

RAPPORT DE STAGE CONNAISSANCE DE L'ENTREPRISE

de

Mathieu Calvat

Optical Ptychography

Stage effectué au

Research Complex at Harwell

sous la responsabilité de Ian K. Robinson

durant la période du 2 mai au 29 juillet 2016

Sommaire

Sommaire	2
Remerciements	3
I. Présentation de la structure d'accueil	4
A. Research Complex at Harwell	4
Présentation.....	4
Histoire	4
Organisation.....	4
B. Diamond Light Source	5
Présentation.....	5
Histoire	7
Fonctionnement	7
C. Santé et sécurité au travail	7
II. Sujet technique	9
A. Imagerie par diffraction	9
Principe	9
Avantages et inconvénients des différentes méthodes.....	10
B. Applications : Ptychographie optique	10
Champ lointain.....	11
Champ proche	11
C. Applications : BCDI	12
Reconstruction	12
Conclusion	13
Bibliographie	14

Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier Monsieur René Guinebretière pour m'avoir aidé dans ma recherche de stage ainsi que pour avoir donné de son temps pour définir ce que je recherchais exactement. Je remercie également Monsieur Ian K. Robinson pour m'avoir accepté dans cette structure qu'est le Research Complex at Harwell ainsi que m'avoir donné la possibilité de participer à des expériences au synchrotron. Je souhaite également remercier Fucai Zhang pour son aide et ses conseils pendant ces 3 mois.

I. Présentation de la structure d'accueil

A. Research Complex at Harwell

Présentation

Le Research Complex at Harwell est un laboratoire multidisciplinaire permettant d'effectuer des travaux de recherches de pointe dans les sciences de la vie et en physique. Il est situé sur le site du Rutherford Appleton Laboratory (RAL) regroupant beaucoup d'autres établissements comme le ISIS Neutron Source, le Central Laser Facility, le Biological Solid State NMR Facility et évidemment Diamond Light Source.

Histoire

En 2006, Lord Sainsbury, Ministre de la Science et de l'Innovation, annonça un nouvel investissement scientifique dédié à la construction d'un nouveau complexe de recherche sur le site de Harwell. Ce complexe sera construit adjacent au synchrotron Diamond Light Source permettant ainsi des échanges pour des nécessités d'analyses entre les laboratoires. Ce bâtiment sera adapté pour l'études des sciences de la vie et de la physique. La construction fut terminée en 2009.

Organisation

Souhaitant décrire l'organisation du complexe de recherche, il est important pour moi de décrire l'organisation comme je l'ai vécue. Décrivant d'une part celle du Research Complex pouvant être représentée par un organigramme vis-à-vis de la fonction définie de chaque personne ainsi que celle au sein du groupe où les personnes travaillent ensemble :

