Journées CMJ Sète 2017

« Tour de France et de Navarre
des utilisateurs
de microscopes JEOL »

16-18 octobre 2017

Centre du Lazaret , Sète

Comité d'organisation

Bureau exécutif de l'association CMJ

Christian RICOLLEAU (MPQ Paris 7)
Sergio MARCO (INSTITUT CURIE Orsay)
Dominique DEMAILLE (INSP Paris 6)
Loïc BRUNET (BICEL Lille 1)
Guillaume LATHUS (JEOL EUROPE SAS Croissy-sur-Seine)

Organisation locale

Patrick BRON (CBS Montpellier)
Josephine LAI KEE HIM (CBS Montpellier)
Erwan OLIVIERO (ICGM Montpellier)

Le comité d'organisation tient à remercier l'ensemble des adhérents à l'association « Cercle des Microscopistes JEOL » pour leur soutien et leur participation, l'ensemble des intervenants qui ont accepté de présenter leurs travaux et matériels, ainsi que les institutions et sociétés suivantes pour leur soutien financier, logistique et matériel dans l'organisation de cette édition 2017 des Journées CMJ.

Cercle des Microscopistes JEOL

JEOL Solutions for Innovation

Inserm
Institut national de la santé et de la recherche médicale

Université Montpellier

cnrs dépasser les frontières

Bienvenue dans le Langudoc- Roussillon !

SÈTE :

Une ville posée sur l'eau...

Il y a un peu plus de trois siècles, Louis XIV décida d'offrir un débouché maritime au canal du Midi. Le 29 juillet 1666, naquit le port de Sète, fêté par des joutes nautiques depuis lors indissociables de la cité. Ce port fit sa richesse grâce notamment au commerce du vin.

Son urbanisation et son architecture en portent encore le témoignage. Le port avec ses cargos, paquebots, voiliers et bateaux de pêche constitue le coeur de la ville. Ici, un souffle particulier a inspiré de grands écrivains, poètes, chanteurs : Paul Valéry, Jean Vilar, Georges Brassens, ainsi que des artistes peintres qui exposent dans les galeries du monde entier.

Haut de 183 mètres, le belvédère de Saint Clair offre un panorama exceptionnel sur la mer, la ville quadrillée par ses canaux et construite entre mer et étang.

Au cœur, du vieux Sète, au Cœur du Quartier Haut : l'église St-Louis est la plus ancienne de la ville et la plus importante d'où la dénomination « décanale ».
Construite en pierre de taille en 1702 selon les plans de l'architecte Daviler, collaborateur de Mansart, en l'honneur du saint patron de la ville, elle est classée monument historique en 1989.
La vierge « Regina Maris », reine des mers domine l'église et veille sur les pêcheurs. A l'origine dorée à l'or fin, la statue exposée à plein vent et soumise aux embruns a perdu sa dorure.

Au cours du 18è siècle des centaines de sétois sont enterrés dans les caveaux situés sous les chapelles intérieures de l'église, une pratique courante pour l'époque, malgré l'existence de cimetières.

Chaque année pour la fête des pêcheurs, la statue de St Pierre, patron des pêcheurs, est amenée à la décanale pour la grand messe. Après celle-ci une procession s'achemine pour la sortie en mer en l'hommage des marins disparus. Liesse et ferveur populaire accompagne ce défilé témoin de la spécificité méditerranéenne.

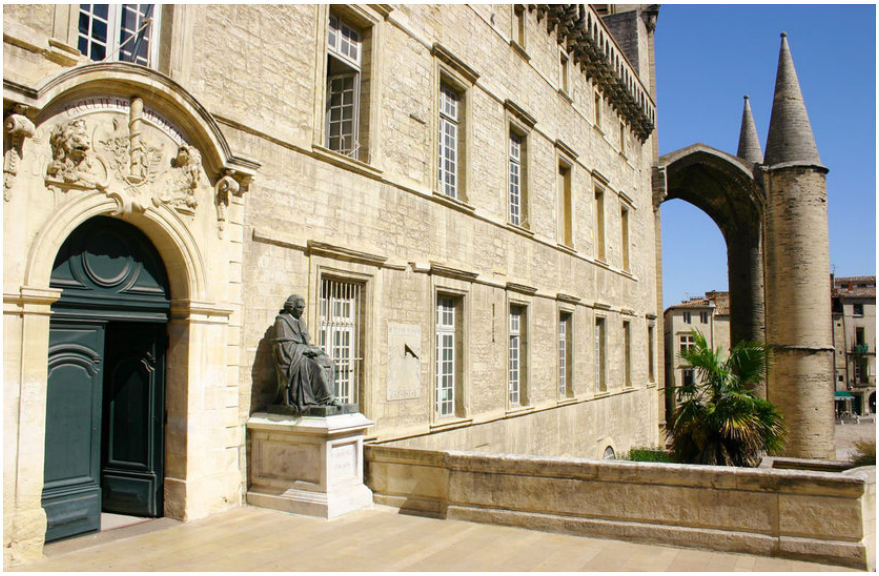
A Sète, le canal joue le rôle de Place Publique. Non seulement la ville a grandi autour de lui, mais elle s'y donne en spectacle.
Ici, entre les deux ponts, dans cette partie du canal appelée Cadre Royal, se déroulent tout au long de l'été les très populaires tournois de joutes nautiques et ce depuis juillet 1666.

MONTPELLIER :

Une ville méditerranéenne...

Terre du Sud, ville de trésors patrimoniaux et contemporains, Montpellier est un carrefour méditerranéen, une destination de caractère et d'exception. Cité aux origines médiévales dont les ruelles du centre-ville, la Place de la Comédie, la faculté de médecine, ou encore la place royale du Peyrou, séduisent les visiteurs du monde entier, c'est aussi une métropole moderne, ouverte sur l'architecture, les sciences, la culture contemporaine et les loisirs.

Le charme de Montpellier repose dans ses nombreuses places et placettes au cœur de l'écusson. Incontournable, il y a d'abord la **Place de la Comédie**, la place centrale et emblématique de Montpellier. Idéale pour faire une photo souvenir devant la statue des trois grâces ou pour boire un verre sur une des nombreuses terrasses ensoleillées.



