords ce qui supprime les débordements. On observe cependant, le détergent mouillant les parois, que le ménisque s'inverse et recouvre partiellement la fenêtre de Kapton. Par conséquent, pour pouvoir effectuer les expériences de diffraction-diffusion X par la surface, il faut disposer d'un faisceau capable de traverser ces ménisques, c.a.d. intense et de haute énergie (>15KeV) mais également suffisamment fin et bien collimaté pour n'éclairer que la surface utile (et en particulier éliminer les effets de réflexion sur les ménisques). On peut dans ce cas espérer avoir un rapport signal/bruit suffisant et assez d'intensité pour pouvoir détecter le signal. De plus, les cinétiques deviennent bien plus rapides au dessus de la cmc ce qui rend nécessaire l'utilisation d'un faisceau de forte brillance afin de réduire les temps de comptage. Un tel faisceau peut-être fourni par le dipôle et l'optique de BM32.

Nous avons donc tenté ces expériences sur le goniomètre multi-techniques de la CRG IF avec un faisceau de rayons x incident de 18KeV (transmission d'un millimètre d'eau à 18 KeV : 90%). Dans un premier temps, nous avons du déterminer les caractéristiques du faisceau (taille et incidence). Une dimension verticale de 30 $\mu\text{m}$  est finalement celle qui minimise au mieux les réflexions sur les zones non planes de la surface tout en conservant un signal de diffraction mesurable. Avec un tel faisceau et une incidence de 0.9mrad, nous avons mesuré à travers les fenêtres et les ménisques des pics de diffraction de la monocouche comme le montre la figure 1. Dans cette expérience, une couche de molécules fluorées est initialement comprimée en phase Liquide Expansé (LE), phase désordonnée, à une pression superficielle de 5mNm<sup>-1</sup>. Le spectre de diffraction ne présente donc aucun pic. A t=0, on injecte le détergent à une concentration au dessus de la cmc. La pression superficielle monte alors rapidement jusqu'à la valeur de 47mN.m<sup>-1</sup>. On voit apparaître un pic de diffraction centré à 1.24 Å<sup>-1</sup> caractéristique de l'organisation compacte des chaînes perfluorées. Ceci montre que l'adsorption du détergent en surface se produit en comprimant les molécules amphiphiles mais sans mélange des deux espèces. On observe ensuite, à pression constante, la disparition progressive du signal de diffraction. Ceci montre que, le détergent dissout à 2D ou 3D ces molécules dans un deuxième temps.