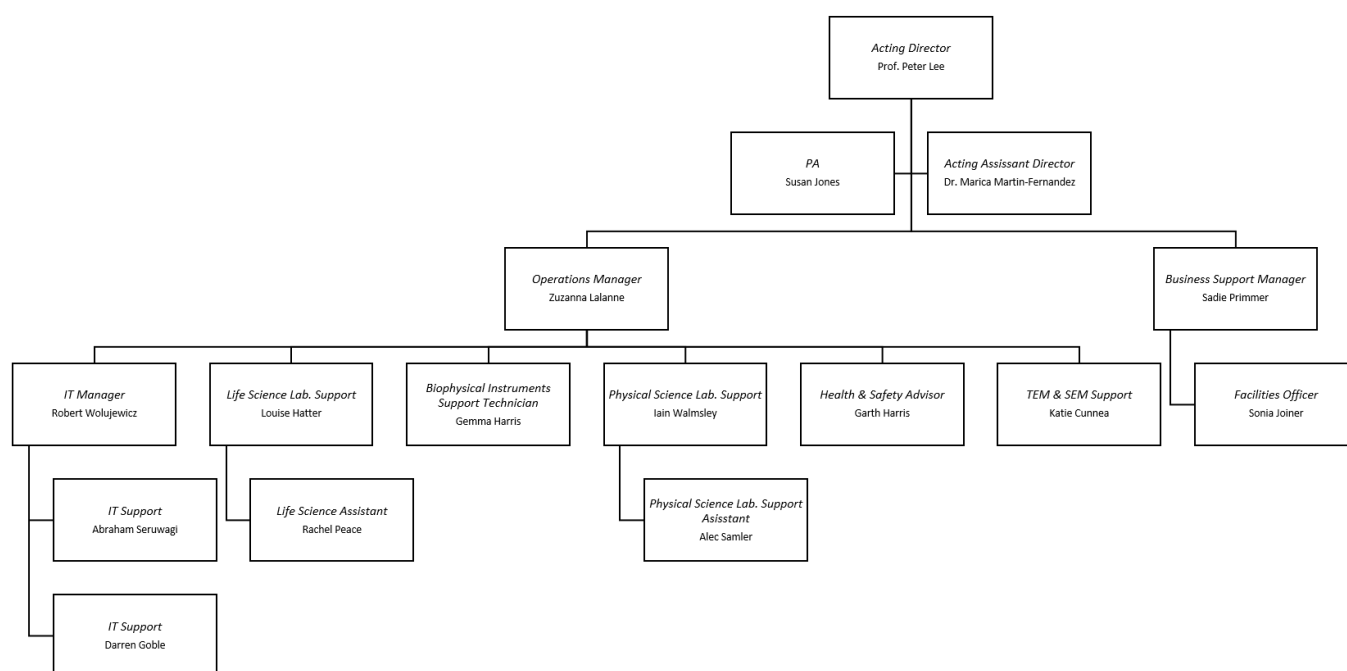


Figure 1 : Organigramme du complexe de recherche

Professor Ian K. Robinson
Dr. Bo Chen
Dr. Malcolm R. Howells
Dr. Xianping Liu
Dr. Graeme R. Morrison
Dr. Mohammed Yusuf
Dr. Fucai Zhang
Archana Bhartiya
Ana Katrina Estandarte
Christophe Lynch

Figure 2 : Membres du groupe de recherche

B. Diamond Light Source

Présentation

Diamond Light Source est un synchrotron de troisième génération permettant d'effectuer des travaux de recherche basés sur les rayons X et ne pouvant être effectués avec des tubes de rayons X vis-à-vis de la brillance et/ou cohérence nécessaire pour effectuer ces travaux. Principalement utilisé par des chercheurs, il peut également être utilisé à des fins industrielles. Le synchrotron est composé de plusieurs lignes ayant chacune ses spécificités (gamme d'énergie, de longueur d'onde, équipements ...) étant donc parfois plus adaptés pour certaines études :

- Coherence Branchline I13-1 : Ligne disposant d'un faisceau cohérent de rayons X obtenu grâce aux multiples fentes et à la distance entre I13 et le « Storage Ring » (voir Figure 4). Ces caractéristiques liées à la cohérence permettent certaines méthodes d'imagerie : Coherent Diffraction Imaging classique (CDI), Ptychographie, Bragg Coherent Diffraction Imaging (BCDI).
- Diamond Manchester Imaging Branchline I13-2 : Ligne disposant également d'un faisceau cohérent de rayons X. Ligne adaptée à la tomographie, permettant d'obtenir des images avec un contraste amélioré dû à la cohérence du faisceau de rayon X et plus généralement approprié pour des études dynamiques physico-chimiques (dépôts électrochimiques, formation de bulles dans du métal fondu, ...) ou biologiques (fonctionnement de la cochlée, partie de l'oreille).