Faculté de médecine et Cathédrale Saint-Pierre

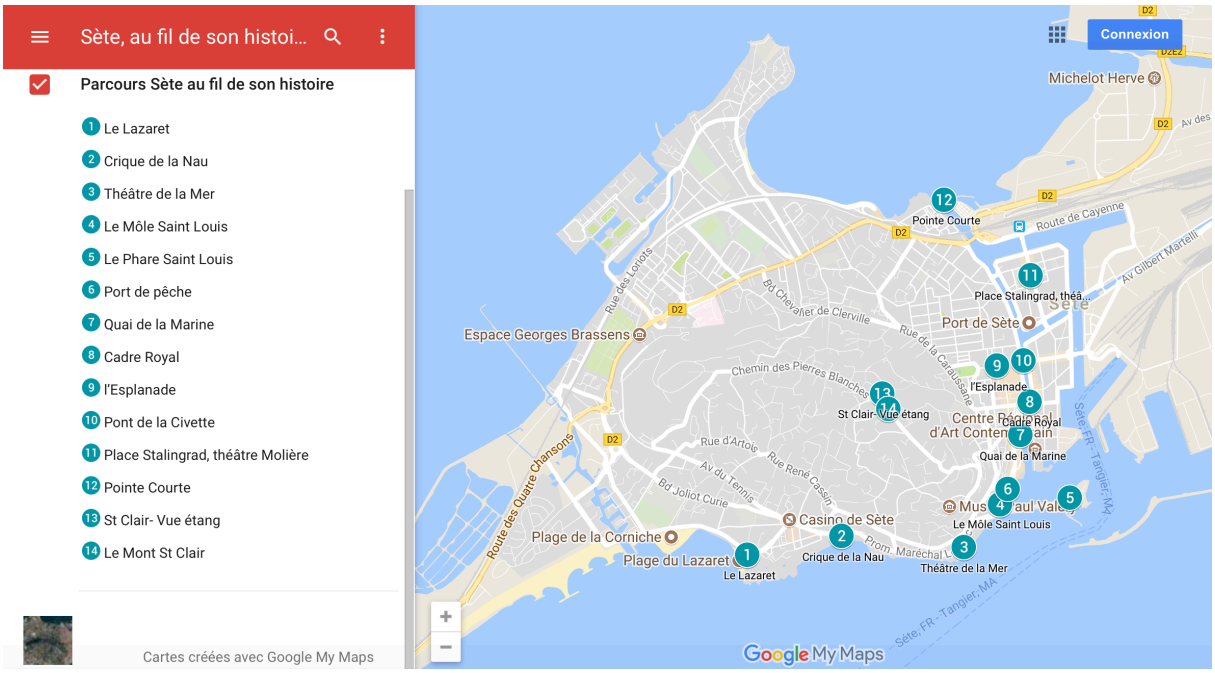
L'arc de triomphe faisant face au jardin du Peyrou

Informations pratiques

Plan du Centre du Lazaret

Le Lazaret : *La Corniche, 223 Rue Pasteur Benoît, 34200 Sète*
Téléphone : *04 67 53 22 47 / **FAX :** 04 67 53 36 13*

Plan de la ville de Sète



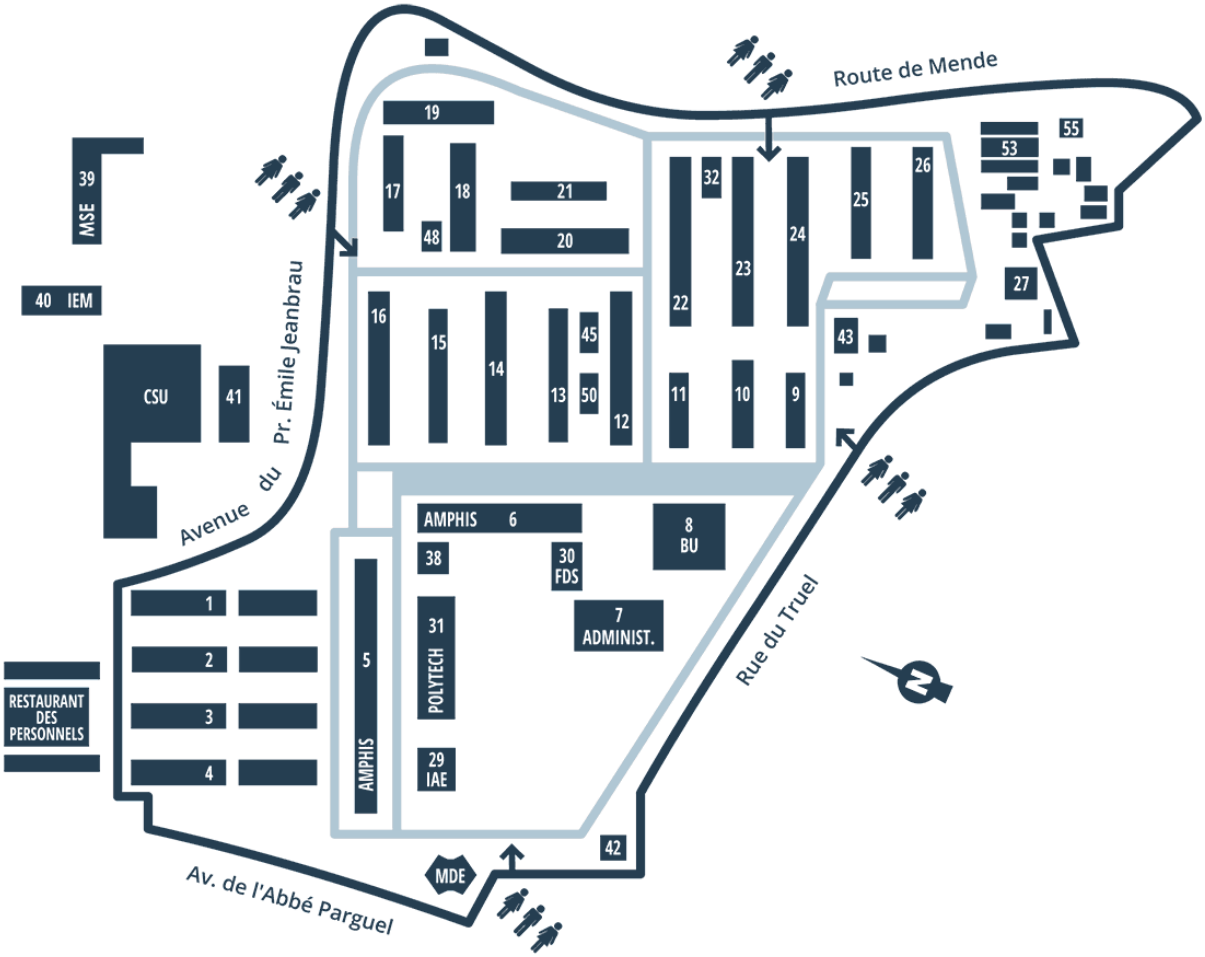
Informations pratiques

Plan des lignes de Tram de Montpellier

Atelier Filtration en perte d'énergie :

