	Experiment title: SYNTHESE DE NANOSYSTEMES ORGANO-METALLIQUES PAR RADIOLYSE DE SURFACE : STRUCTURE DE LA COUCHE FORMEE	Experiment number: 02-02-698
Beamline: D2AM	Date of experiment: from: 18-07-2007 to: 24-07-2007	Date of report: 5-10-2007
Shifts: 18	Local contact(s): N. Boudet	<i>Received at ESRF:</i>
Names and affiliations of applicants (* indicates experimentalists): FONTAINE Philippe* ¹ , GOLDMANN Michel* ² , FAURE Marie Claude* ² , BARDIN Lisa* ^{1,2} ¹ SOLEIL, Saint Aubin, BP 48, 91192 Gif/Yvette CEDEX, France ² Institut des NanoSciences de Paris, CNRS-Universités Paris 6 et 7, Campus Boucicaut, 140 Rue de Lourmel, 75015 Paris, France.		

Report:

Nous développons une nouvelle approche de type bottom-up pour réaliser des systèmes organo-métalliques nanostructurés. Nous couplons les propriétés d'auto-assemblage des molécules amphiphiles à la réduction d'ions métalliques soit par voie radiolytique[1-4] soit par voie chimique. La synthèse radiolytique consiste à irradier, avec un rayonnement ionisant (rayon x, γ , e^-), une solution aqueuse d'ions métalliques. La radiolyse de l'eau induit la formation de radicaux libres qui réduisent les ions en atomes qui, insolubles dans l'eau, coalescent. Notre stratégie consiste à forcer l'agrégation de ces atomes à la surface de structures formées par auto-assemblage de molécules organiques (couches de Langmuir, micelles, ...). Ces structures forment donc des « moules » pour la phase métallique. En jouant sur divers paramètres (température, concentration etc.), nous pouvons facilement ajuster la taille (nanométrique) et la forme (sphère [3], plan [4] etc. ...) des objets réalisés. Le but de l'expérience proposée était de déterminer la structure cristalline des nano-couches métalliques (environ 4 nanomètres d'épaisseur) que nous formons par radiolyse de surface, la nouvelle technique que nous avons développée à l'interface eau-air[4]. Ces couches sont réalisées par irradiation d'un film de Langmuir, donc directement sous la monocouche organique adsorbée à l'interface eau-air. Les contraintes liées à géométrie de l'expérience ne permettent d'accéder à une zone de l'espace réciproque suffisamment large pour déterminer la structure de la couche. Nous transférons donc ces structures sur substrat solide (wafer de Silicium) pour les étudier par AFM, XPS et enfin diffraction des rayons x.

Lors de notre expérience, nous avons dans un premier temps aligné un échantillon, formé par une couche d'argent sous une monocouche d'acide béhénique, sous un faisceau de $30 \times 50 \mu\text{m}^2$. Cette opération est relativement délicate du fait de l'absence de codeurs sur la tête goniométrique. La qualité de l'alignement a donc été vérifiée par mesure de réflectivité (figure 1).

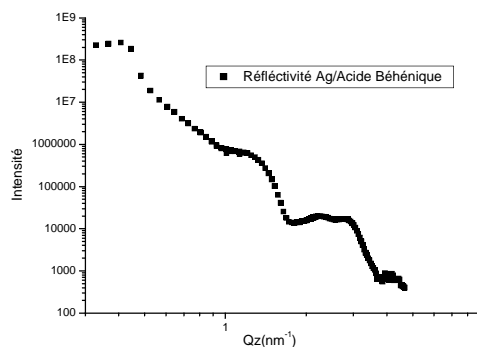


Figure 1 Réflectivité d'une monocouche d'acide behénique sur 4 nm d'Ag

Nous avons ensuite installé la caméra 2D pour les mesures de diffraction. Une fois le montage ajusté mécaniquement et les problèmes de bruit de fond résolus, nous avons retrouvé sous incidence rasante la tige de diffraction associée aux chaînes de l'acide behénique ainsi que les deux pics de diffraction de l'argent observés lors des mesures sur l'eau. (figure 2)

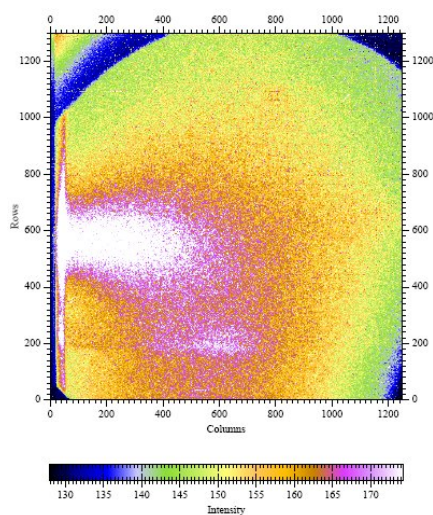


Figure 2, diffraction d'une monocouche d'acide behénique sur 4 nm d'Ag. Sur la figure, l'axe horizontal représente la composante Q_z et l'axe vertical la composante Q_{xy} . On observe nettement la tige (partant de $Q_z=0$) de la monocouche organique et les deux pics de l'argent (Q_z de l'ordre de 0.4 \AA^{-1})

Nous venions juste de commencer l'exploration du réseau réciproque afin d'observer de nouveaux pics associés à la structure de l'argent quand l'anneau de l'ESRF est tombé en panne (et n'a pas redémarré avant la rentrée de septembre). Nous devons donc malheureusement recommencer cette expérience qui s'annonçait prometteuse.

- [1] J. Belloni, M. Mostafavi, H. Remita, J.L. Marignier, M.O. Delcourt, New. J. Chem., 11, (1998) 1239.
- [2] cf. Rapport d'expérience 32-2-624
- [3] S. Remita, P. Fontaine, C. Rochas, F. Muller, M. Goldmann, Eur. Phys. J D, 34, (2005) 231.
- [4] F. Muller, P. Fontaine, S. Rémita, M.-C. Fauré, E. Lacaze, M. Goldmann, Langmuir, 20, (2004) 4791