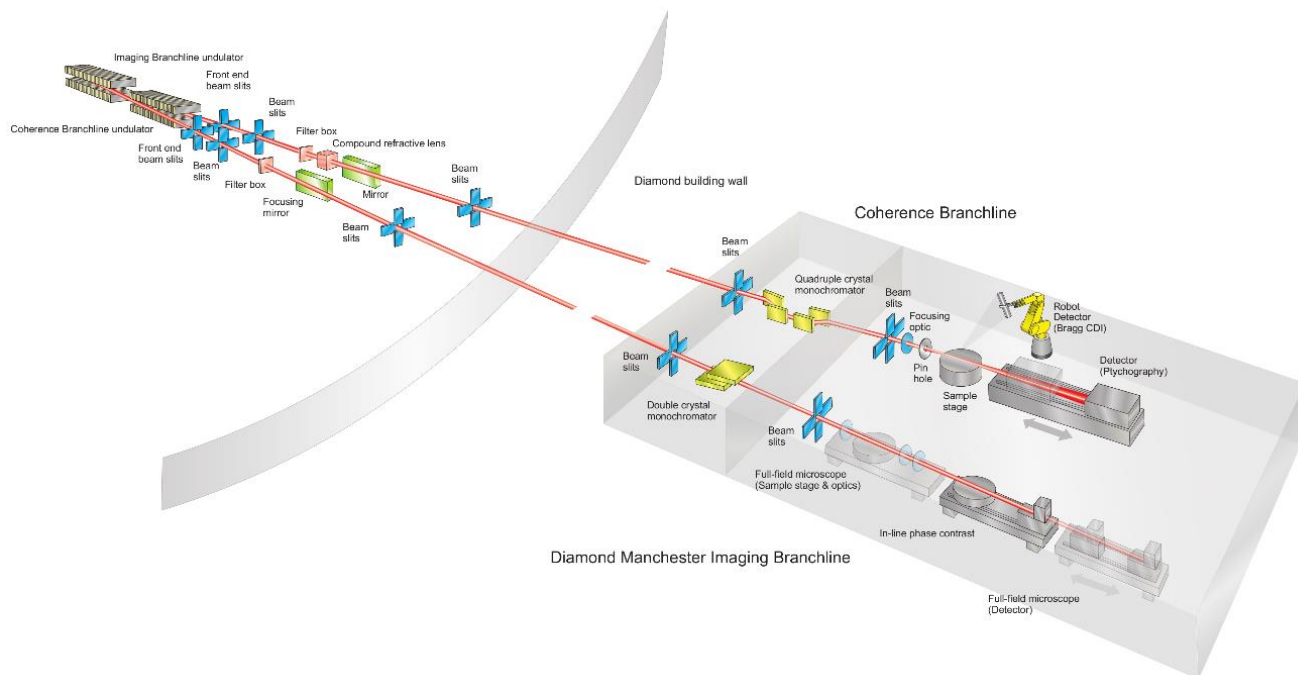


Figure 3 : Schéma décrivant les lignes I13-1 et I13-2

- Materials and Magnetism I16 : Ligne essentiellement dédiée à des mesures de diffraction de très faible intensité comme la diffraction due à l'agencement de charges ou d'orbitales au sein de la structure. Ligne pouvant également être utilisée pour réaliser des mesures sur des nanostructures, films minces et surfaces.