A l'Université de Montpellier
Microscopie électronique et analytique
Place E. Bataillon, Bât 24, rez-de-chaussée,
Entrée Est (côté route de Mende)

Prendre le tram Ligne 1 – Direction Mosson et descendre à l'arrêt Universités des Sciences et Lettres (prendre l'entrée principale)



ENTRÉE PRINCIPALE

Place Eugène Bataillon

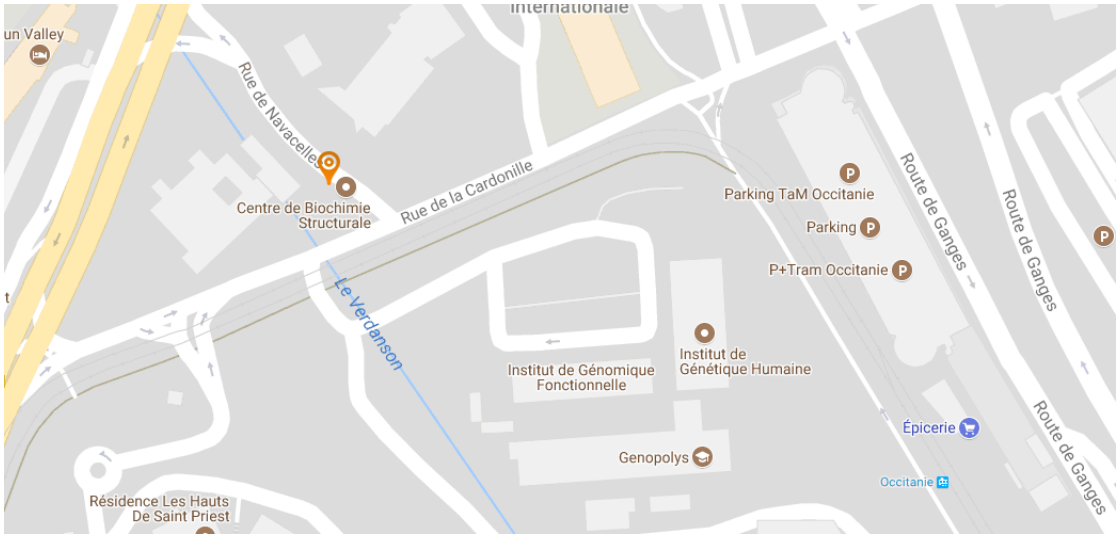
UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER - CAMPUS TRIOLET

Place Eugène Bataillon 34095 Montpellier cedex 05

Ateliers Micro-Diffraction électonique et Préparation de grilles carbonées

Au Centre de Biochimie Structurale
29 rue de Navacelles

Prendre le tram Ligne 1 – Direction Mosson et descendre à l'arrêt Occitanie



Programme

Lundi 16 octobre 2017

12h00 - 12h20 : **Accueil des participants**

12h30 - 13h30 : Repas

13h50 - 14h00 : Ouverture des Journées CMJ 2017

14h00 - 16h00 : **Conférences**

Patricia DONNADIEU

Alexander DUNCAN

Amandine VERGUET

Lucian ROIBAN

16h00 - 16h30 : Pause

16h30 - 18h30 : **STEM Remote : Sylvain et Sergio (Paris)**

18h30 - 19h30 : JEOL News

20h30 : Repas

Mardi 17 octobre 2017

09h00 - 11h00 : **Conférences**

Daniel MONVILLE

Etienne FREYRIA

Frédéric PAILLOUX

Xavier DEVAUX

11h00 - 11h30 : Pause

11h30 - 12h30 : **Préparation des échantillons en cryo-microscopie**

12h30 - 14h00 : Déjeuné

14h00 - 15h00 : **Conférences**

Stéphanie BRUYERE

Patrick BRON

15h00 - 16h00 : **Assemblée générale de l'association CMJ**

+

Echanges des Utilisateurs avec les représentants de la Société JEOL

16h00 : Départ pour visite d'un vignoble à Frontignan + Villeneuve-lès-Magelone

20h00 : **Repas de convivialité** *au restaurant panoramique Le Phare*

1 place de la Méditerranée, 34250 Palavas-les-Flots

Téléphone : 04 67 68 61 16

Le restaurant offre une vue panoramique à 360° avec vue environnante sur la mer et sur la ville.
Le restaurant tourne sur lui-même en 1h30 environ

Quelques chiffres symboliques :

260 m² de surface totale de vitrage

200 couverts : capacité du restaurant panoramique tournant

64 mètres : point culminant de l'édifice, au sommet de la flèche

37 mètres : hauteur du restaurant panoramique tournant

34 mètres : hauteur du pont-promenade et du bar

20 secondes : montée en ascenseur panoramique

2 €uros : prix de la montée (inclus dans inscription CMJ)

Mercredi 18 octobre 2017

08h00	:	**Départ du Centre du Lazaret**
09h00 - 10h30	:	**Ateliers Université de Montpellier et CBS (Groupes 1)**
10h30 - 11h00	:	**Changement des groupes**
11h00 - 12h30	:	**Ateliers Université de Montpellier et CBS (Groupes 2)**
12h30	:	**Clôture des CMJ 2017**

Résumé des présentations

Patricia DONNADIEU

Imagerie TEM conventionnelle sur un JEOL 2100F : difficultés rencontrées et solutions possibles

Patricia Donnadieu[1]

[1] CNRS- Grenoble INP- Université Grenoble Alpes - Laboratoire SIMAP
Domaine Universitaire BP 75 38402 Saint Martin d'Hères.
Email: patricia.donnadieu@grenoble-inp.fr

L'acquisition de nouveaux équipements en remplacement ou en complément d'anciennes machines amène fréquemment à faire la comparaison entre les capacités des microscopes avec des conclusions variables selon les types d'imagerie considérés. Comme ces comparaisons sont souvent faites après l'achat des machines, il pourrait être intéressant d'avoir dans le cadre du CMJ quelques retours d'expériences afin d'aider à la définition de futurs achats. Au-delà de la comparaison des possibilités des équipements, mieux comprendre l'origine de certaines difficultés peut en outre aider à les résoudre ou à les contourner en adaptant les pratiques.

A titre d'exemple, la réalisation d'images conventionnelles en champ clair et champ sombre sur un microscope Jeol2100F (comparé à un Jeol3010LaB_6) sera examinée dans cet exposé. Quelques solutions seront proposées pour parvenir assez simplement à des résultats de qualité proche.

