

Microscopie électronique à balayage en cellule microfluidique Développements instrumentaux et méthodologiques

L'émergence des microscopies *operando* en milieu liquide est une avancée instrumentale majeure car elle rend enfin possible l'observation dynamique de systèmes chimiques ou biologiques dans un environnement proche de leur état fonctionnel. Dans ce contexte nous avons récemment développé une cellule microfluidique permettant l'imagerie par microscopie X à transmission (STXM) d'échantillons nanométriques en milieu aqueux. En plus de fournir des informations de type morphologique, cette technique renseigne sur la nature chimique et la coordination des atomes présents. Malheureusement les instruments STXM sont peu accessibles à la communauté scientifique car installés uniquement sur des sources de rayons X synchrotrons, les seules capables de fournir la brillance nécessaire pour ce type d'approche. Nous avons donc commencé l'adaptation de la cellule microfluidique à la microscopie électronique à balayage (SEM), technique relativement comparable en termes de résolution spatiale et de capacité d'analyse chimique mais qui est largement plus répandue.

L'objectif de ce stage est de réaliser des expériences preuve de concept consistant à observer en SEM l'évolution d'échantillons solides soumis à un renouvellement continu en solution réactive. Un premier volet du travail consistera à adapter le montage fluide existant aux contraintes du microscope électronique (valeur du vide, encombrement des optiques, évacuation des charges). On pourra ici faire appel à certaines techniques de microfabrication (réalisation de joints d'étanchéité conducteurs par exemple). Un deuxième volet sera centré sur la mise au point des protocoles d'injection des solutions chimiques et d'enregistrement des événements à la surface du solide (caractérisation des temps d'échanges fluidiques, de la résolution spatiale, des possibilités d'analyse élémentaire). On envisagera ici le développement d'échantillons dédiés (dépôt sur substrats de motifs métalliques micrométriques par exemple).

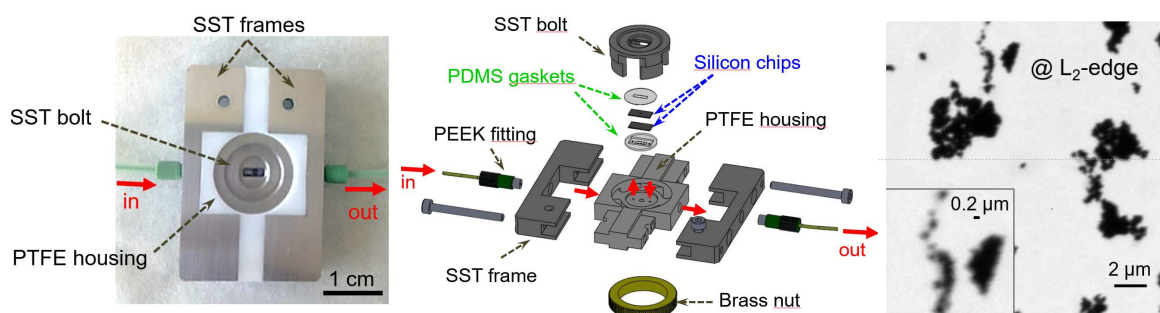
Référence : C. Gosse, S. Stanescu, ... and C. Chevallard. A pressure-actuated flow cell for soft X-ray spectromicroscopy in liquid media. *Lab Chip*, 2020, **20**, 3213-3229.

Lieux du stage : LIONS, IRAMIS, CEA-Saclay et Ligne HERMES, synchrotron SOLEIL, St-Aubin

<https://www.synchrotron-soleil.fr/fr/lignes-de-lumiere/hermes>

<https://iramis.cea.fr/Pisp/lions/index.html#>

Contacts : corinne.chevallard@cea.fr ; stefan.stanescu@synchrotron-soleil.fr



Photographie de la cellule microfluidique dédiée au STXM, schéma éclaté correspondant et images de cristaux de CaCO₃ obtenus avec ce dispositif.

Scanning electron microscopy in a microfluidic cell Instrumental and methodological developments

Emerging *operando* microscopies performed in liquid media represent a significant breakthrough since they enable to observe the dynamics of chemical and biological systems in a state very similar to their functional one. In this context we recently have developed a microfluidic cell allowing us to image nanometer-scale objects in water relying on scanning transmission X-ray microscopy (STXM). In addition to morphological information, this technique also provides the nature and on the coordination of the atoms present in each pixel. Unfortunately, STXM instruments are poorly accessible to the scientific community because they must be installed on synchrotron X-ray sources, the only ones that are bright enough for this type of approach. Thus, we have initiated the adaptation of the microfluidic cell to scanning electron microscopy (SEM), a technique comparable in terms of spatial resolution and chemical analysis but which is much more widespread.

The objective of this internship is to realize proof of concept SEM observations of the evolution of a solid sample submitted to a continuous flow of reactive solution. First, the trainee will adapt the existing fluidic setup to the specificities of electron microscopy (e.g. vacuum level, optics arrangement, and charge accumulation). We here anticipate the use of microfabrication (for instance to mold conductive elastomeric gaskets). Second, protocols will be established to inject the chemical solutions and to record the expected events at the solid surface; for example, it will require the characterization of the fluid exchange times, of the spatial resolution, and of elemental analysis modalities. To achieve these goals dedicated substrates with micropatterned metallic films will have to be prepared.

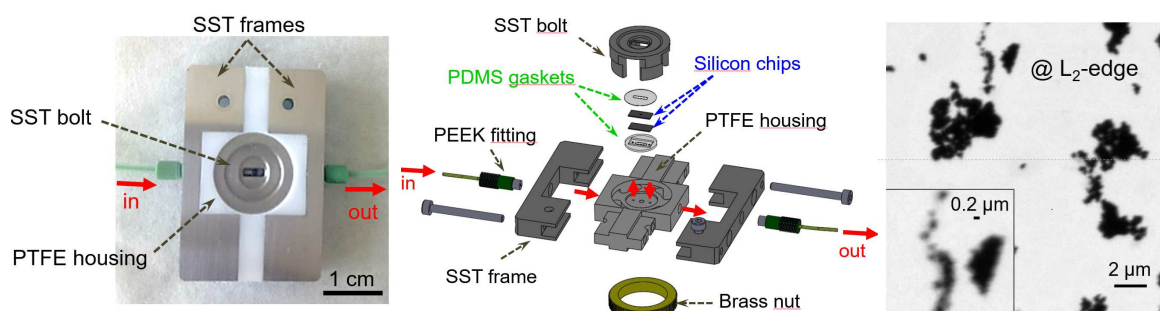
Reference : C. Gosse, S. Stanescu, ... and C. Chevallard. A pressure-actuated flow cell for soft X-ray spectromicroscopy in liquid media. *Lab Chip*, 2020, **20**, 3213-3229.

Places : LIONS, IRAMIS, CEA-Saclay and HERMES beamline, SOLEIL synchrotron, St-Aubin

<https://www.synchrotron-soleil.fr/fr/lignes-de-lumiere/hermes>

<https://iramis.cea.fr/Pisp/lions/index.html#>

Contacts : corinne.chevallard@cea.fr ; stefan.stanescu@synchrotron-soleil.fr



Picture of the microfluidic cell dedicated to STXM, corresponding exploded technical drawing, and images of CaCO_3 crystals obtained with this device.