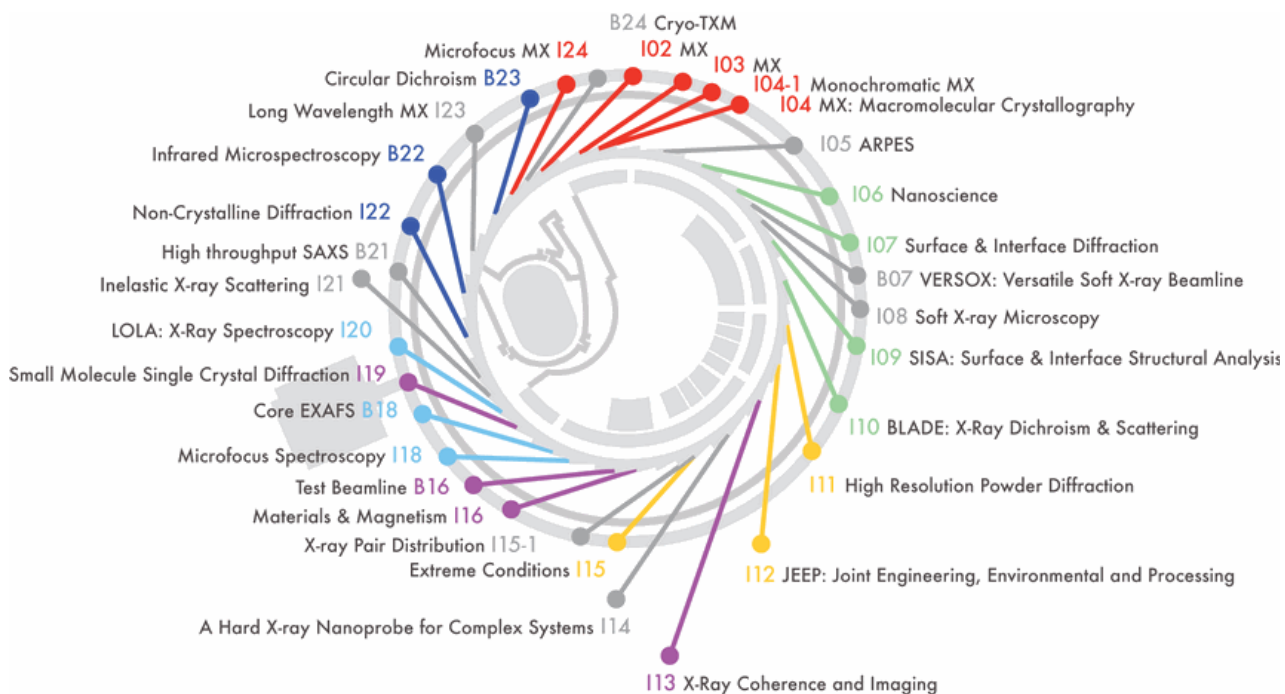


Figure 4 : Différentes lignes du synchrotron Diamond Light Source

Histoire

La construction du synchrotron s'est déroulée en plusieurs phases, la première phase a débutée en 2003, terminée en 2007, permettant l'accès aux 7 premières lignes avec le premier fonctionnement en janvier 2007. La deuxième phase fut complétée en 2012 donnant l'accès à 8 nouvelles lignes et finalement la troisième phase qui donnera l'accès à 32 lignes en 2018.

Fonctionnement

Pour décrire son fonctionnement du synchrotron, il est important de le faire en trois étapes :

- Des électrons sont tout d'abord injectés grâce à un canon à électrons (90 keV) dans le « Linac » puis accélérés jusqu'à une énergie relative de 100 MeV,
- Le flux d'électron est ensuite accéléré dans un premier anneau dit « Booster ring » jusqu'à une énergie relative de 3 GeV avant d'être transféré dans le second anneau,
- Dans cet anneau dit « Storage ring » composé de 24 sections droites ainsi que de 48 dipôles permettant de maintenir le flux dans la bonne trajectoire. Pour créer ce rayonnement synchrotron très intense, il est nécessaire d'utiliser des éléments d'insertions : les onduleurs (possédant un champ magnétique alternatif) permettant de courber la trajectoire du flux d'électrons. Lorsque la trajectoire d'une particule est courbée à proximité de la vitesse de la lumière, un rayonnement est émis de façon tangente à cette trajectoire.

C. Santé et sécurité au travail

Lors de ma première semaine au Research Complex at Harwell, avant de pouvoir effectuer toute manipulation, j'ai participé à différentes formations mettant en avant les risques et dangers (liés aux sciences de la vie et à la physique). Plus particulièrement étant amené à faire des expériences de ptychographie optique, j'ai suivi une formation décrivant les risques des lasers ainsi que la réglementation en vigueur permettant de classer les lasers et les bonnes pratiques pour leur utilisation.

Ayant participé à plusieurs expériences au synchrotron, J'ai pu recevoir une formation d'une heure dispensée par une des personnes responsables de la ligne. Cette formation regroupant d'une première part, les issues de secours et les extincteurs, ainsi que les différents dangers liés aux rayons X et à leur intensité. Cette formation regroupait également les pratiques liées au « hutch », salle où se trouve l'expérimentation soumise aux rayonnements X :

- Tout d'abord l'obturateur doit être fermée via l'ordinateur pour pouvoir pénétrer dans le « hutch »,
- Avant d'y accéder, il est important de se munir d'un compteur Geiger au cas où un dysfonctionnement serait survenu à l'étape précédente, dans le cas où des bouteilles de gaz sont utilisées (azote par exemple), on se munit également d'un détecteur de d'oxygène signalant si le pourcentage descend en dessous de 20%,

- Avant de ressortir du « hutch » suite aux interventions manuelles, il est important de presser 3 ou 4 boutons (nombre dépendant de la ligne) situés à différents endroits de façon à effectuer une recherche pour qu'aucune personne ne reste à l'intérieure,
- Suite à la fermeture de la porte et à l'appui du dernier bouton, les lumières s'éteignent à l'intérieure du « hutch » laissant apparaître des lumières bleues ainsi qu'une sirène retentissant pendant 15 secondes avant l'ouverture de l'obturateur laissant une occasion d'annuler cette action grâce à une pression sur un des poussoirs « beam stop ».