Cet exposé ne procède pas de connaissances particulières de la technologie des microscopes. Il sera très incomplet car basé seulement sur les constatations d'un utilisateur visant à réaliser un certain type d'imagerie. Aussi tous les compléments et suggestions seront les bienvenus.

Alexander DUNCAN

Zinc blende–wurtzite polytypism in polycrystalline ZnO thin films

A. Brian Aebersold[1], Lorenzo Fanni[2], Aïcha Hessler-Wyser[2], Sylvain Nicolay[3], Christophe Ballif[2], Cécile Hébert[2,4], and Duncan T.L. Alexander[3]

[1] Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), CIME
EPFL-ENT-R-CIME Station 12 – 1015 Lausanne – Suisse. Email: duncan.alexander@epfl.ch
[2] Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), PV-Lab
Rue de la Maladière 71b – 2002 Neuchâtel – Suisse. Email: christophe.ballif@epfl.ch
[3] CSEM, PV-Center
Rue Jaquet-Droz 1 – 2002 Neuchâtel – Suisse. Email: sylvain.nicolay@csem.ch
[4] Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), LSME
EPFL-SB-IPHYS-LSME Station 12 – 1015 Lausanne – Suisse. Email: cecile.hebert@epfl.ch

ZnO is typically understood to crystallise fully in the stable hexagonal wurtzite structure. Here, by means of automated nanobeam crystal orientation mapping on a JEOL 2200FS equipped with the NanoMEGAS ASTAR system [1], combined with high resolution TEM, we identify nanometre-sized regions of cubic zinc blende phase ZnO which form during the growth of nanocrystalline wurtzite ZnO thin films by metal–organic chemical vapour deposition. We find that this structural polytypism plays a critical role in the film structure evolution, first by interrupting growth on its preferential axis, followed by providing surfaces for the renucleation of newly oriented wurtzite grains. These grains create new texture components different to the dominant texture of the films, so explaining observations made during the analysis of growth evolution data acquired using the crystal orientation mapping on "double wedge" height-mapped samples [2]. In *c*-axis textured films, as shown in Fig. 1, the new grains are identified to grow fastest along their basal planes [3]. By using convergent beam electron diffraction, we show that this difference in fast growth direction relates to the polarity of exposed facets. In *a*-axis textured films, the zinc blende cores are seen to coordinate the growth of statistically abundant grain triplets consisting of two dominant twinned grains growing parallel to the fast growth axis, with a small otherwise oriented grain in between. The presence and stability of the triplets is remarkable, with the third grain twisting its orientation to obtain coherent twin boundaries with both of the dominant grains.

As well as providing new insights into polycrystalline growth mechanisms, the results demonstrate the scientific possibilities for mining TEM-based orientation mapping data to uncover new phenomena, followed by using these data to guide local studies of such special events with other TEM techniques.

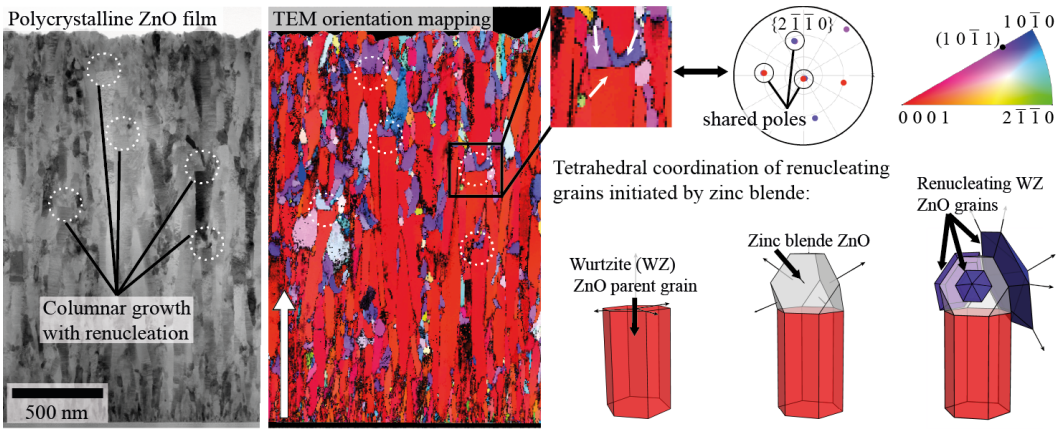


Fig. 1 Cross-section scanning TEM (left) and automated crystal orientation mapping of a cross-section of a *c*-textured ZnO film with interrupted columnar growth and renucleation, as marked with dotted circles (middle left). By analysing a higher magnified region, shared poles are found indicating tetrahedrally coordinated growth of new wurtzite grains (top right), as explained by a zinc blende–wurtzite mechanism of renucleation during film growth (bottom right).

References

- EF Rauch, M Véron, J Portillo, et al. *Microsc Anal Nanotechnol Suppl*, **22** (2008) 8.
- AB Aebersold, DTL Alexander and C Hébert, *Ultramicroscopy*, **159** (2015) 112.
- AB Aebersold, L Fanni, A Hessler-Wyser, et al. *Acta Mater*, **130** (2017) 240.

Amandine VERGUET

Energy Filtered STEM evaluation using biological samples

Verguet A.[1], Trepout S.[2], Ravelle-Chapuis R.[3], Marco S.[4], Messaoudi C.[5]

[1] JEOL (Europe) SAS
allée de Giverny, 78290 Croissy-sur-Seine, France. Email: amandine.verguet@jeol.fr
[2] INSERM U1196, Université Paris Sud,
Campus Universitaire d'Orsay. Bat 112, 91405 Orsay, France. Email: sylvain.trepout@curie.fr
[3] JEOL (Europe) SAS
allée de Giverny, 78290 Croissy-sur-Seine, France. Email: ravelle@jeol.fr
[4] INSERM U1196, Université Paris Sud,
Campus Universitaire d'Orsay. Bat 112, 91405 Orsay, France. Email: sergio.marco@inserm.fr
[5] Institut Curie, PSL Research University, CNRS UMR9187,
Campus Universitaire d'Orsay. Bat 112, 91405 Orsay, France. Email: cedric.messaoudi@curie.fr

STEM tomography (STET), together with FIB-SEM and SBF-SEM is becoming a tool of choice in cell biology for the study of thick specimens. In cryo-samples STET has demonstrated its ability to reduce beam damage maintaining contrast and signal-to-noise ratio [1,2]. Recently, STEM has been combined to EELS in a theoretical study for material sciences of HAADF mode in two dimensions [3]. Here we analyze the interest of this approached for biological samples by combining STEM acquisition in BF-mode to Z-loss filtering. To this purpose we have used EF-STEM images of cryo-samples and resin embedded thick sections to evaluate its potential for biology. We have determined the best scan-speed, and acquisition parameters leading to the best signal to ratio improvement in both resin and frozen hydrated samples. Our results support that combination of Z-loss imaging and STEM can be used for details enhancement in STEM tomography