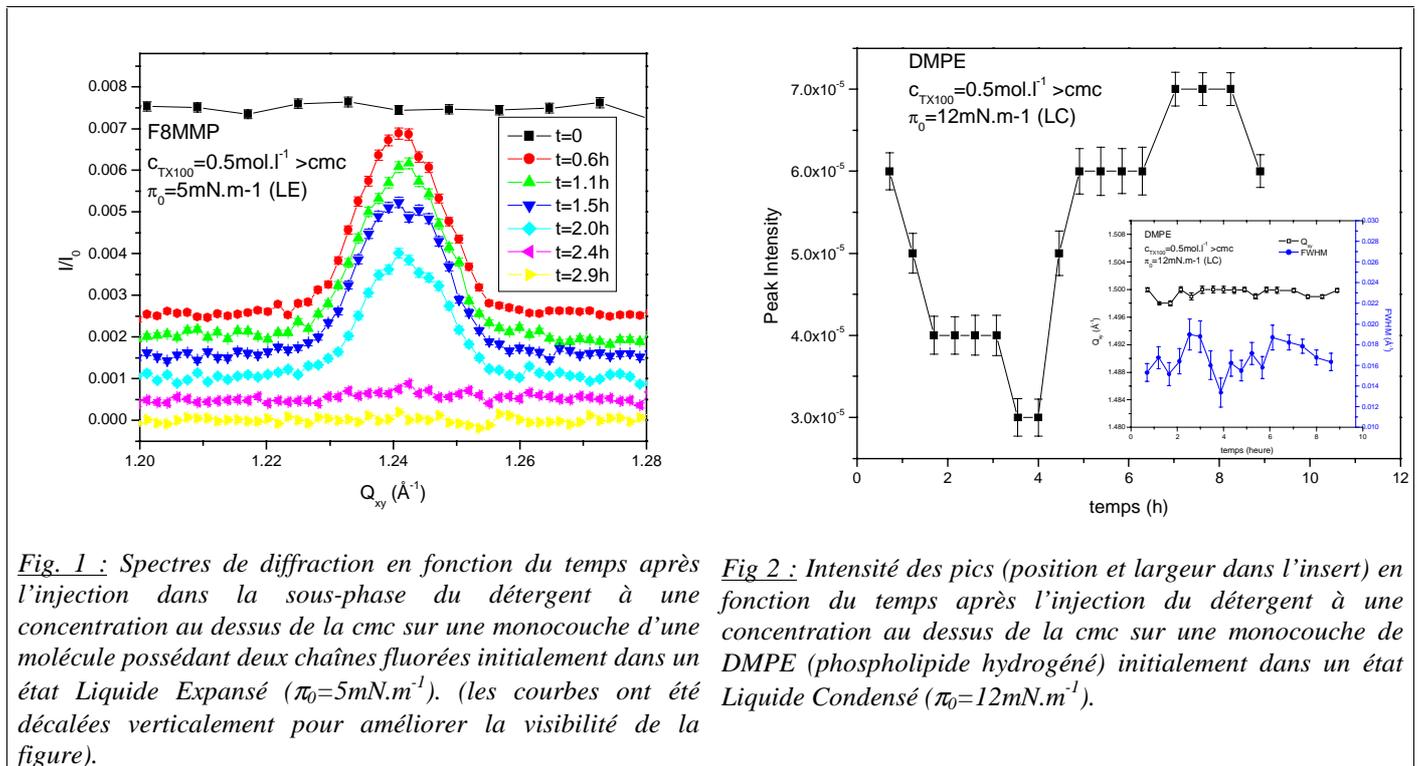


Fig. 1 : Spectres de diffraction en fonction du temps après l'injection dans la sous-phase du détergent à une concentration au dessus de la cmc sur une monocouche d'une molécule possédant deux chaînes fluorées initialement dans un état Liquide Expansé ( $\pi_0=5\text{mN.m}^{-1}$ ). (les courbes ont été décalées verticalement pour améliorer la visibilité de la figure).

Fig 2 : Intensité des pics (position et largeur dans l'insert) en fonction du temps après l'injection du détergent à une concentration au dessus de la cmc sur une monocouche de DMPE (phospholipide hydrogéné) initialement dans un état Liquide Condensé ( $\pi_0=12\text{mN.m}^{-1}$ ).

Nous avons pu tester le comportement de deux types de molécules d'une part des phospholipides à chaînes hydrogénées avec des têtes polaires et des longueurs de chaînes différentes (DPPC, DPPE, DMPE), et d'autre part des molécules à chaînes fluorées et à tête monomorpholinophosphate (F8MMP, F9MMP). Ces premières mesures sont en désaccord avec les résultats attendus. On observe en effet que les molécules à chaînes fluorées ne résistent pas à l'effet du détergent (comme le montre la figure 1) alors que la structure formée par les molécules à chaînes hydrogénées reste invariante pendant au moins 10 heures après l'introduction du détergent (la position du pic, la largeur et l'intensité reste constante comme le montre la figure 2). Nous avons cependant observé (au LURE) que ce pic de diffraction disparaît 3 jours (72 heures) après l'introduction du détergent pour des concentrations largement inférieures à la cmc. On ne peut exclure que la période de mesure fut trop courte pour conclure que l'organisation des molécules hydrogénées résiste au détergent pour des concentrations supérieures à la cmc. En conclusion, nous avons montré qu'il était possible, en utilisant des photons de haute énergie délivrés par BM32, de mesurer le signal de diffraction d'une couche de Langmuir à travers un ménisque inversé par la présence d'un surfactant dans la sous-phase. Ces expériences ont montré que l'organisation des chaînes hydrogénées persiste au delà de 10 heures alors qu'elle disparaît beaucoup plus rapidement sur les chaînes fluorées. Ce résultat est surprenant dans la mesure où le Triton X100 devrait présenter plus d'affinité pour les chaînes hydrogénées.