De plus, on peut également trouver à l'intérieur du « hutch » plusieurs actionneurs permettant l'arrêt de tous les moteurs en cas de pression.

II. Sujet technique

A. Imagerie par diffraction

Principe

La ptychographie est une des méthodes d'imagerie par diffraction en champ lointain, n'utilisant aucune lentille et s'affranchissant alors des aberrations liées aux lentilles. De façon plus générale, on collecte des diagrammes de diffraction d'un objet grâce à une source cohérente (laser par exemple). Dans le cas de diffraction en champ lointain, l'onde diffractée résulte $F(u)$ directement de la fonction de densité de l'objet $f(x)$

$$\mathcal{F}[f(x)] = \int f(x)e^{i2\pi(ux)}dx = F(u)$$

$$\mathcal{F}^{-1}[F(u)] = \int F(u)e^{-i2\pi(ux)}dx = f(x)$$

Avec x définissant les coordonnées réelles, et u définissant les coordonnées dans l'espace réciproque liés aux transformations de Fourier directes et inverses des deux équations ci-dessus. L'onde diffractée étant une onde complexe, on peut l'écrire de la façon suivante :

$$|F(u)| = F(u)e^{i\psi u}$$

Cependant lorsque l'on collecte les clichés de diffraction, on collecte uniquement la partie relative à l'intensité c'est-à-dire $|F(u)|^2$ perdant ainsi l'information relative à la phase. Dans les techniques d'imagerie conventionnelle, les lentilles permettent de réaliser la transformation de Fourier inverse, mais en absence de lentilles, on réalise cette étape grâce à un algorithme basé généralement sur une méthode itérative. Le problème principal réside dans la convergence des algorithmes, on souhaite une convergence vers un minimum global cependant, il peut arriver qu'ils convergent vers un minimal local qui n'est pas la solution recherchée. Pour cela on applique successivement des contraintes à l'objet dans l'espace réel et dans l'espace réciproque :

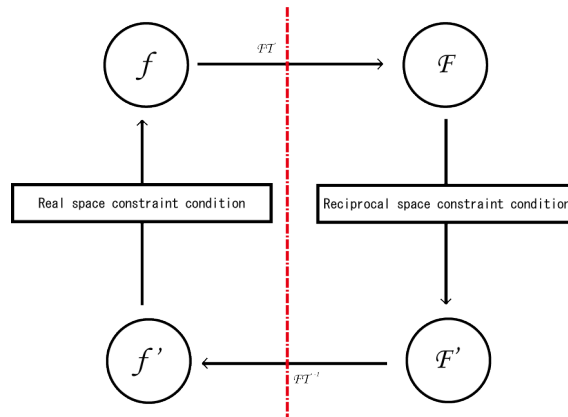


Figure 5 : Principe de fonctionnement de la méthode itérative pour retrouver la phase de l'onde

On utilise généralement une alternance de deux différents algorithmes :

- Le premier algorithme ER (Error Reduction) permet de converger rapidement vers le minimum le plus proche grâce à la projection des données sur une première contrainte étant l'amplitude dans l'espace réel et une seconde contrainte étant le support dans l'espace réciproque. Cet algorithme se déroule en 4 étapes :

1. $F_k(u) = \mathcal{F}(f_k(x))$
2. $F'_k(u) = |F_k(u)|e^{-i\phi_k(u)}$
3. $g'_k(x) = \mathcal{F}^{-1}(F'_k(u))$
4. $f_{k+1}(x) \equiv \begin{cases} f'_k(x) & \text{si } x \notin S \\ 0 & \text{si } x \in S \end{cases}$

- Le second algorithme HIO (Hybrid Input Output) étant une modification de l'algorithme ER permettant de réduire la probabilité de stagnation et accordant la possibilité de quitter un minimum n'étant pas le minimum global. Cette modification intervient à la quatrième étape sous la forme de l'introduction d'une correction :

$$4. f_{k+1}(x) \equiv \begin{cases} f'_k(x) & \text{si } x \notin S \\ f_k(x) - \beta f'_k(x) & \text{si } x \in S \end{cases}$$

Avantages et inconvénients des différentes méthodes

La ptychographie est une méthode où un grand nombre de cliché est collecté permettant à priori à la méthode itérative via les différents algorithmes de converger plus facilement vers la solution grâce à un recoupement des zones ayant fourni les clichés de diffraction. Cette méthode pouvant aussi bien être appliquée à des échantillons biologiques que physiques. Cependant cette méthode nécessitant un grand nombre de clichés de diffraction, des dommages peuvent parfois être observés en fonction de l'énergie du rayonnement et du temps d'exposition.