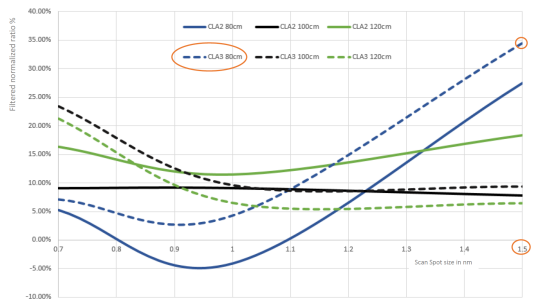


Fig. 1 SNR gain. The best experimental conditions correspond to condenser diaphragm 40µm (CLA3), camera length 80cm and scan spot size 1.5nm.

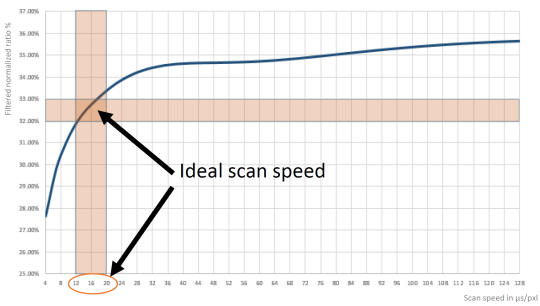


Fig. 2 Filtered normalized ratio measured at different scan speed for the best acquisition conditions shown in Fig 1. A plateau appears at about 36%. The middle of the curve is placed between 32 and 33% meaning that the optimal scan speed is between 12 and 20 µs.

Références

- Wolf S. et al. *Nature Methods* **11** (2014) 423.
- Rez P. et al. *J Struct Biol* **196** (2014) 466.
- Donati L et al. *Ultramicroscopy* **179** (2017) 47.
- LM Liz-Marzán et PV Kamat. *Nanoscale Materials*. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 2003.

LUCIAN ROIBAN

Acquisition rapide en tomographie électronique pour l'analyse 3D des nanomatériaux

Siddardha Koneti[1], Lucian Roiban[1], Anne-Sophie Gay[2], Priscilla Avenier[2], Amandine Cabiac[2], Voichița Maxim[3], Thomas Grenier[3], Hussein Banjak[3], Cyril Langlois[1], Florent Dalmas[1], Thierry Epicier[1]

[1] Univ Lyon, INSA-Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, MATEIS, UMR 5510, CNRS, 69621 Villeurbanne Cedex, France, *e-mail : Lucian.Roiban@insa-lyon.fr*
[2] IFP Energies nouvelles – Rond-point de l'échangeur de Solaize, BP 3-69360 Solaize France
[3] Univ Lyon, INSA-Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CREATIS, CNRS UMR 5220 – INSERM U1044, 69621 Villeurbanne Cedex, France

L'utilisation de la tomographie électronique offre la possibilité d'étudier la microstructure 3D des matériaux organiques et inorganiques à l'échelle du nanomètre. La tomographie électronique consiste en l'enregistrement de séries d'images de l'échantillon incliné à différents angles. La série obtenue est ensuite alignée et, à l'aide d'algorithmes dédiés, le volume observé peut être reconstruit. Le volume est ensuite segmenté et des données quantitatives concernant la morphologie et la composition chimiques de l'échantillon sont calculées en 3D. Même si la technique est employée de manière courante, elle est reconnue comme une technique lourde et qui est difficilement utilisable pour l'analyse d'échantillons sensibles au rayonnement électronique. Ceci est dû au fait que pendant l'acquisition des images gérée par un logiciel dédié, l'échantillon est incliné avec un incrément angulaire donné. A chaque angle d'inclinaison l'objet est repositionné dans le champ de vue de la caméra et focalisé par cross-corrélation, puis l'image est enregistrée. Cette procédure aboutit à des temps d'enregistrement pour une seule image pouvant varier de quelques secondes à une minute. L'acquisition d'une série d'images en mode champ clair peut donc prendre entre 30 et 45 minutes. Des temps d'exposition des échantillons aux électrons aussi longs ne sont pas compatibles avec l'analyse des matériaux sensibles au rayonnement comme les polymères, les zéolites ou les échantillons biologiques, sans avoir à les préparer préalablement en les enrobant dans une résine, à froid ou en les fixant chimiquement.

Nous avons développé une nouvelle approche d'enregistrement des séries d'images inclinées à l'aide d'une caméra conventionnelle et en acquisition pas à pas. Les étapes intermédiaires de recalage et focalisation sont cette fois manuelles, ce qui permet d'arriver à des temps d'acquisition de moins de 4 minutes. De plus, avec une rotation continue de l'échantillon, une caméra ultra rapide de dernière génération et sans recalage ni refocalisation, il est alors possible d'enregistrer une série d'images en mode champ clair en moins de 6 secondes[1]. Cette dernière procédure est valide pour des grandissements modérés (profondeur de champ suffisante et dérive minime de l'échantillon).

Pendant l'exposé le concept de l'enregistrement rapide des images pour la tomographie électronique sera présenté et la faisabilité de la technique sera démontrée en se basant sur des exemples d'études réalisées sur un support de catalyseurs comme les zéolites [2], sur des catalyseurs comme Pd/Al_2O_3, sur des polymères ou encore une bactérie magnétostatique [3].

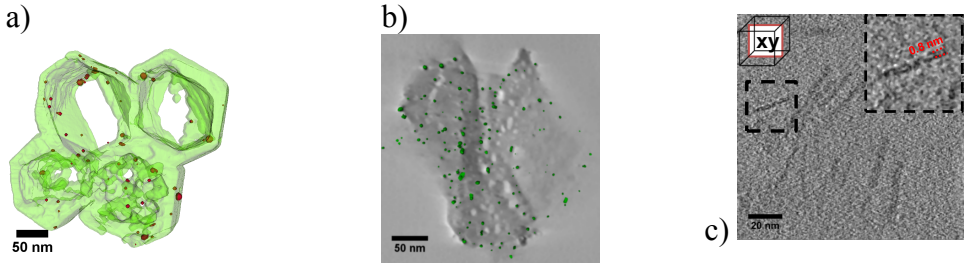


Fig. *3 Tomographie électronique rapide :* a) Particules d'Ag (en rouge) supportées par une zéolithe, b) nanoparticules de Pd (en vert) supportées sur Al_2O_3, *c) section dans le plan XY dans le volume d'un polymère contenant des nanofeuillettes de LDH.*

1. T. Epicier, Environmental TEM: Fast is beautiful webinar*, https://www.youtube.com/watch?v=af5M4NCTnK0*
2. L. Roiban, S. Li, M. Aouine, A. Tuel, D. Farrusseng, T. Epicier, *Journal of Microscopy,* 2017 doi:10.1111/jmi.12557
3. Les auteurs remercient C. Langlois, N. Blanchard, M. Aouine, P. Vernoux, D. Farrousseng, A. Tuel, C. C. Bizonne, Y. Tauran, pour leur collaboration, à CLYM pour l'accès aux microscopes électronique ainsi que à l'IFPEN, ANR-3Dclean, BQR-Spee3D et au labex iMUST pour l'aide financière.

Frédéric PAILLOUX

Caractérisation d'hétérostructures périodiques $TiAlN_x$/TiAlN

Frédéric Pailloux[1], Ahmed El Mouatassim[1, 2], Guillaume Amiard[1], Vincent Mauchamp[1], Marie-José Pac[2], Pascal Henry[2], Christophe Rousselot[3] et Thierry Cabioch[1]

[1] Institut Pprime, UPR 3346 CNRS-Université de Poitiers, 86962 Futuroscope-Chasseneuil, FRANCE
[2] LPMT, EA4365 Université de Haute Alsace, 68093 Mulhouse, FRANCE
[3] FEMTO-ST, UMR 6174 CNRS-Université de Franche-Comté, 25211 Montbéliard

Email: frederic.pailloux@univ-poitiers.fr

Les hétérostructures de nitrures métalliques donnent lieu à une intense recherche en vue d'améliorer leurs propriétés en tant que revêtement de protection contre l'usure et l'oxydation. Leur élaboration par dépôt magnétron réactif pulsé (RGPP), par ajustement cyclique du débit d'azote, conduit à une microstructure variable avec l'épaisseur du film déposé.

Notre étude se focalise sur deux films qui diffèrent par leur périodicité (liée à la fréquence de modulation du débit de gaz), dont les première couches sont présentées Fig.1. Le microscope électronique en transmission (JEM 2200FS) est l'outil de choix pour l'analyse de tels systèmes. L'imagerie conventionnelle couplée à la diffraction des électrons permet de mettre en évidence la structure cristalline et l'évolution de la microstructure en fonction des conditions d'élaboration.

Pour le film de 12 nm de périodicité, une désorientation progressive des plans de croissance (parallèles à l'interface film/substrat) est mise en évidence ; cette désorientation est associée à la disparition progressive du contraste chimique entre les couches TiAlN et $TiAlN_x$ et à la mise en place de grains colonnaires micrométriques dont le grand axe s'incline progressivement par rapport à la normale à l'interface film/substrat.

L'utilisation de la spectroscopie EELS résolue spatialement, couplée à l'imagerie STEM-HAADF, permet de plus de corréler les variations de composition aux modifications des seuils N-*K* et Ti-L_{23} (Fig. 2). Nous observons en particulier une variation du rapport d'intensité des deux pics principaux du seuil N-*K* associé à un décalage chimique proche de 1 eV de ce dernier, en fonction de la quantité d'azote incorporée dans les couches. Un décalage chimique analogue (~0.5 eV) est observé au seuil Ti-L_{23}. Ces modulations de décalage chimique sont en outre corrélées à de subtiles variations du signal EELS observés dans le domaine des pertes proches.

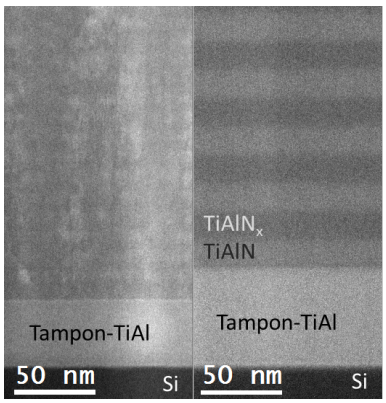


Figure *4 :* Images STEM –HAADF des premiers stades de croissance de deux hétérostructures TiAlN/TiAlNx *de périodicités différentes : à gauche 12 nm, à droite 34 nm*.

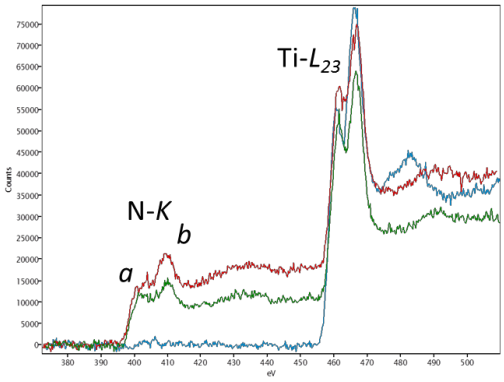


Figure 5 : Spectres ELNES (fond soustrait) caractéristiques du tampon TiAl (bleu), des couches TiAlNx (vert) et TiAlN (rouge). La chute du rapport d'intensité I_b/I_a du seuil N-K est associée une sous-stœchiométrie en azote.

Xavier DEVAUX

Interdiffusion et efficience d'un injecteur de spin : caractérisation de gradients de composition dans des couches de 1 nm d'épaisseur.

X. Devaux [1], T. Bingshan[1,2], B. Xu[3], M. Hehn[1], S. Mangin [1], Z.G. Wang[3], Y. Lu[1]

[1] Institut Jean Lamour – UMR CNRS 7198 - Université de Lorraine, 2 Allée A. Guinier, Campus ARTEM – 54000 Nancy – Fance. Email: xavier.devaux@univ-lorraine.fr
[2] Institute of Physics– Chinese Academy of Science, Beijin National Laboratory for Condensed Matter Physics, P. O. Box 603,– Beijin 100190 – République Populaire de Chine
[3] Institute of Semiconductors – Chinese Academy of Science, Key Laboratory of Semiconductor Materials Science, P.O. Box 912 – Beijing 10008 – République Populaire de Chine

De la lumière polarisée circulairement peut être émise par des diodes électroluminescentes (LED) à base de semi-conducteurs III-V, en injectant des électrons polarisés en spin [1,2]. La réalisation de LED dotées d'un injecteur de spin possédant une anisotropie magnétique perpendiculaire au sens d'injection des porteurs est indispensable au développement d'applications pratiques qui requièrent un fonctionnement sans champs magnétique externe [3].