B. Applications : Ptychographie optique

La ptychographie est une méthode générale pouvant être utilisée avec différentes longueurs d'onde, la configuration utilisée au laboratoire fonctionne avec une source cohérente de longueur d'onde 538 nm.

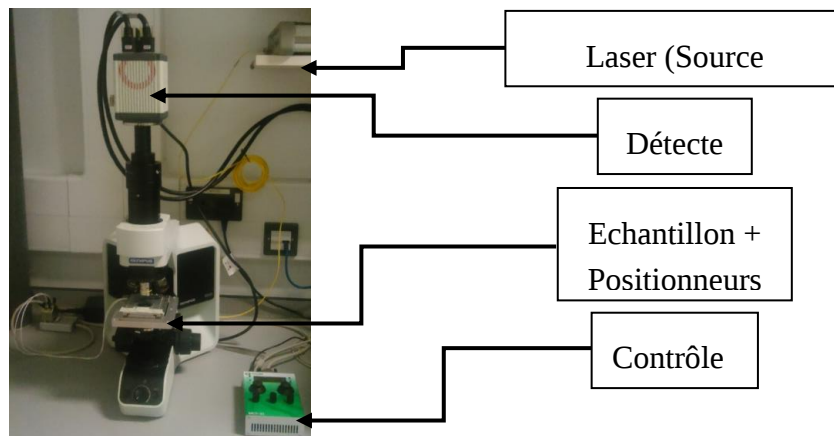


Figure 7 : Installation de ptychographie optique

Champ lointain

Appelée également diffraction de Fraunhofer, définie par la condition $\frac{a^2}{L\lambda} \ll 1$, avec a dimension de l'ouverture, λ la longueur d'onde et L la distance entre le détecteur ou l'observateur et l'ouverture. Dans ce premier cas, la limite de la technique provient directement de la diffraction de l'onde par l'objet.

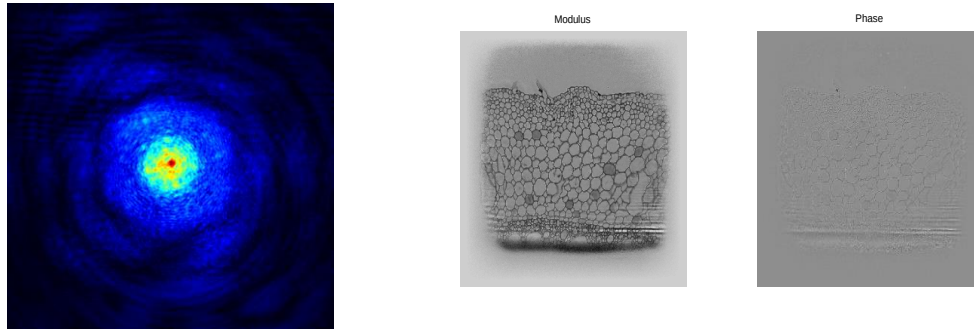


Figure 8 : Figure de diffraction en champ lointain et reconstruction associée

Champ proche

Appelée également diffraction de Fresnel, définie par la condition $\frac{F\theta^2}{4} \ll 1$, avec $\theta \approx \sin(\theta) = \frac{a}{L}$, valable pour de petits angles. Différente de la diffraction de Fraunhofer prenant en compte la courbure du front d'onde pour décrire le phénomène de diffraction. Dans ce second cas, la limite de la technique provient généralement de la taille des pixels du détecteur, la figure de diffraction n'occupant pas la totalité du détecteur, la précision provient du pouvoir de résolution lié à la taille des pixels.

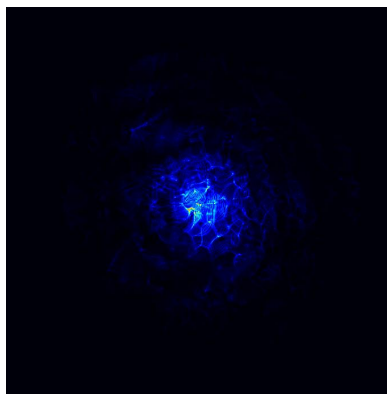


Figure 9 : Figure de diffraction en champ proche

C. Applications : BCDI

Bragg Coherent Diffraction Imaging est un cas particulier de la technique d'imagerie CDI dans les conditions de Bragg. C'est une technique particulièrement adaptée à l'étude des nanocristaux permettant d'accéder à la densité électronique complexe en trois dimensions, plus sensible aux défauts structuraux que la distance entre les atomes. Il est alors possible de décrire le champ de déplacement si $\vec{r}$ représente la position réelle d'un atome et $\vec{r}_0$ la position idéale qu'il devrait occuper :

$$u(r) = \vec{r} - \vec{r}_0$$

Alors on peut exprimer l'amplitude diffractée pour une diffraction cohérente et monochromatique :

$$A(\vec{s}) = \int \rho(\vec{r}) e^{-2\pi i \vec{r} \cdot \vec{s}} e^{-i \vec{s} \cdot u(r)} d\vec{r} = FFT(g(\vec{r}))$$

L'information collectée au détecteur n'est autre que $I(\vec{s}) = |A(\vec{s})|^2$, grâce aux algorithmes, il est possible de reconstruire la densité électronique complexe $g(\vec{r})$ autour du point en condition de Bragg. Cette densité électronique regroupe d'une part l'amplitude correspondant à la forme du cristal et d'autre part la phase liée à $u(r)$, pouvant être liée aux contraintes grâce à l'équation suivante :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right)$$

Reconstruction

Matlab a été utilisé pour effectuer la reconstruction du cristal ou plutôt du domaine au sein du cristal ayant permis de collecter ces clichés de diffraction, grâce au code Matlabphasing_ver_1.1 écrit par Jesse Clark (UCL). Ce code est capable de répondre à beaucoup de différentes problématiques disposant de variables pouvant être ajustées manuellement. Cependant certains paramètres peuvent être très sensibles, ne permettant plus aux algorithmes de converger vers le minimum global en dehors de cet intervalle. Essayant de trouver les paramètres optimaux pour la reconstruction d'un nanocristal d'or qui pourraient éventuellement être utilisés pour d'autres reconstructions. Après plusieurs essais et ayant eu recours à un carré gréco-latin pour optimiser les différents paramètres, il est possible d'observer les facettes du nanocristal d'or ainsi qu'une zone présentant un déphasage causé par un défaut structural :

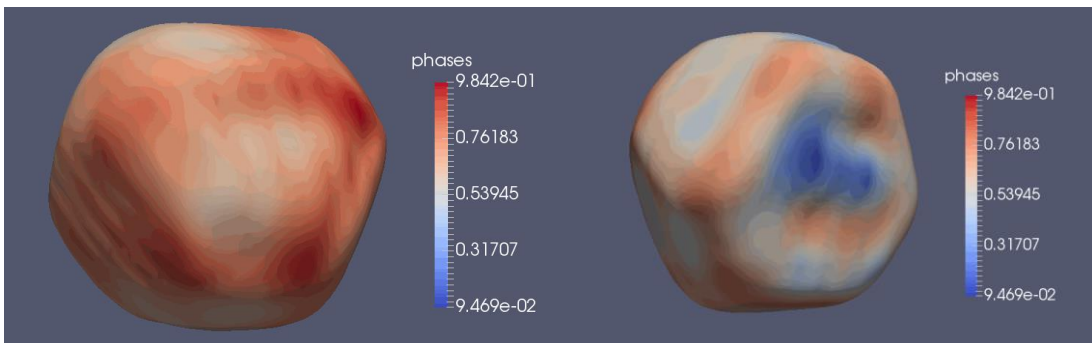


Figure 10 : Différentes vues de la reconstruction d'un nanocristal d'or

Ces paramètres ont ensuite été utilisés pour réaliser d'autres reconstructions dont la reconstruction d'un nanocristal de zéolithe dont l'étude a été réalisée à l'Advanced Photon Source.