Dans cet exposé, nous nous intéresserons à des injecteurs de spin ultra fins déposés sur des LED à base de GaAs. Les injecteurs ont la structure générale suivantes : 2.5 nm MgO/ 1.2 nm FeCoB/ 5 nm M où M = Ta ou Mo. Les couches minces ont été préparées par pulvérisation cathodique. Pour obtenir une bonne anisotropie magnétique dans l'injecteur de spin, les axes de type [100] du MgO et [100] de CoFe doivent être perpendiculaires au plan les couches [4]. Le MgO s'épitaxie spontanément avec la bonne orientation sur du GaAs (110). Le bore (environ 15%) a pour rôle d'empêcher la cristallisation de l'alliage à température ambiante lors du dépôt. Les couches minces doivent subir un traitement thermique à plus de 250°C pour induire la cristallisation de la couche ferromagnétique à partir de l'interface MgO/FeCoB et ainsi forcer l'orientation cristallographique de l'alliage FeCo. Cette cristallisation s'accompagne de l'éjection du bore de l'alliage qui cristallise et de sa la diffusion dans la structure. Il a été observé que la nature de l'électrode qui est déposée au-dessus de l'injecteur de spin (Ta ou Mo) peut avoir une influence notable sur les propriétés magnétiques et optiques du système après recuit. Ainsi, avec le tantale, les propriétés sont optimales pour un recuit à 300°C. Elles se dégradent pour un traitement à plus haute température, alors qu'avec du molybdène l'optimal est décalé à plus haute température et la dégradation des propriétés n'est effective que pour des traitements thermiques à température supérieure à 400°C.

En comparant les microstructures des deux types d'architectures par HRSTEM et en étudiant leur composition chimique locale par spectroscopie de perte d'énergie spatialement résolue, il a été possible de suivre la diffusion du bore induite par la cristallisation de la couche ferromagnétique et d'observer une différence notable entre les deux types d'injecteurs. De la même façon le réarrangement chimique des interfaces et la ségrégation de fer sur le plan d'interface MgO/FeCo, l'interdiffusion du tantale et du molybdène à travers la couche ferromagnétique, parfois jusque dans la couche d'oxyde ont été observés, selon le traitement thermique subi. L'influence des évolutions structurales et chimiques induites par les recuits sur les comportements magnétiques et optiques seront discutés.

Références

- R. Fiederling et al, *Nature*, 402 (1999) 7087

- Y. Ohno et al., *Nature*, 402 (1999) 790
- S. H. Liang et al., *Phys. Rev. B,* **90** (2014), 085310.
- T. Liu et al., *Sci. Rep.* **4** (2014) 5895

Stéphanie BRUYERE

Des films d'oxyde de vanadium thermochromes comme absorbeurs dans les échangeurs thermiques solaires

A. DIDELOT[,1], S. BRUYERE[1], F. CAPON[1], J.F. PIERSON[1] et D. MERCS[2]

[1] Institut Jean Lamour – Université de Lorraine - CNRS,
Allée GUINIER – Nancy – FRANCE. Email : stephanie.bruyere@univ-lorraine .fr
[2] VIESSMANN
Faulquemont – FRANCE

Afin de réduire les problèmes associés à la stagnation des fluides dans les échangeurs thermiques solaires, lorsque la température augmente, une nouvelle génération d'absorbeur a été mise en place. Cette technologie est basée sur des systèmes thermochromes utilisant des films de dioxyde de vanadium (VO_2). Le VO_2 est un semi-conducteur possédant une transition optique à 68°C [§]. Cette transition s'accompagne d'une transition cristallographique. A température ambiante, le dioxyde de vanadium cristallise dans une structure monoclinique alors qu'une structure rutile est obtenue à haute température [§].

La synthèse des films à base de vanadium est réalisée par pulvérisation magnétron [§] puis les films sont recuits sous air afin d'obtenir le dioxyde de vanadium. Cependant, des films de VO_2 pur ne permettent pas une utilisation optimale des panneaux thermiques actuellement commercialisés.
L'objet de cette étude est de comprendre comment l'ajout d'aluminium dans le processus de fabrication des films permet d'augmenter la variation d'émissivité entre basse et haute température diminuant ainsi les problèmes de dégradation des fluides caloporteurs.

Pour mener cette étude, de nombreuses techniques de caractérisation dont la microscopie électronique en transmission (*Fig. 1*) ont été utilisées. Grâce à la perte d'énergie des électrons, il a notamment été possible de montrer la présence d'oxyde d'aluminium à l'intérieur du film de VO_2. La présence d'une phase intermédiaire d'oxyde de vanadium a également été mise en évidence.

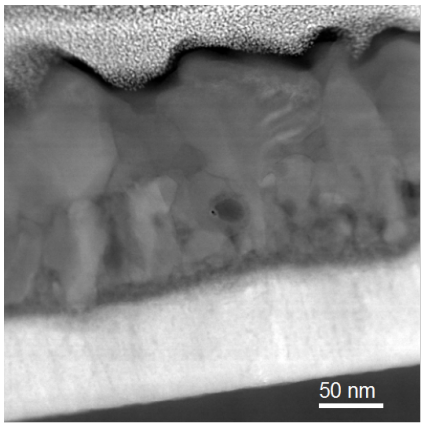


Fig.1 Image DF-STEM d'une c*oupe transverse d'un dépôt d'oxyde de vanadium contenant de l'aluminium*

Références

- F.J. Morin, *Phys. Rev. Lett.* **3** (1959), 34
- J.B. Goodenough, *J. Solid State Chem.* **3**(1971), 490
- . Duchenne, *Thin Solid Films* **12** (1972), 231

Patrick BRON

La micro-diffraction des cristaux de protéines en MET, une approche récente et prometteuse

François Hoh, Stefano Trapani et Patrick Bron

Centre de Biochimie Structurale, CNRS, INSERM et Université de Montpellier, Equipe Biologie Structurale Multi-Echelle
29 rue de Navacelles, 34090 Montpellier. Email: patrick.bron@cbs.cnrs.fr

La diffraction électronique sur micro-cristaux de protéines (micro-ED) est une méthode récente et émergente qui permet d'obtenir la structure de protéine à partir d'un microscope électronique. Les premiers travaux relatant la résolution de structure de protéines par micro-ED datent de fin 2014 (Nannenga and Gonen, 2014; Nannenga et al., 2014).
Les premiers essais de diffraction ont été effectués sur des cristaux de lysozyme ayant des tailles de 50 nm à quelques microns. La première étape consiste à congeler les micro-cristaux dans de l'éthane liquide. Cette étape ne nécessite que 1.5 à 3 microlitres de solution de micro-cristaux, correspondant à une goutte de cristallisation. La grille est ensuite transférée dans le microscope et maintenue entre -175 et -180 °C durant toute la phase d'observation et d'acquisition. Sur une grille, il est possible d'observer plusieurs dizaines de micro-cristaux, et donc de pouvoir évaluer le pouvoir diffractant de très nombreux micro-cristaux. La micro-ED est une approche extrêmement prometteuse avec laquelle il sera bientôt possible d'élucider des structures de protéines en routine à partir d'une goutte de cristallisation.
Notre équipe "biologie structurale multi-échelles" étudie l'organisation structurale de complexes biologiques (virus, protéines virales, complexes protéiques de pathogènes, protéines membranaires..) du niveau moléculaire jusqu'au niveau cellulaire en combinant principalement la cryo-microscopie et la cristallographie aux rayons X. Dans ce contexte, nous avons donc entrepris d'implanter la micro-ED sur notre microscope JEOL 2200FS qui est équipé d'un filtre oméga dans la colonne. L'impact du filtre « in-column » sur la qualité du cliché de diffraction est remarquable, puisque le rapport signal sur bruit des tâches de diffraction est amélioré par un facteur compris entre 3 et 5.
Au cours de cette présentation, un état de l'art sur la micro-ED sera réalisé, en expliquant notamment ce qu'est la technique, ses avantages et inconvénients, et les dernières évolutions entourant cette méthode (Clabbers et al., 2017).

Références

- Clabbers, M.T.B., van Genderen, E., Wan, W., Wiegers, E.L., Gruene, T., and Abrahams, J.P. (2017). Protein structure determination by electron diffraction using a single three-dimensional nanocrystal. Acta crystallographica. Section D, Structural biology *73*, 738-748.
- Nannenga, B.L., and Gonen, T. (2014). Protein structure determination by MicroED. Curr Opin Struct Biol *27*, 24-31.
- Nannenga, B.L., Shi, D., Hattne, J., Reyes, F.E., and Gonen, T. (2014). Structure of catalase determined by MicroED. eLife *3*, e03600.

Contacts

Contacts intervenants

Patrick Bron
CBS - INSERM
Montpellier, France
patrick.bron@cbs.cnrs.fr

Stéphanie Bruyere
IJL - CNRS
Université de Lorraine
Nancy, France
stephanie.bruyere@univ-lorraine.fr

Xavier Devaux
IJL - CNRS
Université de Lorraine
Nancy, France
xavier.devaux@univ-lorraine.fr

Patricia Donnadieu
SIMAP, CNRS
Grenoble INP, France
patricia.donnadieu@simap.grenoble-inp.fr

Alexander Duncan
EPFL - CIME
Lausanne, Suisse
duncan.alexander@epfl.ch

Frédéric Pailloux
Institut Pprime - CNRS
Futuroscope-Chasseneuil, France
frederic.pailloux@univ-poitiers.fr

Amandine Verguet
Institut Curie - CMIB
Orsay, France
amandine.verguet@curie.fr

Lucian Roiban
Mateis - INSA Lyon
Lyon, France
lucian.roiban@insa-lyon.fr

Contacts participants

Stéphanie Balor
METi - CNRS
Université de Toulouse
Toulouse, France
balor@ibcg.biotoul.fr

Patrick Barges
ArcelorMittal Maizières Research
Maizières-lès-Metz, France
patrick.barges@arcelormittal.com

Yannick Blouet
IFPEN - MPM
Solaize, France
yannick.blouet@ifpen.fr

Celia Castro
GPM - CNRS
Université de Rouen
Saint Etienne du Rouvray, France
celia.castro@univ-rouen.fr

Armel Descamps-Mandine
CR Castaing - CNRS
Université de Toulouse
Toulouse , France
armel.descamps@ums-castaing.fr

Cynthia Gillet
I2BC - CNRS
Gif-sur-Yvette, France
cynthia.gillet@i2bc.paris-saclay.fr

Franck Godiard
MEA
Université de Montpellier
Montpellier, France franck.godiard@umontpellier.fr

Jean-Michel Guigner
IMPMC – Paris 6
Université Pierre et Marie Curie
Paris, France
jean-michel.guigner@impmc.upmc.fr

François HOH
CBS - CNRS - INSERM
Université de Montpellier
Montpellier, France
fhoh@hotmail.com

Joséphine Lai Kee Him
CBS - CNRS - INSERM
Université Montpellier
Montpellier, France
josephine.laikeehim@cbs.cnrs.fr

Xavier Legoff
ICSM / L2ME - CNRS
Bagnols-sur-Cèze, France
xavier.legoff@cea.fr

Erwan Oliviero
ICGM - CNRS
Université de Montpellier
Montpellier, France
erwan.oliviero@umontpellier.fr

Celine Musik
MPM
Arcelormittal
Maizières-les-Metz, France
celine.musik@arcelormittal.com

Jean Michel
LRN
Univ. de Reims Champagne Ardenne
Reims, France
jean.michel@univ-reims.fr

Simona Moldovan
GPM - CNRS
Université Normandie - INSA de Rouen
Rouen, France
simona.moldovan@univ-rouen.fr

Allan Mounavaraly
LABOCEA
Quimper, France
allan.mounavaraly@labocea.fr

Laetitia Rapenne
INPGrenoble - Minatec
Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique - CNRS
Grenoble, France
laetitia.rapenne@gmail.com

Sylvain Trepout
Institut Curie - CMIB
Orsay, France
sylvain.trepout@curie.fr

Sofia Trzaska
LSPM - CNRS
Université Paris 13
Villetaneuse, France
zofia.trzaska@lspm.cnrs.fr

Contacts organisation - bureau

Christian Ricolleau
Laboratoire MPQ
Université Diderot, Paris 7
Christian.Ricolleau@univ-paris-diderot.fr

Sergio Marco
Institut Curie - CMIB
Orsay, France
sergio.marco@inserm.fr

Dominique Demaille
INSP, Université Paris 6
demaille@insp.jussieu.fr

Loïc Brunet
BICeL Campus Lille1 - CCMIC
Université Lille 1
Villeneuve d'Ascq, France
loic.brunet@univ-lille1.fr

Guillaume Lathus
JEOL (Europe) SAS, Croissy sur Seine
06.80.48.30.06
lathus@jeol.fr

Contacts Sociétés

Guillaume Brunetti
JEOL (Europe) SAS, Croissy sur Seine
06.80.48.30.09
brunetti@jeol.fr

Daniel Monville
Gatan Western Europe, Evry
06.80.13.51.39
DMonville@gatan.com