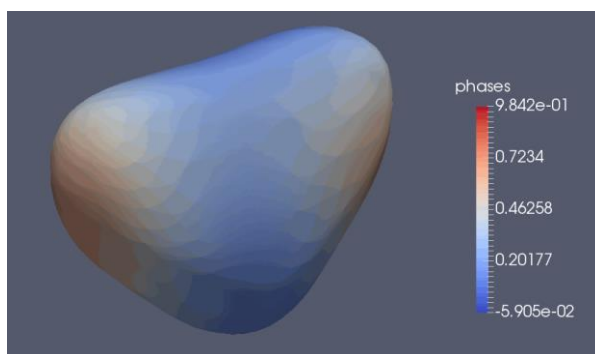


Figure 11 : Reconstruction d'un nanocristal de zéolithe

Conclusion

Ce stage de 3 mois au Research Complex at Harwell était relativement différent de mes précédents stages en milieu industriel que j'ai pu effectuer pendant mon cursus. J'ai participé à quatre expériences au synchrotron ayant différents objectifs mais j'ai été impressionné par les conditions extrêmes et la précision dans lesquelles pouvaient être effectuées les mesures (très basse température, ultravide, mouvements précis au nanomètre).

J'ai réalisé que la recherche était relativement différente de l'idée que je m'en étais faite durant mes études : les différents groupes de recherche travaillent rarement en commun, travaillant sur des sujets différents. Cependant le travail au sein du groupe reste relativement orienté dans une direction commune.

Ce stage m'a permis de pratiquer l'anglais d'une façon bien différente de celle enseignée dans le cadre scolaire. J'ai également appris à utiliser Matlab réellement différent de Scilab, pour écrire de nombreux codes.

Pendant ces trois mois j'ai également participé à l'organisation du séminaire UK Bio XFEL regroupant des scientifiques du monde entier pour décrire les avancées scientifiques possibles et réalisées avec la quatrième génération de synchrotron appliquée à la biologie.

Bibliographie

Shechtman Y., Eldar Y.C., Cohen O., Chapman H.N., Miao J., Segev M. (May 2015) Phase Retrieval with Application to Optical Imaging, IEEE Signal Processing Magazine, pages 87-109,

Henry Charlesworth (2012), Optical Ptychography of Calcite Thin Films, 7 pages

Javed Choudbourny (31st march 2011), The Use of Ptychographical Methods to Analyse Stacking Faults, 41 pages,

Qiaoen Luo (20th March 2013), Optical Ptychographic Phase Tomography, 57 pages

Ephanielle Verbanis, Study of Chromosome using Ptychographic Phase Retrieval Method, 13 pages,

Annafee Azad (2014), Optical Ptychographic Imaging, 13 pages

Kris Robert Wallace (March 2009), Testing the Feasibility of Using Ptychographical Methodes in Determining the Structure in the D-Bonding from Rat Tail Tendon Collagen, 33 pages,

Gurvinder Singh Sandhar (March 2012), Biomineralisation: Calcite Structure in Sea Urchins Tests using X-ray Ptychography, 48 pages

Sumin Chung (20th August 2015), Measuring Human Chromosomes using Confocal Microscopy and and Ptychography, 35 pages,

Fucaï Zhang, Isaac Peterson, Joan Vila-Comala, Ana Diaz, Felisa Berenguer, Richard Bean, Bo Chen, Andreas Menzel, Ian K. Robinson, John M. Rodenburg (2013), Translation Position Determination in Ptychographic Coherent Diffraction Imaging, OSA Publishing, Vol. 21, Issue 21,

Odstricil M., Baksh P., Boden S.A., Card R., Chad J.E., Frey J.G., Brochlesby W.S. (18th April 2016), Ptychographic Coherent Diffractive Imaging with Orthogonal Probe Relaxation, OSA Publishing, Vol. 24, Issue 8,

James R. Fienup (21st December 2012), Phase Retrieval Algorithms : A Personal Tour [Invited], OSA Publishing, Vol. 52, No. 1, 12 pages

Gang Xiong, Oussama Moutanabbir, Manfred Reiche, Ross Harder, Ian K. Robinson (December 2014), Advanced Mater, Vol 26.